

**U.F.R Sciences & Techniques Matières et Procédés**

**École Doctorale PROMEN**

**Département de Formation Doctorale en Mécanique et Énergétique**

## **Thèse**

**Présentée pour l'obtention du titre de**

**Docteur de l'Université Henri Poincaré, Nancy I**

**en Mécanique et Énergétique**

**par Frédéric MOLLET**

# **Contribution à l'étude de l'écoulement d'un fluide thixotrope**

**Soutenue publiquement le 20 septembre 1996**

**Membres du Jury :**

<b>Président</b>	<b>: Albert MAGNIN</b>	<b>Chargé de Recherche CNRS, Grenoble</b>
<b>Rapporteurs</b>	<b>: Hassan PEERHOSSAINI</b>	<b>Professeur à l'Université de Nantes</b>
	<b>Olivier SCRIVENER</b>	<b>Directeur de Recherche CNRS, Strasbourg</b>
<b>Examineurs</b>	<b>: Joël HARDY</b>	<b>Professeur à l'INP de Lorraine, Vandœuvre</b>
	<b>Michel LÉBOUCHÉ</b>	<b>Professeur à l'UHP, Nancy (directeur de thèse)</b>
	<b>René DEVIENNE</b>	<b>Professeur à l'UHP, Nancy</b>
<b>Invités</b>	<b>: Chérif NOUAR</b>	<b>Chargé de Recherche CNRS, Vandœuvre</b>
	<b>Salaheddine SKALI-LAMI</b>	<b>Maître de Conférence à l'UHP, Nancy</b>

Quand, à l'idée d'une grande entreprise conçue pour l'avantage de l'humanité, pour l'intérêt de la navigation et du commerce, pour l'avancement des sciences, pour l'honneur d'une nation; quand, à l'image alarmante des périls et des travaux, partage des hommes audacieux qui osent embrasser dans la ligne de leur course le globe entier que nous habitons; quand, dis-je, à de si grands objets il vient se mêler une de ces pensées mélancoliques et profondes qui rappellent à l'homme et sa faiblesse impuissante et le néant de sa grandeur, on est sûr d'intéresser non seulement le philosophe et le savant de profession, mais les hommes de toutes classes, tous ceux qui portent un coeur sensible à l'infortune de leurs semblables.

"*Voyage Autour du Monde*"

*Jean-François de Galaup, Comte de Lapérouse*

## SOMMAIRE GENERAL

Noneclature

Introduction

### Mise en œuvre de la Thixotropie

Chapitre 1 : Bibliographie

I.1. Généralité sur l'écoulement des fluides .....	15
I.2. La thixotropie.....	21
I.3. Les fluides thixotropes.....	27
I.4. Ecoulement des fluides thixotropes .....	44
Conclusion .....	57

Chapitre II : Description de la veine expérimentale

Introduction.....	63
II.1. Description globale de la veine d'essais .....	65
II.2. Création de l'écoulement à débit imposé.....	69
II.3. Technique et moyens de mesures .....	73
II.4. Détermination des profils de vitesse par vélocimétrie ultrasonore .....	76

Chapitre III : Rhéologie du fluide modèle thixotrope

Introduction.....	87
III.1. Moyens viscosimétriques et fluide modèle .....	88
III.2. Modèle à deux lois de comportement .....	91
III.3. Modèle à une loi de comportement.....	110
III.4. Tentative de modélisation physique de la thixotropie .....	112
III.5. Modélisation des cycles d'hystérésis.....	122
Conclusion .....	133

## SOMMAIRE GENERAL

### Eléments de Mécanique des Fluides Thixotropes

#### Chapitre IV : Etude de la chute de pression en conduite

Introduction .....	141
IV.1. Emploi du terme "chute de pression" .....	142
IV.2. Incidence de l'histoire rhéologique sur l'écoulement du fluide.....	143
IV.3. Evolution du $\Delta P$ dans le temps .....	148
IV.4. Etude de l'évolution du $\Delta P$ avec la vitesse débitante, à l'équilibre .....	152
IV.5. Pertes de charges sur un tronçon de 393 cm de long .....	158
Conclusion .....	164

#### Chapitre V : Etude de la chute de pression en conduite

Introduction .....	171
V.1. Disposition expérimentales propres à notre étude .....	172
V.2. Etude du démarrage de l'écoulement.....	174
V.3. Etude dans la cône de rétrécissement.....	178
V.4. Evolution des profils de vitesse dans la conduite.....	190
V.5. Simulation de l'évolution des profils de vitesse .....	198
Conclusion .....	207

#### Conclusion générale

#### Références bibliographiques

## NOMENCLATURE

$a$	:	paramètre de déstructuration
$a^*$	:	rapport contrainte seuil sur contrainte pariétale
$b$	:	paramètre de restructuration
$B_m$	:	intensité du champ magnétique (T)
$B^*$	:	vitesse de déstructuration
$c$	:	paramètre de restructuration
$c^*$	:	célérité d'une onde ultrasonore (m/s)
$C, C'$	:	paramètre de déstructuration ou de restructuration de la structure
$C_f$	:	coefficient de frottement
$C_p$	:	chaleur spécifique (J/Kg.°C)
$D$	:	diamètre (m)
$\bar{D}$	:	tenseur des taux de déformation
$E$	:	taux de variation de la contrainte (Pa/s)
$g$	:	accélération de la pesanteur (m.s-2)
$G$	:	module de rigidité (Pa)
$f_0$	:	fréquence des ultrasons (MHz)
$f_{\text{pulsation}}$	:	fréquence de pulsation des ultrasons (Hz)
$\bar{f}_{\text{ext}}$	:	vecteur forces extérieures
$\bar{I}$	:	tenseur unité
$J$	:	complaisance élastique (Pa-1)
$K$	:	consistance (Pa.sn)
$L$	:	longueur (m)
$L_{\text{elast}}$	:	limite élastique (MPa)
$L_n$	:	longueur de la zone cylindrique de l'onde ultrasonore
$n$	:	indice d'écoulement à l'équilibre
$m$	:	indice d'écoulement isostructure
$M$	:	couple (N.m)
$p,r,s$	:	ordre de réaction
$\hat{p}$	:	pression motrice (Pa)
$P$	:	pression (Pa)
$q_v$	:	débit volumique (m <sup>3</sup> /s)
$Q$	:	puissance des sources de chaleurs (W)
$R$	:	rayon (m)
$S$	:	surface de thixotropie (Pa.s-1)
$t$	:	temps (s)
$T$	:	température (°C)

$u$	:	vitesse axiale (m/s)
$u^*$	:	projection de la vitesse axiale sur l'axe de tir des ultrasons (m/s)
$\vec{U}(u,v)$	:	vecteur champ de vitesse
$\bar{U}$	:	vitesse débitante (m/s)
$U_i$	:	tension induite (V)
$V$	:	vitesse d'avance du piston (m/s)
$x$	:	position du point de mesure ultrasonore (m)
$x_{max}$	:	position du dernier point de mesure ultrasonore (m)
$X$	:	charge hydraulique (m de colonne d'eau)

#### lettres grecques

$\alpha$	:	angle de pénétration de l'onde ultrasonore (°)
$\delta$	:	angle d'ouverture du cône du rhéomètre
$\gamma$	:	déformation
$\dot{\gamma}$	:	vitesse de cisaillement ou de déformation (s-1)
$\varphi$	:	fonction de dissipation visqueuse
$\xi$	:	taux de variation de la vitesse de cisaillement (s-2)
$\kappa$	:	fraction massique (%)
$\lambda$	:	structure du fluide thixotrope
$\lambda^*$	:	conductibilité thermique (W/m.°C)
$\lambda_{onde}$	:	longueur d'onde (m)
$\Lambda$	:	temps caractéristique de l'évolution de la structure (s)
$\mu$	:	viscosité (Pa.s)
$\theta$	:	angle d'ouverture du cône de l'onde ultrasonore (°)
$\omega$	:	vitesse de rotation
$\bar{\Omega}$	:	tenseur des taux de rotation
$\chi$	:	angle de déformation de l'échantillon lors des tests rhéologiques (rad)
$\rho$	:	masse volumique (kg/m <sup>3</sup> )
$\tau$	:	contrainte (Pa)
$\bar{\tau}$	:	tenseur des contraintes (Pa)
$\zeta$	:	position angulaire de la ligne de courant dans le cône (rad)

#### indice

app	:	apparent	i	:	incidente	ref	:	référence
D	:	Doppler	int	:	intérieur	0	:	t=0 s
émis	:	émission	max	:	maximum			
eq	:	équilibre	p	:	pariétal			
g	:	généralisé	r	:	réfractée			

# *Introduction*

Le travail de thèse que nous présentons ici a pour sujet l'écoulement en conduite d'un fluide modèle thixotrope. Cette étude a été menée au sein du Laboratoire d'Energétique de Mécanique Théorique et Appliquée de Nancy.

L'intérêt porté aux fluides thixotropes est de plus en plus grand. En effet, la plupart des fluides n'ont pas un comportement caractérisé par des lois indépendantes du temps. Et si jusqu'à présent le comportement à l'équilibre suffisait, de plus en plus souvent scientifiques et industriels cherchent et attendent des descriptions plus réelles de l'écoulement des fluides complexes.

Nous souhaitons, par ce travail, apporter de nouvelles informations sur l'écoulement et le comportement rhéologique des fluides thixotropes.

Le **chapitre 1** est traditionnellement réservé à l'étude bibliographique. Dans celle-ci, nous précisons la situation des fluides thixotropes par rapport aux autres fluides, nous montrerons qu'un grand nombre de modèles rhéologiques a été développé pour décrire le comportement de ces fluides. Nous présenterons ensuite les études faites sur l'écoulement en conduite de ces fluides.

Cette étude a nécessité la conception et la réalisation d'une nouvelle veine expérimentale. Dans le **chapitre 2**, nous présentons les différents éléments composant cette veine mesures. Une nouvelle technique de mesure a été mise en place pour observer les profils de vitesse; la vélocimétrie ultrasonore à effet Doppler pulsé. Dans ce même chapitre, nous présentons cette technique et les moyens de la mettre en oeuvre.

Avant de passer aux éléments de mécaniques de l'écoulement d'un fluide thixotrope modèle, nous proposons, dans le **chapitre 3**, une large étude rhéologique du fluide modèle. Cette étude s'attache à déterminer les paramètres rhéologiques des différents modèles que nous proposons pour décrire le fluide thixotrope. Pour ce faire, nous avons réalisé une grande diversité de tests rhéologiques.

Le **chapitre 4**, comme le suivant, concerne l'écoulement en conduite proprement dit. Dans ce chapitre nous relatons l'étude des chutes de pression dans la conduite lors d'écoulements établis mais aussi en situation de démarrage de l'écoulement. Nous montrerons l'importance de l'histoire du fluide.

Grâce à l'utilisation de la vélocimétrie ultrasonore, nous pouvons proposer une étude du champ de vitesse dans la conduite. C'est l'objet du **chapitre 5**. Nous montrerons l'importance du caractère thixotrope du fluide sur l'écoulement, aussi bien en écoulement établi, que lors du démarrage de l'écoulement.

*Mise en œuvre de la Thixotropie*

*Chapitre I*  
*Bibliographie*

## SOMMAIRE

I.1. Généralités sur l'écoulement des fluides.....	15
I.1.1. Equations de la mécanique des milieux continus .....	15
I.1.2. Classification des fluides et lois de comportement.....	16
I.1.2.1. Les fluides newtoniens.....	17
I.1.2.2. Les fluides non Newtoniens .....	17
I.2. La Thixotropie .....	21
I.2.1. Histoire et approche de la thixotropie.....	21
I.2.2. Les modèles .....	22
I.2.3. Description d'un modèle particulier .....	23
I.2.4. Surface de thixotropie.....	25
I.3. Les fluides thixotropes.....	27
I.3.1. Modèle exponentiel.....	27
I.3.2. Modèle de Weltman [10] .....	29
I.3.3. Etude à contrainte imposée .....	31
I.3.4. Caractérisation de crèmes de fromages.....	34
I.3.5. Travaux de De Kee & coll. ....	35
I.3.6. Travaux de Maingonnat & coll. sur une suspension de Veegum .....	38
I.3.7. Etude de Kemblowski & coll.....	40
I.3.8. Etude de la surface de thixotropie.....	42
I.4. Ecoulement des fluides thixotropes .....	44
I.4.1. "Influence de la thixotropie sur l'écoulement en conduite" Zitny (1975).....	44
I.4.2. Modélisation de l'écoulement d'une sauce béchamel thixotrope (1988).....	45
I.4.3. Travaux de Kemblowski, Dziubinski et Petera (1980).....	46

## Bibliographie

---

I.4.4. "Hydraulique en Charge de fluides thixotropes " Toure (1995).....	49
I.4.4.1. Rhéologie .....	49
I.4.4.2. Dispositif expérimental .....	50
I.4.4.3. Etude globale.....	51
I.4.4.4. Définition du coefficient de frottement Cf.....	52
I.4.4.4.1. Nombre de Reynolds pour un fluide à seuil .....	52
I.4.4.4.2. Coefficient de frottement pour un fluide thixotrope.....	53
I.4.4.4.3. Résultats expérimentaux.....	54
I.4.4.5. Etude locale de l'écoulement.....	55
Conclusion .....	57

## I.1. Généralités sur l'écoulement des fluides

### I.1.1. Equations de la mécanique des milieux continus

Lorsque l'on souhaite étudier l'écoulement d'un liquide, on se réfère aux lois de bilans de la mécanique des milieux continus. Nous utilisons alors l'équation fondamentale de la dynamique ou bilan de quantité de mouvement (1), ainsi que l'équation du bilan de masse ou équation de continuité (2). Afin d'étudier les transferts thermiques une troisième relation est nécessaire, celle du bilan d'enthalpie ou équation de la chaleur (3).

$$(1) \quad \rho \left( \frac{\partial \vec{U}}{\partial t} + \vec{U} \cdot \nabla \vec{U} \right) = \nabla \cdot \bar{\tau} + \rho \vec{f}_{\text{ext}}$$

$$(2) \quad \frac{\partial \rho}{\partial t} + \text{div}(\rho \vec{U}) = 0$$

$$(3) \quad \rho C_p \left( \frac{\partial T}{\partial t} + \vec{U} \cdot \nabla T \right) = Q + \varphi + \text{div}(\lambda \nabla T)$$

Dans ces relations,  $\vec{U}$  est le vecteur champ de vitesses,  $\bar{\tau}$  le tenseur des contraintes,  $\vec{f}_{\text{ext}}$  le vecteur forces extérieures,  $\rho$  la masse volumique du fluide,  $C_p$  sa chaleur spécifique, toutes deux considérées comme constantes,  $T$  la température,  $Q$  la puissance des sources de chaleurs et  $\varphi$  la fonction de dissipation visqueuse :

$$(4) \quad \varphi = \text{trace}(\bar{\tau} \otimes \nabla \vec{U})$$

A ces lois fondamentales, il convient d'ajouter une équation caractérisant le fluide. Cette relation est la loi de comportement; elle relie le tenseur des taux de déformation  $\bar{D}$  au tenseur des contraintes  $\bar{\tau}$ .

Par exemple, pour un fluide newtonien, la loi de comportement est la suivante :

$$(5) \quad \bar{\tau} = -P\bar{I} + 2\mu\bar{D}$$

Où  $P$  est la pression,  $\bar{I}$  le tenseur unité et  $\mu$  la viscosité dynamique.

Plus généralement, les lois de comportement se mettent sous la forme suivante :

$$(6) \quad \bar{\tau} = \Phi(\bar{D})$$

Où  $\Phi$  est une fonction des taux de déformation. Le principe d'indifférence matérielle implique que  $\Phi$  soit une fonction isotrope. D'après P. Germain [1], la relation (6) doit nécessairement avoir la forme :

$$(7) \quad \bar{\tau} = \Phi_0\bar{I} + \Phi_1\bar{D} + \Phi_2\bar{D}^2$$

$\Phi_0$ ,  $\Phi_1$  et  $\Phi_2$  sont les fonctions scalaires des trois invariants élémentaires du tenseur des taux de déformation  $\overline{\overline{D}}$ .

Ces trois invariants sont :

$$(8) \quad \begin{aligned} D_I &= \text{trace}(\overline{\overline{D}}) \\ D_{II} &= \frac{1}{2} \left( \text{trace}^2(\overline{\overline{D}}) - \text{trace}(\overline{\overline{D}^2}) \right) \\ D_{III} &= \det(\overline{\overline{D}}) \end{aligned}$$

Le tenseur des taux de déformation  $\overline{\overline{D}}$  se définit par décomposition du tenseur gradient de vitesse en deux tenseurs, symétrique et antisymétrique,  $\overline{\overline{D}}$  et  $\overline{\overline{\Omega}}$  :

$$(9) \quad \overline{\overline{\nabla \vec{U}}} = \overline{\overline{D}} + \overline{\overline{\Omega}}$$

$\overline{\overline{D}}$  est le tenseur des taux de déformation, il s'écrit :

$$(10) \quad \overline{\overline{D}} = \frac{1}{2} \left( \overline{\overline{\nabla \vec{U}}} + (\overline{\overline{\nabla \vec{U}}})_{\tau} \right)$$

$\overline{\overline{\Omega}}$  est le tenseur taux de rotation, il s'écrit :

$$(11) \quad \overline{\overline{\Omega}} = \frac{1}{2} \left( \overline{\overline{\nabla \vec{U}}} - (\overline{\overline{\nabla \vec{U}}})_{\tau} \right)$$

Dans tous les cas de figure, le premier invariant est égal à la divergence du champ de vitesses.

$$(12) \quad D_I = \text{div}(\vec{U}) = \nabla \cdot \vec{U}$$

Dans le cas d'un fluide incompressible le bilan de masse (2) nous indique que la divergence de  $\vec{U}$  est nulle.  $\Phi_0$ ,  $\Phi_1$  et  $\Phi_2$  sont alors uniquement fonction du second et du troisième invariants élémentaires. De plus, lorsque le fluide est au repos, la seule contrainte s'exerçant sur une particule fluide est la pression, il vient donc :

$$(13) \quad \Phi_0 = -P$$

En résumé, nous pouvons écrire que la loi de comportement a la forme suivante :

$$(14) \quad \tau = -P\overline{\overline{I}} + \Phi_1(D_{II}, D_{III})\overline{\overline{D}} + \Phi_2(D_{II}, D_{III})\overline{\overline{D}}^2$$

### **I.1.2. Classification des fluides et lois de comportement**

Il est intéressant, maintenant, de donner une classification des différents fluides et des lois de comportement les caractérisant.

Il est à noter que la relation (14) est considérablement simplifiée dans la pratique. En effet, le terme  $\Phi_2(D_{II}, D_{III})\overline{\overline{D}}^2$  est négligé si l'on s'intéresse à la viscosité du fluide et non aux contraintes

normales. L'influence du troisième invariant  $D_{III}$  sur  $\Phi_1$  n'a jamais été mise en évidence en écoulement viscosimétrique.

Ainsi la relation (14) devient :

$$(15) \quad \tau = -P\bar{I} + \Phi_1(D_{II}, D_{III})\bar{D}$$

Nous pouvons alors classer les fluides en deux grandes catégories : les fluides newtoniens et les fluides non Newtonien (par opposition).

#### I.1.2.1. Les fluides newtoniens

Nous appelons ainsi les fluides dont la loi de comportement est linéaire : le coefficient de proportionnalité est la viscosité  $\mu$ .

$$(16) \quad \bar{\tau} = -P\bar{I} + 2\mu\bar{D}$$

Nous pouvons donner comme exemples bien connus l'eau, l'huile, le miel, l'eau sucré.

#### I.1.2.2. Les fluides non Newtoniens

Pour les fluides non Newtoniens, la loi de comportement non linéaire fait intervenir d'autres facteurs. Ainsi, nous introduisons la consistance  $K$  et l'indice d'écoulement  $n$  pour modéliser le comportement des fluides rhéofluidifiants. La colle à papier, la gomme de guar, des solutions de carboxyméthyl-cellulose de sodium (CMC) sont des exemples.

La contrainte seuil  $\tau_{\text{seuil}}$  caractérise certains fluides. Pour ceux-ci, il faut imposer une contrainte minimale non nulle pour qu'ils s'écoulent. C'est le cas du carbopol, du yaourt et de la pâte dentifrice.

Certains fluides possèdent des caractéristiques viscoélastiques. On fait apparaître dans la loi de comportement la complaisance élastique  $J$  qui est un facteur de proportionnalité entre la contrainte et la déformation.

Nous avons représenté sur la figure I.1 les principaux types de fluides et leurs lois de comportement.

Afin de déterminer la valeur des coefficients intervenant dans les lois de comportement, il est nécessaire de mettre en oeuvre des expériences simples pour lesquelles les déformations ou vitesses de déformation sont connues. C'est le rôle des études viscosimétriques. Dans de telles études, le volume de l'échantillon ainsi que les géométries appliquées, cylindres coaxiaux ou cône-plateau (figure I.2), nous permettent de considérer que la vitesse de cisaillement et la contrainte sont constantes dans tout l'échantillon.

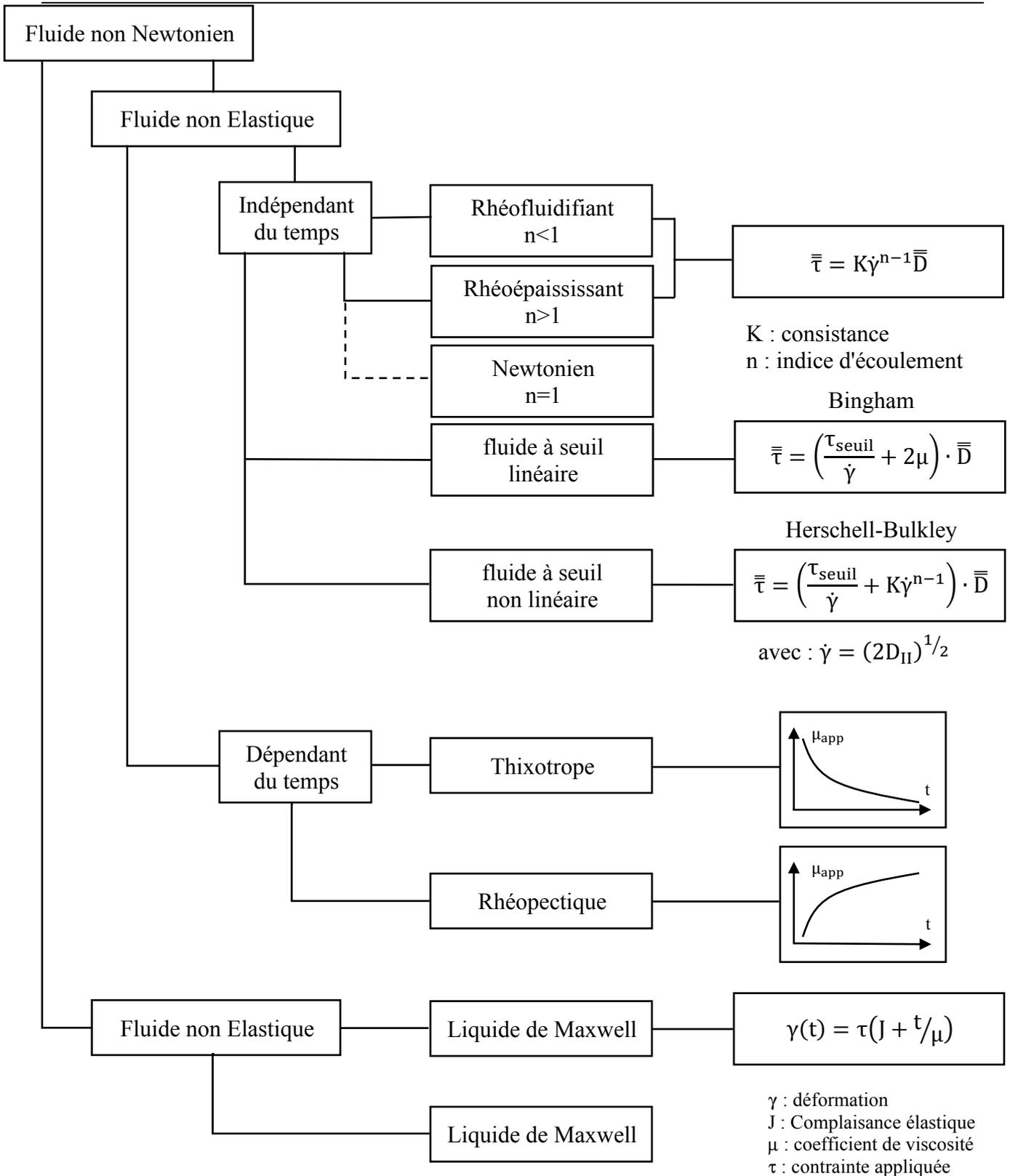


figure I.1  
Les différents types de fluides et leur loi de comportement.

Dans le cas d'écoulement viscosimétrique, les lois de comportement des fluides non élastiques et indépendants du temps se mettent sous les formes suivantes :

Ostwald, De Waële	$\tau = K\dot{\gamma}^n$
Bingham	$\tau = \tau_{\text{seuil}} + \mu\dot{\gamma}$
Herschell - Bulkley	$\tau = \tau_{\text{seuil}} + K\dot{\gamma}^n$

Dans ces relations  $\tau$  est la contrainte,  $\dot{\gamma}$  est la vitesse de déformation appelée encore gradient de vitesse de cisaillement.

Lorsque  $n$  est inférieur à 1 on a affaire à un fluide rhéofluidifiant. Si  $n$  est égal à 1, on retrouve le fluide newtonien ou de Bingham. Pour  $n$  supérieur à 1, le fluide est dit rhéoépaississant.

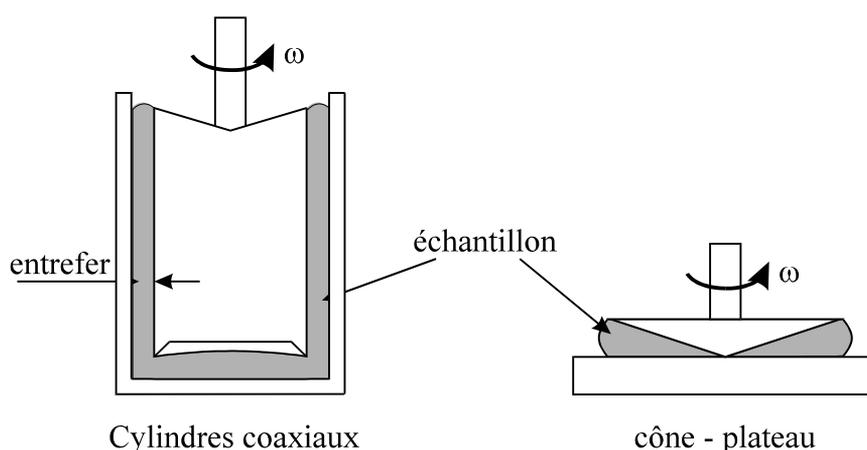


figure I.2  
Dispositifs viscosimétriques.

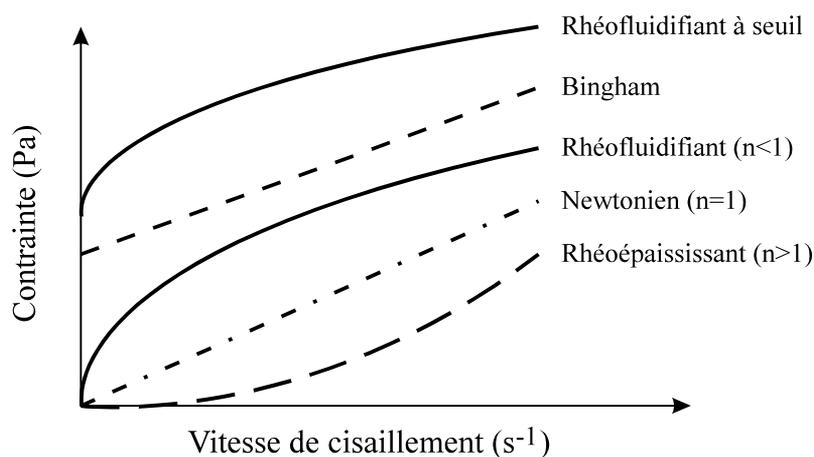


figure I.3  
Rhéogrammes.

## Bibliographie

---

Les graphiques représentant ces lois de comportement s'appellent des rhéogrammes. La figure I.3 nous donne l'allure des rhéogrammes pour les différents fluides décrits ci-dessus.

Après avoir décrit les lois de bilan de la mécanique des milieux continus qui régissent l'écoulement et le transfert de chaleur et avoir défini les lois de comportement des fluides les plus connus que sont les fluides non dépendants du temps, nous proposons une revue bibliographique des fluides thixotropes et des modèles qui leurs sont associés.

## **I.2. La Thixotropie**

### **I.2.1. Histoire et approche de la thixotropie.**

En 1927, Freundlich [2] introduit le terme de thixotropie pour décrire des transitions, réversibles et isothermes, de systèmes colloïdaux (solution - gel - solution). Plus tard, la signification de ce terme a été élargie pour prendre en compte tous les types de décroissances, continues et réversibles, de la viscosité sous cisaillement imposé.

Le dictionnaire de Rhéologie [3] donne la définition suivante de la thixotropie :

Pour un corps fluidifiant, on dit qu'il y a thixotropie si :

1°) Après un long temps de repos, la vitesse de cisaillement (ou la contrainte de cisaillement) étant brusquement appliquée puis maintenue fixe, la viscosité apparente est une fonction décroissante de la durée de l'écoulement,

2°) Le corps retrouve son état initial après un repos assez long.

Le comportement thixotrope a été expliqué du point de vue qualitatif en termes de déstructuration et restructuration de structures complexes à l'intérieur d'un fluide. Ce type de dépendance du temps peut être différent de celui causé par la viscoélasticité. Dans un fluide thixotrope inélastique, la réponse en contrainte ou en vitesse est instantanée. L'évolution au cours du temps est induite par la structure physico-chimique du fluide. Dans un fluide viscoélastique, la réponse n'est pas instantanée à cause de l'élasticité. La thixotropie peut être associée à la viscoélasticité dans certaines situations [4].

Pour analyser la thixotropie, deux types d'approches ont été utilisés. Premièrement, une approche par la mécanique des milieux continus. On utilise les équations constitutives dont les coefficients physiques sont non seulement fonction du second invariant, mais aussi d'un paramètre de structure. C'est le cas de la majorité des modèles.

La seconde approche est une description chimique de la déstructuration et de la restructuration des structures complexes dans un fluide. Cette description ne donne pas de loi de comportement. Elle présente l'évolution de la viscosité du fluide comme étant liée à l'évolution du nombre de liaisons entre les structures du fluide [5].

En 1990, trois chercheurs de l'université de Prague ont répertorié 38 modèles mathématiques couvrant la période 1957 - 1984, correspondant à une approche par la mécanique des milieux continus [6]. La majeure partie de ces modèles sont des modèles différentiels; les autres sont des modèles intégraux.

---

**I.2.2. Les modèles**

\* Le modèle intégral

Dans ce type de modèle, l'histoire rhéologique du fluide est représentée par une intégrale.

Zitny [7] propose un modèle pour décrire le comportement thixotrope au cours du temps t :

$$(17) \quad \tau = K_0 \dot{\gamma}^n - b(K_0 - K_{eq}) \int_{-\infty}^t e^{-b(t-t^*)} \dot{\gamma}^n dt^*$$

Dans ce modèle,  $K_{eq}$  et  $n$  sont les paramètres de la loi de comportement d'Ostwald de Waële lorsque le fluide est à l'équilibre. L'indice d'écoulement  $n$  est constant quelle que soit la structure du fluide.  $K_0$  est la consistance du fluide restructuré. La déstructuration du fluide est caractérisée par le paramètre  $b$  qui est l'inverse du temps caractéristique de déstructuration. Le temps  $t^*$  est le paramètre d'intégration.

Zitny a utilisé ce modèle pour décrire l'écoulement en conduite de fluides thixotropes comme nous le verrons dans le paragraphe I.4.1.

Houska [8] a vérifié la validité de ce modèle pour la mayonnaise.

\* Le modèle différentiel

Il est constitué par deux relations. La première est une relation liant la contrainte à la structure. La seconde est une cinétique d'évolution de la structure.

La relation contrainte-structure est basée sur les lois de comportement classiques des fluides non thixotropes (loi de Casson (18), d'Ostwald (19), d'Herschell-Bulkley (20)) :

$$(18) \quad \sqrt{\tau} = \sqrt{\tau_{seuil}} + K\sqrt{\dot{\gamma}}$$

$$(19) \quad \tau = K\dot{\gamma}^n$$

$$(20) \quad \tau = \tau_{seuil} + K\dot{\gamma}^n$$

Les paramètres de ces lois sont définis à l'équilibre. Chaque point de mesure est obtenu lorsque, pour une vitesse de cisaillement imposée, la contrainte a atteint une valeur d'équilibre.

Ces lois sont modifiées pour faire apparaître le paramètre qui représente la structure  $\lambda$ . Dans la relation (21), Lapasin & coll. [9] ont choisi de travailler avec une relation contrainte-structure composée par deux lois de comportement d'Herschell-Bulkley dont une est multipliée par un paramètre de structure  $\lambda$ .

$$(21) \quad \tau = \tau_{seuil0} + K_0 \dot{\gamma}^n + (\tau_{seuil1} + K_1 \dot{\gamma}^n) \lambda$$

La seconde relation est la cinétique d'évolution de la structure. Nous trouvons couramment les équations 22 et 23.

$$(22) \quad \frac{d\lambda}{dt} = C(\lambda - \lambda_{eq})^p$$

Dans cette équation différentielle, C est l'inverse d'une constante de temps de déstructuration ou de restructuration suivant les cas.  $\lambda_{eq}$  est la structure du fluide à l'équilibre. p est l'ordre de réaction de la déstructuration ou de la restructuration.

$$(23) \quad \frac{d\lambda}{dt} = a(\dot{\gamma})(1 - \lambda)^r - b(\dot{\gamma})\lambda^s$$

Pour la relation (23), les fonctions a et b de la vitesse de cisaillement sont respectivement les paramètres de restructuration et de déstructuration du fluide. Ils représentent l'inverse des temps caractéristiques de restructuration et de déstructuration. Le paramètre de structure est affecté d'un ordre de réaction (r et s) généralement fixé à l'avance. Ces ordres ont comme valeurs les plus courantes : 1; 1,5 et 2.

Bien avant, Weltman [10] proposait en 1943 un modèle pour la chute de contrainte dans le temps avec :

$$(24) \quad \tau = \tau_{max} - B^* \log(t)$$

Dans cette relation,  $B^*$  est la vitesse de déstructuration,  $\tau_{max}$  peut être considérée comme la contrainte lorsque le fluide est très faiblement déstructuré.

### **1.2.3. Description d'un modèle particulier**

En 1980, deux chercheurs de l'université de Lodz en Pologne, Kemblowski et Petera [11] et [12] proposent un modèle à 9 paramètres décrivant ainsi la déstructuration et la restructuration d'un fluide thixotrope, à partir de l'étude de ces fluides pour différents états de structure. La formulation de la relation contrainte-structure est longue, mais nous voyons apparaître un terme concernant la contrainte seuil et un terme concernant la viscosité du fluide. Ces deux termes sont affectés par une relation impliquant le paramètre de structure  $\lambda$ .

$$(25) \quad \tau = \tau_{seuil} [1 - e^{(-A\lambda^*)}] + K\dot{\gamma}^m \left[ \lambda - \frac{\tau_{seuil}}{K} e^{(-A\lambda^*)} \lambda^{\frac{m}{m-n}} \right]$$

La cinétique d'évolution de la structure est définie à partir la relation (22) avec p=1 :

$$(26) \quad \frac{d\lambda}{dt} = C(\lambda - \lambda_{eq})$$


---

C est l'inverse du temps caractéristique  $\Delta$  de déstructuration ou de restructuration . Ce temps caractéristique est multiplié par un coefficient c dans le cas de la restructuration, car a priori les temps de restructuration et de déstructuration ne sont pas les mêmes.

C est donc défini comme suit :

$$(27) \quad C = \begin{cases} \frac{1}{\lambda} & \text{si déstructuration} \\ \frac{c}{\lambda} & \text{si restructuration} \end{cases}$$

Le temps caractéristique  $\Delta$  est défini comme l'inverse d'une fonction linéaire de la vitesse de cisaillement  $\psi(\dot{\gamma})$ .

$$(28) \quad \Delta = \frac{1}{\psi(\dot{\gamma})} \quad , \text{ avec}$$

$$(29) \quad \psi(\dot{\gamma}) = a + b\dot{\gamma}$$

Dans la relation (25), outre la contrainte seuil  $\tau_{\text{seuil}}$  et la consistance K, nous voyons apparaître deux indices d'écoulement m et n; n est l'indice d'écoulement pour le fluide à l'équilibre (à chaque vitesse de cisaillement correspond une contrainte qui a atteint une valeur d'équilibre); m est l'indice d'écoulement, considéré constant, des courbes isostructures.

Définition d'une courbe isostructure :

Les courbes isostructures sont déterminées à partir de tests "High-shear - Low-shear". Ces tests sont des successions de paliers de vitesse de cisaillement; ils sont réalisés sur un même échantillon. Comme le montre la figure I.4, à un changement brutal de vitesse de cisaillement correspond un pic de contrainte, suivi d'une décroissance lente.

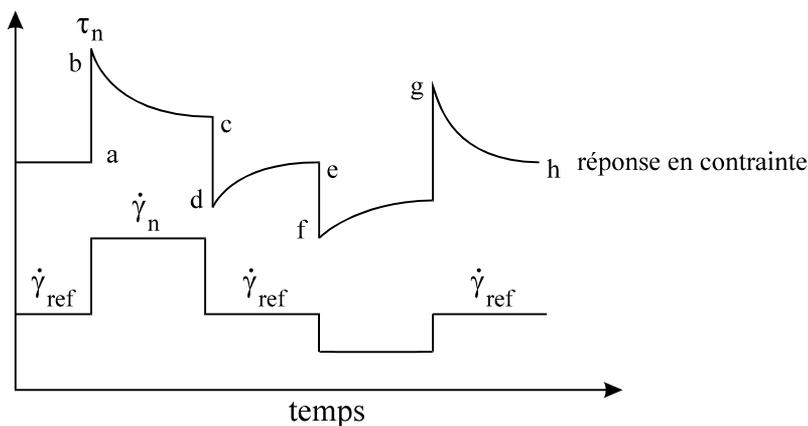


figure I.4  
Test "High-shear Low-shear".

Pour obtenir une courbe isostructure, nous nous plaçons à une vitesse de cisaillement de référence  $\dot{\gamma}_{ref}$ . Nous changeons alors brutalement la vitesse de cisaillement. La nouvelle vitesse de cisaillement est  $\dot{\gamma}_n$ . La réponse en contrainte montre un pic  $\tau_n$ . Pour l'état structural représenté par  $\dot{\gamma}_{ref}$ , nous pouvons tracer un rhéogramme c'est à dire  $\tau_n$  en fonction de  $\dot{\gamma}_n$ . Nous réalisons ces tests pour différentes valeurs de  $\dot{\gamma}_{ref}$ . Nous obtenons alors un faisceau de courbe représenté sur la figure I.5.

L'analyse des résultats des tests "High-shear - Low-shear" permet d'obtenir les paramètres A, s, a, b et c de la relation contrainte-structure et de la cinétique d'évolution de la structure.

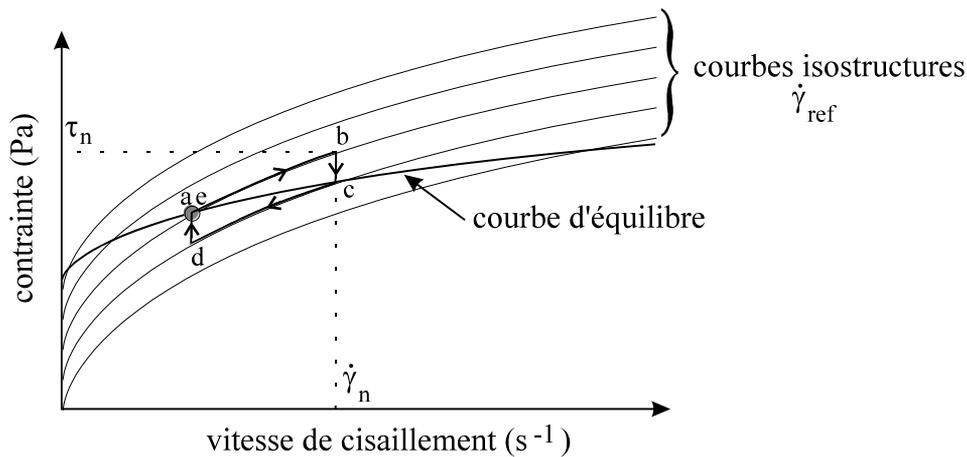


figure I.5  
Rhéogramme d'un fluide thixotrope.

#### I.2.4. Surface de thixotropie

La surface de thixotropie est le résultat d'un test d'écoulement que nous pouvons définir ainsi :

##### Définition du test d'écoulement :

Nous faisons varier la vitesse de cisaillement de la valeur zéro à une vitesse maximale, puis nous ramenons cette vitesse de cisaillement à zéro (figure I.6). Dans le même temps, nous enregistrons l'évolution de la contrainte; nous obtenons un rhéogramme. Si le fluide est non dépendant du temps, la courbe de montée (augmentation de la vitesse de cisaillement) est identique la courbe de descente (diminution de la vitesse de cisaillement). Si le fluide est dépendant du temps, les deux courbes ne sont pas identiques, la surface entre les deux courbes est la surface de thixotropie (figure I.7). Elle est exprimée en Pa.s<sup>-1</sup>.

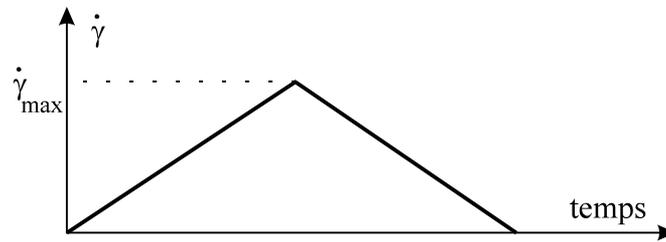


figure I.6  
Test d'écoulement.

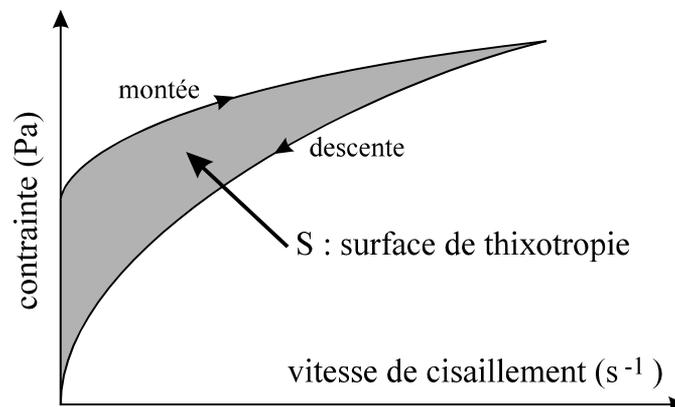


figure I.7  
Surface de thixotropie.

La surface de thixotropie rend compte quantitativement de la thixotropie du fluide. Plus la surface est importante plus la structure a évolué entre le début et la fin du test.

Nous donnerons par la suite les résultats de l'étude menée par Dolz-Planas & coll. [13], qui ont observé l'évolution de la surface de thixotropie avec le temps de repos, le temps d'agitation et la concentration en cellulose micro-cristalline.

### **I.3. Les fluides thixotropes**

La majeure partie des fluides thixotropes, qui ont fait l'objet d'une étude, sont des fluides agro-alimentaires. En effet, dans le but d'améliorer la qualité et la fabrication de nombre de ces produits, une étude rhéologique les concernant est en général réalisée. Par exemple, une nourriture pour bébé devra être suffisamment consistante pour rester dans la cuillère, mais assez fluide pour qu'un nourrisson puisse l'avalier. De même une peinture pour plafond devra s'étaler facilement sans tomber sur le peintre. On comprend alors l'importance de la thixotropie dans de nombreux domaines. Nous proposons donc, dans les pages qui suivent, des exemples concrets de fluides thixotropes avec les modèles qui les caractérisent et, lorsqu'elles sont connues, les valeurs des paramètres utilisés.

#### **I.3.1. Modèle exponentiel**

Huang & coll. ont mené plusieurs études sur le sang [14], [15]. Ils considèrent le sang comme un système en suspension contenant deux arrangements structurels. Des cellules libres et des cellules agglomérées en rouleaux sont en suspensions dans le plasma qui est considéré comme une phase continue. Leur modèle peut être utilisé pour décrire des échelons de vitesses de cisaillement mais aussi des cycles d'hystéresis. La forme générale du modèle est la suivante :

$$(30) \quad \tau = \tau_{\text{seuil}} + \mu\dot{\gamma} + B^*\lambda_{\text{eq}}\dot{\gamma}^s \cdot e^{-B^* \int_0^t \dot{\gamma}^s dt^*}$$

Dans ce modèle, tous les termes ont une signification physique ou chimique :

- $\tau_{\text{seuil}}$  est la contrainte seuil du sang,
- $\mu$  est la contribution newtonienne à la viscosité,
- $B^*$  est une vitesse de déstructuration des rouleaux engendrée par le cisaillement,
- $\lambda_{\text{eq}}$  est la valeur d'équilibre du paramètre de structure, elle indique l'évolution du nombre de rouleaux dans le sang,
- $s$  est l'ordre de la déstructuration.

A partir de cette relation, les auteurs déterminent l'évolution de la contrainte dans le temps à vitesse de cisaillement constante :

$$(31) \quad \tau = \tau_{\text{seuil}} + \mu\dot{\gamma} + B^*\lambda_{\text{eq}}\dot{\gamma}^s \cdot e^{-B^*\dot{\gamma}^s t}$$

Pour un cycle d'hystéresis, la montée est définie par la relation (32) et la descente par la relation (33).

pour la montée :

$$(32) \quad \tau = \tau_{\text{seuil}} + \mu\dot{\gamma} + B^*\lambda_{\text{eq}}\dot{\gamma}^s \cdot e^{\frac{-B^*\dot{\gamma}^{s+1}}{\xi^{(s+1)}}}$$

pour la descente :

$$(33) \quad \tau = \tau_{\text{seuil}} + \mu\dot{\gamma} + B^*\lambda_{\text{eq}}\dot{\gamma}^s \cdot e^{\frac{-B^*(2\dot{\gamma}^{s+1}t_1 - \dot{\gamma}^{s+1})}{\xi^{(s+1)}}}$$

Dans cette dernière relation,  $t_1$  est le temps final de la montée.

L'évolution de la vitesse de cisaillement est linéaire dans le temps; le facteur de proportionnalité est  $\xi$ .

Les figures I.8 et I.9 présentent les résultats expérimentaux des auteurs, comparés à leur modèle, respectivement dans le cas d'une vitesse de cisaillement constante ( $\dot{\gamma} = 0,97 \text{ s}^{-1}$ ) et dans le cas d'un test visant à mettre en évidence une surface de thixotropie.

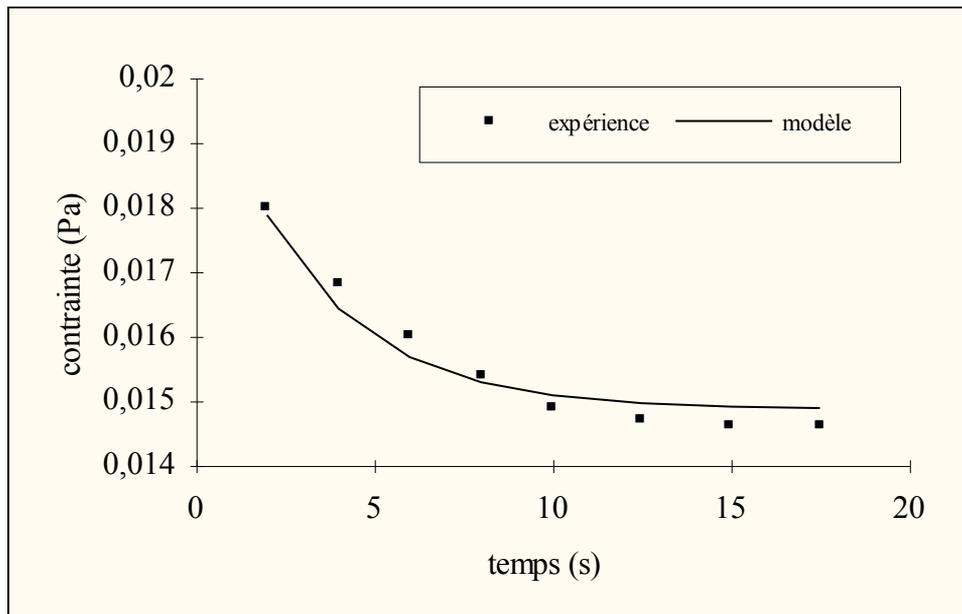


figure I.8  
Décroissance de la contrainte à vitesse de cisaillement constante ( $0,97 \text{ s}^{-1}$ ).

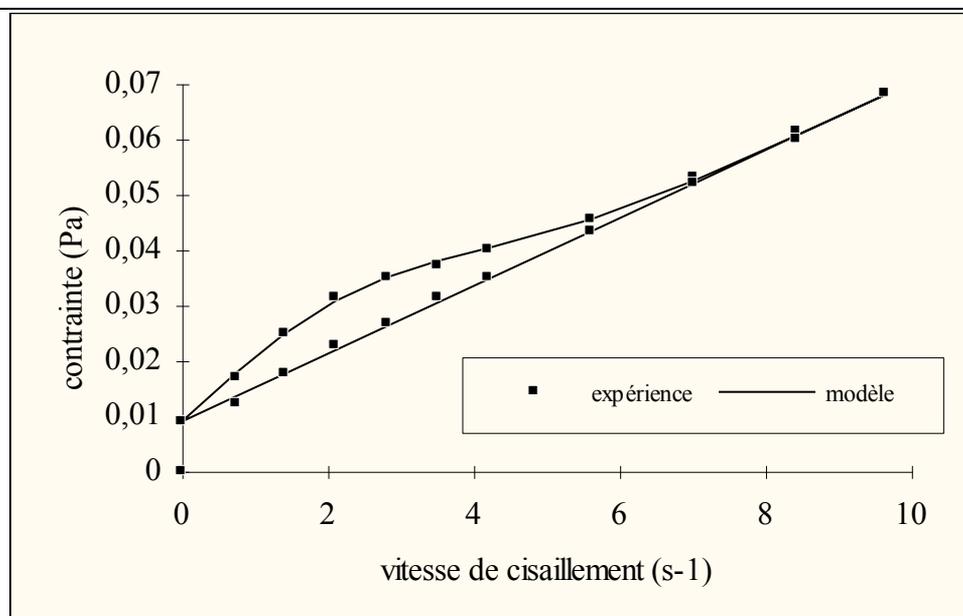


figure I.9  
Cycle d'hystéresis pour du sang humain sain.

Pour décrire la rhéologie d'un sang humain sain, les auteurs ont trouvé les paramètres suivants :

- \*  $\tau_{\text{seuil}} = 0,00893 \text{ Pa}$                       \*  $m = 0,00612 \text{ Pa.s}$                       \*  $s = 1,04$
- \*  $B^* = 0,339 \text{ s}^{-1}$                               \*  $\lambda_{\text{eq}} = 0,0177$                               \*  $\xi = 2 \text{ s}^{-2}$

### I.3.2. Modèle de Weltman [10]

Ce modèle décrit la chute de contrainte dans le temps à partir d'une fonction logarithmique. C'est l'un des premiers modèles.

$$(34) \quad \tau = \tau_{\text{max}} - B^* \log(t)$$

Dans cette relation,  $\tau_{\text{max}}$  représente la contrainte lorsque le fluide n'est pas déstructuré. Cette valeur est déterminée par extrapolation des résultats à temps nul..  $B^*$  est la vitesse de déstructuration.

Aguillard & coll. [16] utilisent cette formulation pour décrire la thixotropie de la moutarde en fonction de la finesse de celle-ci (c'est à dire de la grosseur des grains après broyage).

Pour décrire l'écoulement à l'équilibre, c'est à dire lorsque pour chaque vitesse de cisaillement la contrainte a atteint sa valeur d'équilibre, les auteurs utilisent la loi de comportement d'Herschel-Bulkley (35).

$$(35) \quad \tau = \tau_{\text{seuil}} + K\dot{\gamma}^n$$

Sur la figure I.10, nous avons reproduit le rhéogramme à l'équilibre correspondant aux différentes moutardes. La figure I.11 montrent l'évolution de la contrainte lorsque les différents échantillons sont soumis à une vitesse de cisaillement de 4,4 s<sup>-1</sup>.

Nous avons reporté dans le tableau I.1 les valeurs de la contrainte seuil, de la consistance et de l'indice d'écoulement du fluide à l'équilibre, ainsi que les valeurs des paramètres  $\tau_{\text{max}}$  et  $B^*$  du modèle de Weltman.

	$\tau_{\text{seuil}}$ (Pa)	K (Pa.s <sup>n</sup> )	n	$\tau_{\text{max}}$ (Pa)	$B^*$
fine (D=35,1 $\mu\text{m}$ )	16,3	0,63	0,89	29,3	3,07
standard (D=55,2 $\mu\text{m}$ )	22,6	0,89	0,86	34,6	2,55
grosse (D=105 $\mu\text{m}$ )	28	1,12	0,84	44,2	3,61

tableau I.1

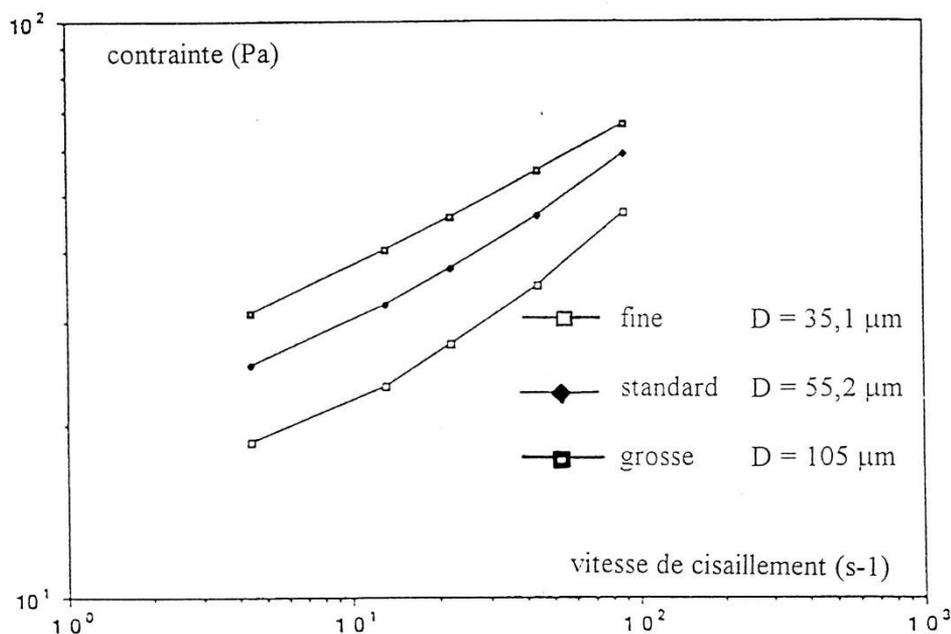


figure I.10

Rhéogramme à l'équilibre pour différentes moutardes.

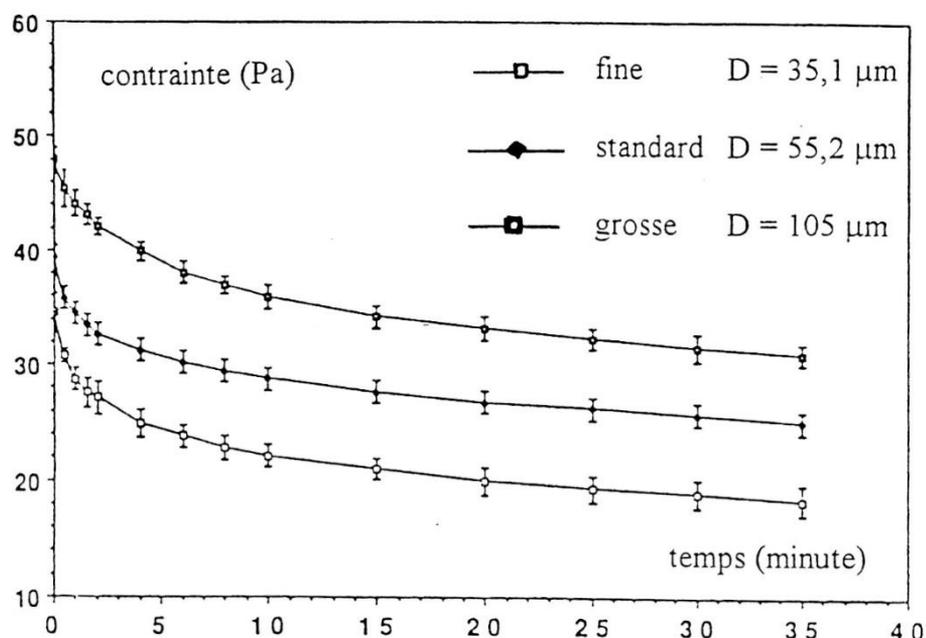


figure I.11

Décroissance de la contrainte lors d'un cisaillement à 4,4 s<sup>-1</sup>.

### I.3.3. Etude à contrainte imposée

Martinez-Padilla & coll. [17] et [18] ont analysé la thixotropie d'une sauce béchamel commerciale. Les expériences ont été réalisées à contrainte de cisaillement imposée, ce qui est un travail original.

Deux modèles ont été utilisés par les auteurs. Le premier est composé des relations (36) et (37) qui sont respectivement une relation contrainte - structure - vitesse de cisaillement et une cinétique d'évolution d'un paramètre de structure. Le second modèle est un modèle empirique à une équation dans laquelle intervient le temps (relation (43)).

**Le premier modèle** décrit une thixotropie de seuil et de consistance. La relation contrainte-structure-vitesse de cisaillement est basée sur l'équation d'Herschel-Bulkley dans laquelle apparaît le paramètre de structure  $\lambda$  :

$$(36) \quad \tau = (\tau_{\text{seuil}} + K\dot{\gamma}^n) \cdot \lambda$$

La cinétique d'évolution de la structure est donnée par la relation :

$$(37) \quad \frac{d\lambda}{dt} = -C(\lambda - \lambda_{\text{eq}})^2$$

Dans cette relation  $C$  est l'inverse du temps caractéristique d'évolution de la structure.

Si le fluide thixotrope est cisailé à contrainte constante, alors la vitesse de cisaillement peut être définie à partir de cette contrainte et de la structure du fluide :

$$(38) \quad \dot{\gamma} = \frac{1}{\lambda} \left( \frac{\tau - \tau_{\text{seuil}}}{K} \right)^{\frac{1}{n}}$$

Comme la viscosité apparente  $\mu_{\text{app}}$  est définie par le rapport contrainte sur vitesse de cisaillement, les auteurs relient la structure à cette viscosité :

$$(39) \quad \lambda = \mu_{\text{app}} \left[ \frac{1}{\tau} \left( \frac{\tau - \tau_{\text{seuil}}}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \right]$$

Comme la contrainte est constante, la partie entre crochet l'est aussi :

$$F = \frac{1}{\tau} \left( \frac{\tau - \tau_{\text{seuil}}}{K} \right)^{\frac{1}{n}} = \text{constante}$$

La variation de la structure dans le temps peut être obtenue, en fonction de la variation de la viscosité apparente dans le temps, en dérivant la relation (39) :

$$(40) \quad \frac{d\lambda}{dt} = F \cdot \frac{d\mu_{\text{app}}}{dt}$$

D'autre part, l'évolution de la structure est donnée par la relation (37). Donc, par identification les auteurs définissent l'évolution de la viscosité apparente dans le temps :

$$(41) \quad \frac{1}{\mu_{\text{app}} - \mu_{\text{app,eq}}} = \frac{1}{\mu_{\text{app}0} - \mu_{\text{app,eq}}} + H \cdot t$$

où H n'est autre que le produit de C par F.

Pour la sauce béchamel soumise à une contrainte de 79,6 Pa, l'évolution de  $\frac{1}{\mu_{\text{app}} - \mu_{\text{app,eq}}}$  est représentée sur la figure I.12.

Entre 0 s et 500 s l'évolution est linéaire. C'est dans cette zone que les auteurs définissent le paramètre H. Ce paramètre est fonction de la contrainte imposée comme le montre la figure I.13. C'est pourquoi ils donnent une relation liant ce paramètre H à la contrainte imposée :

$$(42) \quad H = 4,1 \cdot 10^{-12} \cdot \tau^5$$

En ce qui concerne les paramètres de la relation contrainte - structure - vitesse de cisaillement, ils sont donnés lorsque le fluide est structuré, et lorsque le fluide a été cisailé pendant 40 minutes.

$$\begin{aligned} \text{structuré :} & \quad \tau = 30 + 15,6\dot{\gamma}^{0,45} \\ \text{après 40 minutes :} & \quad \tau = 2,1 + 13,7\dot{\gamma}^{0,25} \end{aligned}$$

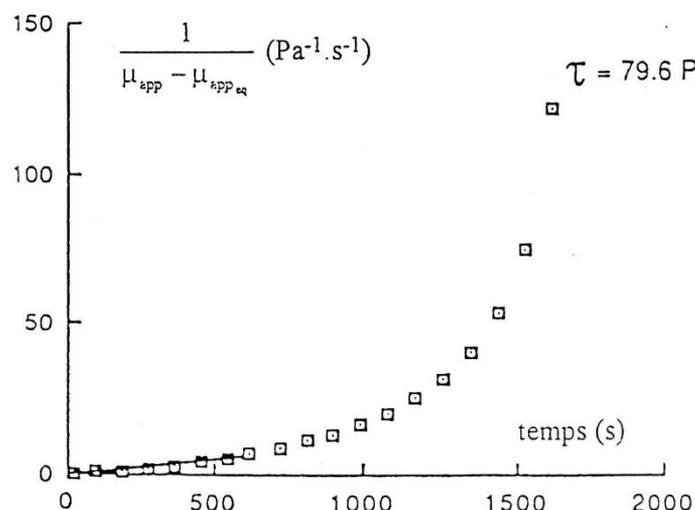


figure I.12

$\frac{1}{\mu_{app} - \mu_{app_{eq}}}$  en fonction du temps pour une vitesse de cisaillement de  $79,6 \text{ s}^{-1}$ .

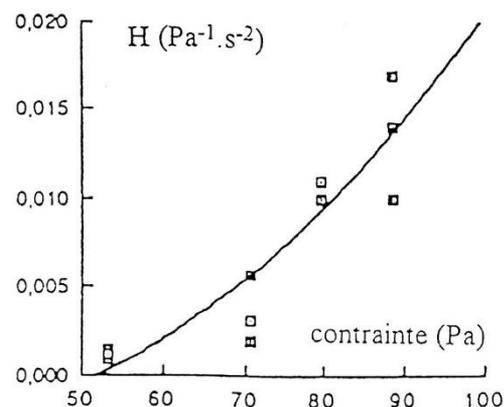


figure I.13

Variation de H avec la contrainte pour une béchamel commerciale.

Le **second modèle**, utilisé par Martinez-Padilla & coll., est un modèle empirique (43) dans lequel apparaît le temps. Ce modèle décrit une thixotropie de consistance :

$$(43) \quad \tau = \tau_{seuil} + K\dot{\gamma}^n \cdot t^{-p}$$

L'analyse de l'évolution de la vitesse de cisaillement (figure I.14) dans le temps, pour différentes contraintes, permet de déterminer la valeur des paramètres  $\tau_{seuil}$ , K et n d'un fluide d'Herschel-Bulkley mais aussi de p qui caractérise l'effet thixotrope (tableau I.2). Lorsque la thixotropie augmente, le paramètre p augmente.

	$\tau_{seuil}$ (Pa)	K (Pa s <sup>n+p</sup> )	n	p
béchamel	30	38	0,39	0,28

tableau I.2

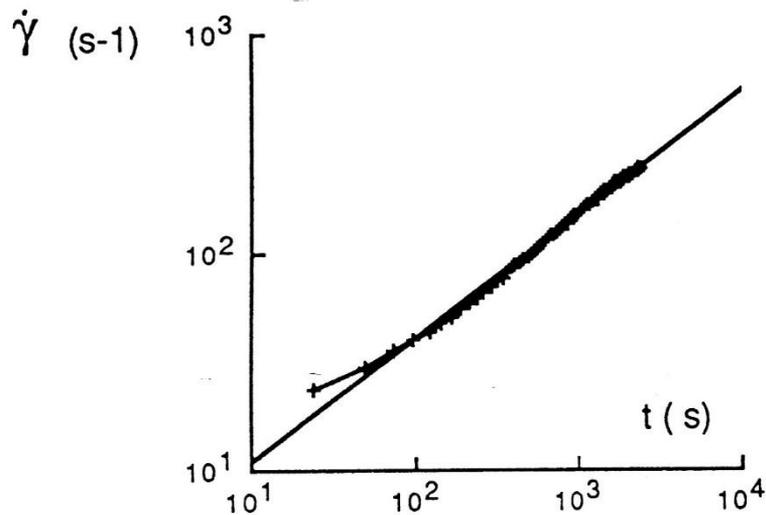


figure I.14

Evolution de la vitesse de cisaillement dans le temps pour une sauce béchamel,  $\tau = 79,6$  Pa.

Ce second modèle permet aux auteurs de réaliser une modélisation de l'écoulement de la sauce béchamel en conduite. Nous relaterons cette étude dans le paragraphe I.4.2.

### I.3.4. Caractérisation de crèmes de fromages

L'étude menée par Massaguer & coll. [19] sur les crèmes de fromages est très similaire à celle que nous venons de décrire, sauf qu'elle a été faite à vitesse de cisaillement imposée. Cela entraîne une modification de la relation 41. Les auteurs obtiennent comme loi d'évolution de  $\frac{1}{\mu_{app} - \mu_{app_{eq}}}$  la

relation suivante :

$$(44) \quad \frac{1}{\mu_{app} - \mu_{app_{eq}}} = \frac{1}{\mu_{app0} - \mu_{app_{eq}}} + \frac{C\dot{\gamma}}{\tau_{seuil} + K\dot{\gamma}^n} \cdot t$$

Dans cette relation, les paramètres  $\tau_{seuil}$ ,  $K$  et  $n$  sont déterminés lorsque le fluide est totalement restructuré :

$$\tau = 333,6 + 1001,2\dot{\gamma}^{0,067}$$

De plus, ils considèrent l'évolution de  $\frac{1}{\mu_{app} - \mu_{app_{eq}}}$  comme linéaire par morceaux (2 segments de droites), comme le montre le figure I.15.

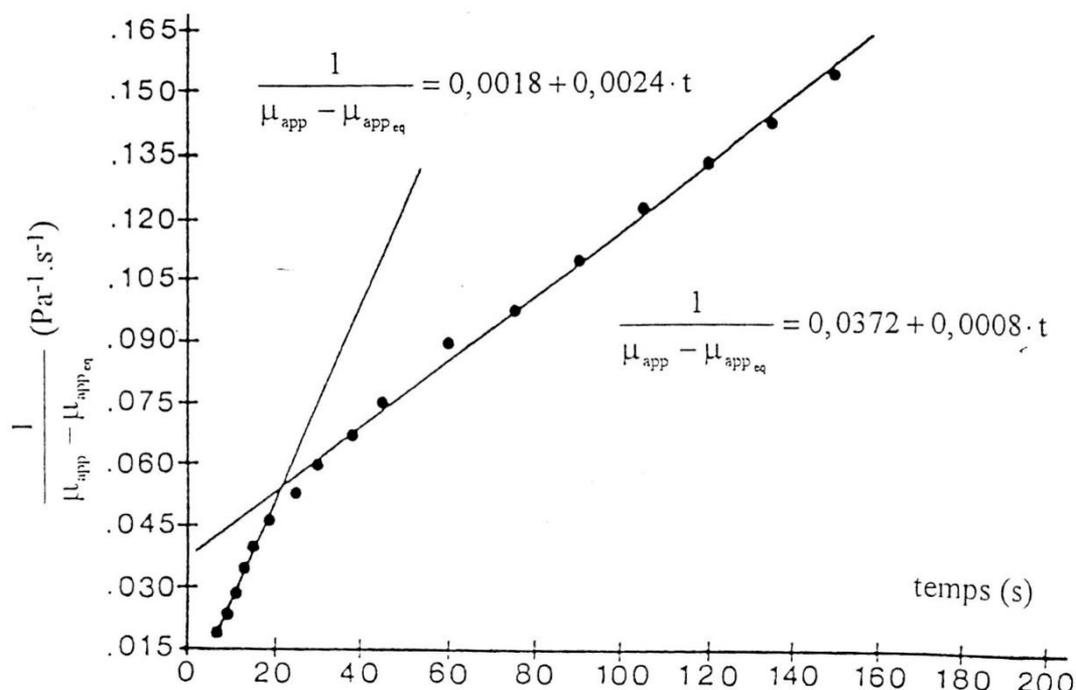


figure I.15

Evolution caractéristique de  $\frac{1}{\mu_{app} - \mu_{app_{eq}}}$  dans le temps.

Pour les deux parties linéaires, les auteurs définissent deux paramètres C et C' (tableau I.3), mais ne donnent pas de relation liant ces paramètres à la vitesse de cisaillement.

vitesse de cisaillement (s <sup>-1</sup> )	C (s <sup>-1</sup> )	C' (s <sup>-1</sup> )
20	0,043	0,02
40	0,058	0,03
100	0,082	0,042
120	0,213	0,07

tableau I.3

### I.3.5. Travaux de De Kee & coll.

De Kee & coll. [20] ont étudié la décroissance de la viscosité apparente dans le temps des fluides thixotropes suivants : la mayonnaise, la sauce de salade et le yaourt. Ils ont utilisé deux lois de comportement. La première est celle d'Herschel-Bulkley (45), la seconde est une somme

d'exponentielles (46). Ces lois de comportement sont multipliées par un paramètre représentant la structure du fluide.

$$(45) \quad \tau = (\tau_{\text{seuil}} + K\dot{\gamma}^n) \cdot \lambda$$

$$(46) \quad \tau = (\tau_{\text{seuil}} + \dot{\gamma} \cdot \sum_{i=1}^{\infty} \mu_i e^{-t_i \dot{\gamma}}) \cdot \lambda$$

L'évolution du paramètre de structure est régie par l'équation différentielle (47) que nous avons déjà présentée.

$$(47)$$

Dans cette relation  $C$  est une fonction de la vitesse de cisaillement :

$$(48) \quad C = b\dot{\gamma}^s$$

A partir de ces relations, les auteurs définissent l'évolution de la viscosité apparente dans le temps.

Pour la loi d'Herschel-Bulkley :

$$(49) \quad \mu_{\text{app}}(t) = \left[ (\mu_{\text{app}0} - \mu_{\text{app}eq})^{1-p} - C \cdot t \cdot (1-p)(\dot{\gamma}^{-1} \cdot \tau_{\text{seuil}} + K\dot{\gamma}^{n-1})^{1-p} \right]^{\frac{1}{1-p}} + \mu_{\text{app}eq}$$

Pour la somme d'exponentielles :

$$(50) \quad \mu_{\text{app}}(t) = \left[ (\mu_{\text{app}0} - \mu_{\text{app}eq})^{1-p} - C \cdot t \cdot (1-p)(\dot{\gamma}^{-1} \cdot \tau_{\text{seuil}} + \sum_{i=1}^{\infty} \mu_i e^{-t_i \dot{\gamma}})^{1-p} \right]^{\frac{1}{1-p}} + \mu_{\text{app}eq}$$

La viscosité apparente à l'équilibre  $\mu_{\text{app}eq}$  est une fonction de la vitesse de cisaillement. Elle est définie pour chaque loi de comportement.

Pour la loi d'Herschel-Bulkley :

$$(51) \quad \mu_{\text{app}eq} = \dot{\gamma}^{-1} \tau_{\text{seuil}} + K\dot{\gamma}^{n-1}$$

Pour la somme d'exponentielles :

$$(52) \quad \mu_{\text{app}eq} = \dot{\gamma}^{-1} \tau_{\text{seuil}} + \sum_{i=1}^{\infty} \mu_i e^{-t_i \dot{\gamma}}$$

Dans la relation 52, la somme d'exponentielles est limitée à un ou deux termes selon les fluides testés.

Dans le tableau I.4, nous avons reporté les paramètres suivant les types de fluides pour les différents modèles. Nous présentons aussi des résultats obtenus pour le yaourt bien que ce fluide ne soit pas complètement thixotrope puisqu'il ne se restructure pas au repos.

	modèle exponentiel						Herschel-Bulkley		
	$\mu_1$ (Pa.s)	$t_1$ (s)	$\mu_2$ (Pa.s)	$t_2$ (s)	$\mu_{app\text{eq}}$ (Pa.s)	$\tau_{\text{seuil}}$ (Pa)	$\tau_{\text{seuil}}$ (Pa)	K (Pa.s)	n
mayonnaise	1,42	3,96 $10^{-3}$	3,42 $10^{-1}$	3,06 $10^{-4}$	1,02 $10^{-1}$	104	46	29,4	0,404
sauce salade	4,425 $10^{-1}$	8,5 $10^{-5}$				101	59,3	9,142	0,5717
yaourt	1,15 $10^{-2}$	4,5 $10^{-5}$				41	39,5	0,18	0,644

tableau I.4

Nous avons représenté sur la figure I.16 la décroissance de la viscosité dans le cas d'une mayonnaise soumise à des vitesses de cisaillement comprises entre 50 et 1090  $\text{s}^{-1}$ .

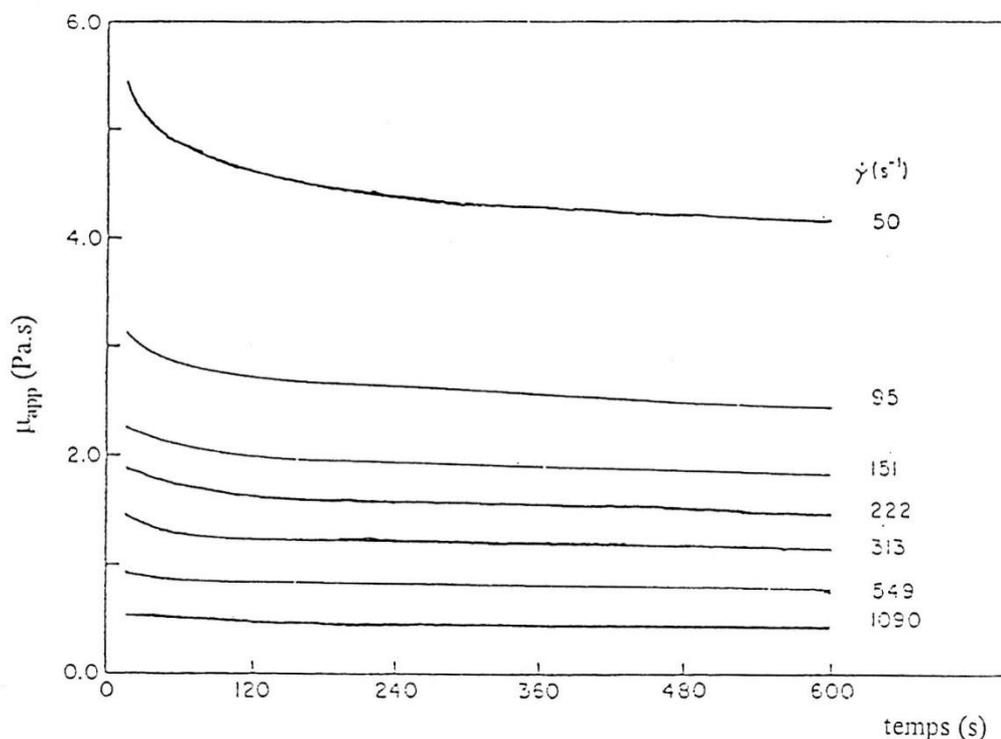


figure I.16

Décroissance expérimentale de la viscosité dans le temps d'une mayonnaise.

En ce qui concerne les paramètres de l'équation différentielle, ils sont bien évidemment différents suivant que les auteurs utilisent l'un ou l'autre des modèles. Nous avons reporté dans le tableau I.5 les valeurs des paramètres pour la mayonnaise et le yaourt.

	modèle exponentiel			Herschel-Bulkley		
	b (s <sup>b-1</sup> )	s	p	b (s <sup>b-1</sup> )	s	p
mayonnaise	2,5 10 <sup>-5</sup>	1,95	3,18	4,4 10 <sup>-3</sup>	0,702	2,95
yaourt	1,2 10 <sup>-3</sup>	0,476	1,56	1,95 10 <sup>-3</sup>	0,364	1,56

tableau I.5

Avec ces résultats, les auteurs montrent que les paramètres de la cinétique d'évolution de la structure sont fonctions de la loi de comportement considérée.

### **I.3.6. Travaux de Maingonnat & coll. sur une suspension de Veegum**

Maingonnat & coll., dans plusieurs articles [21] et [22], donnent des résultats concernant le comportement thixotrope d'une suspension d'argile (le veegum) dans de la carboxymethyl- cellulose de sodium (CMC). Ces études sont très importantes pour nous car nous utiliserons le même fluide thixotrope.

Les auteurs montrent que cette suspension a une thixotropie de seuil bien marquée (figure I.17) en réalisant des cycles d'hystéresis à contrainte imposée.

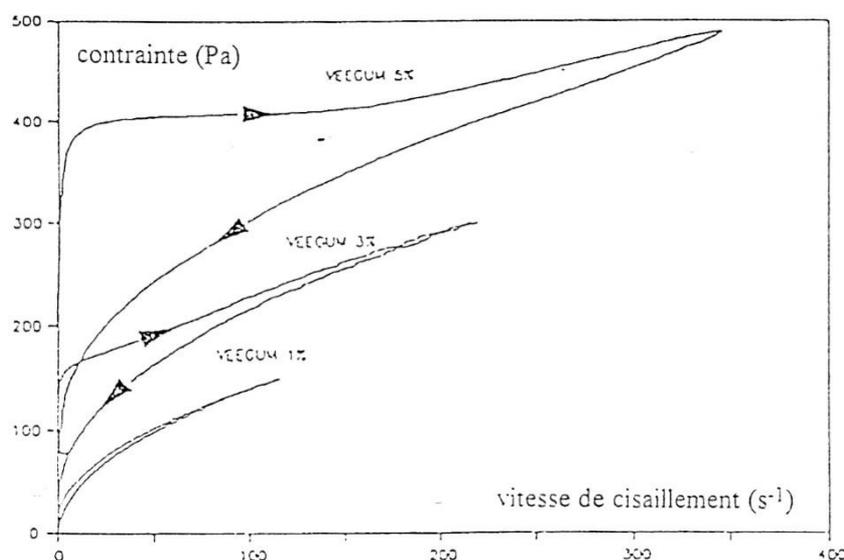


figure I.17

Cycle d'hystéresis pour des suspensions de Veegum pour différente concentration en veegum.

En réalisant des tests à vitesse de cisaillement constante, ils montrent bien la décroissance de la contrainte dans le temps (figure I.18). A partir de ces tests, il est possible de déterminer les lois de comportement à un temps donné (figure I.19).

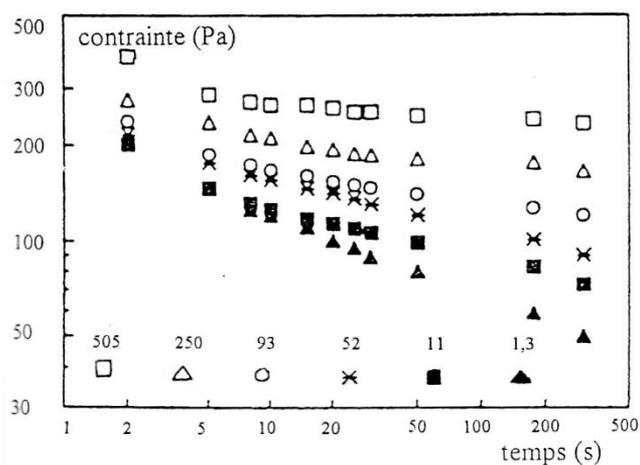


figure I.18

Décroissance de la contrainte à cisaillement constant.

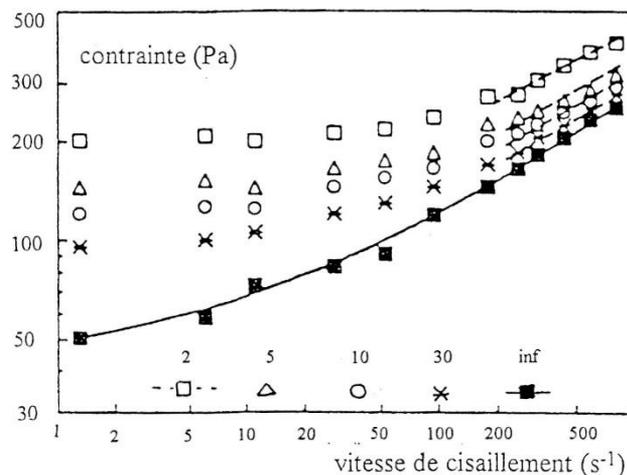


figure I.19

Rhéogrammes à différents instants

Ainsi, pour le mélange à 3% de Veegum et 2% de CMC, la loi de comportement à l'équilibre est donnée par la relation (53).

$$(53) \quad \tau = 40 + 9,4\dot{\gamma}^{0,47}$$

L'équilibre est obtenu lorsqu'il n'y a plus évolution de la contrainte à vitesse de cisaillement imposée.

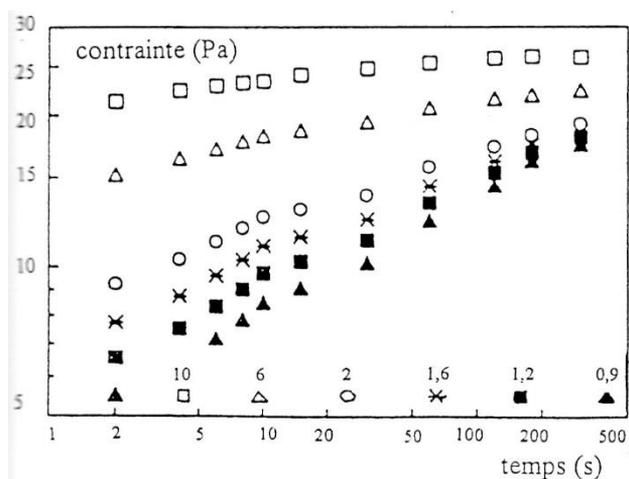


figure I.20

Croissance de la contrainte pour un fluide pré-cisaillé

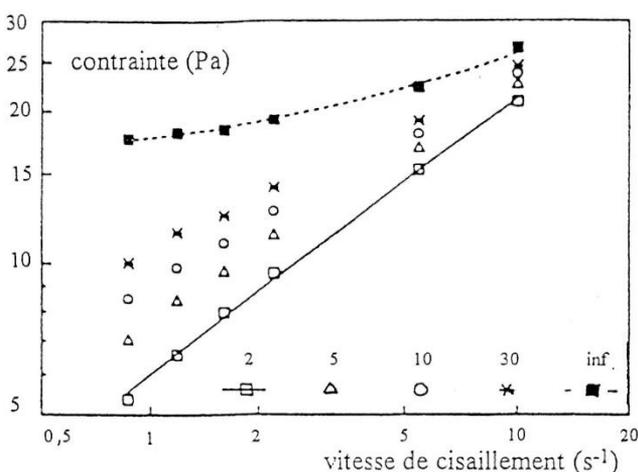


figure I.21

Rhéogrammes à différents instants

De même, après avoir soumis le fluide à un fort pré-cisaillement, les auteurs observent la restructuration du fluide dans le temps (figure I.20). Ils en déduisent les lois de comportement fonction du temps (figure I.21).

Lorsque le fluide est totalement déstructuré par le pré-cisaillement, c'est à dire lorsque  $t$  est égal à zéro, les auteurs trouvent une loi de comportement sans contrainte seuil (54). Cela montre bien qu'on a affaire à une thixotropie de seuil. A l'équilibre au contraire la loi de comportement présente un seuil (55).

$$(54) \quad \tau = 6\dot{\gamma}^{0,547}$$

$$(55) \quad \tau = 15,7 + 2,07\dot{\gamma}^{0,69}$$

Nous pouvons remarquer que la loi de comportement à l'équilibre après la restructuration, n'est pas identique à celle obtenue après la déstructuration, les valeurs de la contrainte seuil et de la consistance ont diminué. Ceci est dû au fort pré-cisaillement qui a causé une déstructuration irréversible du fluide.

### **I.3.7. Etude de Kemblowski & coll.**

Kemblowski, Dziubinski et Petera [11] et [12] ont travaillé sur la rhéologie des fluides thixotropes et déterminé un modèle les caractérisant. Nous verrons qu'ils ont appliqué leur modèle au calcul du coefficient de frottement lors de l'écoulement de ces fluides en conduites.

La loi de comportement que les auteurs utilisent est celle que nous avons présentée dans le chapitre I.2.3 et que nous rappelons :

$$\text{relation contrainte - structure : (56) } \tau = \tau_{\text{seuil}}(\lambda) + K(\lambda)\dot{\gamma}^m$$

$$\text{cinétique d'évolution : (57) } \frac{d\lambda}{dt} = C(\lambda - \lambda_{\text{eq}}) \quad \text{avec} \quad \lambda_{\text{eq}} = \frac{1}{\dot{\gamma}^{m-n}}$$

La relation contrainte - structure décrit une thixotropie de seuil et de consistance. Après avoir défini les fonctions  $\tau_{\text{seuil}}(\lambda)$  et  $K(\lambda)$ , la relation contrainte-structure devient :

$$(58) \quad \tau = \tau_{\text{seuil}_0} \left(1 - e^{(-A\lambda^S)}\right) + K \left[ \lambda - \frac{\tau_{\text{seuil}_0}}{K} \cdot e^{(-A\lambda^S)} \cdot \lambda^{\frac{m}{m-n}} \right] \dot{\gamma}^m$$

La résolution de l'équation de cinétique de structure donne deux résultats suivant que les auteurs étudient une déstructuration ou une restructuration. Dans le cas d'une déstructuration la solution de l'équation différentielle est :

$$(59) \quad \lambda = \lambda_{\text{eq}} + (\lambda_0 - \lambda_{\text{eq}}) \cdot e^{[-(a+b\dot{\gamma})t]}$$

Dans ce cas le paramètre de structure  $\lambda$  varie d'une valeur initiale  $\lambda_0$  à une valeur d'équilibre  $\lambda_{\text{eq}}$  inférieure à  $\lambda_0$ .

Pour la restructuration du fluide la solution de l'équation différentielle est :

$$(60) \quad \lambda = \lambda_{eq} + (\lambda_0 - \lambda_{eq}) \cdot e^{[-c(a+b\dot{\gamma})t]}$$

Dans ce cas le paramètre de structure  $\lambda$  varie d'une valeur initiale  $\lambda_0$  à une valeur d'équilibre  $\lambda_{eq}$  supérieure à  $\lambda_0$ .

Les paramètres de ce modèle sont déterminés de la manière suivante :

- Les paramètres  $\tau_{seuil}$ , K et n sont obtenus à partir du rhéogramme à l'équilibre, c'est à dire lorsque pour chaque valeur de vitesse de cisaillement la contrainte correspondante a atteint sa valeur d'équilibre.

- A, m et s sont définis à partir des courbes isostructures, et en particulier par l'étude de l'évolution de la contrainte seuil de chaque isostructure avec la vitesse de cisaillement correspondant à ces isostructures.

- a, b et c sont calculés à partir des résultats des tests d'échelons de vitesse de cisaillement (test High-shear - Low-shear).

Expérimentalement, les auteurs ont testé trois peintures (tableau I.6).

	$\tau_{seuil}$ (Pa)	K (Pa.s <sup>n</sup> )	n	m	a (s <sup>-1</sup> )	b	c	A	s	$\Lambda$ (s)
peinture 1		8,773	0,566	0,504	1,73 10 <sup>-3</sup>	8,42 10 <sup>-7</sup>	0,280			1626
peinture 2		6,723	0,730	0,510	2,28 10 <sup>-3</sup>	3,3 10 <sup>-6</sup>	0,736			260
peinture à seuil	10	7,328	0,72	0,86	1,01 10 <sup>-2</sup>	5,02 10 <sup>-4</sup>	0,186	1,26	2,12	

tableau I.6

Deux de ces peintures (indiquées 1 et 2) ne présentent pas de contrainte seuil; dans ce cas nous avons affaire à une thixotropie de consistance. La troisième peinture, possédant un seuil d'écoulement, présente une thixotropie de seuil et de consistance.

Le temps caractéristique  $\Lambda$  est une valeur moyenne calculée à partir de la relation 28 pour des vitesses de cisaillement comprises entre 0 et 100 s<sup>-1</sup>.

*remarque :* Dans le cas des peintures sans seuil d'écoulement les paramètres  $\tau_{seuil}$ , A et s n'existent pas.

### I.3.8. Etude de la surface de thixotropie

Comme nous l'avons indiqué lors de la présentation des différents modèles, la thixotropie peut être étudiée de manière quantitative en observant l'évolution de la surface de thixotropie (paragraphe I.2.4). L'étude de Dolz-Planas & coll. [13] a été réalisée sur une CMC dite micro cristalline. Cette étude ne donne pas de loi de comportement, elle se borne à quantifier la thixotropie. Comme le montrent les cycles d'hystérésis de la figure I.22, la thixotropie est bien marquée et elle dépend bien de la durée du cisaillement.

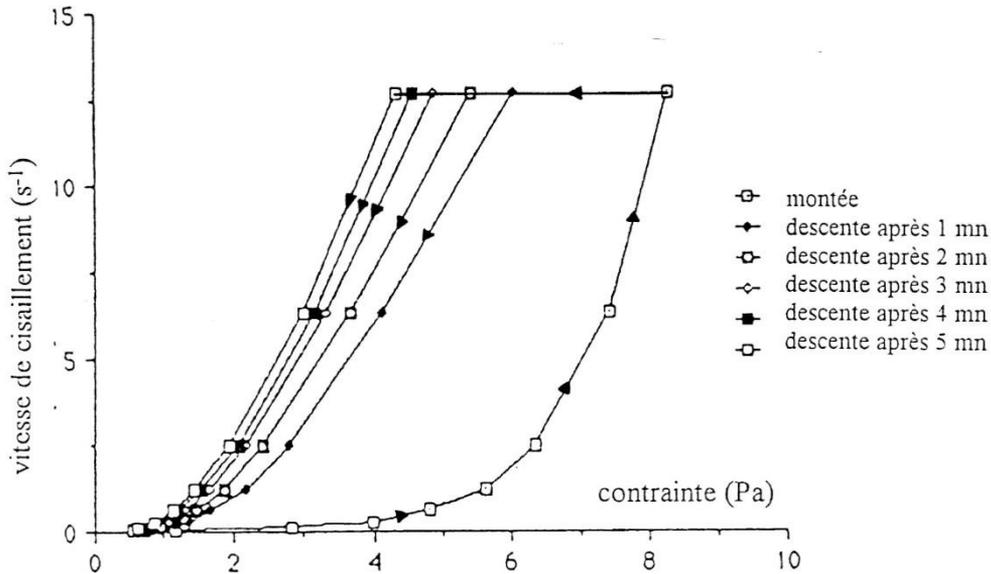


figure I.22  
Cycle d'hystérésis d'une solution de CMC micro cristalline

Les tests ont été faits à vitesse de cisaillement imposée. La courbe de montée est suivie d'un palier à vitesse de cisaillement constante d'une durée comprise entre 1 et 5 minutes. La vitesse de cisaillement est ensuite ramenée à zéro.

La surface de thixotropie de ces cycles a été étudiée en fonction du pourcentage massique de CMC  $\kappa$ , du temps d'agitation  $t_{agitation}$ , c'est à dire du temps de palier, et du temps de repos du fluide  $t_{repos}$ , c'est à dire le temps entre la préparation du fluide et le test.

La surface de thixotropie est évidemment fonction de la vitesse de cisaillement maximale du test. La vitesse de cisaillement maximale des tests présentés est de  $12,6 \text{ s}^{-1}$ .

Après avoir montré expérimentalement que la surface de thixotropie diminue de façon exponentielle avec le temps d'agitation et qu'elle augmente avec le pourcentage de CMC et le temps de repos, les auteurs proposent une loi donnant la surface de thixotropie :

$$(61) \quad S_{thixotropie} = f(t_{repos})\kappa^2(1 - e^{-t_{agitation}})$$

La fonction  $f(t_{repos})$  n'est pas explicite, mais les auteurs donnent les valeurs de cette fonction pour différents temps de repos (tableau I.7).

$t_{repos}$ (jour)	1	8	15	22	29
K (Pa.s <sup>-2</sup> )	28,7	28,3	23,8	21,5	19,8

tableau I.7

La figure I.23 montre l'évolution de la surface de thixotropie avec le temps d'agitation et du pourcentage massique de CMC, pour un fluide laissé au repos pendant une journée.

Cette étude est originale car elle montre bien l'évolution de la thixotropie avec le temps d'agitation en particulier, mais elle ne permet pas de trouver de loi de comportement.

Dans une autre étude Dolz & coll. [23] montrent que l'ajout de chlorure de sodium dans une solution de CMC a pour conséquence de diminuer la thixotropie qui est un effet que l'on souhaite parfois supprimer.

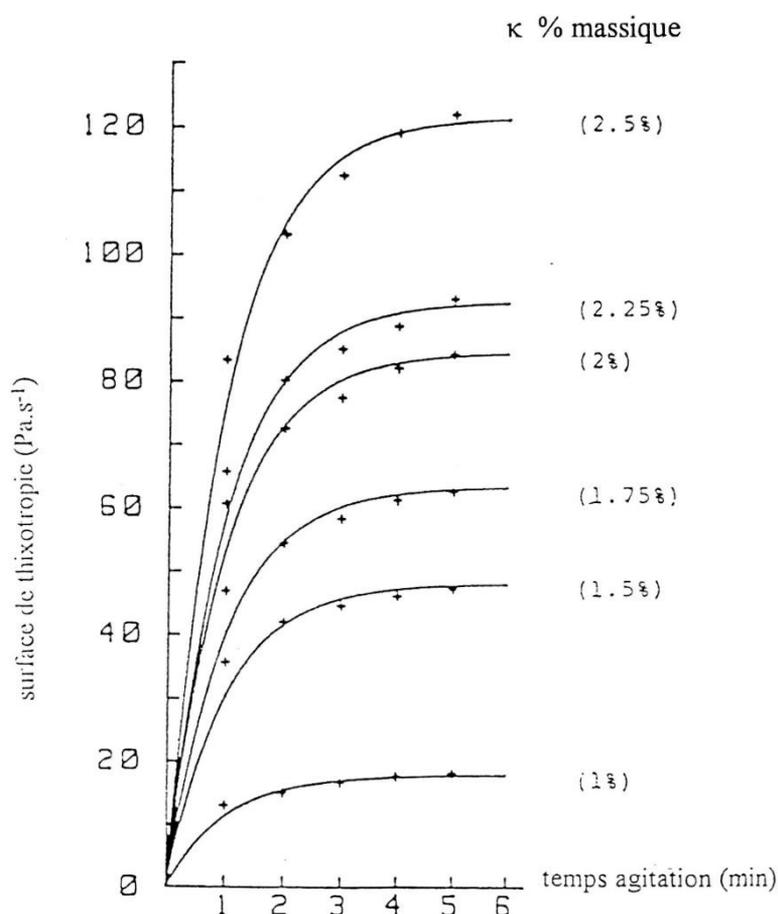


figure I.23

Evolution de la surface de thixotropie pour une CMC micro cristalline avec  $t_{agitation}$  et  $\kappa$ .

## **I.4. Ecoulement des fluides thixotropes**

Après avoir présenté des fluides rhéologiques thixotropes et montré qu'il existait deux types de thixotropies; une thixotropie de seuil et une thixotropie de consistance, nous allons résumer les travaux de recherche concernant l'écoulement en conduite de ces fluides.

Nous présentons pour commencer les travaux de thèse de Zitny à propos d'une thixotropie de consistance, puis les travaux de thèse de Martinez - Padilla sur l'écoulement d'une sauce béchamel (thixotropie de consistance également), puis ceux de Kemblowski & coll, dans les années 1980 sur l'écoulement de peintures thixotropes (thixotropie de seuil et de consistance).

Une contribution importante est celle d'Abdoulaye Touré dans sa thèse "Hydraulique en charge de fluides thixotropes"; nous la présenterons en dernier. La thixotropie étudiée est une thixotropie de seuil et de consistance.

### **I.4.1. "Influence de la thixotropie sur l'écoulement en conduite" Zitny (1975)**

En 1975 R. Zitny, de l'université de Prague, présentait sa thèse sur "l'influence de la thixotropie sur l'écoulement en conduite" [7]. Dans cette étude, il a proposé un modèle intégral. C'est celui que nous avons présenté dans le paragraphe I.2.2. et que nous rappelons :

$$\tau = K_0 \dot{\gamma}^n - b(K_0 - K_{eq}) \int_{-\infty}^t e^{-b(t-t^*)} \dot{\gamma}^n dt^*$$

Ce modèle a permis de caractériser rhéologiquement la thixotropie de trois fluides ; un enduit (sous couche de dallage), un lait corporel et une peinture thixotrope. Nous donnons les résultats de cette étude rhéologique dans le tableau suivant :

	$K_0/K_{eq}$	n	b (s <sup>-1</sup> )
enduit	1,6	0,422	0,001
lait corporel	1,7	0,6	0,0015
peinture thixotrope	1,9	0,2	0,002

tableau I.8

Dans ce modèle,  $K_0$  est la consistance du produit restructuré,  $K_{eq}$  et n les paramètres de la loi de comportement à l'équilibre. b est l'inverse du temps caractéristique de déstructuration.

A partir de ce modèle, Zitny propose une relation permettant le calcul du coefficient de frottement  $C_f$  dans une conduite cylindrique de longueur  $L$  et de diamètre  $D$ , dans laquelle circule un fluide à une vitesse débitante  $\bar{U}$

$$(62) \quad C_f = \frac{16}{Re_g} \left[ 1 + \left( \frac{K_0}{K_{eq}} - 1 \right) \cdot \frac{1 - e^{-\frac{-b \cdot L}{\bar{U}}}}{\frac{-b \cdot L}{\bar{U}}} \right]$$

Le coefficient de frottement universel  $16/Re_g$  est multiplié par un coefficient caractérisant l'évolution du fluide dans la conduite; cette évolution étant due au caractère thixotrope du fluide.

Dans cette relation  $Re_g$  est le nombre de Reynolds généralisé de Metzner et Reed [24] déterminé à partir des paramètres rhéologiques à l'équilibre.

Il est intéressant de noter que dans cette description c'est le rapport des consistances qui intervient. En effet, ce modèle caractérise une thixotropie de consistance.

#### **I.4.2. Modélisation de l'écoulement d'une sauce béchamel thixotrope (1988)**

Dans sa thèse, Martinez - Padilla [18] propose une simulation numérique du démarrage de l'écoulement en conduite cylindrique d'un fluide thixotrope dans une section où le régime est spatialement établi. Le fluide, initialement au repos, est soumis à un gradient de pression. Le modèle rhéologique utilisé est la relation empirique (43) sans contrainte seuil, qui d'après Martinez - Padilla, a un effet négligeable sur l'établissement du régime stationnaire.

$$\tau = K\dot{\gamma}^n \cdot t^{-p}$$

La résolution des équations de la mécanique des milieux continus, en régime non stationnaire établi, permet d'obtenir les résultats présentés sur la figure I.24 en fonction de la durée de l'écoulement sous forme adimensionnelle  $t^*$ . Ces résultats ont été obtenus pour la sauce béchamel présentée dans le paragraphe I.3.3.

Le diamètre de la conduite est de 0,0175 m, le gradient de pression imposé est de 76 Pa/m.

Les auteurs montrent que le temps d'établissement du régime diminue lorsque la thixotropie augmente. La diminution de viscosité dans le temps facilite l'établissement du régime.

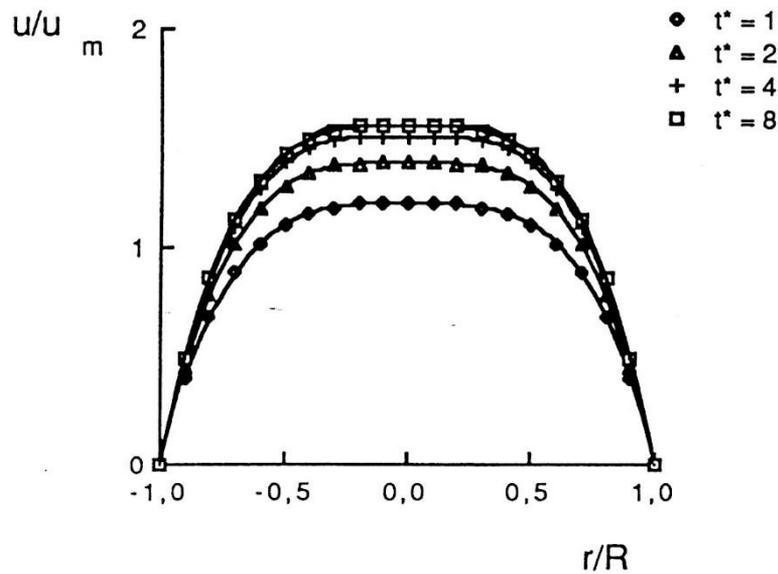


figure I.24

Evolution numérique des profils de vitesse en fonction du temps adimensionnel  $t^*$  pour une sauce béchamel, pour un gradient de pression de 76 Pa/m.

### **I.4.3. Travaux de Kembrowski, Dziubinski et Petera (1980)**

Après avoir défini un modèle pour les fluides thixotropes (relation 58, paragraphe I.2.7), Kembrowski, Dziubinski et Petera [11] et [12] ont appliqué leur modèle afin de calculer le coefficient de frottement relatif à l'écoulement des fluides thixotropes en conduites cylindriques [25], [26].

Rappelons la loi de comportement utilisée :

$$\tau = \tau_{\text{seuil}_0} (1 - e^{(-A\lambda^S)}) + K \left[ \lambda - \frac{\tau_{\text{seuil}_0}}{K} \cdot e^{(-A\lambda^S)} \cdot \lambda^{\frac{m}{m-n}} \right] \dot{\gamma}^m$$

et 
$$\frac{d\lambda}{dt} = C(\lambda - \lambda_{\text{eq}})$$

Bien que la loi soit établie pour un fluide à seuil les auteurs ont calculé le coefficient de frottement  $C_f$  dans le cas d'un fluide sans seuil, dans ce cas la loi de comportement devient :

$$(63) \quad \tau = K \cdot \lambda \cdot \dot{\gamma}^m$$

$$(64) \quad \frac{d\lambda}{dt} = C \left( \lambda - \frac{1}{\dot{\gamma}^{m-n}} \right)$$

Dans ces relations  $n$  est l'indice d'écoulement à l'équilibre,  $K$  est la consistance à l'équilibre,  $m$  est l'indice d'écoulement des courbes isostructures (voir paragraphe I.2.3).

Il serait trop long de redonner dans le détail tous les calculs menant à la détermination du coefficient de frottement Cf. Ce calcul est fait complètement dans "Memory effects during the flow of thixotropic fluids in pipes" Kemblowski et Petera [25].

Le coefficient de frottement, pour l'écoulement d'un fluide thixotrope sans seuil est donné par la relation :

$$(65) \quad C_f = \frac{16}{Re_g} \left[ 1 - (1 - Se) \cdot De \cdot \left( 1 - e^{\left(\frac{-1}{De}\right)} \right) \right]$$

Nous retrouvons, comme dans l'étude faite par Zitny, le coefficient de frottement universel affecté d'un coefficient caractérisant les effets thixotropes.

Cette relation est une fonction du nombre de Reynolds généralisé de Metzner et Reed [24]. Ce nombre est défini à partir de la loi de comportement du fluide à l'équilibre :

$$(66) \quad Re_g = \frac{\rho \bar{U}^{2-n} D^n}{8^{n-1} \cdot K \cdot \left(\frac{3n+1}{4n}\right)^n}$$

De est le nombre de Deborah (67). Il représente le rapport entre deux temps caractéristiques. Le premier temps est le temps caractéristique de l'évolution de la structure  $\Lambda$ . Ce temps est différent suivant que nous avons affaire à une restructuration ou à une déstructuration. Le deuxième temps est le temps moyen de transit dans la canalisation.

$$(67) \quad De = \frac{3m+1}{m+1} \cdot \frac{\Lambda}{\frac{L}{\bar{U}}}$$

Dans cette relation, on reconnaît  $\frac{3m+1}{m+1} \bar{U}$  qui est la vitesse axiale théorique au centre de la conduite.

Le troisième nombre sans dimension  $Se$  est un nombre qui caractérise l'évolution de la structure entre l'entrée et la sortie de la conduite :

$$(68) \quad Se = \frac{\left(\frac{3m+1}{4m}\right)^m \cdot \lambda_0}{\left(\frac{3n+1}{4n}\right)^n \cdot \left(\frac{8\bar{U}}{D}\right)^{n-m}}$$

Dans cette relation, nous voyons apparaître la structure à l'instant initial  $\lambda_0$  et la structure à l'équilibre définie par la relation 57 que nous rappelons :

$$\lambda_{eq} = \frac{1}{\dot{\gamma}^{m-n}}$$

Ces trois nombres nous permettent de déterminer le coefficient de frottement théorique dans le cas d'un écoulement à vitesse débitante  $\bar{U}$  d'un fluide thixotrope sans seuil dans une conduite de longueur  $L$  et de diamètre  $D$ .

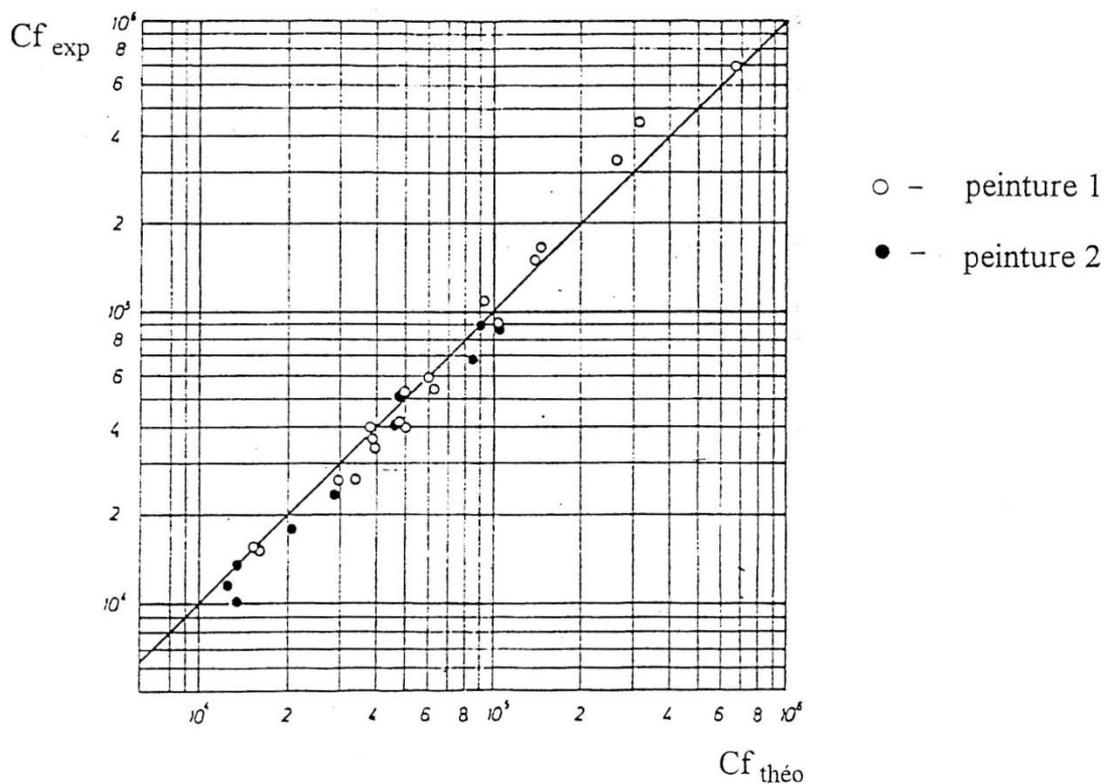


figure I.25  
 Comparaison des coefficients de frottement expérimentaux et théoriques pour deux peintures thixotropes.

Pour un écoulement en conduite cylindrique, nous pouvons trouver expérimentalement le coefficient de frottement Cf. Il est alors possible de comparer le coefficient de frottement expérimental à celui calculer théoriquement avec la relation (65).

Pour les deux peintures caractérisées rhéologiquement (voir paragraphe I.3.7), Kembrowski & coll. trouvent une bonne concordance entre l'expérience et la théorie, comme le montre la figure I.25. Sur cette figure chaque point représente une mesure. Si le point est situé sur la première bissectrice alors il y a accord parfait entre l'expérience et la théorie.

#### **I.4.4. "Hydraulique en Charge de fluides thixotropes " Toure (1995)**

La thèse de Touré A. [27] a été préparée au Laboratoire de Rhéologie de l'Institut National Polytechnique de Grenoble. Après une étude rhéologique du fluide modèle choisi, l'auteur a réalisé une étude globale et locale de l'écoulement et des pertes de charge.

##### I.4.4.1. Rhéologie

Après la mise au point de différents fluides thixotropes modèles transparents et leur étude rhéologique, Touré a choisi de travailler avec un gel aqueux de carboxyméthyl-cellulose de sodium (CMC) fabriqué par le laboratoire Hercules et distribué par Aqualon (France). Cette préparation a l'avantage d'être transparente et stable dans le temps. Ce fluide présente un seuil d'écoulement et une thixotropie évidente. La courbe d'équilibre de l'écoulement est correctement modélisée par la loi d'Herschel-Bulkley. La thixotropie a été caractérisée par les temps de restructuration et par la cinétique de déstructuration après un temps de repos.

La relation contrainte-structure choisie pour décrire ce fluide (69) est basée sur le modèle d'Herschel-Bulkley. Dans cette relation on voit apparaître deux lois de comportement reliées par un paramètre de structure.

$$(69) \quad \tau = \tau_{\text{seuil}_{\text{eq}}} + K_{\text{eq}} \dot{\gamma}^{n_{\text{eq}}} + \left[ \tau_{\text{seuil}_0} + K_0 \dot{\gamma}^{n_0} - \left( \tau_{\text{seuil}_{\text{eq}}} + K_{\text{eq}} \dot{\gamma}^{n_{\text{eq}}} \right) \right] \cdot \lambda$$

La cinétique d'évolution de la structure est donnée par l'équation différentielle (70).

$$(70) \quad \frac{d\lambda}{dt} = a(1 - \lambda) - b(\dot{\gamma})\lambda$$

Nous voyons bien que la relation (69) est composée de deux lois de comportement. La première (indiquée 0) représente le fluide restructuré, la seconde le fluide à l'équilibre. Les paramètres de ces lois sont déterminés rhéologiquement, et l'auteur donne pour chacun des paramètres les valeurs suivantes :

$$\text{Pour le fluide restructuré} \quad : \quad \tau = 70 + 275\dot{\gamma}^{0,29}$$

$$\text{A l'équilibre} \quad : \quad \tau = 35 + 22\dot{\gamma}^{0,5}$$

Un défaut de ce modèle est que pour  $\lambda=0$  (le fluide est complètement déstructuré) la relation contrainte-structure est égale à la loi de comportement à l'équilibre. L'équilibre n'est pas forcément synonyme d'une déstructuration complète.

Pour la cinétique d'évolution de la structure (relation 70),  $a$  est le paramètre de restructuration,  $b$  est une fonction de la vitesse de cisaillement qui représente le paramètre de déstructuration.

Pour le fluide étudié, Touré donne :

$$a = 1,41 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$$

$$b = 0,42 \cdot \dot{\gamma}^{0,8} \text{ s}^{-1}$$

L'auteur considère que le paramètre  $a$  est très inférieur à  $b$ , donc la cinétique se réduit à l'équation :

$$(71) \quad \frac{d\lambda}{dt} = -b(\dot{\gamma})\lambda$$

La solution de cette équation est une exponentielle décroissante :

$$(72) \quad \lambda = e^{[-b(\dot{\gamma})t]}$$

A  $t=0$  la structure est égale à 1. A l'équilibre, c'est à dire lorsque  $t$  temps vers l'infini, le paramètre de structure est égal 0.

#### I.4.4.2. Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental est une installation à pression imposée (figure I.26) constituée d'un réservoir sur lequel viennent se fixer des conduites de longueurs et de diamètres différents. A l'extrémité aval de la conduite, une balance permet la mesure du débit massique de fluide dans le temps. La veine et le réservoir sont transparents ce qui permet la visualisation de l'écoulement du fluide et des instabilités.

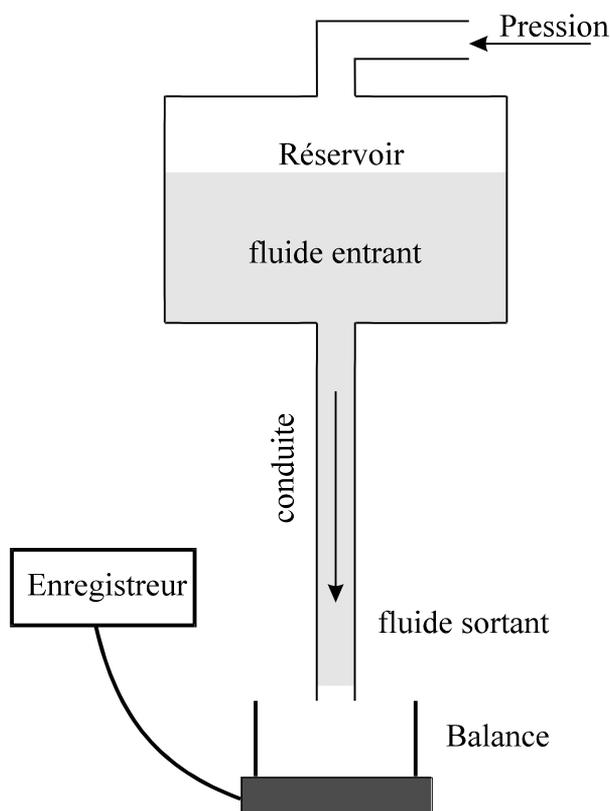


figure I.26  
Dispositif expérimental.

#### I.4.4.3. Etude globale

Cette étude est la première expérience visant à observer l'évolution du débit dans le temps.

L'expérience consiste à imposer dans le réservoir amont une pression et à noter l'évolution du débit dans le temps. Chaque courbe de débit se décompose en trois parties (figure I.27). Dans un premier temps, Touré note une phase de fluage (pour le test présenté cette phase a une durée de 564 secondes). Cette phase est suivie d'un régime transitoire jusqu'à écoulement complet du fluide initialement dans la conduite. La durée de cette phase est de 806 secondes. Après 1370 secondes, qui est le temps de vidange complet de la conduite, le régime devient permanent.

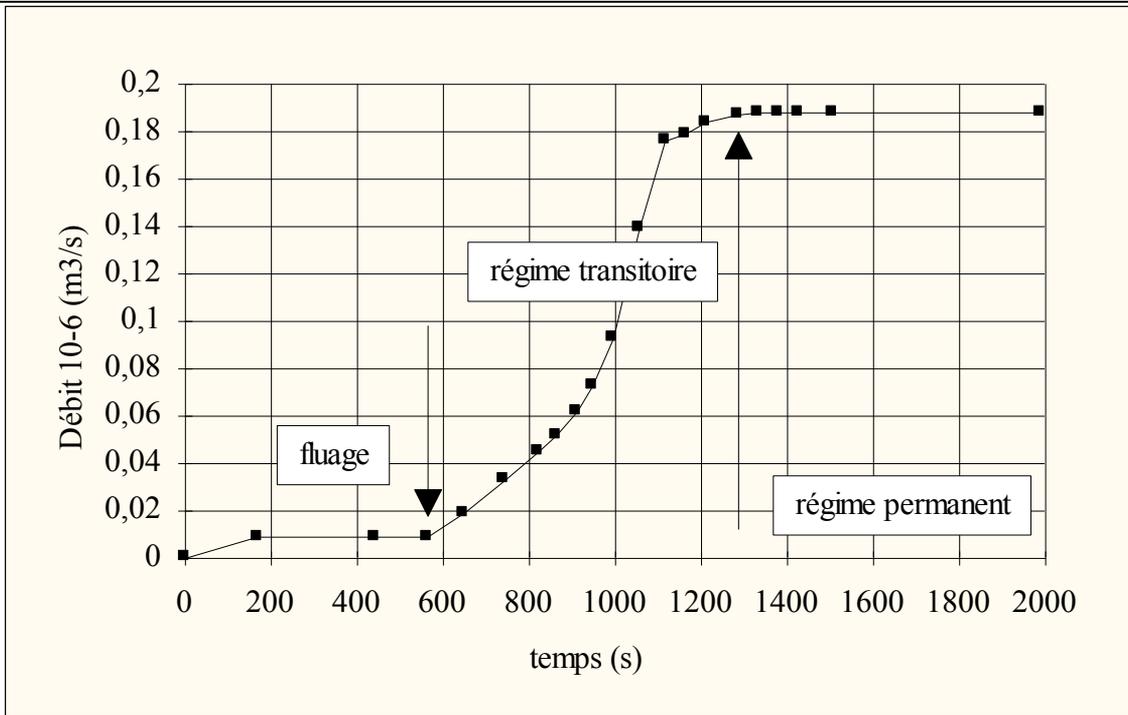


figure I.27

Evolution du débit d'un fluide thixotrope soumis à une pression de 37200 Pa.

#### I.4.4.4. Définition du coefficient de frottement Cf

##### I.4.4.4.1. Nombre de Reynolds pour un fluide à seuil

Avant d'aborder cette étude, il est nécessaire de définir le nombre de Reynolds dans le cas d'un fluide à seuil. La démarche adoptée pour déterminer ce nombre sans dimension est la même que celle utilisée par Metzner et Reed [24] pour calculer le nombre de Reynolds dans le cas d'un fluide sans seuil. Ce nombre de Reynolds pour un fluide à seuil est noté  $Re_s$  :

$$(73) \quad Re_s = \frac{\rho \bar{U}^{2-n} D^n}{8^{n-1} \cdot K \cdot \left(\frac{3n+1}{4n}\right)} \cdot w^n \cdot (1 - a^*)^{n+1}$$

On reconnaît bien dans cette définition le nombre de Reynolds de Metzner et Reed. Ce nombre est multiplié par un coefficient  $w$  (74) qui est une fonction de  $a^*$ .  $a^*$  est le rapport contrainte seuil sur contrainte pariétale, ou encore dans le cas d'une conduite cylindrique, rayon critique sur rayon de la conduite (75).

$$(74) \quad w = 1 + \frac{2a^*n}{2n+1} + \frac{2a^{*2}n^2}{(2n+1)(n+1)}$$

$$(75) \quad a^* = \frac{\tau_{seuil}}{\tau_{pariétale}} = \frac{R_{critique}}{R_{conduite}}$$

Le nombre de Reynolds pour un fluide à seuil, la fonction  $w$  et le paramètre  $a^*$  sont fonction de la contrainte seuil du fluide, de sa consistance et de l'indice d'écoulement.

#### I.4.4.4.2. Coefficient de frottement pour un fluide thixotrope

Touré reprend les calculs de Kemblowski et Petera [25], avec les mêmes hypothèses simplificatrices, mais en introduisant le seuil d'écoulement du fluide. La démonstration étant longue, nous renvoyons à la thèse pour celle-ci, mais donnons les relations intervenant dans le calcul du coefficient de frottement lors de l'évolution du fluide dans la conduite.

Comme Kemblowski et Petera, le coefficient de frottement est défini par la relation :

$$(76) \quad Cf = \frac{16}{Re_g} \left[ 1 - (1 - Se) \cdot De \cdot \left( 1 - e^{\left(\frac{-1}{De}\right)} \right) \right]$$

Avant de donner les définitions des différents termes, il est très important de noter que ce coefficient global tient compte de l'évolution de la structure du fluide. Donc il est fonction des deux lois de comportement du modèle, celle du fluide restructuré (indicée 0) et celle du fluide à l'équilibre (indicée eq).

Nous verrons donc apparaître dans les termes  $Se$ ,  $De$  et  $Re_s$  des fonctions des paramètres de la loi de comportement pour le fluide restructuré et les paramètres de la loi de comportement à l'équilibre.

Définissons les groupements qui vont apparaître dans les différents termes  $Se$ ,  $De$  et  $Re_s$ .

$$a_0^* = \frac{\tau_{seuil_0}}{\tau_{pariétale}} \quad w_0 = 1 + \frac{2a_0^* n_0}{2n_0+1} + \frac{2a_0^{*2} n_0}{(2n_0+1)(n_0+1)}$$

$$a_{eq}^* = \frac{\tau_{seuil_{eq}}}{\tau_{pariétale}} \quad w_{eq} = 1 + \frac{2a_{eq}^* n_{eq}}{2n_{eq}+1} + \frac{2a_{eq}^{*2} n_{eq}}{(2n_{eq}+1)(n_{eq}+1)}$$

Nous pouvons maintenant donner la définition des termes de la relation (76).

Le nombre de Reynolds est calculé pour le fluide à l'équilibre :

$$(77) \quad Re_s = \frac{\rho \bar{U}^{2-n_{eq}} D^{n_{eq}}}{8^{n-1} \cdot K_{eq} \left( \frac{3n_{eq}+1}{4n_{eq}} \right)} \cdot w_{eq}^{n_{eq}} \cdot (1 - a_{eq}^*)^{n_{eq}+1}$$

Le nombre de Déborah (78) fait apparaître les paramètres de la cinétique d'évolution de la structure. La fonction  $b$ , que nous avons vue précédemment, est de la forme  $b(\dot{\gamma}) = p\dot{\gamma}^s$ . Nous retrouvons dans la définition du nombre de Déborah les paramètres  $p$  et  $s$ .

$$(78) \quad De = \frac{\bar{U}}{p \cdot w_0 \cdot L} \left( \frac{3n_0+1}{n_0+1} \right) \left( \frac{2\bar{U}}{D} \right)^{-s}$$

Par rapport au nombre de Déborah défini par Kemblowski & coll., nous voyons que ce nombre devient une fonction de la contrainte seuil du fluide restructuré (par l'intermédiaire de  $w_0$ ) et que le temps caractéristique  $\Lambda$  est remplacé par le rapport  $\frac{2\bar{U}}{D}$ .

Le troisième nombre  $Se$  est un nombre qui caractérise l'évolution de la structure et l'évolution des paramètres des lois de comportement, c'est pourquoi sa définition est imposante.

$$(79) \quad Se = \frac{w_{eq}^{n_{eq}} \cdot (1-a_{eq})^{n_{eq}+1}}{w_0^{n_0} \cdot (1-a_0)^{n_0+1}} \cdot \frac{\left( \frac{3n_0+1}{4n_0} \right)^{n_0}}{\left( \frac{3n_{eq}+1}{4n_{eq}} \right)^{n_{eq}}} \cdot \frac{K_0}{K_{eq}} \cdot \frac{1}{\left( \frac{8\bar{U}}{D} \right)^{n_{eq}-n_0}}$$

Ce nombre n'est pas en définitive très éloigné de celui défini par Kemblowski & coll. (65). On note la présence du même rapport entre les indices d'écoulement. Le rapport des consistances apparaît ici, en effet elles étaient identiques chez Kemblowski. Et les termes fonctions des contraintes seuils sont présents comme dans tous les termes définis par Touré.

#### I.4.4.4.3. Résultats expérimentaux

Nous présentons, sur la figure I.28, le coefficient de frottement expérimental en fonction du nombre de Reynolds du fluide à seuil. Ce coefficient expérimental a été corrigé pour tenir compte des effets d'entrée. En effet, dans le cas d'un changement brusque de la section de passage, des études ont montré qu'il y avait une augmentation de la perte de charge [28], [29]. Cette augmentation de la perte de charge entraîne une augmentation de la longueur d'établissement du régime. Pour le fluide thixotrope à l'équilibre, Touré donne une relation permettant de calculer cette augmentation de longueur :

$$(80) \quad L_+ = (0,85 + 1) \frac{Re_s}{32} + 0,99$$

Le coefficient de frottement expérimental a été comparé à la relation  $16/Re_s$  représentatif de l'écoulement établi.

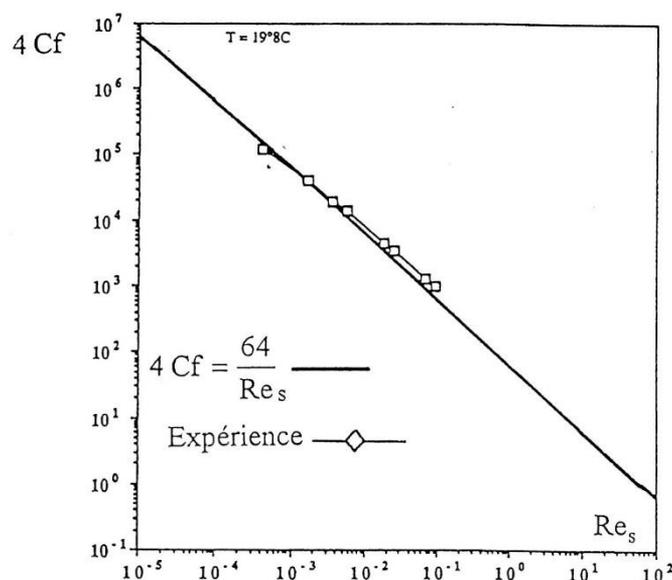


figure I.28

Coefficient de frottement expérimental pour l'écoulement établi d'un fluide thixotrope.

#### I.4.4.5. Etude locale de l'écoulement

Le but de cette partie est l'étude du champ cinématique par visualisation. Touré utilise trois moyens de visualisation :

- la chronophotographie; le milieu estensemencé par des particules de Rilsan aluminisées. Pendant l'écoulement ces particules sont éclairées par un plan laser. Par ce moyen d'éclairage et en utilisant des temps de pause judicieux Touré obtient les trajectoires de l'écoulement (figure I.29).

- l'injection de colorant ; le fluide entrant est coloré, sans modification des propriétés rhéologiques, par photographie l'auteur observe l'évolution de l'interface.

- visualisation par bulles d'hydrogènes ; un fil de platine est tendu perpendiculairement à la direction de l'écoulement dans le plan méridien, les bulles d'hydrogène formées par électrolyse sont arrachées par les forces hydrodynamiques et suivent l'écoulement. Par des prises de vues photographiques, Touré suit le déplacement des lignes de bulles dans le champ de l'écoulement (figure I.30).

Les figures I.29 et I.30 montrent des instabilités; les trajectoires ne sont pas rectilignes (figure I.29), il y a une asymétrie de l'écoulement (figure I.30). Ces instabilités sont dues à la non homogénéité de l'histoire du fluide et à la variation spatiale des propriétés mécaniques de celui-ci.

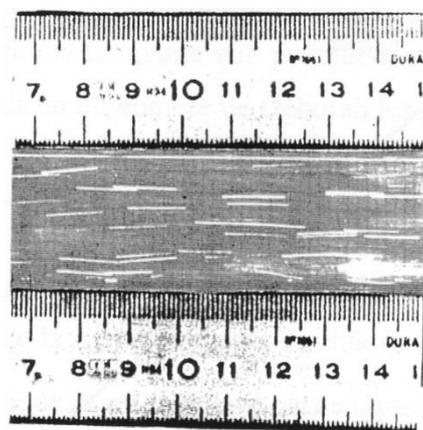


figure I.29

Trajectoire lors de l'écoulement d'un fluide thixotrope obtenues par chronophotographie.

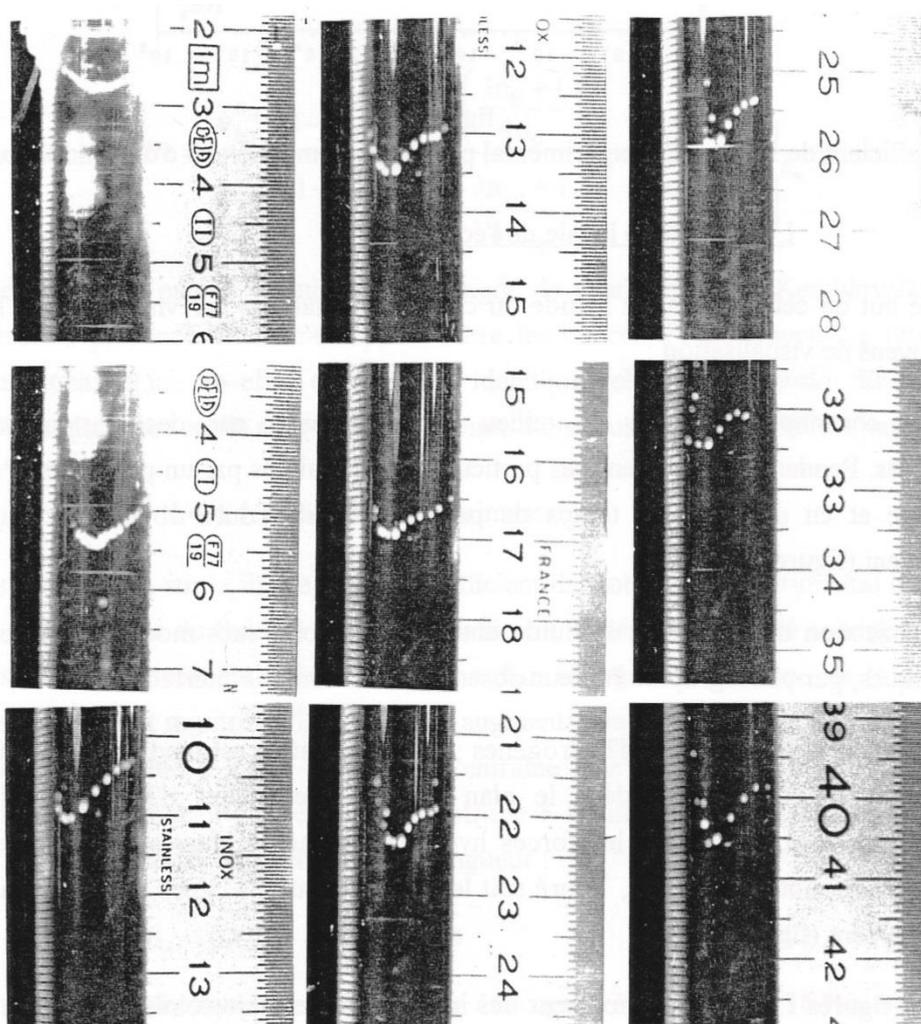


figure I.30

Champ cinématique d'un fluide thixotrope dans une conduite au cours du temps.

## **Conclusion**

Cette étude bibliographique nous montre l'intérêt porté par un grand nombre de chercheurs à la thixotropie. De plus en plus souvent, la description du fluide à l'équilibre ne suffit plus pour décrire l'écoulement de celui-ci. La structure des fluides utilisés est en effet de plus en plus complexe. Il est devenu impératif de connaître le comportement dans le temps de ces fluides, et en particulier de mieux comprendre l'influence du changement de structure qui s'opère lors du démarrage d'un écoulement, ceci en terme de perte de charge ou coefficient de frottement.

De cette étude bibliographique, il ressort qu'il n'existe pas un grand nombre de fluides modèles. Nous avons choisi de travailler avec un mélange de Veegum et de CMC dont nous avons étudié certains aspects rhéologiques en DEA. Comme Maingonnat & coll. [21] et [22], nous montrons que ce fluide est caractérisé par une thixotropie de seuil bien marquée.

Nous avons pu voir que les lois de comportement deviennent de plus en plus compliquées. Il est d'ailleurs préférable de parler désormais de relation contrainte-structure-vitesse de cisaillement. De plus, cette relation n'est pas suffisante pour décrire le comportement du fluide. Il faut ajouter une équation différentielle qui représente la cinétique d'évolution de la structure.

En ce qui nous concerne, nous étudierons deux relations contrainte - structure dans lesquelles le seuil et/ou la consistance sont fonctions de la structure. L'évolution de celle-ci sera régie par une équation différentielle faisant apparaître un paramètre de restructuration et une fonction de déstructuration :

$$\text{relation contrainte – structure : } \tau = \tau_{\text{seuil}}(\lambda) + K(\lambda)\dot{\gamma}^n$$

$$\text{évolution de la structure : } \frac{d\lambda}{dt} = a(1 - \lambda) - b(\dot{\gamma})\lambda$$

En ce qui concerne l'étude de l'écoulement de Poiseuille, il commence à faire l'objet d'études et de publications, Kemblowski & coll. et récemment Touré dans sa thèse. Ici aussi, les auteurs utilisent des relations de plus en plus lourdes et faisant apparaître un nombre toujours croissant de paramètres.

Nous espérons apporter une contribution à l'étude de l'écoulement d'un fluide thixotrope en conduite. Touré a étudié un écoulement à pression imposée, et donne des résultats importants. L'écoulement que nous nous proposons d'étudier est un écoulement à vitesse débitante imposée. Le chapitre suivant décrit la veine expérimentale que nous avons conçue et réalisée au LEMTA pour étudier l'écoulement d'un fluide thixotrope modèle.

## *Chapitre II*

*Description de la veine  
expérimentale*



## Sommaire

Introduction .....	63
II.1. Description globale de la veine d'essais .....	65
II.1.1. Le réservoir de repos .....	65
II.1.2. La veine de mesure .....	66
II.1.3. Le réservoir de réception .....	66
II.2. Création de l'écoulement à débit imposé .....	69
II.2.1. Le mouvement à débit imposé .....	69
II.2.2. Les limites d'utilisation de la veine de mesure .....	71
II.2.3. Automatisation des déplacements et des sécurités .....	71
II.3. Techniques et moyens de mesures .....	73
II.3.1. Mesure de la vitesse débitante de l'écoulement du fluide .....	73
II.3.2. Mesure de la pression .....	75
II.3.3. Mesure de la température .....	75
II.4. Détermination des profils de vitesse par vélocimétrie ultrasonore .....	76
II.4.1. Principe de la mesure .....	76
II.4.2. La vélocimétrie ultrasonore .....	77
II.4.3. Le transducteur vélocimétrique .....	80
II.4.4. Mise en œuvre du transducteur .....	82



## **Introduction**

Dans le but d'étudier le comportement et les propriétés diffusionnelles d'un fluide thixotrope modèle, une nouvelle veine d'écoulement a été mise en place au Laboratoire d'Energétique et de Mécanique Théorique et Appliquée.

Habituellement, lorsqu'on souhaite étudier l'écoulement d'un fluide en conduite, celle-ci est une boucle fermée dans laquelle le fluide est mise en circulation par une pompe. Dans notre cas, le recyclage du fluide est impossible.

Pour l'étude de notre fluide modèle, nous avons donc conçu et réalisé une veine d'essais ouverte. Le mouvement du fluide est produit par le déplacement d'un piston, comme pour une seringue. L'écoulement est donc à débit imposé et contrôlé. C'est une des originalités de cette nouvelle installation qui permet l'étude de l'écoulement des fluides thixotropes à débit imposé.

Dans un premier temps, nous allons présenter cette veine dans sa globalité ; nous décrirons par la suite les moyens mis en œuvre afin de créer l'écoulement à débit imposé. Pour finir, nous passerons en revue les différentes techniques et moyens de mesure.

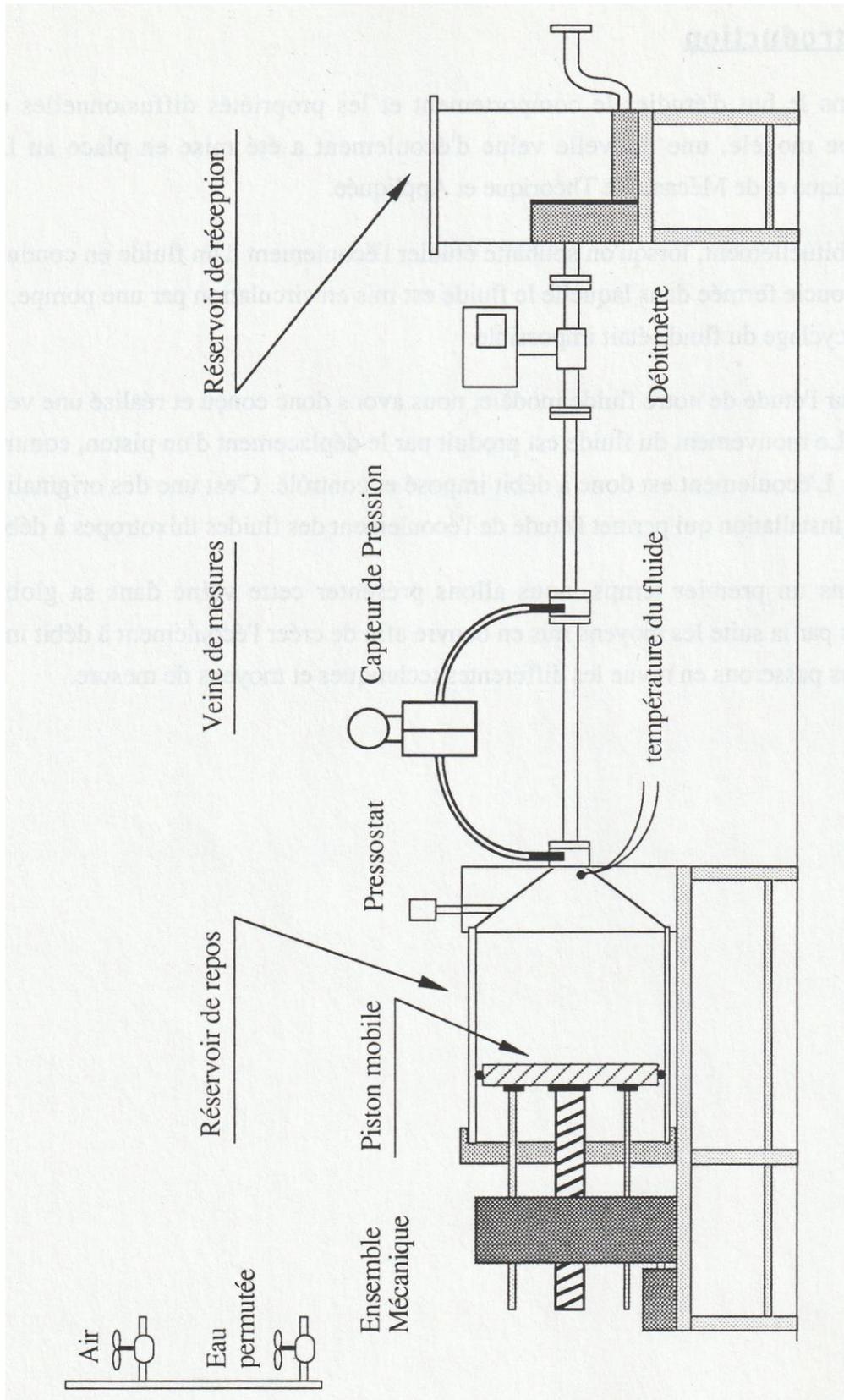


Figure II.1  
Vue d'ensemble de la veine d'écoulement d'un fluide modèle Thixotrope

## **II.1. Description globale de la veine d'essais**

Les propriétés temporelles relatives au fluide thixotrope modèle que nous utilisons nous ont amenés à concevoir un nouveau type de veine expérimentale dont une représentation globale est donnée par la figure II.1.

Cette veine de mesures est ouverte. Il n'y a pas de circuit de retour permettant au fluide de revenir au réservoir amont par l'intermédiaire d'une pompe. Pour l'étude de ce type de fluide, l'emploi d'une pompe n'est pas concevable. En effet, les forts cisaillements engendrés par les éléments de cette pompe auraient une action destructrice sur le fluide.

Cette veine est composée d'un réservoir de repos, de la veine de mesures proprement dite et d'un réservoir de réception. Nous allons décrire séparément ces trois éléments.

### **II.1.1. Le réservoir de repos**

Le réservoir de repos est un cylindre creux, en poly méthacrylate de méthyle (P.M.M.A.), matériau choisi pour sa transparence, de 370 mm de diamètre et de 700 mm de longueur (voir figure II.2). La contenance de ce réservoir est d'environ 60 litres de fluide. A l'une des extrémités du réservoir, un cône en P.M.M.A. joue le rôle de réducteur de diamètre de 370 à 30 mm ; c'est le diamètre de la veine d'écoulement proprement dite. L'angle de ce cône, par rapport à l'axe de symétrie, est de 45 degrés. L'autre extrémité du réservoir est fermée par un piston en chlorure de polyvinyle (P.V.C.) guidé en translation. C'est l'avancement de ce piston qui impose le débit du fluide dans le réservoir et par conséquent dans la veine d'essais. Nous décrirons plus en détail la régulation de l'avance du piston et les moyens mis en œuvre pour créer le mouvement.

Sur l'une des faces extérieures du cône de rétrécissement, nous avons placé un pressostat. Ce pressostat est un organe de sécurité qui limite la pression à l'intérieur du réservoir de repos à 1,5 bar, afin d'éviter son éclatement. Si la pression dépasse 1,5 bar, le pressostat envoie un signal électrique à l'automate qui arrête alors l'avance du piston.

Un thermocouple est placé en sortie du cône afin de connaître la température du fluide lors des expériences.

Une purge placée en position haute nous permettra de supprimer l'air restant dans le réservoir après son remplissage.

Le P.M.M.A. est un matériau dont le module d'élasticité vaut 3200 Mpa. L'épaisseur de la paroi du réservoir est de 10 mm. Après avoir collé une jauge de déformation sur celui-ci, nous avons vérifié que le réservoir se dilatait. Cette déformation a lieu dans les premiers instants de l'écoulement.

Dans ce réservoir, le fluide est maintenu au repos avant tous les tests. Durant cette période de repos, il se restructure. Dans un premier temps, nous avons fait l'hypothèse que le fluide, dont la structure varie lorsqu'il est soumis à un cisaillement, n'est que très faiblement déstructuré avant son arrivée dans la veine de mesures. Cette hypothèse se révélera fausse.

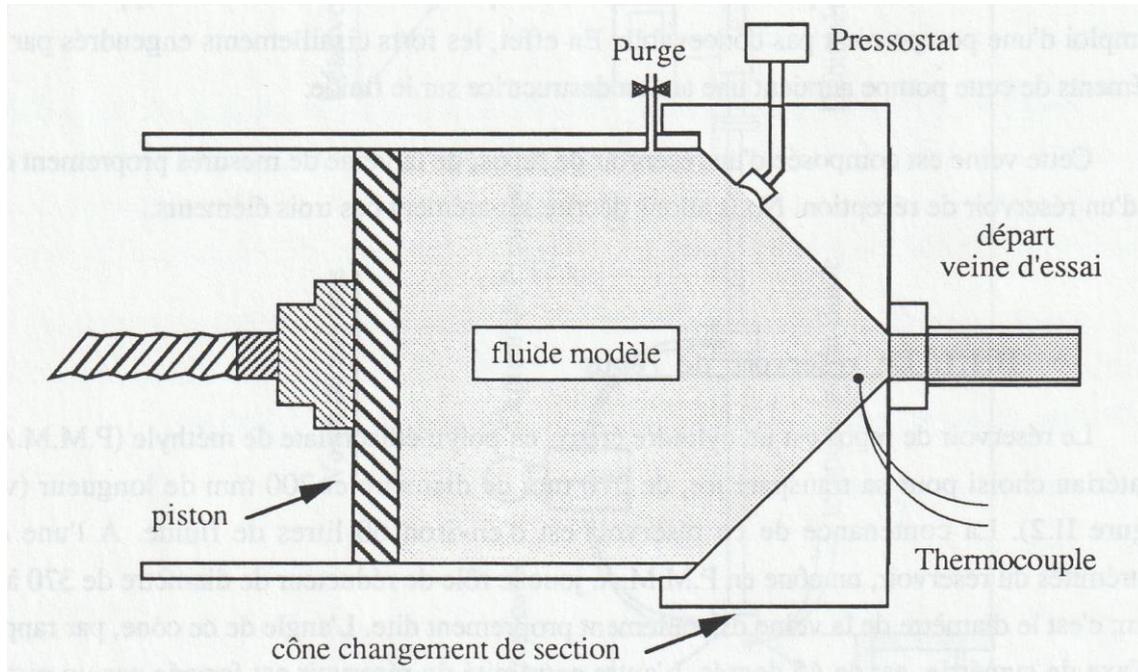


Figure II.2  
Réservoir de repos

### **II.1.2. La veine de mesure**

Cette veine est également en poly méthacrylate de méthyle. Elle est composée d'une succession de tronçons aux bornes desquels nous ferons les mesures de chute de pression. La distance entre les prises de pression est comprise entre 0,5 m et 4 m. Les prises de pression ont été percées sur des brides que nous placerons de part et d'autre du tronçon considéré. La pression est transmise au capteur de pression différentielle par l'intermédiaire de tubes en plastique armé remplis d'eau.

### **II.1.3. Le réservoir de réception**

A l'autre extrémité de la veine de mesures, nous avons placé un réservoir de réception qui a deux fonctions (voir figure II.3).

Dans un premier temps, ce réservoir est utilisé pour préparer un volume suffisant de fluide thixotrope nécessaire à nos expériences. A cet effet, un agitateur à hélice mis en rotation par un moteur à vitesse variable est monté sur un support à proximité du réservoir. Cette cuve est munie de deux orifices. Pour le remplissage de la veine et du réservoir de repos ; l'orifice 1 est fermé tandis que l'orifice 2 est relié à la veine d'essais. La cuve est alors fermée puis mise sous

pression d'air. Le fluide est alors poussé dans la veine. Dans le même temps, le piston du réservoir de repos est ramené en arrière pour faciliter son remplissage.

Lors des tests, ce réservoir récupère le fluide qui s'écoule, il est alors muni d'un dispositif permettant, si nous le souhaitons, de maintenir la charge constante à l'intérieur de la veine d'essais.

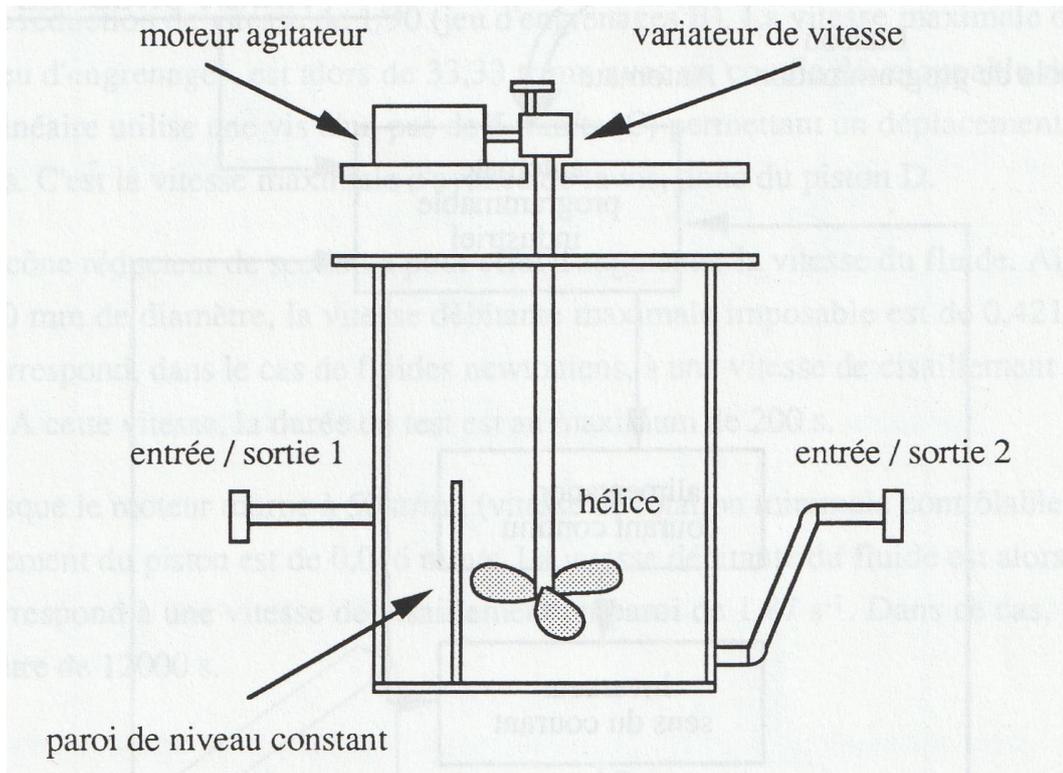


Figure II.3  
Réservoir de réception

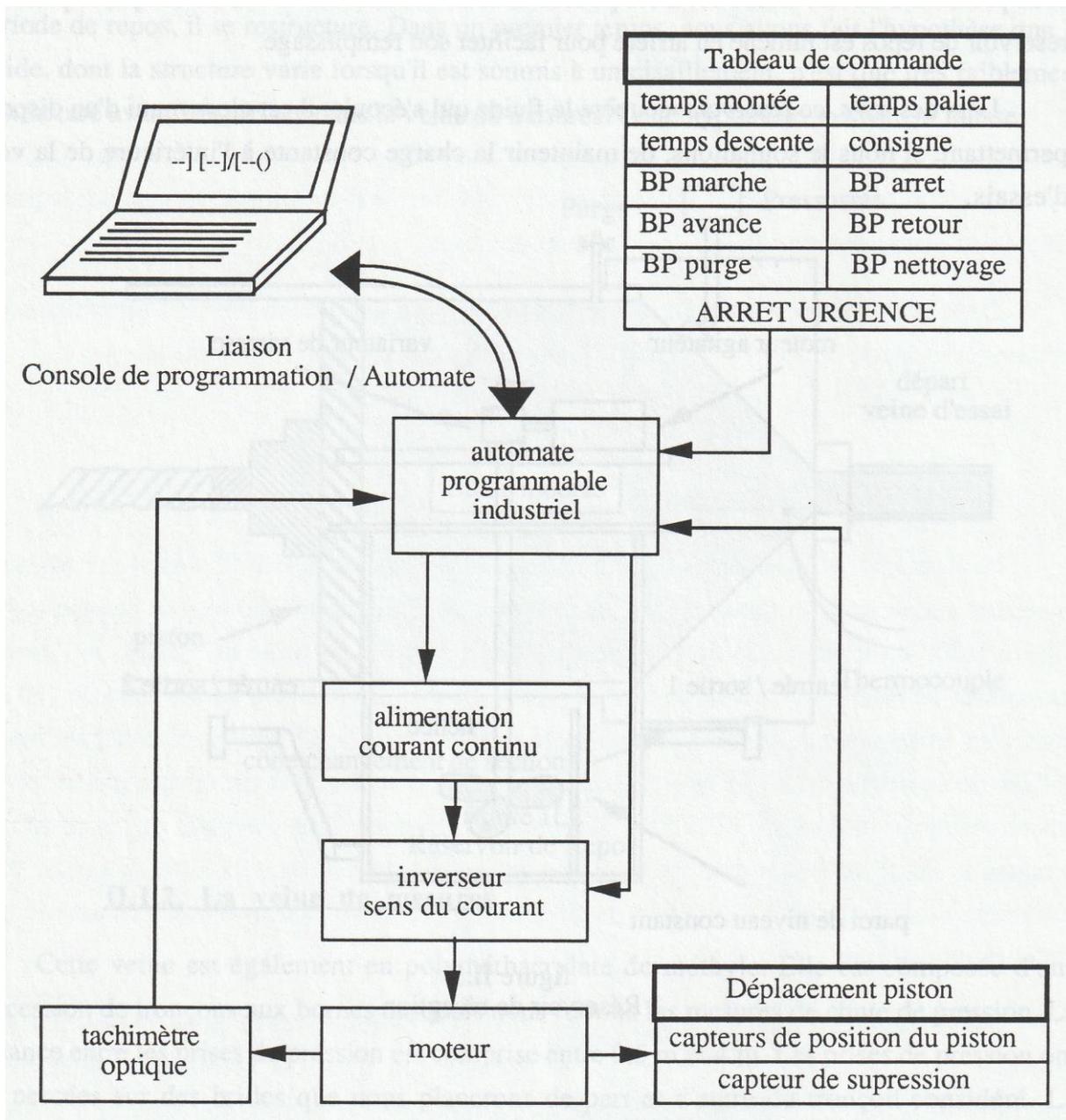


Figure II.4  
Schéma de principe de l'automatisation du déplacement du piston

## **II.2. Création de l'écoulement à débit imposé**

### **II.2.1. Le mouvement à débit imposé**

Le mouvement à débit imposé est produit par un piston dont nous contrôlons le déplacement et la vitesse d'avance.

Par l'utilisation d'un système mécanique de type table linéaire, (figure II.5), nous transformons la rotation d'un arbre moteur A en translation d'une vis sans fin C. Le moteur est un moteur à courant continu de 1500 W de puissance pouvant tourner à 3000 tr/mn. A cette vitesse, un tel moteur développe un couple de 4,77 N.m. La table linéaire fait intervenir un rapport de réduction de vitesse de 1/90 (jeu d'engrenages B). La vitesse maximale de rotation, après le jeu d'engrenages, est alors de 33,33 tr/mn avec un couple développable de 430 N.m. La table linéaire utilise une vis d'un pas de 5 mm/tr (C) permettant un déplacement linéaire de 2,7 mm/s. C'est la vitesse maximale d'avance de la vis, donc du piston.

Le cône réducteur de section a pour effet d'augmenter la vitesse du fluide. Ainsi, dans le tube de 30 mm de diamètre, la vitesse débitante maximale imposable est de 0,421 m/s. Cette vitesse correspond, dans le cas de fluides newtoniens, à une vitesse de cisaillement en paroi de  $112,5 \text{ s}^{-1}$ . A cette vitesse, la durée du test est au maximum de 200 s.

Lorsque le moteur tourne à 50 tr/mn (vitesse de rotation minimale contrôlable), la vitesse de déplacement du piston est de 0,046 mm/s. La vitesse débitante du fluide est alors de 7 mm/s ce qui correspond à une vitesse de cisaillement en paroi de  $1,87 \text{ s}^{-1}$ . Dans ce cas, la durée du test peut être de 12000 s.

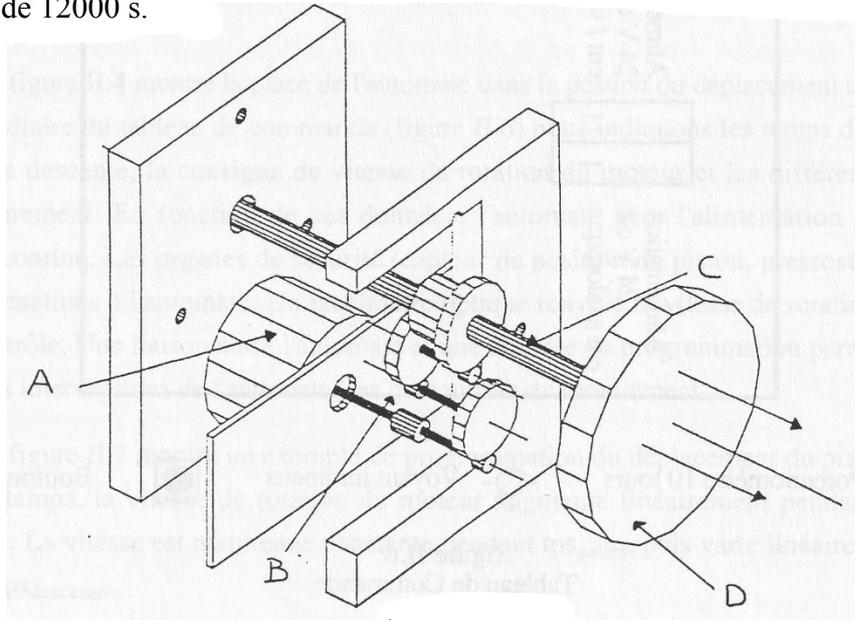


Figure II.5  
Système mécanique de création du mouvement de translation

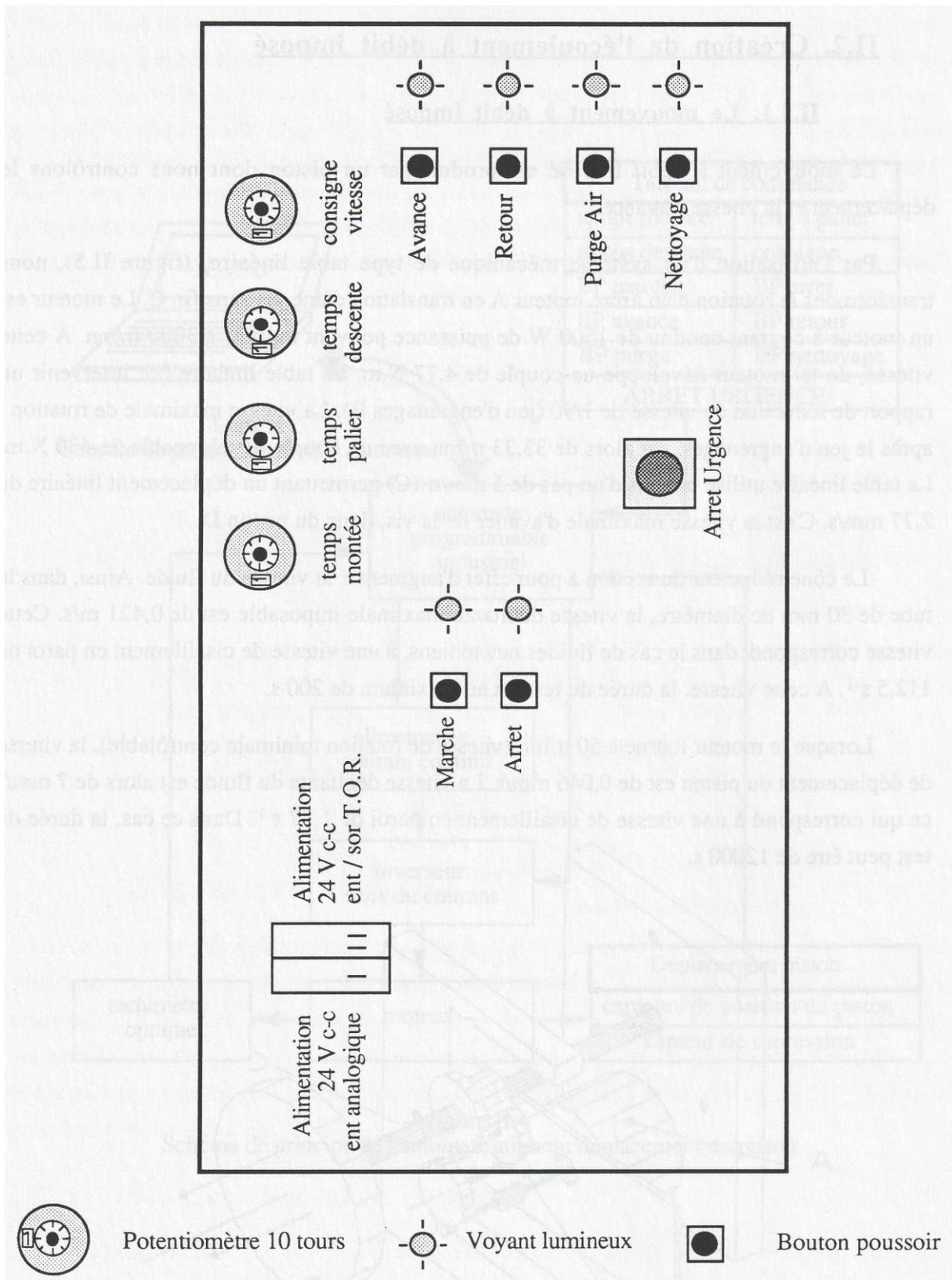


Figure II.6  
Tableau de commande

### **II.2.2. Les limites d'utilisation de la veine de mesure**

La force que le piston peut exercer sur le fluide est de l'ordre de 550 000 N, c'est une force très importante due au fait que nous travaillons à petites vitesses et à couple imposé important. La surface du piston étant de 0,108 m<sup>2</sup>, la pression maximale imposable est de l'ordre de 50 bars.

Il existe une autre limite de fonctionnement, celle imposée par l'élasticité des matériaux de construction. Nous devons calculer la pression maximale supportable par le réservoir. Ce calcul d'élasticité a comme support théorique le calcul de résistance des enveloppes minces, qui dans le cas d'un cylindre nous donne la relation (1)

$$(1) \quad P_{\text{limite}} = \frac{e_p \cdot L_{\text{élast}}}{R_{\text{int}}}$$

Le réservoir de repos est en P.M.M.A., son épaisseur est de  $e_p = 0,01$  m, son rayon intérieur est  $R_{\text{int}} = 0,185$  m. La limite élastique du P.M.M.A. est de  $L_{\text{élast}} = 1$  Mpa. Dans ce cas la pression limite est  $P_{\text{limite}} = 0,75$  Mpa soit 7,5 Bar. Nous limiterons en fait la pression relative à 1,5 Bar.

### **II.2.3. Automatisation des déplacements et des sécurités**

Les déplacements du piston, en avant mais aussi en arrière (remplissage), ses arrêts et ses remises en mouvement, sont contrôlés et gérés à l'aide d'un automate programmable SIEMENS. Cet automate nous permet aussi de gérer les organes de sécurité, capteurs de pression et pressostat.

La figure II.4 montre la place de l'automate dans la gestion du déplacement du piston. Par l'intermédiaire du tableau de commande (figure II.6) nous indiquons les temps de montée, de palier, de descente, la consigne de vitesse de rotation du moteur et les différents ordres de fonctionnement. En fonction de ces données, l'automate gère l'alimentation du moteur à courant continu. Les organes de sécurité (capteur de pression du piston, pressostat) renvoient des informations à l'automate. Un tachymètre optique renvoie la vitesse de rotation du moteur pour contrôle. Une liaison entre l'automate et une console de programmation permet de mieux suivre les interventions de l'automate lors du contrôle du mouvement.

La figure II.7 montre un exemple de programmation du déplacement du piston. Dans un premier temps, la vitesse de rotation du moteur augmente linéairement pendant une durée  $t_{\text{psmontée}}$ . La vitesse est maintenue constante pendant  $t_{\text{pspalier}}$ , puis varie linéairement jusqu'à zéro en  $t_{\text{psdescente}}$ .

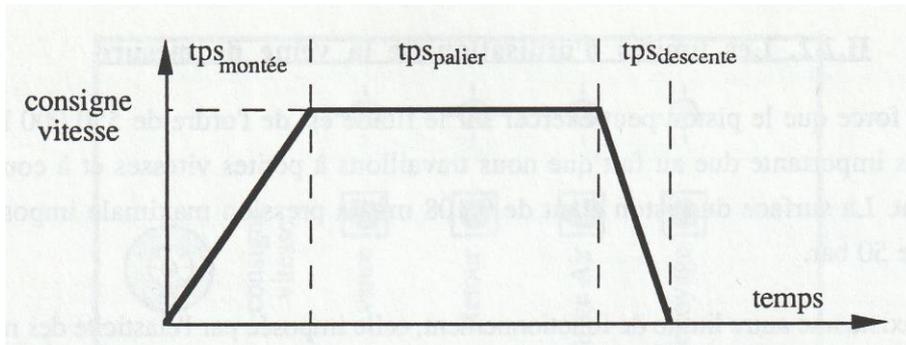


Figure II.7  
Exemple de programmation d'un déplacement

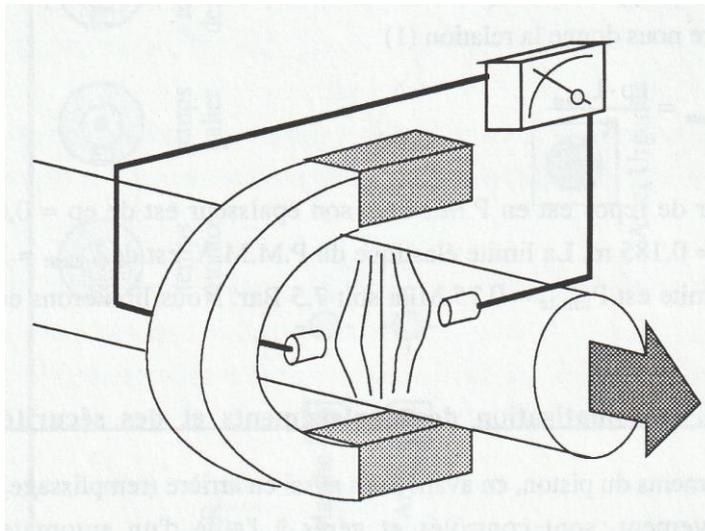


Figure II.8  
Principe de fonctionnement du débitmètre électromagnétique

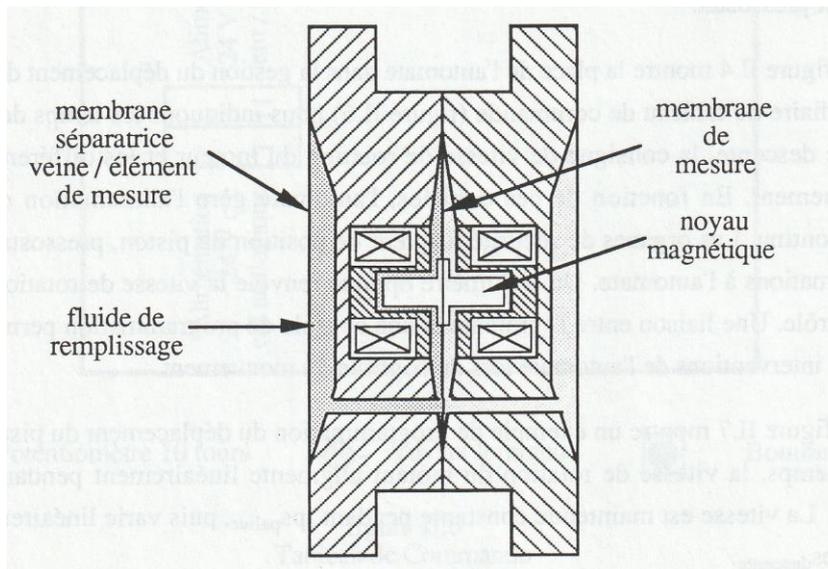


Figure II.9  
Capteur de pression différentiel

Il n'existe pas de programmes automatés répondant à notre problème. Donc nous avons écrit le programme permettant à l'automate de piloter les mouvements du piston. Ce programme a été écrit pour la plus grande partie en langage CONTACT et pour le reste en langage LIST, qui sont des langages de programmation universels.

### **II.3. Techniques et moyens de mesures**

Ayant la possibilité de mettre en écoulement un fluide modèle thixotrope, de lui imposer des changements de structure, nous allons maintenant décrire les moyens mis en œuvre pour quantifier l'évolution de ce fluide. Dans cette partie, nous allons décrire les techniques et les moyens qui nous permettront de mesurer le débit, les chutes de pression et la température.

La mesure locale de la vitesse, par vélocimétrie ultrasonore, fera l'objet d'une partie distincte.

#### **II.3.1. Mesure de la vitesse débitante de l'écoulement du fluide**

Nous disposons, pour mesurer la vitesse débitante de l'écoulement du fluide modèle, de deux méthodes. Soit à partir des éléments mécaniques successifs qui nous permettent de déterminer une relation mathématique liant la vitesse de rotation du moteur à la vitesse débitante de l'écoulement, soit à l'aide d'un débitmètre électromagnétique.

Expliquons dans un premier temps la méthode de détermination de la vitesse débitante de l'écoulement à l'aide des éléments mécaniques. L'automate gère la vitesse de rotation du moteur. La relation liant la vitesse de translation  $V$  du piston à la vitesse de rotation  $\omega$  est linéaire (relation 2). Cette relation ne dépend que des organes mécaniques (jeux d'engrenages, vis à billes). Le rendement des différents organes jouant sur la puissance transmise.

$$(2) \quad V = \frac{3 \cdot \omega}{3250}$$

$V$  est en mm / s et  $\omega$  en tours / mn.

Connaissant le rapport de réduction RED du cône (relation 3), nous pouvons calculer la vitesse débitante  $\bar{U}$  de l'écoulement dans la veine de mesure (relation 4).

$$(3) \quad \text{RED} = \frac{\text{diamètre veine}}{\text{diamètre piston}}$$

$$(4) \quad \bar{U} = \frac{V}{\text{RED}^2}$$

La seconde méthode, plus conviviale, consiste à lire le débit de fluide mesuré par un débitmètre électromagnétique. Le principe de mesure repose sur la loi d'induction de Faraday.

Dans le cas du débitmètre électromagnétique (voir figure II.8), c'est le liquide conducteur qui traverse le capteur qui représente le conducteur en déplacement dans le champ magnétique. Il induit, perpendiculairement du champ magnétique et au sens de l'écoulement, une tension proportionnelle à la vitesse de passage moyenne (relation 5).

$$(5) \quad U_i = B_m \cdot L \cdot \bar{U}$$

$U_i$  : tension induite

$B_m$  : intensité du champ magnétique

$L$  : longueur du conducteur (distance entre les électrodes)

$\bar{U}$  : vitesse débitante

Ce débitmètre est placé en aval de la veine de mesure pour diminuer au maximum les perturbations qu'il pourrait engendrer.

Le débitmètre délivre un signal analogique 4 – 20 mA. Ce signal est transformé en un signal tension 2 – 10 V qui est analysé et enregistré par le logiciel d'acquisition VIEWDAC.

Dans le tableau II.1, nous avons reporté pour différentes vitesses de rotation  $\omega$  (tr/mn) la vitesse débitante calculé à partir des éléments mécaniques et la vitesse débitante calculée à partir de la mesure du débitmètre électromagnétique. Nous donnons aussi l'écart relatif.

$\omega$ (tr/mn)	2001	1503	990	497	253	93
$\bar{U}$ mécanique (m/s)	0,281	0,211	0,139	0,070	0,036	0,013
$\bar{U}$ débitmètre (m/s)	0,280	0,214	0,139	0,067	0,034	0,009
Ecart relatif %	0,35	1,4	0	4,3	5,6	30,8

Tableau II.1  
Comparaison des mesures de vitesse débitante

L'écart relatif augmente pour les petites vitesse débitantes, mais dans ces conditions nous travaillons dans la partie basse de la plage de mesures du débitmètre ce qui n'est pas recommandé par le constructeur.

### **II.3.2. Mesure de la pression**

Nous avons à notre disposition deux capteurs de pression différentielle. La plage d'utilisation de ces capteurs est respectivement 0-1000 mbar et 0-2000 mbar. Le principe de fonctionnement de ces capteurs est le suivant : une membrane de mesure se déplace en fonction de la pression différentielle transmise par l'intermédiaire de deux membranes séparatrices et d'un fluide de remplissage (voir figure II.9). Deux bobines et deux noyaux magnétiques convertissent ce micro-déplacement en une variation d'inductance. Cette variation est saisie, corrigée en fonction de la température et adaptée en un signal 4-20 mA par le convertisseur. Ces deux signaux seront, comme celui correspondant au débit, analysés et enregistrés par le logiciel Viewdac.

Les capteurs de pression sont réglés pour renvoyer un signal 4-20 mA pour la plage de mesure 0-500 mbar. La précision intrinsèque de l'appareil étant de  $\pm 1$ mbar.

### **II.3.3. Mesure de la température**

Un thermocouple est placé à l'entrée de la veine de mesures pour nous indiquer la température de travail. Sa précision est de 0,2°C. Nous travaillons à la température de la salle qui varie entre 20°C et 25°C suivant les saisons. Mais cette température est uniforme et stable pendant les expériences.

## II.4. Détermination des profils de vitesse par vélocimétrie ultrasonore

Afin d'étudier les profils de vitesse en régime stationnaire mais aussi leurs évolutions au cours du temps, nous avons mis en œuvre la vélocimétrie ultrasonore. Le principe utilise l'effet Doppler pulsé, qui transforme la vitesse locale de l'écoulement en une variation de la fréquence d'écho ultrasonore. Par analyse des fréquences Doppler au cours du temps, nous obtenons les profils instantanés de vitesses (PERONNEAU [30]).

### II.4.1. Principe de la mesure

La sonde ultra-sonore que nous utilisons est un cristal piézoélectrique excité par une tension alternative. Celle-ci met en vibration le cristal qui produit une onde sonore. Cette onde se propage à une vitesse ou célérité fonction du milieu qu'elle traverse. Lorsqu'elle rencontre un obstacle l'onde est réfléchi, il est alors possible de déterminer la position de l'obstacle (figure II.10), d'où la première relation nécessaire à l'étude des ultrasons.

$$(6) \quad x = c^* \cdot \frac{t_{vol}}{2}$$

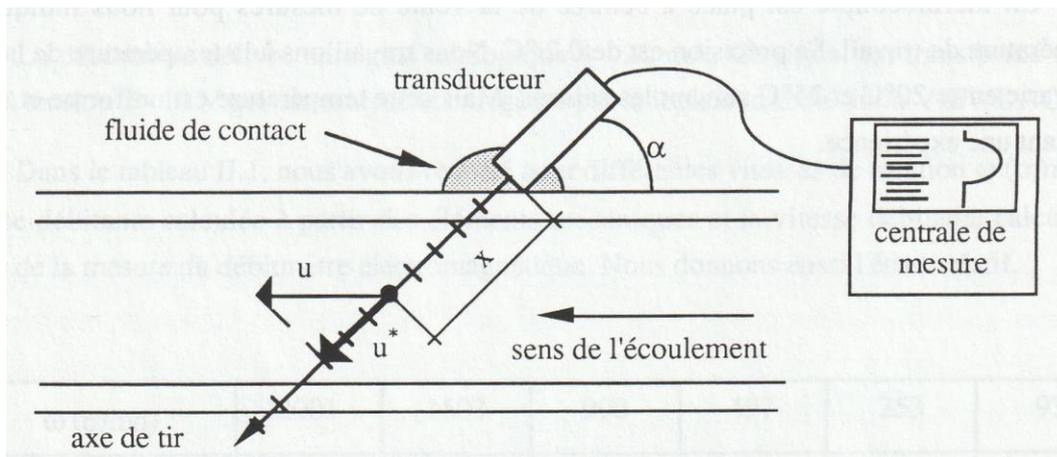


Figure II.10  
Mesure par vélocimétrie ultrasonore

La distance  $s$  parcourue par l'onde est une fonction de la célérité  $c^*$  de cette onde dans le milieu considéré et du temps de vol  $t_{vol}$  entre l'émission de celle-ci et la réception de l'écho.

Soit une onde de fréquence  $f_0$  émise en direction d'un obstacle en mouvement. Soit  $u^*$  la projection de la vitesse de l'obstacle suivant l'axe de tir des ultrasons. La fréquence de l'onde perçue par cet obstacle est  $f_1 = f_0 + f_D$ ;  $f_D$  est la fréquence Doppler due au mouvement :  $f_D = u^* / \lambda_{onde}$ . Cette onde (de fréquence  $f_1$  émise par la particule en mouvement) diffusée dans toutes les directions, est perçue par un observateur fixe avec un décalage supplémentaire en

fréquence de même valeur  $f_D$  puisque la vitesse de l'obstacle n'a pas varié  $f_2 = f_1 + f_D$ . Donc la variation totale de fréquence est  $f_2 - f_0 = 2 f_D$ .

$$(7) \quad f_2 - f_0 = 2 \cdot f_D = 2 \cdot \frac{u^*}{\lambda_{\text{onde}}} = 2 \cdot f_0 \frac{u^*}{c^*}$$

#### II.4.2. La vélocimétrie ultrasonore

Le vélocimètre ultrasonore que nous utilisons a été fabriqué par la société Met Flow S.A. (suisse) ; il est commercialisé par la société Dantec.

Le transducteur vélocimétrique, que nous décrivons dans le prochain paragraphe, est l'organe qui émet l'onde ultrasonore et reçoit l'écho de cette onde.

L'émission de l'onde est pulsée à la fréquence  $f_{\text{pulsation}}$  (voir figure II.11). Pendant un temps  $\Delta t_{\text{émis}}$  le transducteur émet, et pendant le reste du temps, il reçoit les échos.

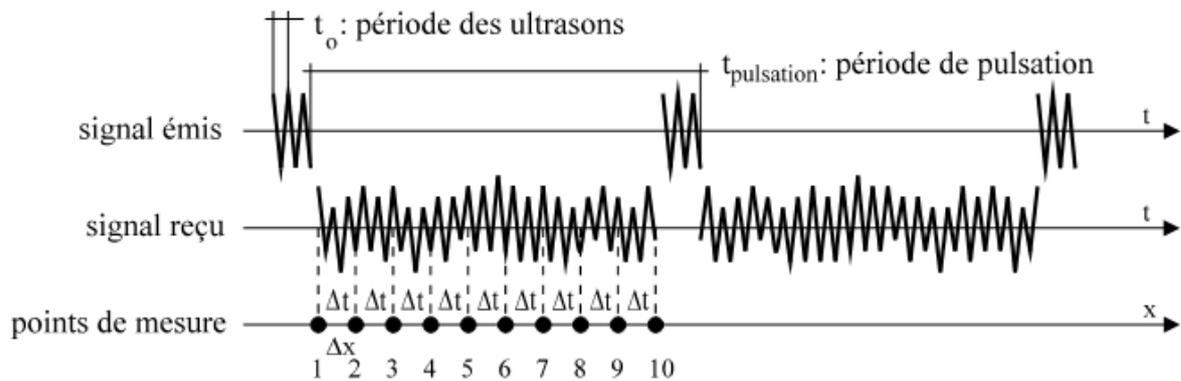


Figure II.11  
Signal ultrasonore pulsé

Les principales données qui nous permettent de calculer la position des points de mesure et la vitesse sont : la fréquence propre de l'onde ultrasonore  $f_0$ , la fréquence de pulsation  $f_{\text{pulsation}}$  et la célérité de l'onde dans le milieu considéré  $c^*$ .

Nous pouvons définir la position maximale du dernier point de mesure  $x_{\text{max}}$  (relation 8), la vitesse maximale mesurable par le dispositif  $u_{\text{max}}^*$  (relation 9). Le critère d'échantillonnage de Nyquist impose une limite d'utilisation de l'appareil (relation 10). Ce critère impose que le produit vitesse maximale par position maximale soit une constante, autrement dit la vitesse maximale est inversement proportionnelle à la position maximale du dernier point de mesure.

$$(8) \quad x_{\text{max}} = \frac{c^*}{2f_{\text{pulsation}}}$$

$$(9) \quad u_{\max}^* = \frac{c^* \cdot f_{\text{pulsation}}}{4f_0}$$

$$(10) \quad u_{\max}^* \cdot x_{\max} = \frac{c^{*2}}{8f_0}$$

Nous avons la possibilité d'utiliser 4 fréquences de pulsation. A chaque fréquence de pulsation correspond une position maximale, un intervalle de mesure, une vitesse maximale et donc une résolution en vitesse (tableau II.2) (dans ce tableau les calculs ont été réalisés avec la célérité de l'onde ultrasonore dans l'eau  $c=1480$  m/s).

La position maximale correspond à la vitesse parcourue par l'onde pendant la demi-période de pulsation (relation 8).

Le nombre de points de mesures par profil est de 128. L'intervalle de temps maximal entre deux points successifs  $\Delta t_{\max}$  est défini par la relation 11.

$$(11) \quad \Delta t_{\max} = \frac{1}{128 \cdot 2 \cdot f_{\text{pulsation}}}$$

Pour chaque fréquence de pulsation, nous avons donné dans le tableau II.2 la valeur de  $\Delta t_{\max}$ , valeur maximale d'échantillonnage. Si nous prenons une valeur supérieure, la durée totale de parcours de l'onde sera plus grande que la période de pulsation de l'onde. La durée d'échantillonnage  $\Delta t$  définit la grandeur de l'intervalle de mesure  $\Delta x$  (relation 12).

$$(12) \quad \Delta x = \frac{c^*}{\Delta t}$$

Nous pouvons choisir la période d'échantillonnage  $\Delta t$  dans la mesure où celle-ci est inférieure à  $\Delta t_{\max}$  et est un multiple de  $0,5\mu\text{s}$ .

$f_{\text{pulsation}}$ (Hz)	7812	3906	1953	976
$x_{\max}$ (mm)	94,7	189,5	378,9	757,8
$\Delta t_{\max}$ ( $\mu\text{s}$ )	0,5	1	2	4
$\Delta x$ (mm)	0,74	1,48	2,96	5,98
$u_{\max}^*$ (mm/s)	722	362	181	91
Résolution Vitesse (mm/s)	5,64	2,83	1,41	0,71

Tableau II.2

Illustrons notre propos par un exemple. Pour une fréquence de pulsation de 1953 Hz, la position du dernier point de mesure est à 378,9 mm du capteur. La période d'échantillonnage maximale est de  $2\mu\text{s}$ , soit un intervalle de 2,96 mm entre deux points de mesure. Il est possible de choisir une autre période d'échantillonnage ( $0,5\mu\text{s}$ ,  $1\mu\text{s}$  ou  $1,5\mu\text{s}$ ) pour réduire l'intervalle de mesure.

La résolution en vitesse est purement informatique. En effet, afin de coder les résultats à l'aide de caractères ASCII informatique, le format des résultats doit être compris entre 1 et 256, ceci pour la plage de vitesse  $-u_{\text{max}}^*$  ;  $+u_{\text{max}}^*$ . Donc la résolution en vitesse est  $u_{\text{max}}^* / 128$ .

Le choix de la fréquence de pulsation et de la période d'échantillonnage étant fait, nous pouvons calculer el temps de vol total entre le transducteur et le point de mesure. Pour le n ième point le temps de vol (aller-retour) est :

$$(13) \quad t_{\text{vol}} = 2 \cdot n \cdot \Delta t$$

La position du point de mesure est donnée par la relation 6 que nous rappelons :

$$x = c^* \cdot \frac{t_{\text{vol}}}{2} = n \cdot c^* \cdot \Delta t$$

Il nous reste à déterminer l'épaisseur du volume de mesure, celle-ci est fixe : c'est la distance minimale entre 2 points de mesure soit 0,74 mm dans l'eau. Le volume de mesure, dans lequel la vitesse est mesurée, est de dimension finie. Chaque particule qui traverse le faisceau ultra-sonore rétro-diffuse l'onde pendant un temps très court. La durée de la rétro-diffusion dépend de l'angle d'incidence et de la vitesse de la particule. Cette onde contribue à la modulation du signal d'écho et à la définition d'un spectre de fréquence Doppler. C'est à partir de ce spectre de fréquence que la vitesse moyenne à l'intérieur du volume de mesure est calculée.

Pour obtenir un profil de vitesse, le vélocimètre fait 128 mesures par point et fait une moyenne. La durée totale de l'acquisition et du traitement est de l'ordre de 100ms, ceci nous donne la possibilité d'observer l'évolution des profils de vitesse dans le temps lorsque le temps caractéristique est supérieur à celui d'acquisition du signal. Un fichier complet est composé de 1024 profils de vitesse ; chaque profil est lui-même composé de 128 points expérimentaux.

### II.4.3. Le transducteur vélocimétrique

Comme nous l'avons déjà dit, le transducteur est l'organe qui émet l'onde ultrasonore mais aussi qui reçoit le signal d'écho.

Cette onde est générée par un cristal piézoélectrique excité par une tension alternative de fréquence  $f_0$ . Cette tension met en vibration le cristal qui produit une onde ultrasonore. Cette onde se propage dans le milieu adjacent sous la forme d'un faisceau. Ce faisceau est composé de deux zones (figure II.12). La première zone, ou zone de Fresnel  $L_n$ , est cylindrique de diamètre égal à celui de la sonde ; sa longueur est donnée par la relation (14) dans laquelle  $R$  est le rayon de la sonde,  $\lambda_{\text{onde}}$  la longueur d'onde dans le milieu considéré ( $\lambda_{\text{onde}} = c^* / f_0$ ).

$$(14) \quad L_n = \frac{R^2}{\lambda_{\text{onde}}}$$

La seconde zone (zone de Fraunhofer) est conique ; le demi-angle du cône  $\theta$  est donné par la relation :

$$(15) \quad \sin(\theta) = 0,61 \frac{\lambda_{\text{onde}}}{R}$$

Le transducteur que nous utilisons est composé d'une sonde de 2,5 mm de rayon excité par une tension sinusoïdale de fréquence 4 MHz. Dans l'eau, la vitesse des ultrasons est de 1480 m/s. La zone de Fresnel est alors de longueur  $L_n = 16,9$  mm, le cône de la zone de Fraunhofer a un demi angle  $\theta$  de  $5,18^\circ$ . Si l'on traverse un milieu qui n'est pas de l'eau (le P.M.M.A. par exemple) les valeurs de  $L_n$  et  $\theta$  sont modifiées.

Nous remarquons que l'angle du cône augmente si le diamètre de la sonde diminue (relation 15) ; il existe donc un compromis entre le diamètre de la sonde et l'angle du cône pour ne pas avoir des volumes de mesure trop importants.

Les ondes ultra-sonores obéissent aux lois de l'optique géométrique, en ce qui concerne la réflexion, la transmission et la réfraction. C'est la loi de Snell-Descartes (relation 16) qui nous permet de définir le parcours des ondes.

$$(16) \quad \frac{\sin(\alpha_i)}{c_1^*} = \frac{\sin(\alpha_r)}{c_2^*} =$$

Dans cette relation,  $\alpha_i$  et  $\alpha_r$  sont respectivement les angles d'incidence et de réfraction de l'onde,  $c_1^*$  et  $c_2^*$  les célérités dans les milieux 1 et 2 (figure II.13).

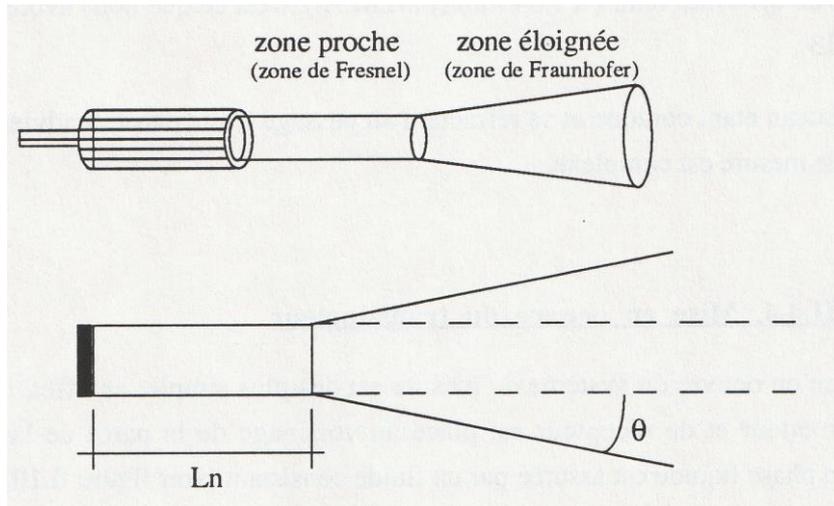


Figure II.12  
Configuration du faisceau d'onde ultrasonore

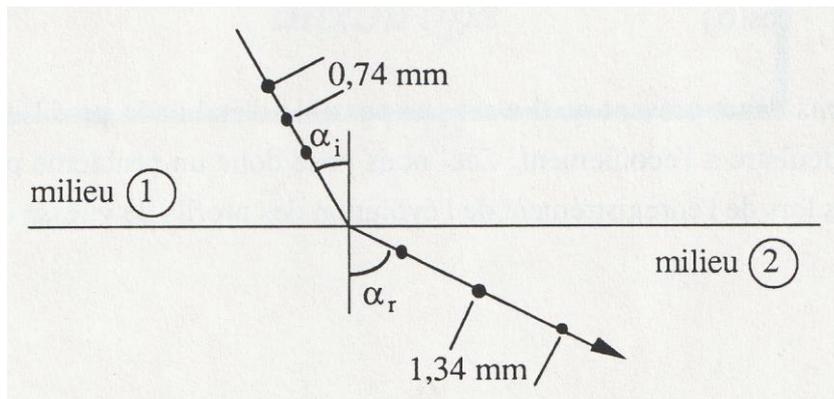


Figure II.13  
Réfraction des ondes ultrasonore

La veine expérimentale est construite, comme nous l'avons dit, en P.M.M.A. ; lorsque l'onde traverse une paroi, elle est réfractée (loi de Snell-Descartes) mais la position des points de mesure dans la paroi est elle aussi modifiée en fonction de la célérité de l'onde dans la paroi.

En ce qui nous concerne, nous avons affaire à deux types de parois. La paroi du cône est en P.M.M.A. coulé (cas général des plaques) ; dans ce cas, la célérité est  $c^* = 2680$  m/s.

La paroi de la conduite est en P.M.M.A. extrudé (cas des tubes), dans ce cas la célérité est  $c^* = 2060$  m/s

Si l'on considère un changement de milieu eau – P.M.M.A. coulé, l'intervalle entre les points passe de 0,74 mm (eau) à 1,34 mm (P.M.M.A.) ; c'est ce que nous avons représenté sur la figure II.13.

Le faisceau étant conique et se réfractant au passage d'une paroi, il advient que la forme du volume de mesure est complexe.

#### **II.4.4. Mise en œuvre du transducteur**

La mise en œuvre du système de mesure est des plus simple ; en effet, un transducteur qui sert d'émetteur et de récepteur est placé au voisinage de la paroi de la conduite et la continuité en phase liquide est assuré par un fluide consistant (voir figure II.10).

La projection de la vitesse sur l'axe de tir  $u^*$  est déterminée par la variation Doppler  $f_D$  de la fréquence de l'écho comme l'indique la relation (7).

Pour calculer la composante axiale de la vitesse de l'écoulement, il faut connaître avec précision l'angle de tir  $\alpha$  du transducteur.

$$(17) \quad u = \frac{u^*}{\cos(\alpha)}$$

Remarquons dès à présent qu'il n'est pas possible d'établir le profil de vitesse dans la section perpendiculaire à l'écoulement. Ceci nous pose donc un problème pour l'analyse des résultats obtenus lors de l'enregistrement de l'évolution des profils de vitesse dans le temps.

## Chapitre III

*Rhéologie du fluide modèle  
thixotrope*



SOMMAIRE

Introduction .....	87
III.1. Moyens viscosimétriques et fluide modèle .....	88
III.1.1. Le rhéogoniomètre de Weissenberg .....	88
III.1.2. Le Rhéomètre à couple imposé.....	89
III.1.3. Le Fluide Modèle Thixotrope .....	89
III.2. Modèle à deux lois de comportement.....	91
III.2.1. Relation structurale .....	91
III.2.1.1. Etude de l'équilibre .....	92
III.2.1.1.1. Loi de comportement.....	92
III.2.1.1.2. Réalité de l'équilibre.....	93
III.2.1.2. Etude du fluide déstructuré .....	95
III.2.1.3. Etude du fluide restructuré.....	97
III.2.1.3.1 Temps de restructuration .....	97
III.2.1.3.2. Loi de comportement.....	99
III.2.2. Cinétique de déstructuration et de restructuration .....	100
III.2.2.1. Résolution de l'équation différentielle .....	100
III.2.2.2. Détermination de l'état initial.....	102
III.2.2.3. Détermination séparé du paramètre a et de la fonction b.....	103
III.2.2.3.1. Calcul du paramètre de restructuration a.....	103
III.2.2.3.2. Etude de la fonction b.....	104
III.2.2.4. Détermination simultanée du paramètre a et de la fonction b.....	106
III.2.3. Conclusion .....	108
III.2.3.1. Les lois de comportement .....	108
III.2.3.2. La cinétique d'évolution de la structure .....	108
III.3. Modèle à une loi de comportement .....	110

III.3.1. Relation contrainte - structure et cinétique .....	110
III.3.2. Détermination des paramètres du modèle .....	111
III.4. Tentative de modélisation physique de la thixotropie du fluide modèle .....	112
III.4.1. Déformation du fluide thixotrope.....	112
III.4.2. Contrainte seuil d'un fluide thixotrope .....	115
III.4.2.1. Mesure du seuil d'écoulement .....	116
III.4.2.2. Réalité de la contrainte seuil.....	118
III.4.2.2.1. Test de fluage.....	118
III.4.2.2.2. Influence de la vitesse de montée en contrainte.....	119
III.4.2.3. Conclusion.....	121
III.5. Modélisation des cycles d'hystérésis.....	122
III.5.1. Protocole expérimental.....	122
III.5.2. Résultats expérimentaux .....	123
III.5.3. Détermination de la contrainte seuil.....	124
III.5.4. Données expérimentales.....	127
III.5.5. Paramètres numériques .....	128
III.5.6. Etude de la rampe décroissante de vitesse de cisaillement .....	130
III.5.7. Conclusion.....	130
Conclusions.....	133

## **Introduction**

L'étude rhéologique, c'est à dire l'étude du comportement d'un fluide quel qu'il soit, est la base nécessaire à l'étude de l'écoulement de ce fluide.

Pour la plupart des fluides, cette étude se limite au choix d'une loi de comportement adaptée et à la détermination des paramètres rhéologiques associés.

En ce qui nous concerne, nous avons affaire à un type de fluide dont le comportement est mal connu et pour lequel les lois de comportement sont encore discutées. C'est pourquoi il nous a paru intéressant de proposer différentes lois de comportement et de discuter de leur pertinence. Toutes ces lois sont basées sur l'utilisation de deux équations; la première est une relation contrainte-structure-vitesse de cisaillement à une ou deux lois de comportement, la seconde est une cinétique d'évolution de la structure du fluide.

Dans un premier temps, nous décrivons le matériel viscosimétrique qui est à notre disposition. Puis, nous présentons les produits entrant dans la composition du fluide thixotrope modèle.

La thixotropie de notre fluide modèle n'est pas uniquement une question de relation contrainte-structure et de cinétique d'évolution de celle-ci. Nous verrons que bien d'autres considérations peuvent intervenir dans l'écoulement de ce fluide; en particulier l'aspect seuil d'écoulement et l'aspect élastique. Nous présenterons ces particularités après avoir donné les paramètres des diverses lois de comportement.

Pour finir, nous montrerons comment à partir d'un modèle présenté, il est possible de modéliser des cycles d'hystéresis obtenus à vitesse de cisaillement imposée.

### **III.1. Moyens viscosimétriques et fluide modèle**

Dans ce paragraphe, nous décrivons les moyens viscosimétriques mis en oeuvre pour caractériser le fluide modèle thixotrope que nous utilisons lors de l'étude de l'écoulement en conduite.

Nous donnons une description des deux viscosimètres utilisés : le rhéogoniomètre de Weissenberg et le rhéomètre à couple imposé.

Nous terminons ce paragraphe en donnant la composition et le mode de fabrication du fluide modèle thixotrope.

#### **III.1.1. Le rhéogoniomètre de Weissenberg**

Le rhéogoniomètre de Weissenberg est un appareil à vitesse de rotation contrôlée. Cette vitesse de rotation est imposée à un plateau. Un échantillon de fluide est placé sur ce plateau et mis en contact avec un cône suspendu à une barre de torsion. Le fluide cisailé génère un couple qui est transmis à la barre de torsion par l'intermédiaire du cône. La barre de torsion oppose une force de rappel. Cette barre de torsion est liée à un bras de levier dont le déplacement est mesuré par l'intermédiaire d'un système inductif. Chaque barre de torsion possède un facteur de barre propre. Ce facteur de barre nous permet de calculer la valeur du couple que l'échantillon de fluide impose sur le cône.

Lors des tests viscosimétriques, nous utilisons la géométrie cône - plateau . La faible taille de l'échantillon et la géométrie utilisée nous permettent de considérer la vitesse de cisaillement constante au sein de l'échantillon. Nous pouvons utiliser les relations 1 et 2 pour calculer la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  et la contrainte de cisaillement  $\tau$  à partir de la vitesse de rotation du plateau  $\omega$  et du couple imposé sur le cône  $M$ .

$$(1) \quad \dot{\gamma} = \frac{1}{\delta} \cdot \omega$$

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

Les tests présentés dans ce chapitre ont été réalisés avec un cône de 5 cm de diamètre et d'angle  $\delta = 0^\circ 58'$ . La barre de torsion, en laiton, avait un facteur de barre de  $10,66 \mu\text{N}\cdot\text{m}/\mu\text{m}$ .

Le moteur qui met en rotation le plateau a été défini par le fabricant du rhéomètre afin d'avoir une accélération angulaire de  $100\,000 \text{ rad/s}^2$ . Cela permet d'obtenir des temps de transition inférieurs à 20 ms lors d'une modification brutale de la vitesse de rotation.

Un anneau de garde, positionné sur le plateau, permet de placer une huile très fluide (le dodécane :  $\text{C}_{12}\text{H}_{26}$ ) afin d'éviter l'évaporation de l'échantillon de fluide.

### **III.1.2. Le Rhéomètre à couple imposé**

Avec cet appareil, l'échantillon de fluide est placé entre un plateau fixe et un cône. Le couple est imposé sur le cône et transmis à l'échantillon. Celui-ci répond en s'écoulant et autorise une vitesse de rotation du cône. Cette vitesse de rotation du cône est alors mesurée. Il faut souligner que le couple et la vitesse sont mesurés sur le même élément : le cône.

La taille de l'échantillon et la géométrie utilisée (cône - plateau) permettent, comme dans le cas du rhéogoniomètre de Weissenberg, de calculer la vitesse de cisaillement et la contrainte de cisaillement au sein de l'échantillon (relations (1) et (2)) .

Lors de l'utilisation du rhéomètre à couple imposé nous utilisons un cône dont le diamètre vaut 6 cm et l'angle  $\delta$  2 °.

### **III.1.3. Le Fluide Modèle Thixotrope**

Le fluide modèle, que nous avons choisi d'utiliser pour cette étude, est composé de Veegum et de Carboxyméthyl-cellulose de sodium (CMC de Na) dans de l'eau.

Le Veegum est une argile (silicate double d'aluminium et de magnésium). La structure en château de carte du Veegum en solution (figure III.1) confère aux fluides fabriqués avec celui-ci une composante seuil importante et un caractère thixotrope lors de la déstructuration des liaisons sous écoulement.

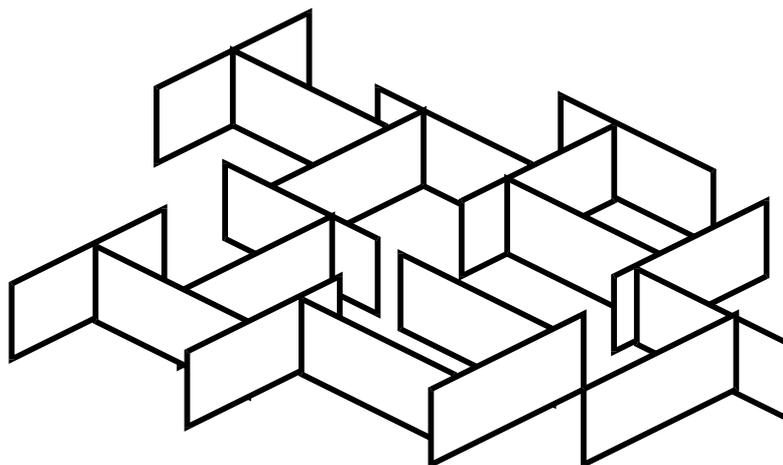


figure III.1  
Structure en château de carte du Veegum

La CMC est un polymère de cellulose (figure III.2). Les solutions de CMC montrent un caractère rhéofluidifiant en raison des molécules à longues chaînes qui ont tendance à s'orienter dans la direction de l'écoulement.

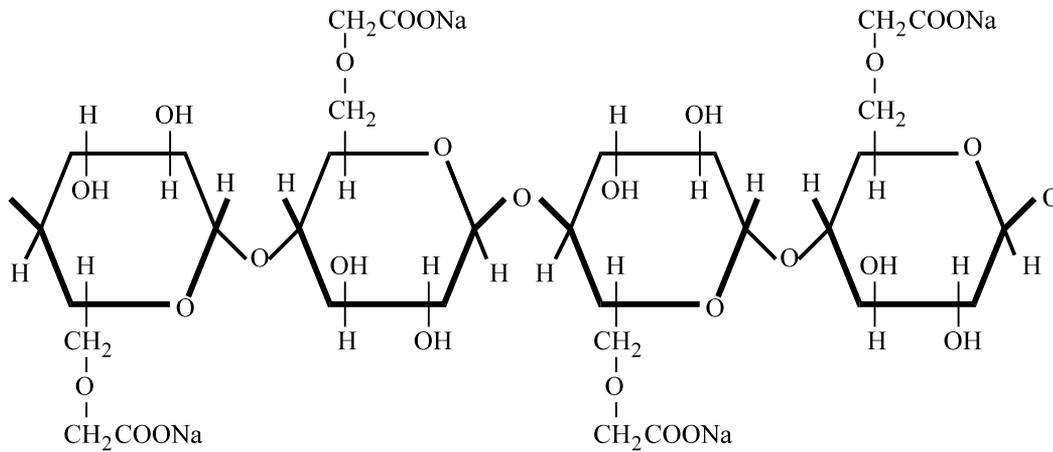


figure III.2  
Chaîne moléculaire du Carboxyméthyle cellulose de Sodium

Le fluide modèle est composé de 3% de Veegum et de 1 % de C.M.C. en masse dans de l'eau déminéralisée. Le produit est préparé à la température ambiante en incorporant les poudres de Veegum et de CMC, préalablement mélangées, dans l'eau sous forte agitation. L'agitation est maintenue pendant plusieurs heures afin d'obtenir un fluide très homogène ayant l'aspect d'une crème.

Nous ajoutons 5 ppm d'un conservateur : le sodium (éthylmercurithio)-2 benzoate.

## **III.2. Modèle à deux lois de comportement**

Dans ce paragraphe, nous présentons un modèle composé d'une relation contrainte-structure à deux lois de comportement et d'une cinétique d'évolution de la structure.

### **III.2.1. Relation structurale**

Pour décrire le fluide modèle thixotrope, nous écrivons une relation structurale (5) qui relie la contrainte à deux valeurs limites de référence. Les deux lois de comportement limites (3) et (4) correspondent à l'état initial et à l'état d'équilibre asymptotique. Cette relation est écrite pour qu'à une structure  $\lambda$  donnée, la loi de comportement globale soit comprise entre une loi de comportement initiale (indiquée 0) et une loi de comportement à l'équilibre (indiquée eq).

$\tau_0$  est la loi de comportement à l'instant initial :

$$(3) \quad \tau_0 = \tau_{\text{seuil}_0} + K_0 \dot{\gamma}^{n_0}$$

$\tau_{\text{eq}}$  est la loi de comportement à l'équilibre :

$$(4) \quad \tau_{\text{eq}} = \tau_{\text{seuil}_{\text{eq}}} + K_{\text{eq}} \dot{\gamma}^{n_{\text{eq}}}$$

$$(5) \quad \tau = \tau_{\text{eq}} + (\tau_0 - \tau_{\text{eq}}) \left( \frac{\lambda - \lambda_{\text{eq}}}{\lambda_0 - \lambda_{\text{eq}}} \right)$$

Cette relation est très intéressante, car à une structure donnée, correspond une loi de comportement "moyenne" pour le fluide. Cette loi évolue avec la structure entre les deux lois extrêmes.

Pourtant elle reste incomplète car le paramètre de structure  $\lambda$  agit dans les mêmes proportions sur les contraintes seuil et sur les consistances. Dans cette relation, l'indice d'écoulement n'est pas affecté par l'évolution de la structure; nous verrons si cette hypothèse se confirme.

Dans les trois paragraphes qui suivent, nous donnons les lois de comportement de notre fluide modèle pour à trois états différents; à l'équilibre, pour un fluide déstructuré, pour un fluide restructuré.

### III.2.1.1. Etude de l'équilibre

#### III.2.1.1.1. Loi de comportement

Nous avons déterminé la loi de comportement du fluide à l'équilibre pour des vitesses de cisaillement comprises entre  $1 \text{ s}^{-1}$  et  $100 \text{ s}^{-1}$ . La vitesse de cisaillement est maintenue constante pendant une durée  $T$ . Cette durée est d'autant plus grande que la vitesse de cisaillement est faible (figure III.3). C'est pourquoi la durée  $T$  du test à  $1 \text{ s}^{-1}$  est de 2 heures, la durée du test à  $5 \text{ s}^{-1}$  est de 1 heure et la durée des tests, pour des vitesses de cisaillement supérieures ou égales à  $10 \text{ s}^{-1}$ , sont de 30 minutes. La valeur de la contrainte de cisaillement est calculée sur les dix dernières minutes du test. Nous obtenons le rhéogramme de la figure III.5.

La loi de comportement à l'équilibre est donnée par la relation :

$$(6) \quad \tau_{\text{eq}} = 5,3 + 2,2\dot{\gamma}^{0,55}$$

*Remarque :* sur la figure III.4 nous avons représenté les résultats de la figure III.3 avec  $t$  en coordonnée logarithmique, ceci afin de montrer l'évolution de la contrainte aux premiers instants. Le premier test ( $1 \text{ s}^{-1}$ ) a été réalisé avec un fluide déstructuré uniquement par la mise en place de l'échantillon entre le cône et le plateau du rhéomètre. Nous observons la déformation de l'échantillon et une augmentation de la contrainte. Pour les deux autres tests, le fluide était soumis au cisaillement du test précédent avant la variation brutale de vitesse de cisaillement, nous observons donc une réponse en contrainte montrant des oscillations dues à la réponse de l'équipage muni d'une barre de torsion.

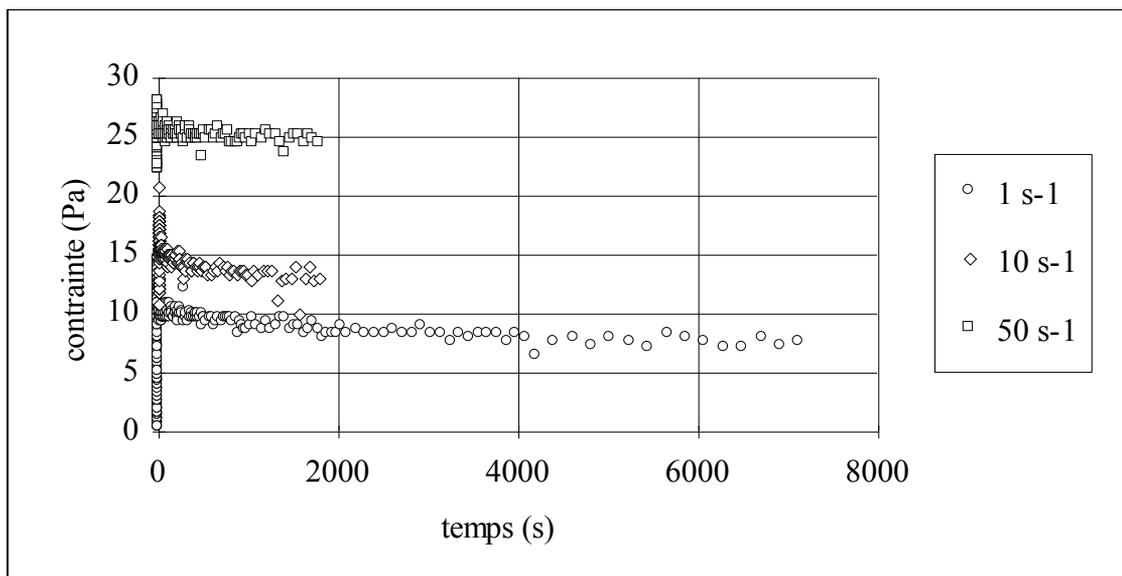


figure III.3

Réponse en contrainte à des échelons de vitesses de cisaillement

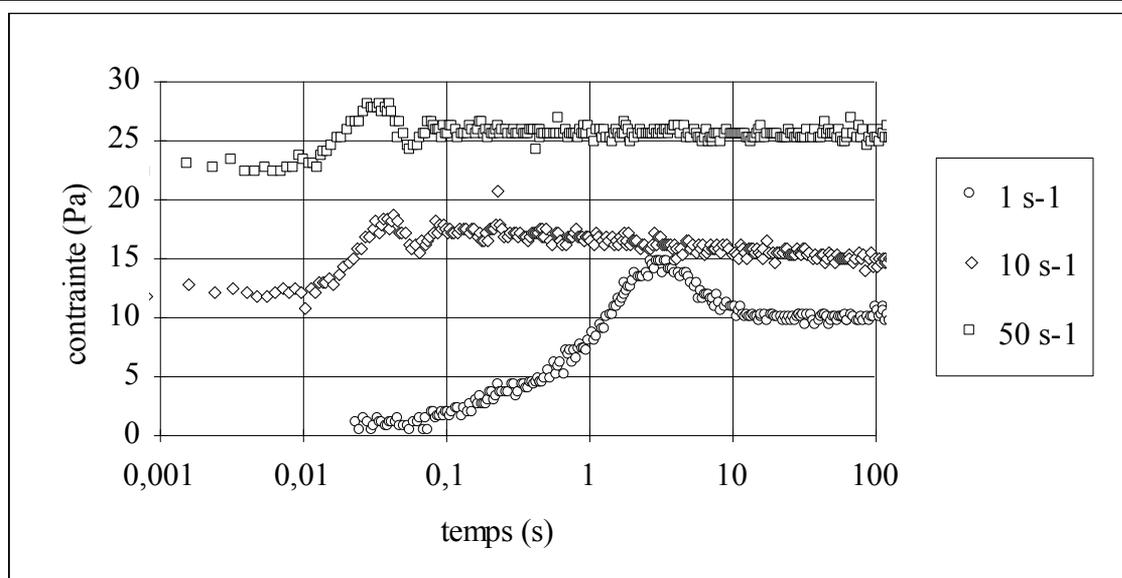


figure III.4  
Evolution de la contrainte

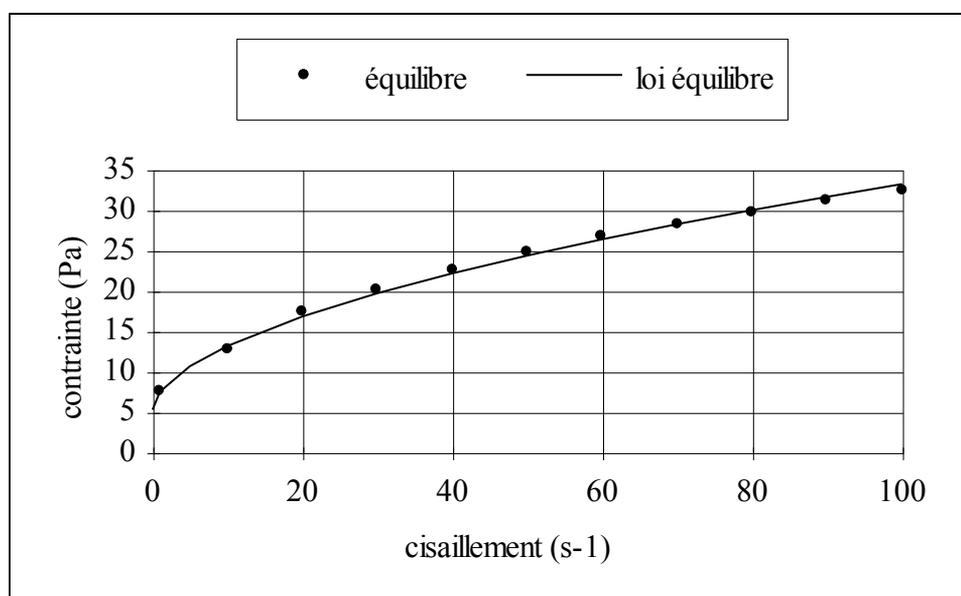


figure III.5  
Rhéogramme du fluide à l'équilibre

#### III.2.1.1.2. Réalité de l'équilibre

Pour mieux comprendre la réalité de l'équilibre et l'importance de l'histoire du fluide, nous avons mis en place une série de tests réalisés sur le même échantillon le même jour.

**Le premier test** a pour but de vérifier que, quelle que soit l'histoire du fluide, la valeur de la contrainte à l'équilibre est constante. Nous avons fait ce test pour une vitesse de cisaillement de  $100 \text{ s}^{-1}$ . L'histoire du fluide est définie en précisillant le fluide pendant 30' à

une vitesse de cisaillement inférieure à  $100 \text{ s}^{-1}$ . Nous avons réalisé ce test pour 3 vitesses de précisaillement (5, 10 et  $50 \text{ s}^{-1}$ ). La durée du cisaillement à  $100 \text{ s}^{-1}$  est de 30 '. Nous avons reporté, sur les lignes 1 et 2 du tableau III.1, les valeurs de contrainte à l'équilibre pour les vitesses de cisaillement imposées. La figure III.6 montre la réponse en contrainte aux trois échelons de vitesse de cisaillement de  $100 \text{ s}^{-1}$  pour les trois valeurs de vitesse de précisaillement.

1	cisaillement ( $\text{s}^{-1}$ )	5	100	10	100	50	100
2	contrainte (Pa)	10,02	31,96	<b>10,48</b>	<b>31,02</b>	<b>21,21</b>	<b>30,16</b>
3	cisaillement ( $\text{s}^{-1}$ )		repos de 30'	10	100		
4	contrainte (Pa)			<b>10,27</b>	<b>30,83</b>		
5	cisaillement ( $\text{s}^{-1}$ )				repos de 30'	50	100
6	contrainte (Pa)					<b>21,05</b>	<b>29,8</b>

tableau III.1

Contrainte après 30 minutes de précisaillement et 30 minute de cisaillement

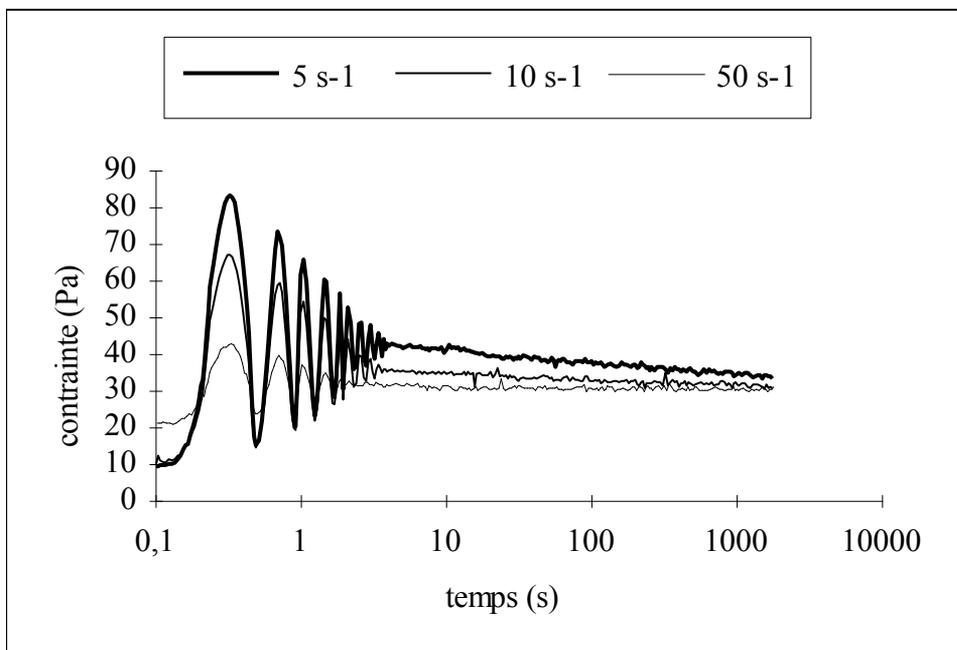


figure III.6

Réponse en contrainte à un échelon de vitesse de cisaillement de  $100 \text{ s}^{-1}$  précédé d'un précisaillement de 5, 10 ou  $50 \text{ s}^{-1}$

Nous observons sur la figure III.6 une légère diminution de la contrainte à l'équilibre lorsque la valeur du précisaillement augmente. Cette diminution est de 5%.

**Le second test** a été réalisé sur le même échantillon. Après 30 minutes de repos, au cours duquel le fluide s'est restructuré, nous précisailions celui-ci pendant 30' à  $10 \text{ s}^{-1}$ , puis nous augmentons brutalement la vitesse de cisaillement. Cette vitesse de cisaillement est de  $100 \text{ s}^{-1}$ , elle est maintenue constante pendant 30'. Les résultats sont reportés dans les lignes 3 et 4 du tableau III.1.

Pour la vitesse de précisaillement de  $10 \text{ s}^{-1}$  la contrainte à l'équilibre a diminué de 2 % (de 10,48 Pa à 10,27 Pa). Pour la vitesse de cisaillement de  $100 \text{ s}^{-1}$  la contrainte a diminué de 0,6 % (de 31,02 Pa à 30,83 Pa).

Après 30' de repos, nous pouvions penser que, le fluide s'étant restructuré, la contrainte à l'équilibre augmenterait légèrement. Pourtant nous observons une diminution de cette contrainte. Celle-ci est probablement due à une déstructuration irréversible du fluide.

Cette déstructuration irréversible peut alors expliquer la diminution de la contrainte observée au cours du premier test.

**Le troisième test** a été effectué après 30' de repos, comme pour le second. Après un précisaillement à  $50 \text{ s}^{-1}$  pendant 30', la vitesse de cisaillement est brutalement changée. La nouvelle vitesse de cisaillement imposée au fluide est de  $100 \text{ s}^{-1}$  pendant une durée de 30'. Les résultats ont été reportés dans les lignes 5 et 6 du tableau III.1.

Si nous comparons les lignes 2 et 6 du tableau III.1 nous notons une diminution de 0,75 % de la contrainte à l'équilibre pour la vitesse de cisaillement de  $50 \text{ s}^{-1}$ , et une diminution de la contrainte à l'équilibre de 1,2 % pour la vitesse de cisaillement de  $100 \text{ s}^{-1}$ .

La conclusion est identique à celle du second test. L'échantillon a dû subir une déstructuration irréversible au cours de la série de tests.

Nous pouvons donc conclure de cette série de tests que la valeur de la contrainte à l'équilibre n'est fonction que de la vitesse de cisaillement imposée et que le fluide ne doit pas être trop longtemps cisailé à de fortes vitesses de cisaillement pour éviter une déstructuration irréversible.

#### III.2.1.2. Etude du fluide déstructuré

Pour définir la loi de comportement du fluide déstructuré, nous avons suivi le protocole suivant : alors que le fluide vient de subir l'échelon de vitesse de cisaillement de  $100 \text{ s}^{-1}$  du test précédent, nous faisons décroître la vitesse de cisaillement de  $100 \text{ s}^{-1}$  à  $0 \text{ s}^{-1}$  en 30 secondes. Nous considérons que pendant ces 30 secondes le fluide n'a pas eu le temps de se restructurer. Nous obtenons la loi de comportement pour un fluide déstructuré à  $100 \text{ s}^{-1}$ .

Nous avons reporté sur la figure III.7 le rhéogramme du fluide déstructuré et de la loi de comportement correspondante, donnée par la relation :

$$(7) \quad \tau_{\lambda \rightarrow 0} = 2,5\dot{\gamma}^{0,56}$$

Cette figure et cette loi de comportement correspondent bien à un fluide complètement déstructuré puisque la valeur de la contrainte seuil est nulle.

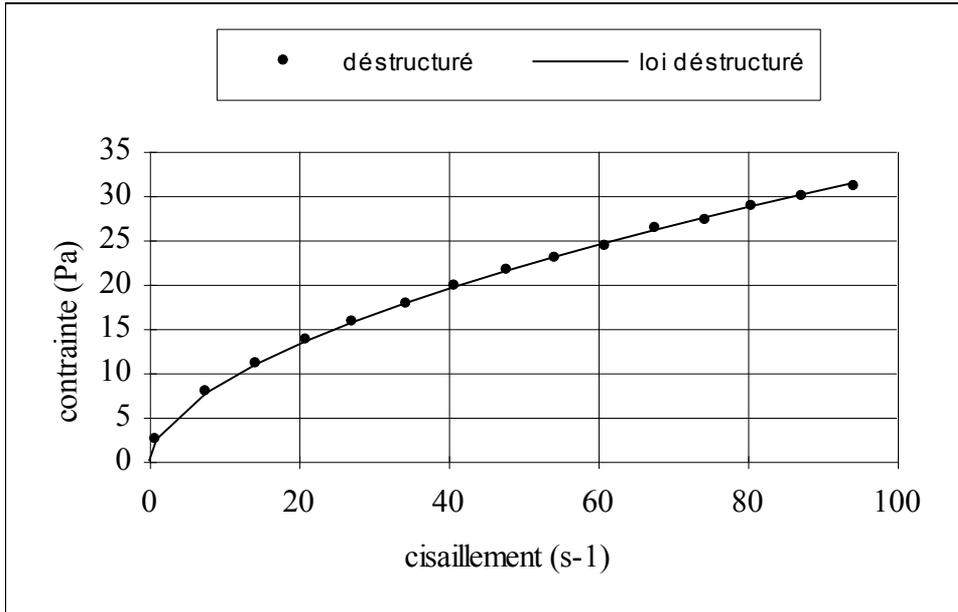


figure III.7  
Rhéogramme du fluide déstructuré à 100 s<sup>-1</sup>.

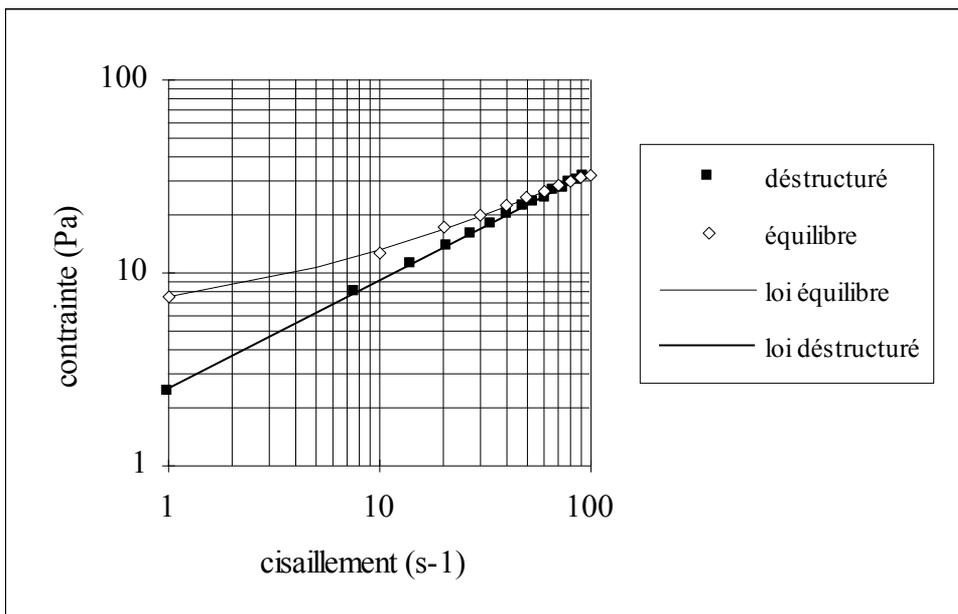


figure III.8  
Rhéogrammes en coordonnées logarithmiques à l'équilibre et déstructuré à 100 s<sup>-1</sup>.

Sur la figure III.8 nous avons représenté les rhéogrammes expérimentaux à l'équilibre et déstructuré à  $100 \text{ s}^{-1}$  en coordonnées logarithmiques ainsi que les lois de comportement. L'écoulement du fluide après un cisaillement à  $100 \text{ s}^{-1}$  ne présente plus de seuil. Le fluide est pratiquement totalement déstructuré.

### III.2.1.3. Etude du fluide restructuré

Dans ce paragraphe, nous donnons une loi de comportement pour un fluide restructuré. Cette restructuration a été obtenue en laissant le fluide au repos pendant 1 heure avant chaque test.

Nous montrerons tout d'abord qu'un temps de repos d'une heure est suffisant pour obtenir un état très structuré, mais insuffisant pour obtenir une restructuration complète du fluide.

Nous donnerons alors une loi de comportement calculée à partir des points expérimentaux correspondant à un temps de repos de 1 heure.

#### III.2.1.3.1 Temps de restructuration

Le test suivant a été réalisé pour deux temps de repos (1 heure et 6 heures). Nous laissons le fluide au repos puis nous imposons une vitesse de cisaillement de  $5 \text{ s}^{-1}$ . Nous avons refait ce test mais en imposant une vitesse de cisaillement de  $10 \text{ s}^{-1}$ .

La figure III.9 montre l'évolution de la contrainte lorsque nous imposons une vitesse de cisaillement de  $5 \text{ s}^{-1}$  à un fluide laissé au repos 1 ou 6 heures.

Cette évolution passe par un maximum. Ce maximum est la contrainte du fluide soumis à une vitesse de cisaillement de  $5 \text{ s}^{-1}$  pour un temps de repos donné. Avant le maximum, le fluide subit une déformation élastique (paragraphe III.4).

Pour une vitesse de cisaillement de  $5 \text{ s}^{-1}$  la variation relative de la contrainte maximale augmente de 10 % si nous laissons le fluide se restructuré 6 heures au lieu de 1 heure.

De même pour une vitesse de cisaillement de  $10 \text{ s}^{-1}$ , dans ce cas la contrainte maximale a augmenté de 30 % (voir figure III.10).

D'après les résultats précédents, nous pouvons dire que le fluide n'est pas complètement restructuré après 1 heure de repos mais que celui-ci a retrouvé une bonne partie de sa structure. C'est pourquoi, pour déterminer la loi de comportement d'un fluide restructuré nous laisserons le fluide au repos pendant 1 heure avant chaque point de mesure.

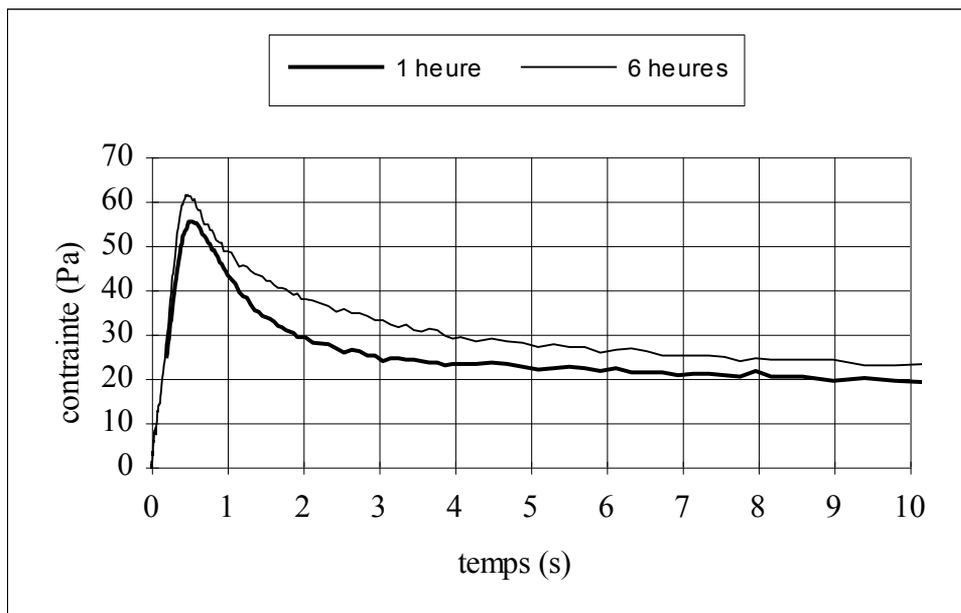


figure III.9

Comparaison de l'évolution de la contrainte d'un fluide resté au repos 1 heure à celle d'un fluide resté au repos 6 heures pour une vitesse de cisaillement de  $5 \text{ s}^{-1}$ .

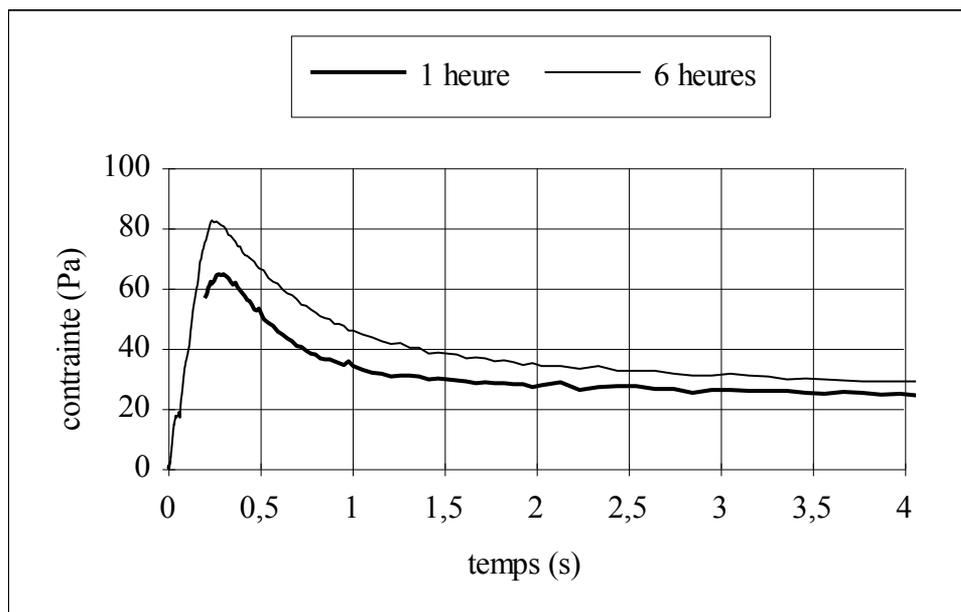


figure III.10

Comparaison de l'évolution de la contrainte d'un fluide resté au repos 1 heure à celle d'un fluide resté au repos 6 heures pour une vitesse de cisaillement de  $10 \text{ s}^{-1}$ .

III.2.1.3.2. Loi de comportement

Le protocole d'expérimentation utilisé pour déterminer la loi de comportement du fluide restructuré est le suivant : le fluide est précisailé à  $10 \text{ s}^{-1}$  pendant 10 mn; le fluide reste au repos 1 heure. Nous imposons alors un échelon de vitesse de cisaillement d'une valeur comprise entre  $1 \text{ s}^{-1}$  et  $25 \text{ s}^{-1}$ . Nous enregistrons l'évolution de la contrainte dans le temps. L'enregistrement a une durée de 30 mn. La contrainte passe par un maximum (voir les figures III.9 et III.10 par exemple). Nous traçons l'évolution des maxima en fonction de la vitesse de cisaillement imposée afin d'obtenir le rhéogramme correspondant à un fluide restructuré laissé au repos pendant 1 heure (voir figure III.11).

La loi de comportement pour le fluide modèle restructuré est donnée par la relation :

$$(8) \quad \tau_{\lambda \approx 1} = 22,3 + 14,4\dot{\gamma}^{0,5}$$

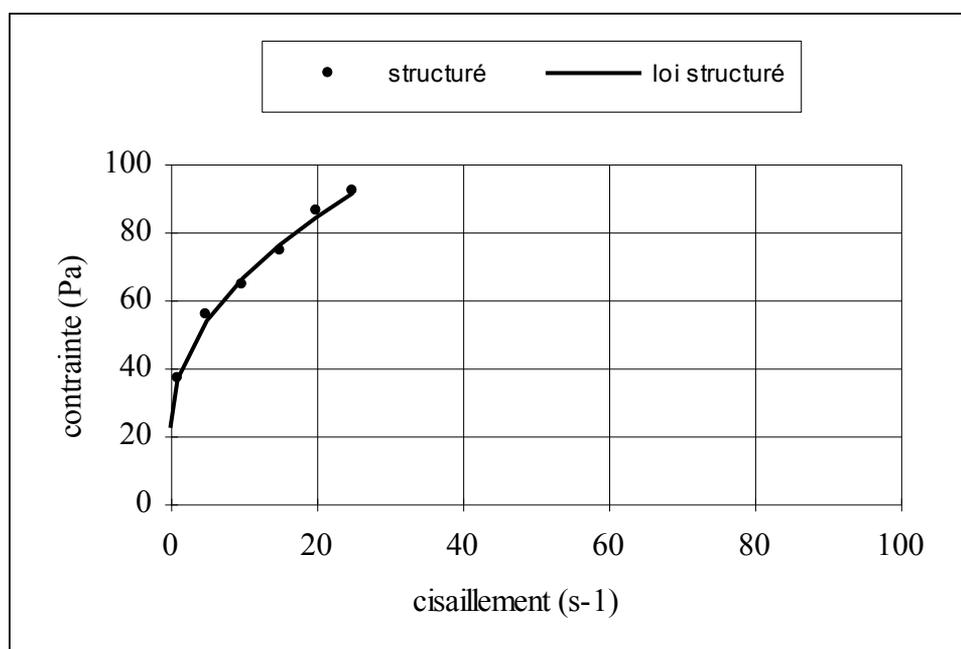


figure III.11  
Rhéogramme du fluide restructuré pendant 1 heure.

### III.2.2. Cinétique de déstructuration et de restructuration

#### III.2.2.1. Résolution de l'équation différentielle

Dans la relation (5) nous avons fait apparaître le paramètre de structure  $\lambda$  et ses valeurs à l'équilibre  $\lambda_{eq}$  et à l'instant initial  $\lambda_0$ .

Le paramètre  $\lambda$  est défini par une équation différentielle qui est une cinétique de déstructuration et de restructuration. Cette cinétique est donnée par la relation (9). Dans celle-ci, nous avons fait apparaître le paramètre  $a$  et la fonction  $b(\dot{\gamma})$ .

$$(9) \quad \frac{d\lambda}{dt} = a(1 - \lambda) - \lambda \cdot b(\dot{\gamma})$$

Le paramètre  $a$  représente le taux de restructuration du fluide. La fonction  $b(\dot{\gamma})$  est le taux de déstructuration du fluide. Nous avons choisi de décrire cette fonction par une loi puissance :

$$(10) \quad b(\dot{\gamma}) = p\dot{\gamma}^s$$

Le taux de restructuration n'est pas fonction de la vitesse de cisaillement, alors que le taux de déstructuration est fonction de celle-ci. Les raisons de ce choix sont les suivantes :

La thixotropie peut être expliquée comme une conséquence de l'agrégation et de la désagrégation de chaînes moléculaires en suspension. Dans de tels systèmes, il existe des forces d'attraction de Van der Waals, des forces électrostatiques de répulsion et des liaisons physiques qui permettent aux particules de former des agrégats.

Au repos, les agrégats forment un réseau spatial très structuré.

Si la suspension est cisailée, les liaisons sont rompues et le réseau détruit en sous agrégats qui peuvent eux mêmes être réduits en fragments plus petits.

La vitesse de déstructuration sera d'autant plus importante que la vitesse de cisaillement imposée sera grande. Cela nous amène à prendre un taux de déstructuration fonction de la vitesse de cisaillement.

Par contre, la restructuration du réseau n'est due qu'aux forces de liaisons entre les particules. La vitesse de restructuration est donc fonction de ces forces et non de la vitesse de cisaillement que nous imposons. De fait, la restructuration est négligée dès qu'apparaît un cisaillement.

$\lambda_0$  est la valeur de  $\lambda$  à l'instant initial. Si le fluide est déstructuré, alors  $\lambda_0$  tend vers 0, s'il est complètement restructuré alors  $\lambda_0$  tend vers 1. L'état complètement restructuré ne

s'obtient qu'au repos, c'est à dire en dehors de tout cisaillement et le "fluide", dont l'état est proche du gel, se comporte comme un solide élastique.

$\lambda_{eq}$  est la valeur du paramètre de structure à l'équilibre, pour des conditions de cisaillement données

L'équilibre est défini lorsque la structure du fluide n'évolue plus dans le temps.

$$(11) \quad \frac{d\lambda}{dt} = 0$$

Cela veut dire, dans le cas de tests à vitesse de cisaillement imposée, qu'il n'y a plus de variation de la contrainte pour une vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}_{eq}$  donnée .

$$(12) \quad \left( \frac{d\tau}{dt} \right)_{\dot{\gamma}_{eq} \text{ donnée}} = 0$$

A l'équilibre la relation (6) a pour solution :

$$(13) \quad \lambda_{eq} = \frac{1}{1 + \frac{b(\dot{\gamma}_{eq})}{a}}$$

Lorsque la vitesse de cisaillement est nulle, le fluide est au repos, la valeur du paramètre de structure est égale à 1. Par contre, lorsque la vitesse de cisaillement tend vers l'infini, le fluide est complètement déstructuré, la valeur du paramètre de structure tend vers 0.

Nous pouvons définir maintenant l'évolution du paramètre de structure dans le temps lorsque celui-ci est soumis à une vitesse de cisaillement à l'équilibre  $\dot{\gamma}_{eq}$ . Cette évolution est la solution de l'équation différentielle (9).

$$(14) \quad \lambda = \frac{1}{1 + \frac{b(\dot{\gamma}_{eq})}{a}} + Cst \cdot e^{[-(a+b(\dot{\gamma}_{eq})) \cdot t]}$$

Dans cette équation, la constante Cst doit être définie à partir des conditions initiales.

Nous avons déjà défini la valeur du paramètre structural à l'équilibre (13), nous retrouvons cette même valeur en faisant tendre t vers l'infini dans la relation (14).

A l'instant initial, t = 0, nous obtenons de la relation (14) la solution suivante :

$$(15) \quad \lambda_0 = \frac{1}{1 + \frac{b(\dot{\gamma}_{eq})}{a}} + Cst = \lambda_{eq} + Cst$$

Nous pouvons donc définir la valeur de la constante Cst.

$$(16) \quad Cst = \lambda_0 - \lambda_{eq}$$

La solution de l'équation différentielle (9) définissant la cinétique d'évolution du paramètre structural est donc donnée par la relation :

$$(17) \quad \lambda = \lambda_{eq} + (\lambda_0 - \lambda_{eq}) \cdot e^{-(a+b(\dot{\gamma}_{eq})) \cdot t}$$

Dans cette équation, il faut connaître la valeur du paramètre structural à  $t = 0$ . Cette valeur est fonction de l'état du fluide avant le test. Pour un fluide totalement déstructuré  $\lambda = 0$ , pour un "fluide" totalement restructuré  $\lambda = 1$ .

En introduisant la solution (17) dans la loi de comportement (5) nous obtenons :

$$(18) \quad \tau = \tau_{eq} + (\tau_0 - \tau_{eq}) \cdot e^{-(a+b(\dot{\gamma}_{eq})) \cdot t}$$

A l'instant initial (c'est à dire à  $t = 0$  s), la loi de comportement est celle correspondant à un fluide restructuré ou à un fluide déstructuré. Lorsque  $t$  tend vers l'infini, la loi de comportement est celle définie à l'équilibre.

### III.2.2.2. Détermination de l'état initial

Dans certain cas, il est possible de déterminer la valeur du paramètre de structure à l'instant initial  $\lambda_0$ . Cela est possible lors de tests rhéologiques à vitesse de cisaillement imposée. C'est l'intérêt du pré-cisaillement. Etudions le cas d'une succession d'échelons de vitesses de cisaillement (figure III.12). Cette succession d'échelons de vitesse de cisaillement est fréquemment utilisée en rhéologie et est souvent appelée test High Shear - Low Shear.

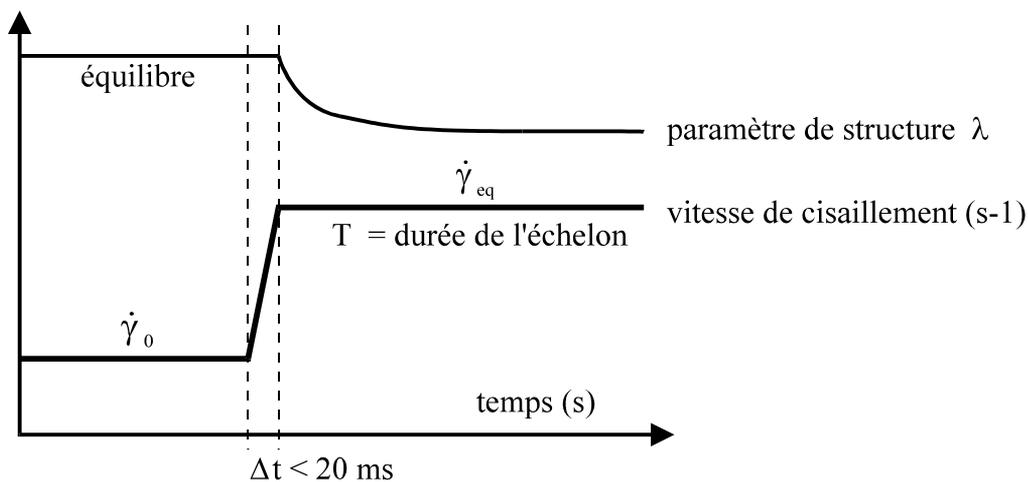


figure III.12  
Succession d'échelons de vitesses de cisaillement

L'échantillon est cisailé à une vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}_0$  jusqu'à l'équilibre de l'écoulement. La vitesse de cisaillement est brutalement modifiée et passe à  $\dot{\gamma}_{eq}$ . Nous pouvons considérer que la structure du fluide n'a pas été modifiée lors de la variation rapide de vitesse de cisaillement (inférieur à 20 ms). Autrement dit, la structure du fluide à l'instant initial pour une vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}_{eq}$  est égale à la structure du fluide pour la vitesse de cisaillement précédente  $\dot{\gamma}_0$  lorsque le fluide est à l'équilibre.

$$\lambda_{t=0 \text{ pour } \dot{\gamma}_{eq}} = \lambda_{t \rightarrow \infty \text{ pour } \dot{\gamma}_0}$$

La valeur de la structure à l'équilibre pour la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}_0$  est :

$$(19) \quad \lambda_{t=0 \text{ pour } \dot{\gamma}_{eq}} = \lambda_{t \rightarrow \infty \text{ pour } \dot{\gamma}_0} = \frac{1}{1 + \frac{b(\dot{\gamma}_0)}{a}}$$

Ce qui donne dans la relation (17) :

$$(20) \quad \lambda = \frac{1}{1 + \frac{b(\dot{\gamma}_{eq})}{a}} + \left( \frac{1}{1 + \frac{b(\dot{\gamma}_0)}{a}} - \frac{1}{1 + \frac{b(\dot{\gamma}_{eq})}{a}} \right) \cdot e^{[-(a+b(\dot{\gamma}_{eq})) \cdot t]}$$

Nous faisons apparaître dans cette relation une vitesse de pré-cisaillement  $\dot{\gamma}_0$  qui nous permet de définir la valeur du paramètre de structure à l'instant initial.

### III.2.2.3. Détermination séparée du paramètre a et de la fonction b

Pour connaître l'évolution de la structure dans le temps, ou de la contrainte, nous devons définir le paramètre de restructuration a et la fonction  $b(\dot{\gamma})$  qui représente la déstructuration du fluide.

#### III.2.2.3.1. Calcul du paramètre de restructuration a

Le protocole expérimental que nous utilisons pour la détermination du paramètre a est le suivant :

Avant chaque test, le fluide est pré-cisailé à  $10 \text{ s}^{-1}$  pendant 10 mn. L'échantillon reste au repos pendant un temps  $t_{\text{repos}}$  variable. Le fluide s'étant restructuré pendant ce temps, nous lui imposons un échelon de vitesse de cisaillement de  $0,5 \text{ s}^{-1}$ . Nous enregistrons la réponse en contrainte au cours du temps. Cette contrainte passe par un maximum. Pour chaque valeur de  $t_{\text{repos}}$ , nous notons la contrainte maximale. La figure III.13 montre l'évolution des contraintes maximales en fonction du temps de repos.

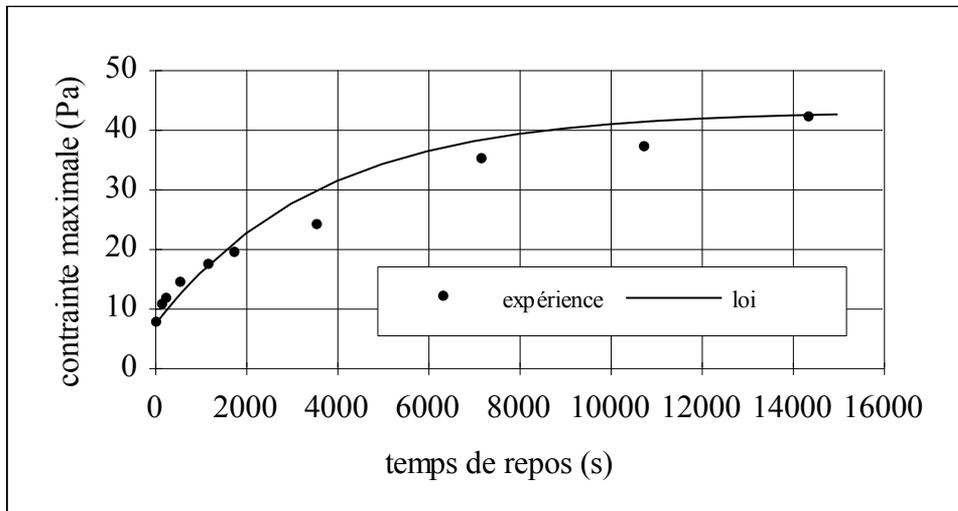


figure III.13

Evolution de la contrainte maximale avec le temps de repos

Pour calculer la valeur du paramètre  $a$  nous considérons que nous étudions seulement la restructuration du fluide, celle-ci se faisant au repos. Dans ces conditions, seule la partie correspondant à cette restructuration est à prendre en compte dans la cinétique d'évolution de la structure. Il ne faut pas tenir compte du terme fonction du cisaillement dans la relation (9).

Dans ce cas, la loi d'évolution de la contrainte dans le temps est donnée par la relation (21), le paramètre  $t$  représentant le temps de repos.

$$(21) \quad \tau = \tau_{eq} + (\tau_0 - \tau_{eq}) \cdot e^{(-a \cdot t)}$$

La valeur de la contrainte  $\tau_0$  est connue, il s'agit de la valeur à l'équilibre des tests réalisés.

Pour déterminer la valeur de  $a$  et  $\tau_{eq}$  nous avons réalisé un ajustement des résultats expérimentaux (figure III.13) et nous obtenons :

$$\tau_0 = 7 \text{ Pa} \quad \tau_{eq} = 43 \text{ Pa} \quad a = 0,28 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$$

Le paramètre  $a$  correspond à un temps caractéristique de restructuration de 3570 s lorsque le fluide se restructure sous aucun cisaillement.

### III.2.2.3.2. Etude de la fonction $b$

Nous avons défini la fonction  $b(\dot{\gamma})$  par la relation (10) dont nous rappelons la forme.

$$b(\dot{\gamma}) = p\dot{\gamma}^s$$

Le protocole expérimental que nous mettons en place pour définir cette fonction est le suivant : nous avons vu que le temps total de restructuration est d'au moins 6 heures ; après un pré-cisaillement de  $10 \text{ s}^{-1}$  pendant 10 mn, le fluide reste au repos pendant 6 heures. Nous

imposons alors une vitesse de cisaillement de  $0,5 \text{ s}^{-1}$  et enregistrons l'évolution de la contrainte dans le temps.

La figure III.14 montre cette évolution. Dans un premier temps il y a augmentation de la contrainte, cette partie décrit la déformation de l'échantillon. La contrainte passe par un maximum que nous notons  $\tau_0$ . Au-delà de 5 s, la contrainte décroît rapidement. Nous déterminons graphiquement le taux de variation de la contrainte au point d'inflexion  $\left(\frac{d\tau}{dt}\right)_{\text{point d'inflexion}}$ . Aux temps très longs, la contrainte tend vers une valeur d'équilibre  $\tau_{eq}$ .

$$\tau_0 = 42 \text{ Pa} \qquad \tau_{eq} = 7 \text{ Pa} \qquad \left(\frac{d\tau}{dt}\right)_{\text{point d'inflexion}} = -13,2 \text{ Pa/s}$$

La dérivée par rapport au temps de la relation (18) à  $t = 0 \text{ s}$  est la pente de déstructuration du fluide.

$$(22) \quad \left(\frac{d\tau}{dt}\right)_0 = -(a + p\dot{\gamma}^s)(\tau_0 - \tau_{eq}) = \text{pente}$$

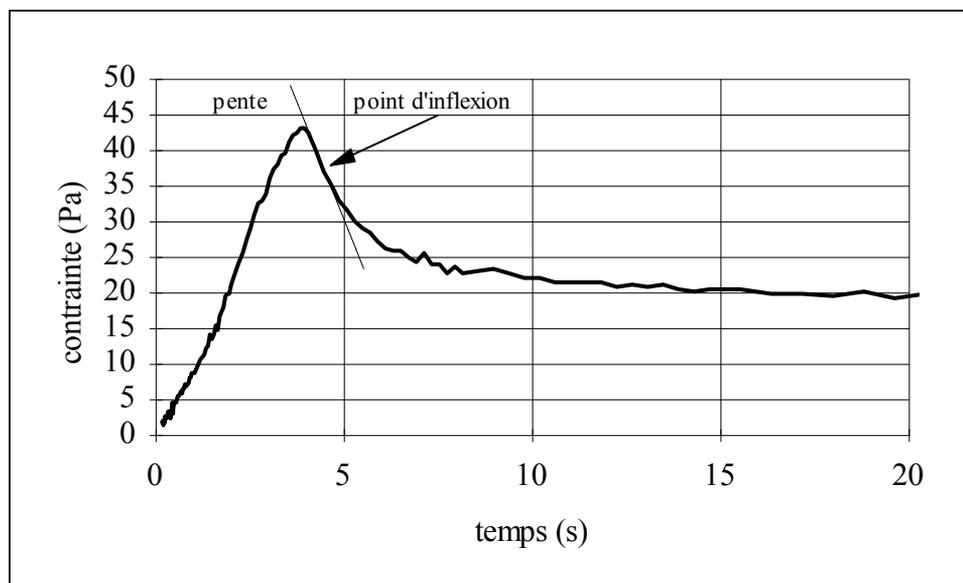


figure III.14

Evolution de la contrainte dans le temps après un repos de 6 heures pour une vitesse de cisaillement de  $0,5 \text{ s}^{-1}$ .

Ces tests étant très longs à effectuer et devant être réalisés à de faibles vitesses de cisaillement, nous n'avons qu'un seul résultat. Nous faisons l'hypothèse que le paramètre  $s$  est égal à 1 afin de calculer  $p$ . Et nous trouvons :  $p = 0,7528$ .

En conclusion, cette méthode n'est pas très satisfaisante. En effet, comme nous venons de l'expliquer,  $a$  est calculé lors de la restructuration du fluide lorsqu'il se repose et non sous cisaillement. De plus nous faisons l'hypothèse que  $s = 1$  car nous n'avons qu'un seul point de

mesure. Nous devons mettre en place une nouvelle procédure pour déterminer les paramètres a et b. C'est l'objet du paragraphe suivant.

### III.2.2.4. Détermination simultanée du paramètre a et de la fonction b

Nous avons réalisé cette analyse à partir des résultats obtenus lors de l'étude de la loi de comportement pour un fluide restructuré pendant 1 heure. Nous rappelons que chaque point de mesure a été obtenu après un précisaillement à  $10 \text{ s}^{-1}$  pendant 10 mn et un temps de repos de 1 heure. Les vitesses de cisaillement sont comprises entre  $1 \text{ s}^{-1}$  et  $25 \text{ s}^{-1}$ .

La figure III.15 montre l'évolution des contraintes pour les différentes vitesses de cisaillement étudiées après une heure de repos. Dans le tableau III.2, nous avons reporté pour chaque vitesse de cisaillement étudiée :

- la contrainte maximale enregistrée :  $\tau_{\max}$ ,
- la contrainte à l'équilibre calculée à partir de la loi de comportement (6) :  $\tau_{\text{eq}}$ ,
- la valeur de  $a + b(\dot{\gamma})$  calculée en ajustant numériquement la relation d'évolution de la contrainte (relation 18) à l'expérience.

$\dot{\gamma} (\text{s}^{-1})$	$\tau_{\text{eq}} (\text{Pa})$	$\tau_{\max} (\text{Pa})$	$a + b(\dot{\gamma}) (\text{s}^{-1})$
1	7,53	36,58	0,142
5	10,69	55,35	0,72
10	12,97	64,58	1,59
15	15,15	75,4	2,40
20	16,83	82,5	3,12
25	18,33	86,5	3,90

tableau III.2

Résultats des tests d'échelons de vitesse de cisaillement après un temps de repos de 1 heure.

Nous nous sommes intéressés à l'évolution du groupement  $a + b(\dot{\gamma})$  en fonction de la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  (voir figure III.16). La fonction  $b(\dot{\gamma})$  étant définie par la relation (10) nous pouvons écrire que  $a + b(\dot{\gamma})$  a la forme suivante :

$$(23) \quad a + b(\dot{\gamma}) = a + p\dot{\gamma}^s$$

Un ajustement des points de mesures par une méthode de type moindre carré nous permet d'obtenir des valeurs pour les paramètres a, p et s.

$$a = 0,0052 \text{ s}^{-1}$$

$$p = 0,1366$$

$$s = 1,0479$$

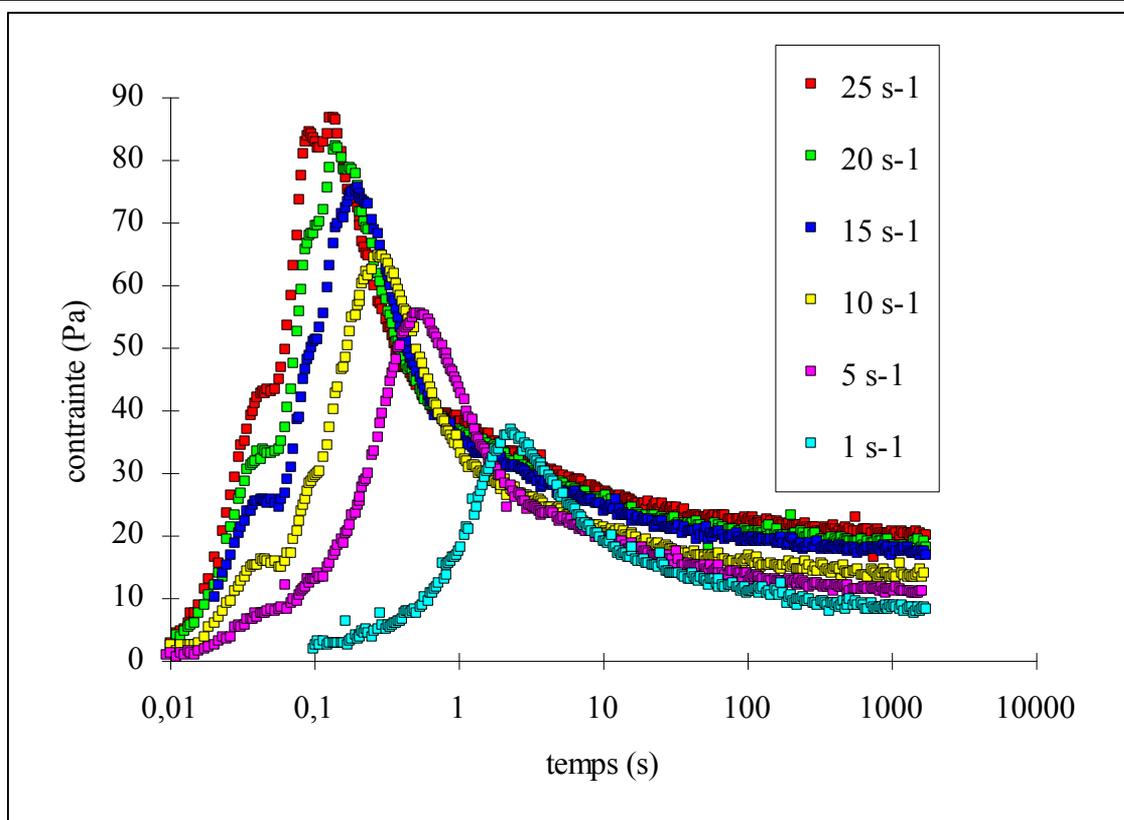


figure III.15

Evolution des contraintes dans le temps pour différentes vitesses de cisaillement.

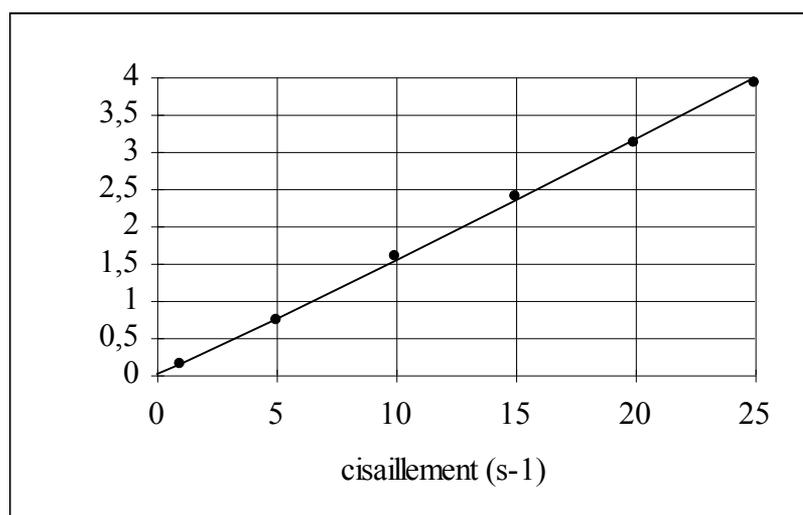


figure III.16

$a+b(\dot{\gamma})$  en fonction de la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$ .

### III.2.3. Conclusion

#### III.2.3.1. Les lois de comportement

L'étude rhéologique d'un fluide thixotrope nécessite la mise en place de tests longs. Nous pouvons modéliser ce fluide à partir d'une relation contrainte - structure composée de deux lois de comportement limites de type Herschell - Bulkley. La première loi représente l'état du fluide à l'instant initial, le fluide est restructuré ou déstructuré. La seconde loi est définie à l'équilibre. Nous rappelons les différentes lois que nous avons trouvées :

$$\text{fluide restructuré : } \tau_{\lambda \approx 1} = 22,3 + 14,4\dot{\gamma}^{0,5}$$

$$\text{fluide déstructuré : } \tau_{\lambda \rightarrow 0} = 2,5\dot{\gamma}^{0,56}$$

Le passage d'un état restructuré à un état déstructuré s'accompagne d'une diminution de la contrainte seuil et d'une diminution de la consistance. Nous observons aussi une augmentation de l'indice d'écoulement  $n$  (écart de 12%) qui relativise la diminution de la consistance.

Le fluide modèle que nous utilisons est caractérisé par une thixotropie de seuil et de consistance.

A l'équilibre, l'état de structure est différent pour chaque point de mesure. Nous pouvons tout de même donner une loi qui caractérise le comportement asymptotique du fluide.

$$\text{fluide à l'équilibre : } \tau_{\text{eq}} = 5,3 + 2,2\dot{\gamma}^{0,55}$$

#### III.2.3.2. La cinétique d'évolution de la structure

La cinétique de déstructuration et de restructuration a été étudiée au démarrage et à partir d'un échantillon de fluide restructuré. Cette cinétique rend compte donc plus des effets de déstructuration que des effets de restructuration.

Nous avons calculé les valeurs de  $a$  et de  $b(\dot{\gamma})$  de deux manières différentes. Mais le calcul de  $a$  et de  $b(\dot{\gamma})$  simultanément est plus réaliste.

$$\frac{d\lambda}{dt} = 0,0052 \cdot (1 - \lambda) - 0,1366 \cdot \dot{\gamma}^{1,0479} \cdot \lambda$$

La puissance affectée à la vitesse de cisaillement étant proche de 1, cela nous permet de calculer l'inverse des paramètres  $a$  et  $b(\dot{\gamma})$  qui représentent les temps caractéristiques de restructuration  $t_{\text{restructuration}}=1/a$  et de déstructuration  $t_{\text{déstructuration}}=1/b$ .

$$t_{\text{restructuration}} = 192 \text{ s} \qquad t_{\text{déstructuration}} = 7,32 \text{ s}$$

Cette méthode est meilleure car elle prend en compte plus de résultats, car à aucun moment nous ne négligeons un paramètre par rapport à un autre, mais ces résultats sont ceux de tests de déstructuration du fluide après restructuration. Nous voyons bien que la valeur du paramètre de restructuration est faible car nous ne pouvons pas observer une vraie restructuration sous écoulement viscosimétrique.

### **III.3. Modèle à une loi de comportement**

#### **III.3.1. Relation contrainte - structure et cinétique**

Le modèle que nous décrivons ici est composé d'une relation contrainte - structure qui décrit une thixotropie de seuil (24) et d'une équation différentielle décrivant l'évolution du paramètre de structure (25).

$$(24) \quad \tau = \tau_{\text{seuil}} \cdot \lambda + K\dot{\gamma}^n$$

Dans cette relation  $\tau_{\text{seuil}}$  est la contrainte seuil du fluide restructuré, elle est multipliée par le paramètre de structure  $\lambda$ . La consistance  $K$  et l'indice d'écoulement  $n$  sont calculés à partir des résultats obtenus lors de l'écoulement d'un fluide fortement déstructuré.

La structure n'influence que la composante seuil du modèle, cela décrit une thixotropie de seuil. En toute rigueur, la structure doit influencer la consistance  $K$  et l'indice  $n$ . Nous ferons l'hypothèse que cette influence est négligeable.

En ce qui concerne la cinétique de déstructuration et de restructuration nous proposons une équation différentielle dans laquelle nous faisons apparaître le taux de variation de la vitesse de cisaillement  $\xi$  (relation 26) et le temps  $t$  :

$$(25) \quad \frac{d\lambda}{dt} = a \cdot (1 - \lambda) - b\lambda\xi^s t^r$$

$$(26) \quad \xi = \frac{d\dot{\gamma}}{dt}$$

Dans cette relation le groupement  $a(1-\lambda)$  rend compte de la restructuration du fluide. Le groupement  $b\lambda\xi^s t^r$  rend compte de la déstructuration du fluide.

Nous faisons apparaître le temps  $t$  qui est le temps écoulé à partir du début du test le fluide étant restructuré ( $\lambda=1$ ). Il est logique de penser que la structure du fluide est fonction du temps. Mais aussi parce que le produit  $t \times \xi$  n'est autre que la vitesse de cisaillement à l'instant  $t$ .

Nous utiliserons ce modèle pour modéliser des cycles d'hystéresis obtenus à vitesse de cisaillement imposée sur le rhéogoniomètre de Weissenberg, cela fera l'objet du paragraphe III.5.

### **III.3.2. Détermination des paramètres du modèle**

La détermination des paramètres de ce modèle rhéologique va faire l'objet des paragraphes III.4 et III.5.

Dans le paragraphe III.4, nous tentons une modélisation physique du fluide modèle qui nous permettra de déterminer la contrainte seuil, mais aussi de constater le comportement élastique du fluide lorsqu'il est restructuré.

Les paramètres  $a$ ,  $b$ ,  $s$  et  $r$ , de la cinétique de déstructuration et de restructuration, seront déterminés à partir de la modélisation des cycles d'hystérésis dans le paragraphe III.5.

Seuls les paramètres  $K$  et  $n$  sont connus puisqu'ils ont été calculés dans le cas d'un fluide fortement déstructuré (ce sont les résultats du paragraphe III.2.1.2.) :

$$\mathbf{K = 2,5 Pa.s^n}$$

$$\mathbf{n = 0,56}$$

### **III.4. Tentative de modélisation physique de la thixotropie du fluide modèle**

A partir d'expériences viscosimétriques, nous allons tenter d'expliquer physiquement la thixotropie de notre fluide modèle. Pour ce faire, nous avons étudié la déformation élastique d'un échantillon soumis à un cisaillement. L'étude de la contrainte seuil donne d'importantes informations sur la thixotropie de notre fluide modèle.

#### **III.4.1. Déformation du fluide thixotrope**

Nous allons de nouveau exploiter les résultats donnés dans le paragraphe III.2.2.4. mais du point de vue de l'élasticité du gel.

Nous rappelons que ces résultats ont été obtenus pour des vitesses de cisaillement comprises entre 1 et 25  $\text{s}^{-1}$ .

Lorsque nous imposons un échelon de vitesse de cisaillement à un échantillon de fluide laissé préalablement au repos, nous obtenons une réponse en contrainte dont la première partie montre une augmentation de la contrainte, avant que celle-ci ne décroisse dans le temps (voir figure III.17 pour une vitesse de cisaillement de 1  $\text{s}^{-1}$ ). Avant d'atteindre le maximum, nous observons une évolution quasi-linéaire de la contrainte dans le temps qui traduit un comportement élastique. La figure III.18 donne les résultats obtenus pour les autres vitesses de cisaillement.

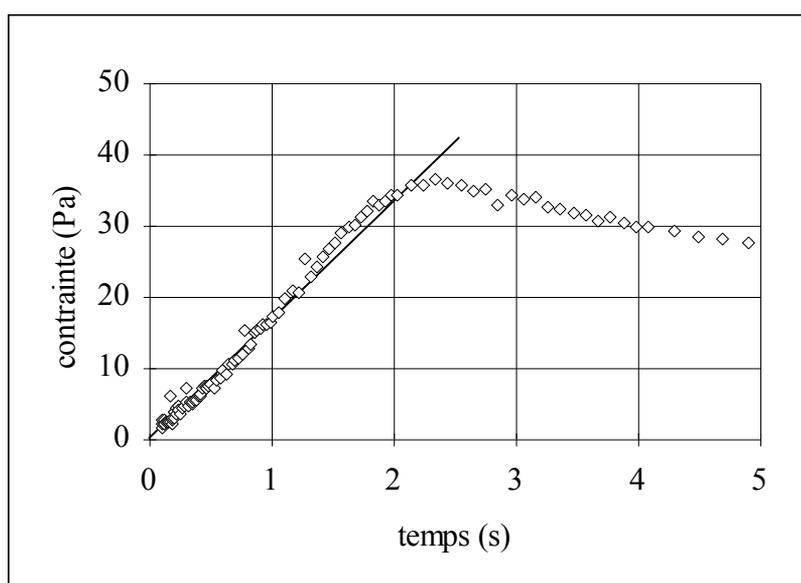


figure III.17

Evolution de la contrainte pour un échelon de vitesse de cisaillement de 1  $\text{s}^{-1}$ .

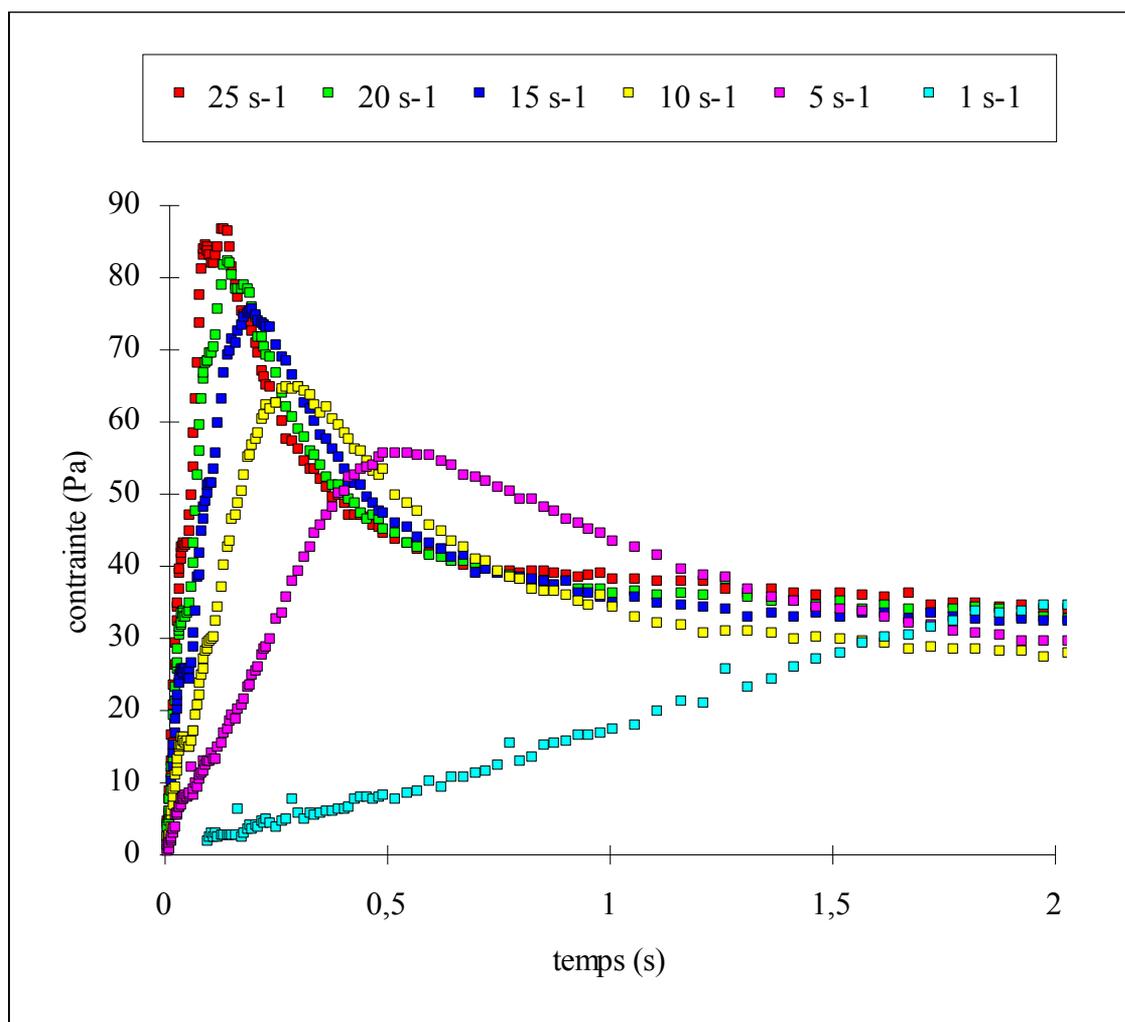


figure III.18  
Test d'échelon de vitesse de cisaillement

A chaque vitesse de cisaillement correspond une vitesse de rotation du plateau  $\omega$  (rad/s). La contrainte passe par un maximum au temps  $t_{\max}$ . Le produit de  $\omega$  par  $t_{\max}$  définit un angle critique  $\chi$  au-delà duquel l'échantillon de fluide cesse de se déformer comme un solide pour s'écouler.

L'évolution de la contrainte avant l'angle critique est quasi-linéaire dans le temps, en particulier au démarrage. Nous pouvons calculer la pente aux premiers instants :

$$(27) \quad E = \left( \frac{d\tau}{dt} \right)_{\text{aux premiers instants}}$$

Dans le tableau III.3, nous avons reporté pour chaque valeur de vitesse de cisaillement : la vitesse de rotation  $\omega$ , le temps  $t_{\max}$ , l'angle critique  $\chi$ , et la pente E.

$\dot{\gamma}$ (s <sup>-1</sup> )	$\omega$ (rad/s)	$t_{\max}$ (s)	$\chi$ (rad)	E (Pa/s)
1	17,02 10 <sup>-3</sup>	2,35	0,04	16,55
5	85,09 10 <sup>-3</sup>	0,521	0,044	122,67
10	170,2 10 <sup>-3</sup>	0,278	0,047	288,56
15	255,3 10 <sup>-3</sup>	0,195	0,05	504,31
20	340,3 10 <sup>-3</sup>	0,144	0,049	683,93
25	425,4 10 <sup>-3</sup>	0,137	0,058	861,09

tableau III.3

Un solide élastique parfait obéit à la loi de Hook (28) dans laquelle  $\tau(t)$  est la contrainte,  $\gamma(t)$  est la déformation fonction du temps, et G le module de rigidité.

$$(28) \quad \tau(t) = G \cdot \gamma(t)$$

La déformation est proportionnelle à l'angle de rotation du plateau, lui même proportionnel au temps lorsqu'il tourne à vitesse constante :

$$(29) \quad \gamma(t) = \frac{\chi(t)}{\delta} = \frac{\omega \cdot t}{\delta} \quad \text{où } \delta \text{ est l'angle du cône}$$

La contrainte étant proportionnelle au temps (30), il est possible de calculer le module de rigidité G (31) :

$$(30) \quad \tau(t) = E \cdot t$$

$$(31) \quad G = \frac{\delta \cdot E}{\omega}$$

Dans le tableau III.4 nous donnons les valeurs du module de rigidité du gel pour les différentes vitesses de cisaillement étudiées.

$\dot{\gamma}$ (s <sup>-1</sup> )	1	5	10	15	20	25
G (Pa)	16,6	24,5	28,8	33,6	34,2	34,4

tableau III.4

Le module de rigidité n'est pas constant en particulier aux faibles vitesses de cisaillement, mais il semble tendre vers une limite. Il est vrai que nous avons affaire à un échantillon de fluide thixotrope sous forme de gel. Ce gel thixotrope ne peut être considéré comme un solide élastique parfait.

Il est intéressant de noter que l'angle  $\chi$  est pratiquement constant.

### III.4.2. Contrainte seuil d'un fluide thixotrope

La thixotropie du fluide que nous étudions est fortement liée à la notion de seuil. Il nous a paru essentiel de déterminer la valeur du seuil d'écoulement du fluide modèle thixotrope que nous utilisons.

Pour ce faire, nous avons utilisé un rhéomètre à couple imposé (CS 100), avec la géométrie cône - plateau. Avec cet appareil, le plateau est fixe et le cône est mis en rotation afin d'imposer sur l'échantillon un couple contrôlé. Le cône que nous utilisons a un diamètre de 6 cm et un angle de  $2^\circ$ .

Pour éviter les risques de glissement du fluide sur le cône, ou du fluide sur le plateau, nous avons revêtu ceux-ci de papier à poncer. Deux granulométries ont été utilisées. Une série de tests a été également réalisée sans papier à poncer, pour comparaison.

Le papier à poncer a été collé sur le cône et sur le plateau comme le montre la figure III.19. Nous avons considéré que le fait de coller une feuille de 0,3 mm d'épaisseur sur le cône ne modifiait pas l'angle de celui-ci. L'entrefer a été établi de telle manière que la pointe fictive du papier à poncer touche le plateau. (voir figure III.19).

D'après la norme européenne FEPA, les papiers à poncer que nous avons utilisés ont les caractéristiques suivantes :

- le papier P320 a un grain de diamètre  $46 \mu\text{m}$ ,
- le papier P1000 a un grain de diamètre  $19 \mu\text{m}$ .

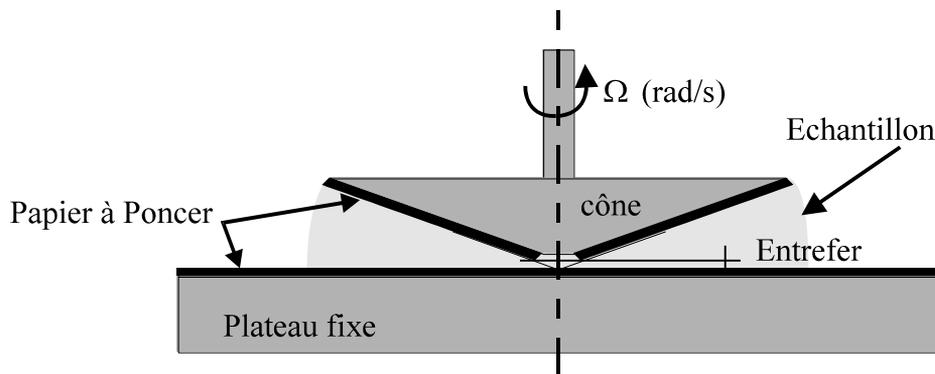


figure III.19

Représentation du cône et du plateau lorsque ceux-ci sont revêtus de papier à poncer

III.4.2.1. Mesure du seuil d'écoulement

Le protocole de mesure que nous avons employé est le suivant :

- le fluide s'écoule pendant 30 minutes sous une contrainte de 50 Pa,

- l'échantillon reste au repos pendant 1 heure

- nous faisons alors un test d'écoulement au cours duquel la contrainte augmente linéairement dans le temps de 0 à 50 Pa en 1 heure.

Sur la figure III.20 nous avons représenté l'évolution de la contrainte avec le cisaillement.

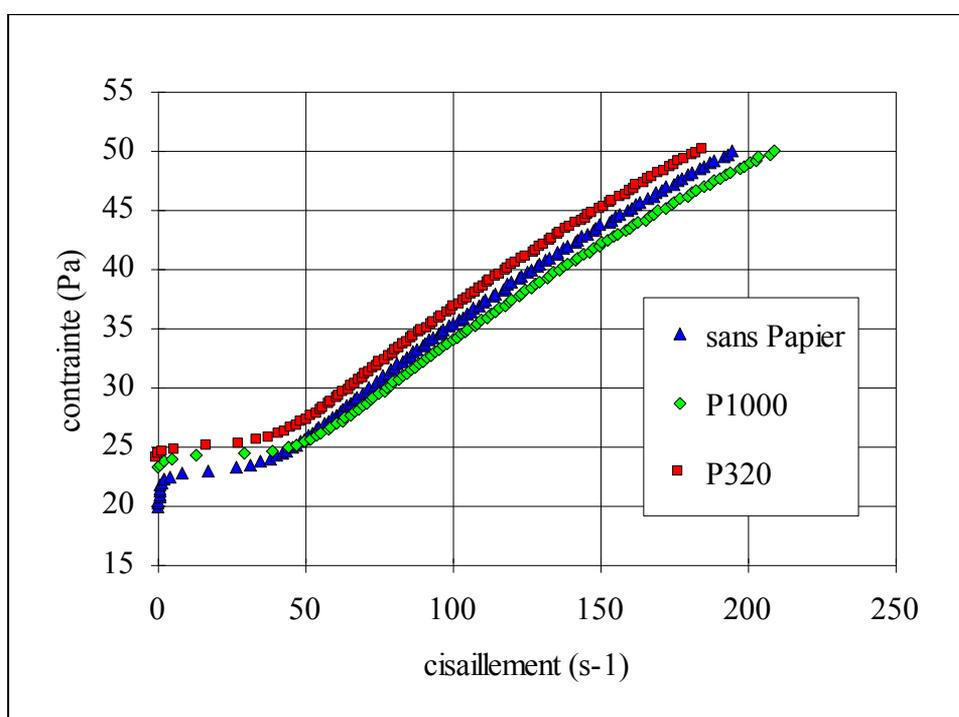


figure III.20

Rhéogrammes obtenus sur le rhéomètre à couple imposé pour différentes qualités de papier à poncer et sans papier

Sur cette figure, nous constatons que la valeur maximale de la vitesse de cisaillement n'est pas identique pour les trois tests. Ceci est dû au fait que l'écoulement induit une histoire qui est différente pour chaque test.

Nous pouvons comparer les résultats obtenus avec les papiers à poncer. Plus le grain est fin, plus l'écoulement commence à partir d'une contrainte petite ce qui implique que la déstructuration totale est plus importante. La vitesse de cisaillement finale est donc plus

grande comme le montre la figure III.20. Sur la figure III.21, nous avons représenté ces mêmes résultats mais au début de l'écoulement .

Lorsque le test est réalisé sans papier à poncer, il y a visiblement glissement. Cela n'entraîne pas forcément une déstructuration du fluide.

Lors de l'utilisation de papier à poncer, l'écoulement du fluide est immédiat dès lors que la contrainte est supérieure à la contrainte seuil du fluide. En revanche, sans papier à poncer, la contrainte augmente créant un écoulement à faible vitesse de cisaillement. Nous pensons qu'il s'agit de glissement, soit du cône sur le fluide soit de l'ensemble cône-fluide sur le plateau, cela dépend de la rugosité du cône et du plateau. Ce glissement doit être dû à un très mince film liquide existant entre le fluide et le cône ou le plateau. Dans ces conditions c'est la viscosité de ce film que nous mesurons.

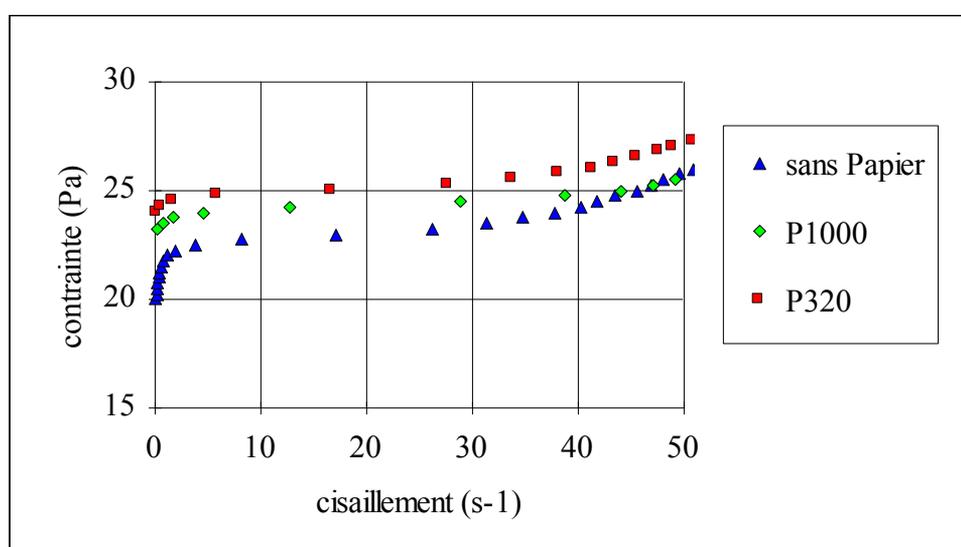


figure III.21

Début de l'écoulement pour différentes qualités de papier à poncer et sans papier

Considérons une extrapolation linéaire afin de déterminer la contrainte seuil du fluide dans le cas du test sans papier à poncer.

Les mesures que nous obtenons sont données dans le tableau III.5.

test	sans papier	P 1000 (19 $\mu\text{m}$ )	P 320 (46 $\mu\text{m}$ )
<b>contrainte seuil (Pa)</b>	22,25	23,25	24

tableau III.5

En moyenne, la contrainte seuil de notre fluide modèle thixotrope vaut 23,16 Pa. L'écart relatif entre les valeurs est de 10%. En deçà de cette valeur le fluide ne s'écoule pas mais se comporte comme un solide élastique.

III.4.2.2. Réalité de la contrainte seuil

III.4.2.2.1. Test de fluage

Certains auteurs, comme CHENG [31] montrent que la valeur de la contrainte seuil est fonction du temps d'observation. Lors de tests de fluage, Cheng observe que le fluide s'écoule après un temps d'autant plus long que la contrainte imposée est faible, mais s'écoule toujours.

Afin de vérifier que la contrainte seuil est réaliste, nous avons mis en place le protocole expérimental suivant :

- le fluide s'écoule sous une contrainte de 50 Pa pendant 30 minutes,
- l'échantillon reste au repos pendant 1 heure
- le fluide est soumis à une contrainte inférieure à la contrainte seuil calculée par la méthode définie en III.4.2.1, soit 23,16 Pa.

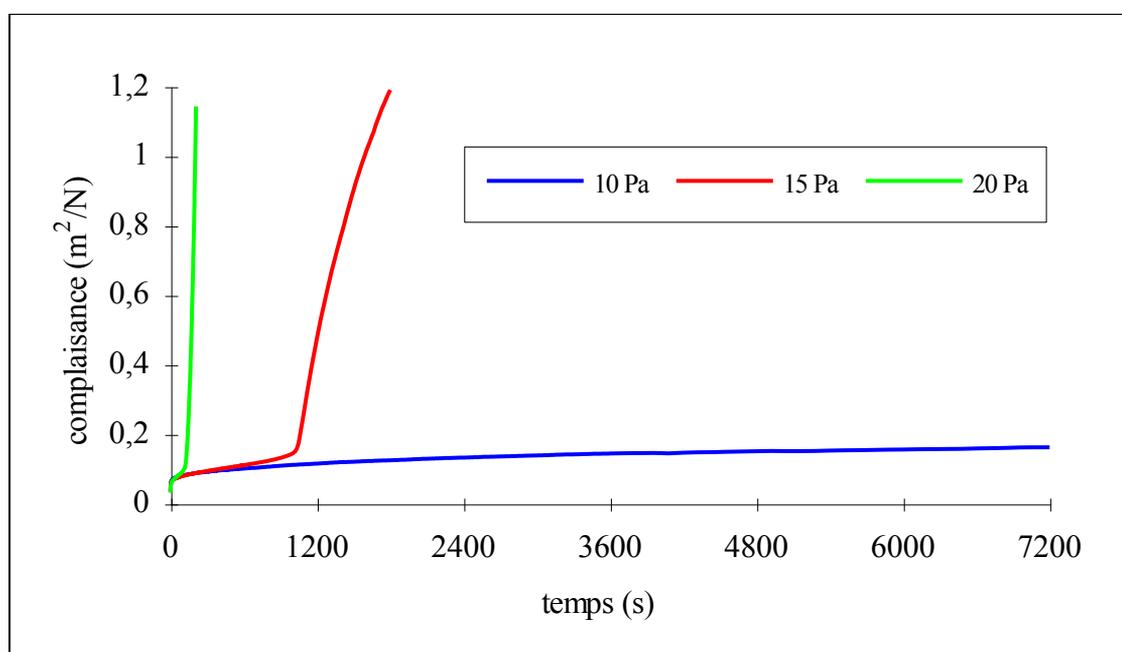


figure III.22  
Test de fluage sur un échantillon de veegum

La figure III.22 montre l'évolution de la complaisance dans le temps pour différentes contraintes.

Pour les contraintes 20 et 15 Pa l'échantillon se déforme, pendant une durée d'autant plus courte que la contrainte est grande, puis s'écoule.

Pour une contrainte de 10 Pa, l'échantillon se déforme pendant 2 heures sans s'écouler. Comme le montre la figure III.22 la complaisance augmente toujours. L'échantillon n'a pas atteint une déformation limite. Cela nous laisse penser que la déformation peut continuer et qu'il existe peut être un temps au-delà duquel l'échantillon va s'écouler. Dans ces conditions 10 Pa n'est peut être pas la contrainte seuil du fluide.

Durant ces tests de fluage il y a réorganisation de l'arrangement des agrégats de particules dans l'échantillon. Il y a aussi destruction de certaines liaisons. Cette réorganisation est d'autant plus rapide que la contrainte appliquée est importante.

S'il existe une contrainte seuil, celle-ci est due aux liaisons entre les agrégats et à leur taille au sein du fluide. Les forces induites par ces liaisons définissent la structure du fluide. La nature et la grandeur de ces forces peuvent être différentes suivant les liaisons. Cela implique que les liaisons sont plus ou moins fortes ou faibles, et qu'elles casseront plus ou moins rapidement, selon la manière dont nous aurons appliqué une contrainte, une force ou un cisaillement sur un échantillon.

C'est bien la nature, le nombre de liaisons et l'organisation des agrégats dans l'échantillon qui définissent la structure de celui-ci et donc la contrainte seuil. C'est l'évolution de cette structure qui définit le caractère thixotrope du fluide.

Nous allons voir, maintenant, que la manière d'appliquer la contrainte sur le fluide modifie l'écoulement.

#### III.4.2.2.2. Influence de la vitesse de montée en contrainte

Lors d'un test d'écoulement à contrainte imposée, celle-ci augmente linéairement dans le temps à une vitesse appelée : vitesse de montée. Cette vitesse est rapport entre la contrainte maximale et le temps de montée du test rhéologique.

Pour réaliser ces tests, nous avons mis en place le protocole expérimental suivant :

- le fluide est soumis à une contrainte de 50 Pa pendant 1800 s,
- l'échantillon reste au repos pendant 1 heure,
- le fluide est soumis à une évolution linéaire de la contrainte de 0 à 24 Pa. Cette évolution est caractérisée par le temps de montée compris entre 150 et 600 s, qui définit la vitesse de montée,
- l'échantillon est alors soumis à une décroissance linéaire de la contrainte de 24 à 0 Pa en 30 s.

Nous avons représenté sur la figure III.23 les cycles d'hystéresis obtenus pour les différents temps de montée étudiés. Dans le tableau III.6 nous donnons pour ces mêmes temps : la vitesse d'évolution de la contrainte, la vitesse de cisaillement pour la contrainte maximale, la contrainte seuil mesurée et le pas d'évolution de la contrainte. En effet, l'écoulement est une succession d'échelons de contrainte de durée et d'amplitude différentes. Le pas de contrainte est la différence entre deux contraintes successives.

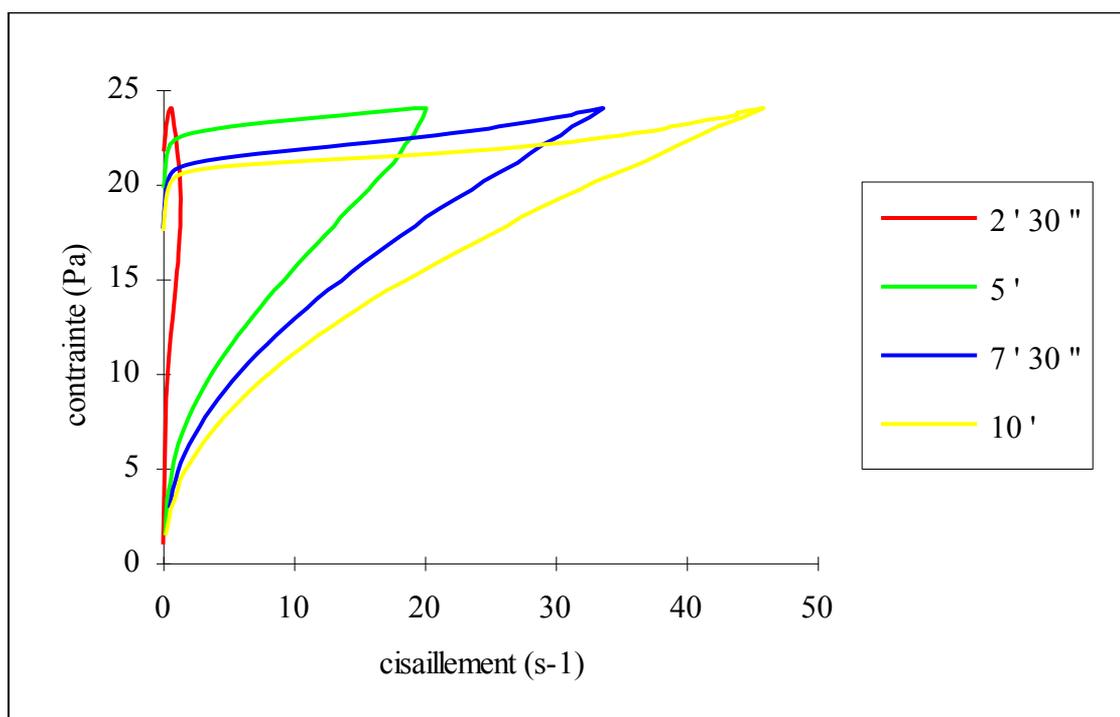


figure III.23  
Cycle d'hystéresis pour différents temps de montée

<b>temps de montée</b>	<b>vitesse de montée (Pa/s)</b>	<b>cisaillement à 24 Pa (s-1)</b>	<b>contrainte seuil (Pa)</b>	<b>pas de contrainte (Pa)</b>
2' 30"	0,16	0,61	21,72	0,24
5'	0,08	19,25	19,80	0,12
7' 30"	0,0533..	33,55	17,64	0,12
10'	0,04	45,93	17,52	0,12

tableau III.6

De ces résultats nous pouvons conclure que le temps de montée de l'écoulement (vitesse de montée) influence l'écoulement de l'échantillon. Nous observons ici la très nette influence du temps sur l'écoulement des fluides thixotropes.

Cette influence se fait peu sentir sur la contrainte seuil, celle-ci ayant tout de même tendance à augmenter lorsque le temps de montée diminue.

En ce qui concerne la vitesse de cisaillement correspondant à la contrainte maximale (24 Pa pour ce test) elle augmente très fortement lorsque le temps de montée augmente. En effet, la déstructuration du fluide est d'autant plus marquée que la durée du cisaillement est longue.

#### III.4.2.3. Conclusion

Ces tests nous montrent combien il est difficile de déterminer la contrainte seuil de notre fluide modèle. Si nous avons bien affaire à une thixotropie de seuil, la contrainte seuil est très certainement fonction de la structure du fluide. Cette structure évolue au cours du temps même s'il n'y a pas écoulement à proprement parlé. Elle peut évoluer lorsque l'échantillon de fluide est simplement soumis à une contrainte.

### **III.5. Modélisation des cycles d'hystérésis**

Nous présentons dans ce chapitre une modélisation de résultats viscosimétriques obtenus sur le rhéogoniomètre de Weissenberg.

Cette modélisation a nécessité l'emploi de la relation contrainte - structure et de la cinétique d'évolution de la structure du fluide présentées dans le paragraphe III.3.

La relation contrainte-structure est la suivante :

$$(32) \quad \tau = \tau_{\text{seuil}} \cdot \lambda + K\dot{\gamma}^n$$

La cinétique d'évolution de la structure du fluide est :

$$(33) \quad \frac{d\lambda}{dt} = a \cdot (1 - \lambda) - b\lambda\xi^s t^r$$

Après avoir indiqué le protocole expérimental et donné les résultats expérimentaux, nous déterminerons la valeur de la contrainte seuil de l'équation (32). Nous verrons qu'il est nécessaire de tenir compte de l'élasticité du fluide pour définir la contrainte seuil.

Pour finir nous donnerons les paramètres qui nous ont permis de modéliser les cycles d'hystérésis.

#### **III.5.1. Protocole expérimental**

Le protocole expérimental que nous avons mis en place est le suivant :

L'échantillon de fluide thixotrope est précisailé pendant 10 mn à une vitesse de cisaillement de 10 s<sup>-1</sup>. Il est alors laissé au repos pendant 1 heure.

L'échantillon est alors soumis à une évolution croissante et linéaire de la vitesse de cisaillement de 0,001 s<sup>-1</sup> à 100 s<sup>-1</sup>, de durée t. Cette rampe croissante est suivie d'une rampe décroissante au cours de laquelle la vitesse de cisaillement est ramené à 0 s<sup>-1</sup>. La durée de cette rampe est identique à celle de la rampe croissante.

Nous avons fait ce test avec t = 1 mn, t = 5 mn et t = 30 mn.

L'évolution de la vitesse de cisaillement étant linéaire, nous pouvons définir le taux de variation de la vitesse de cisaillement  $\xi$  qui n'est autre que la pente de la rampe imposée.

$$(34) \quad \xi = \frac{d\dot{\gamma}}{dt}$$

### III.5.2. Résultats expérimentaux

Nous présentons sur la figure III.24 les résultats obtenus pour les trois durées définies dans le paragraphe précédent c'est à dire  $t = 1$  mn,  $t = 5$  mn et  $t = 30$  mn.

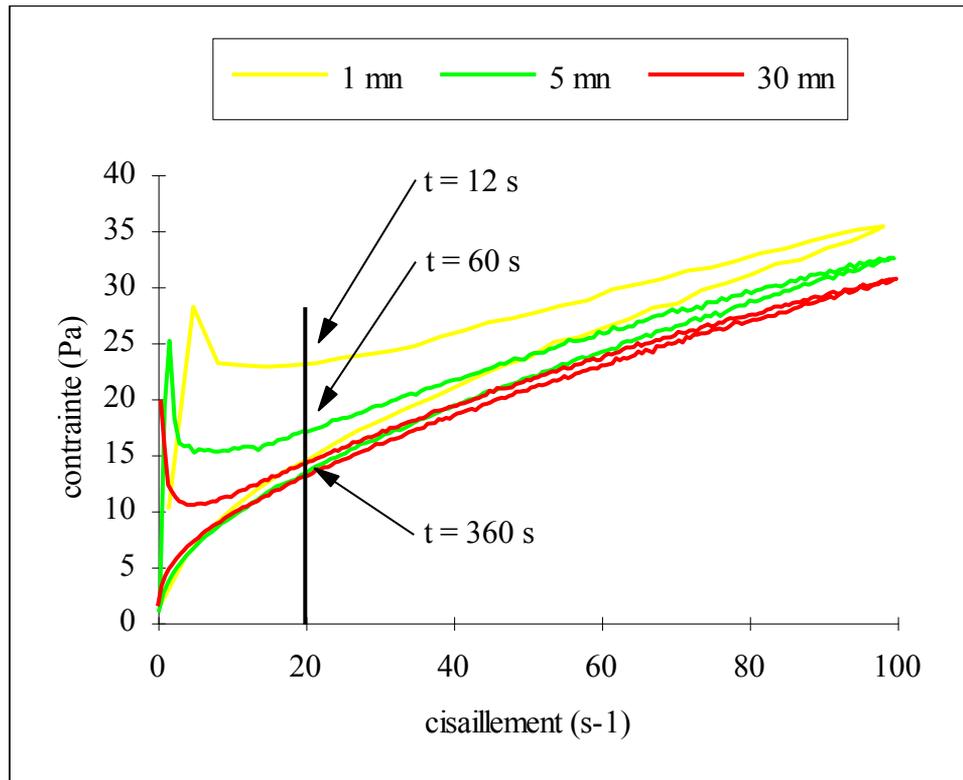


figure III.24  
Cycles d'hystéresis pour différentes durées  $t$ .

Sur cette figure, les courbes supérieures correspondent à la rampe croissante de vitesse de cisaillement; elles montrent la déstructuration de l'échantillon.

A partir des courbes supérieures, nous pouvons faire une première constatation qui nous aidera à définir le modèle. Pour une vitesse de cisaillement donnée la contrainte correspondante est d'autant plus grande que la durée du test est faible (que le taux  $\xi$  est grand). Donc le fluide est d'autant moins déstructuré que le taux  $\xi$  est grand.

C'est pourquoi, il nous a paru important de faire apparaître ce taux  $\xi$  dans la cinétique d'évolution du paramètre de structure (33).

Concernant les courbes qui correspondent à la rampe décroissante de vitesse de cisaillement, nous voyons que pour la plus petite vitesse de cisaillement la contrainte seuil est faible voire nulle même dans le cas d'une durée  $t$  grande qui nous aurait laissé penser que le fluide se restructurerait.

Nous constatons qu'il n'y a pas de restructuration lorsqu'il y a cisaillement, même faible. En effet à partir du moment où la vitesse de cisaillement décroît, le fluide conserve sa structure et n'est pas en mesure de se restructurer, ou alors très faiblement, car la restructuration ne peut se faire qu'à partir d'un noyau central où la vitesse de cisaillement serait nulle. Nous reviendrons sur cette idée lors de l'étude des profils de vitesse en conduite cylindrique.

### **III.5.3. Détermination de la contrainte seuil**

Sur la figure III.24 nous voyons que, pour les courbes supérieures, il existe un maximum de contrainte et que ce maximum est d'autant plus important que le taux  $\dot{\gamma}$  est important. Nous avons fait le rapprochement avec d'autres tests pour lesquels plus la variation de vitesse de cisaillement était élevée plus la contrainte maximale obtenue était importante. Il s'agit des tests d'échelons de vitesses de cisaillement (figure III.18) que nous avons présenté dans le paragraphe III.4.1. sur la déformation.

Sur la figure III.18, nous constatons que la contrainte augmente linéairement dans le temps pendant une durée d'autant plus faible que la vitesse de cisaillement imposée est grande, que cette contrainte passe par un maximum avant de décroître. La partie correspondant à l'augmentation de contrainte linéaire traduit un comportement élastique :

$$(35) \quad \tau(t) = E \cdot t$$

La contrainte seuil, utilisée dans la relation (32), est liée au nombre et à la taille des agrégats et est fonction du mouvement que nous imposons lors de la mise en rotation du plateau comme nous l'avons expliqué dans le paragraphe III.4.2.

Durant la déformation de l'échantillon nous faisons l'hypothèse que le fluide ne se déstructure pas, donc que  $\lambda$  est égal à 1.

A partir d'un temps limite, le fluide s'écoule en suivant la relation contrainte - structure définie par la relation (32) :

$$\tau = \tau_{\text{seuil}} \cdot \lambda + K \dot{\gamma}^n$$

Pour que les relations (31) et (35) définissent une fonction continue nous devons donner à E la définition suivante :

$$(36) \quad E = \frac{\tau_{\text{seuil}}}{t_{\text{limite}}} + \frac{K \dot{\gamma}^n}{t_{\text{limite}}}$$

En introduisant E dans la relation (35) nous trouvons :

$$(37) \quad \tau = \left( \frac{\tau_{\text{seuil}}}{t_{\text{limite}}} + \frac{K\dot{\gamma}^n}{t_{\text{limite}}} \right) \cdot t$$

La valeur de E est déterminée expérimentalement à partir des résultats présentés sur la figure III.18, et avec la relation :

$$(38) \quad E = \left( \frac{d\tau}{dt} \right)_{\text{aux premiers instants}}$$

Nous pouvons donc calculer le rapport  $\frac{\tau_{\text{seuil}}}{t_{\text{limite}}}$  :

$$(39) \quad \frac{\tau_{\text{seuil}}}{t_{\text{limite}}} = E - \frac{K\dot{\gamma}^n}{t_{\text{limite}}}$$

Dans le tableau III.7 nous avons indiqué pour chaque vitesse de cisaillement : la vitesse de rotation  $\omega$  correspondante, la contrainte maximale  $\tau_{\text{max}}$ , le temps correspondant à cette contrainte maximale  $t_{\text{max}}$ , le rapport  $\frac{\tau_{\text{seuil}}}{t_{\text{limite}}}$  calculé à partir de la relation (39) et le produit  $\omega \cdot t_{\text{max}}$  qui représente l'angle de rotation  $\chi$  effectué par le plateau lors de la déformation de l'échantillon .

$\dot{\gamma}$ (s-1)	$\omega$ (rad/s)	$\tau_{\text{max}}$ (Pa)	$t_{\text{max}}$ (s)	$\frac{\tau_{\text{seuil}}}{t_{\text{limite}}}$ (Pa/s)	$\chi$ (rad)
1	17,02 10-3	36,6	2,35	15,4	0,04
5	85,09 10-3	55,4	0,521	110,7	0,044
10	170,2 10-3	64,6	0,278	256,4	0,047
15	255,3 10-3	75,1	0,195	447,7	0,05
20	340,3 10-3	82,1	0,144	594,9	0,049
25	425,4 10-3	86,5	0,137	756	0,058

tableau III.7

Sur les figures III.25 et III.26 nous avons représenté l'évolution du rapport  $\frac{\tau_{\text{seuil}}}{t_{\text{limite}}}$  et de l'angle  $\chi$  en fonction de la vitesse de rotation  $\omega$ .

Nous pouvons donc donner des lois d'évolution de  $\frac{\tau_{\text{seuil}}}{t_{\text{limite}}}$  et  $\chi$  lorsque  $\omega$  varie :

$$(40) \quad \frac{\tau_{\text{seuil}}}{t_{\text{limite}}} = 2231 \cdot \omega^{1,2192}$$

$$(41) \quad \chi = 0,0391 + 0,0403 \cdot \omega$$

A la vue des résultats donnés par les figures III.25 et III.26 nous aurions pu choisir pour  $\frac{\tau_{\text{seuil}}}{t_{\text{limite}}}$  une évolution linéaire et pour  $\chi$  une constante. Avec cette hypothèse nous aurions trouvé pour l'évolution de la contrainte dans le temps une relation de la forme suivante :

$$\tau_{\text{maximale}} = A \cdot \omega \cdot t_{\text{limite}} = A \cdot \chi_{\text{limite}} = \text{constante}$$

La contrainte maximum, donc la contrainte seuil, resterait constante quelle que soit la vitesse de rotation du plateau donc quelle que soit la vitesse de cisaillement étudiée. Ceci est en désaccord avec les résultats présentés sur les figures III.18 et III.24.

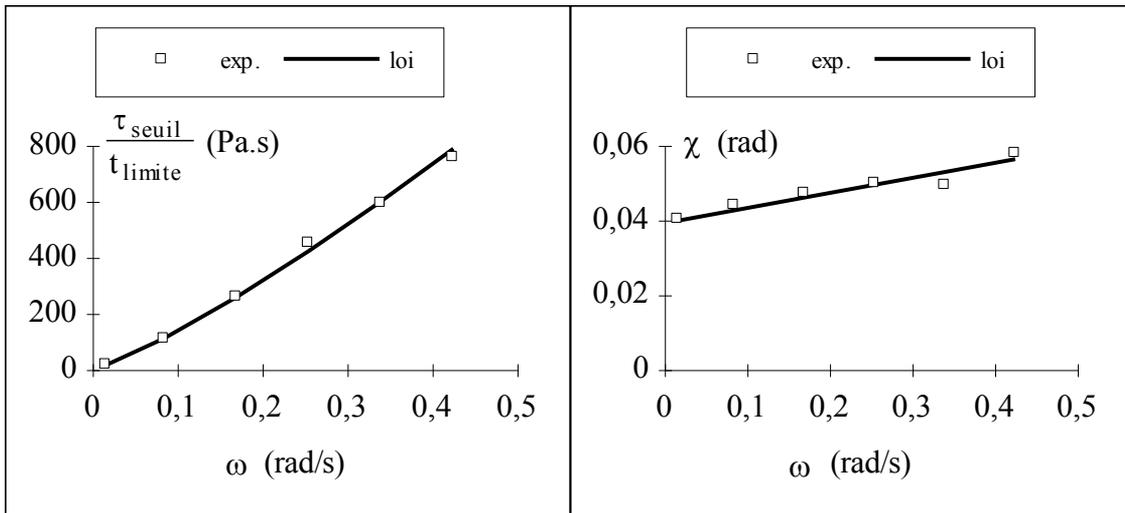


figure III.25  
Evolution de  $\beta$

figure III.26  
Evolution de l'angle limite  $\chi$

Il faut donc utiliser les relations (40) et (41) pour définir l'évolution de contrainte :

$$(42) \quad \tau = 2231 \cdot \omega^{1,2192} \cdot t$$

Dans le cas d'une rampe de vitesse de cisaillement, (c'est à dire une rampe de vitesse de rotation) la vitesse de rotation  $\omega$  est définie par :

$$(43) \quad \omega = \delta \cdot \xi \cdot t$$

C'est bien le produit  $\delta \cdot \xi$  qui définit l'évolution de  $\omega$  puisque la vitesse de cisaillement est égale au rapport vitesse de rotation sur angle du cône ( $\delta$  est l'angle du cône).

Donc la relation 42 devient :

$$(44) \quad \tau = 2231 \cdot (\delta \cdot \xi)^{1,2192} \cdot t^{2,2192}$$

Cette relation est valable tant que l'angle limite n'est pas dépassé donc tant que le temps ne dépasse pas une certaine valeur définie par les relations suivantes :

$$(45) \quad \chi_{\text{limite}} = \omega \cdot t_{\text{limite}} = 0,0391 + 0,0403 \cdot \omega$$

Comme  $\omega$  a été défini par la relation (43), nous obtenons :

$$(46) \quad \delta \cdot \xi \cdot t_{\text{limite}}^2 = 0,0391 + 0,0403 \cdot \delta \cdot \xi \cdot t_{\text{limite}}$$

La relation (46) est une équation du second degré dont une solution est le temps limite au-delà duquel l'échantillon cesse de se déformer :

$$(47) \quad t_{\text{limite}} = \frac{0,0403 + \sqrt{0,0403^2 + \frac{4 \times 0,0391}{\delta \cdot \xi}}}{2}$$

Nous pouvons alors calculer à partir de la relation (48) la contrainte maximale c'est à dire la contrainte seuil de la relation contrainte - structure (32).

$$(48) \quad \tau_{\text{seuil}} = 2231 \cdot (\delta \cdot \xi)^{1,2192} \cdot t_{\text{limite}}^{2,2192}$$

Pour conclure, nous dirons que le modèle que nous avons adopté nécessite l'emploi de trois équations; la première pour modéliser la déformation de l'échantillon tant que le temps  $t$  est inférieur à un temps limite :

$$(49) \quad \tau = 2231 \cdot \delta \cdot \xi \cdot t^{2,2192} + \frac{K \dot{\gamma}^n}{t_{\text{limite}}} \cdot t$$

Les deux suivantes servent à modéliser la déstructuration de l'échantillon au-delà du temps limite :

$$\tau = \tau_{\text{seuil}} \cdot \lambda + K \dot{\gamma}^n \qquad \frac{d\lambda}{dt} = a \cdot (1 - \lambda) - b \lambda \xi^5 t^r$$

### III.5.4. Données expérimentales

Le cône a un angle  $\delta$  égal à  $0^\circ 58' 30''$ .

Le taux  $\xi$  correspond aux durées de test  $t = 1$  mn, 5 mn et 30 mn :

t (mn)	1	5	30
$\xi$ (Pa/s)	1,666..	0,333..	0,055..

tableau III.8

La consistance  $K$  et l'indice de structure  $n$  sont définis à partir de la courbe d'écoulement du fluide modèle complètement déstructuré.

$$\mathbf{K = 2,7 \text{ Pa.s}^n} \qquad \mathbf{n = 0,52}$$

### III.5.5. Paramètres numériques

Afin de modéliser au mieux les cycles d'hystéresis présentés sur la figure III.24, nous avons déterminé les paramètres suivants :

**a = 0,55 s<sup>-1</sup>** a est l'inverse du temps caractéristique de restructuration

**b = 0,51 s<sup>s-r-1</sup>** b est l'inverse du temps caractéristique de déstructuration

**s = 0,1** s représente l'influence de la vitesse de cisaillement

**r = 0,5** r représente l'influence du temps

Sur les figures III.27 à III.29 nous avons comparé les résultats obtenus par modélisation à ceux obtenus expérimentalement.

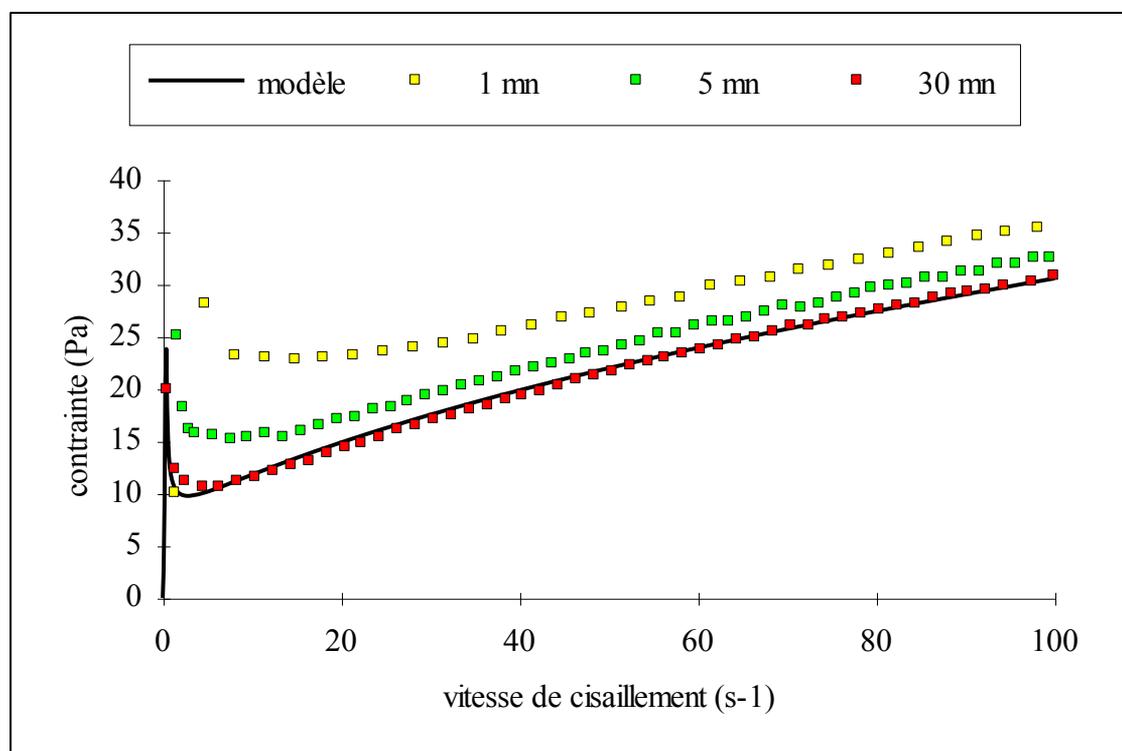


figure III.27

Modélisation du cycle d'hystéresis lors d'une rampe de vitesse de cisaillement d'une durée de 30 minutes

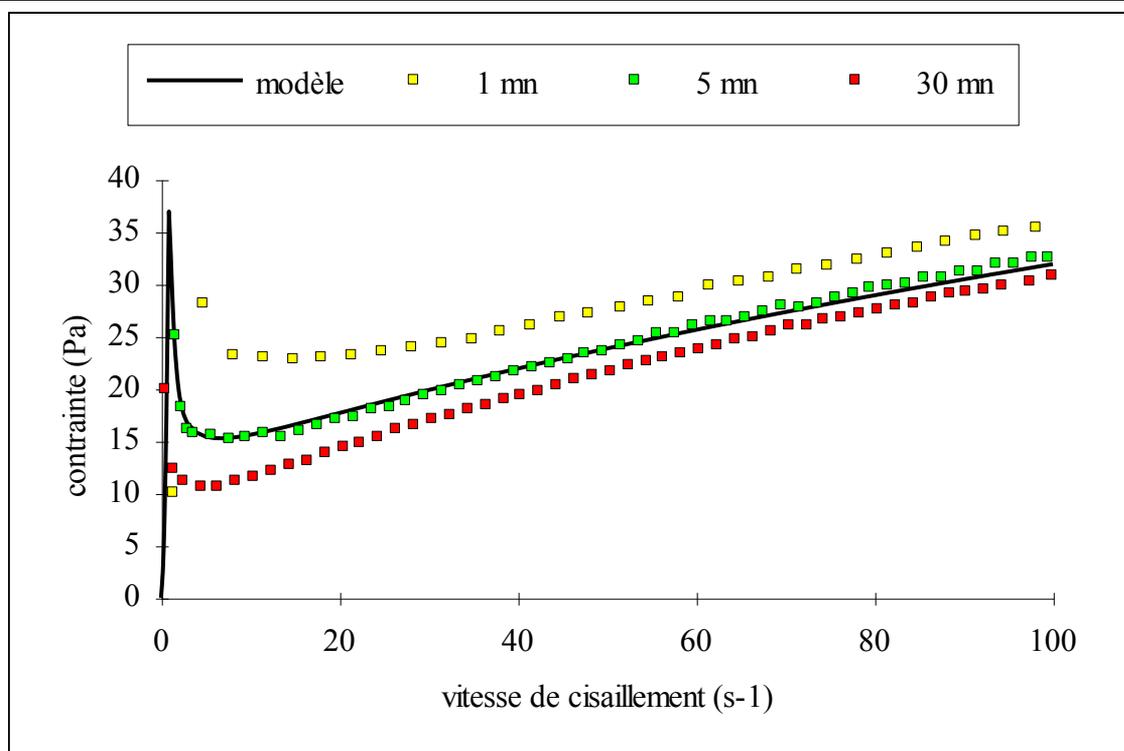


figure III.28

Modélisation du cycle d'hystéresis lors d'une rampe de vitesse de cisaillement d'une durée de 5 minutes

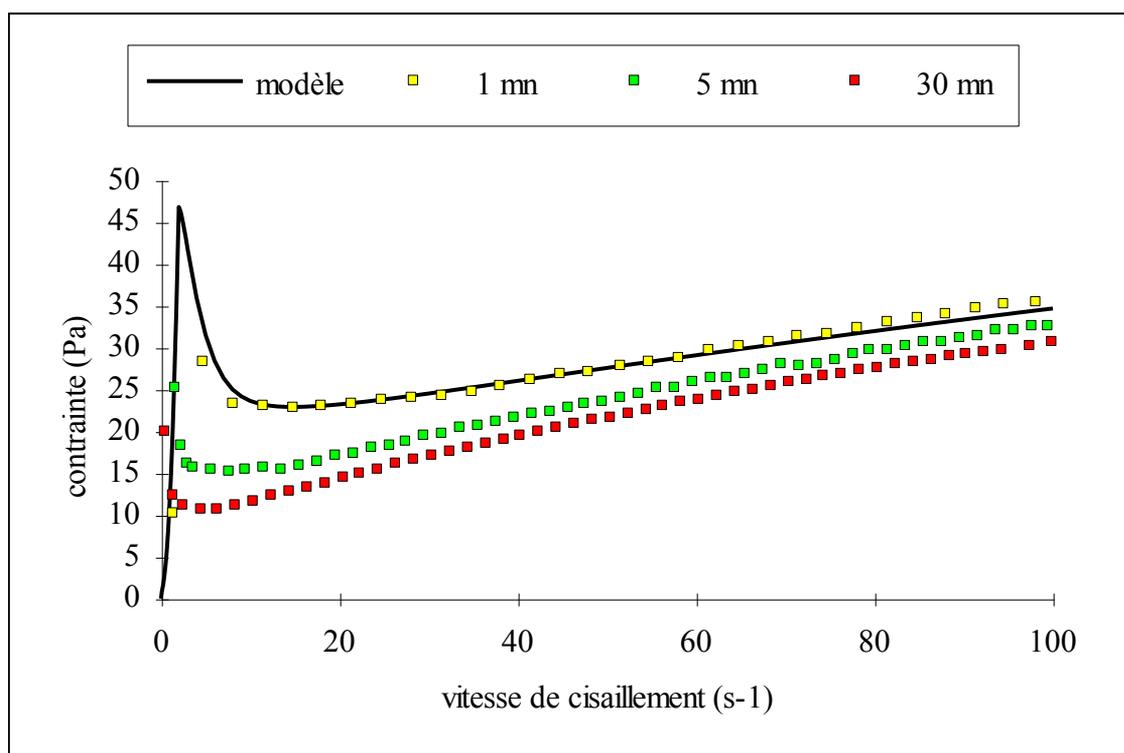


figure III.29

Modélisation du cycle d'hystéresis lors d'une rampe de vitesse de cisaillement d'une durée de 1 minute

### **III.5.6. Etude de la rampe décroissante de vitesse de cisaillement**

Après avoir montré qu'il est possible de modéliser la rampe croissante de vitesse de cisaillement (courbes supérieures de la figure III.24), nous allons voir qu'en ce qui concerne la rampe décroissante, c'est à dire l'évolution linéaire de la vitesse de cisaillement d'une valeur maximale à la valeur zéro, la modélisation est elle aussi possible et est plus simple.

Nous voyons bien sur la figure III.24 que la contrainte revient à une valeur proche de zéro lorsque la vitesse de cisaillement diminue jusqu'à une valeur nulle, et ceci même lorsque la durée du test est de 30 minutes. Ceci nous montre qu'il n'y a pas de restructuration sous cisaillement imposé. La valeur du paramètre de structure  $\lambda$  reste identique à celle obtenue à la fin de la rampe croissante pour  $\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_{\max}$ .

Dans ces conditions la loi de comportement(32) peut s'écrire comme l'indique la relation suivante :

$$(49) \quad \tau = \tau_{\text{seuil}} \cdot \lambda_{\dot{\gamma}=\dot{\gamma}_{\max}} + K\dot{\gamma}^n$$

Elle décrit la rampe décroissante de vitesse de cisaillement (figures III.30 a, b et c).

D'après cette loi, à vitesse de cisaillement maximale, le paramètre de structure n'étant pas forcément nul, il peut rester une contrainte seuil résiduelle. Ce que ne montre pas les résultats expérimentaux.

Nous remarquons que la modélisation est meilleure lorsque le temps de décroissance augmente.

Nous pouvons imaginer que, dans le cas du test de durée 1 mn : variation rapide de vitesse de cisaillement, la déstructuration se poursuit même si la vitesse de cisaillement décroît.

### **III.5.7. Conclusion**

Malgré la faiblesse de la relation contrainte - structure, dans laquelle la structure influence la contrainte seuil et non la consistance, nous avons pu modéliser les cycles d'hystéresis obtenus sur le rhéogoniomètre de Weissenberg.

L'originalité de ce modèle repose sur le fait que nous avons tenu compte de l'évolution de la vitesse de cisaillement dans la cinétique. De plus nous avons considéré que la contrainte seuil était fonction de la nature de l'écoulement.

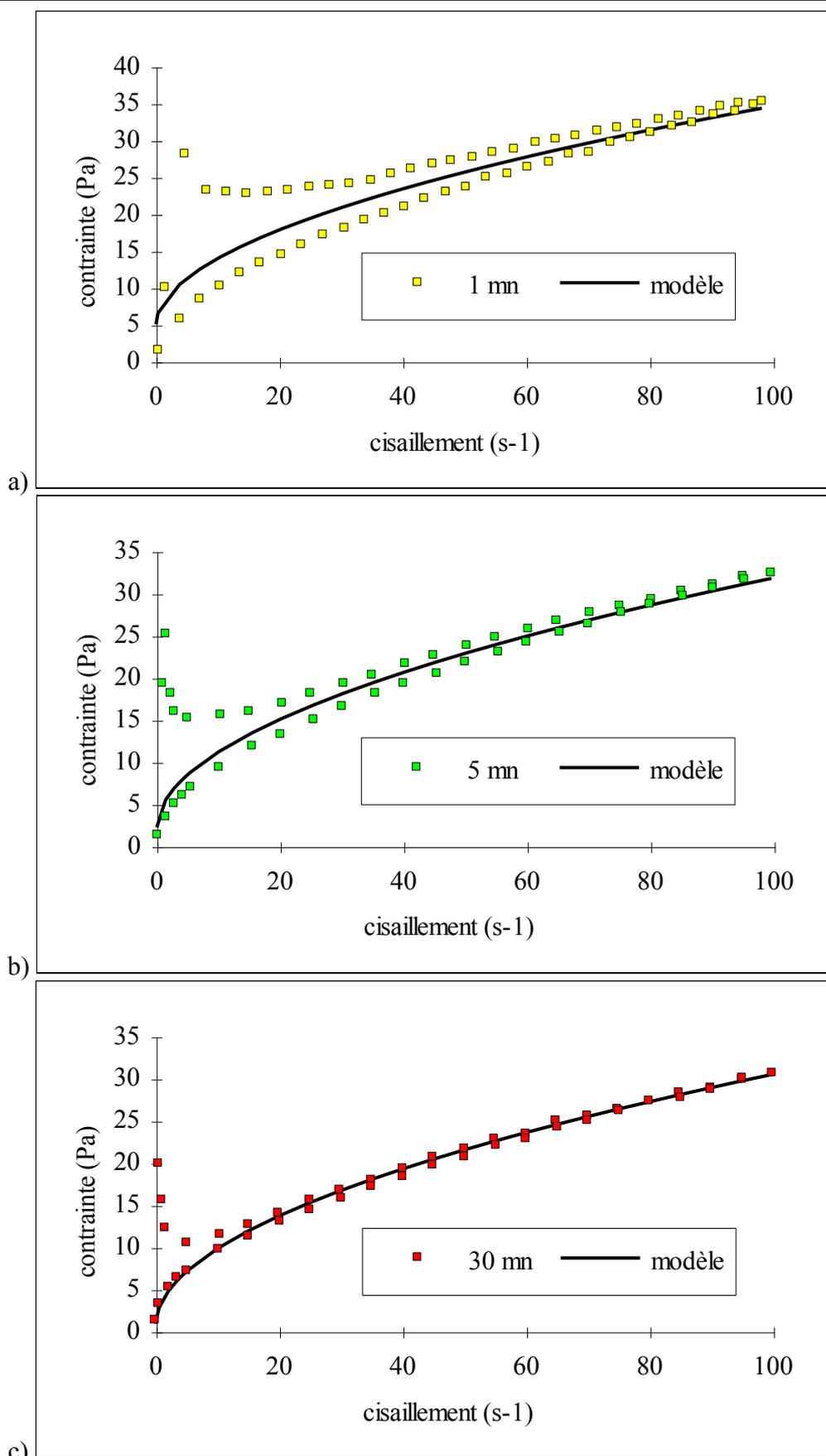


figure III.30

Modélisation de la rampe décroissante (pour différent temps de décroissance)



## Conclusions

Pour décrire le comportement de notre fluide modèle, nous avons vu qu'il fallait définir une relation contrainte - structure. Deux formes de relations ont été présentées. La première est constituée par deux lois de comportement limites. Un paramètre de structure décrit l'évolution entre ces deux lois. La seconde est une loi de comportement de type Herschell - Bulkley dans laquelle la structure influence la contrainte seuil.

En ce qui concerne la cinétique d'évolution de la structure, nous avons travaillé à partir d'une équation différentielle faisant intervenir un paramètre de restructuration et un paramètre de déstructuration. La détermination de ces paramètres reste très problématique.

L'étude des cycles d'hystéresis nous a amenés à modifier la cinétique d'évolution de la structure pour tenir compte de l'évolution de la vitesse de cisaillement.

Dans tous les cas, la détermination des paramètres de restructuration et de déstructuration est faite à partir de tests où nous privilégions la déstructuration.

Nous pensons que la restructuration est difficilement observable à partir des tests rhéologiques. En effet, pour qu'il y ait restructuration il faut donner la possibilité aux liaisons de se reformer et aux particules de former des agrégats. Cette restructuration ne peut se développer qu'à partir d'une zone à cisaillement nul dans laquelle les forces d'attractions sont supérieures aux forces de déstructurations occasionnées par l'écoulement. Cette zone est inexistante en géométrie cône - plateau.

Pour finir nous avons vu que la contrainte seuil est une donnée importante mais très difficile à mesurer. Cette contrainte seuil est fonction du test mis en place pour la déterminer. Ce seuil est aussi fonction de la structure du fluide mais c'est bien pour cela que nous avons affaire à une thixotropie de seuil.

En définitive, la relation contrainte - structure et la cinétique d'évolution que nous choisissons sont les suivantes :

$$(32) \quad \tau = \tau_{\text{seuil}} \cdot \lambda + K\dot{\gamma}^n$$

$$(33) \quad \frac{d\lambda}{dt} = a \cdot (1 - \lambda) - b\lambda\xi^s t^r$$

Ces relations nous ont permis de modéliser les cycles d'hystéresis, nous les utiliserons pour simuler l'évolution des profils de vitesse lors de l'écoulement de notre fluide modèle en conduite.

Eléments de Mécanique des Fluides  
Thixotropes

## Chapitre IV

*Etude de la chute de pression  
en conduite*

## SOMMAIRE

Introduction .....	141
IV.1. Emploi du terme "chutes de pression" .....	142
IV.2. Incidence de l'histoire rhéologique sur l'écoulement du fluide. ....	143
IV.3. Evolution de $\Delta P$ dans le temps .....	148
IV.3.1. Evolution de $\Delta P$ dans un tronçon de conduite.....	148
IV.3.2. Evolution de $\Delta P$ pour différents temps de repos .....	149
IV.4. Etude de l'évolution de $\Delta P$ avec la vitesse débitante, à l'équilibre.....	152
IV.4.1. Protocole expérimental.....	152
IV.4.2. Reproductibilité de l'écoulement .....	152
IV.4.3. $\Delta P$ sur des tronçons de longueurs et de positionnements variables.....	154
IV.4.3.1. Etude de deux tronçons successifs de 47,5 cm .....	154
IV.4.3.2. Etude de deux tronçons de 99 cm de long .....	155
IV.4.3.3. Etude de tronçons de 199 cm de long.....	156
IV.5. Pertes de charge sur un tronçon de 393 cm de long .....	158
IV.5.1. Calcul de la perte de charge.....	158
IV.5.2. Calcul de la contrainte pariétale de l'écoulement établi .....	159
Conclusion.....	164



## **Introduction**

Dans ce chapitre, nous donnons les résultats de l'étude que nous avons menée afin de connaître l'évolution de la pression dans une conduite cylindrique lors de l'écoulement d'un fluide thixotrope.

Nous avons réalisé des mesures dynamiques, c'est à dire au cours du temps, et statiques, c'est à dire dans le cas d'un écoulement stationnaire ou dit à l'équilibre. Nous avons mesuré la chute de pression entre deux points de la veine de mesures; le cône de changement de section placé entre le réservoir amont et la conduite fait également partie de l'étude.

Cette étude de la chute de pression a été faite en fonction :

- de la distance entre les deux prises de pression,
- de la position de la première prise de pression sur la veine d'essai ( en amont ou en aval du cône ou bien à x cm de l'entrée de la conduite),
- de la vitesse débitante du fluide,
- du temps de repos du fluide avant le test, pendant lequel celui-ci se restructure.

Les résultats de cette étude seront précédés par un paragraphe dans lequel nous justifierons l'emploi du terme "chutes de pression" plutôt que celui de "pertes de charge" et d'un second paragraphe dans lequel nous observerons les conséquences de l'emploi d'un fluide dont l'histoire est mal connue.

### IV.1. Emploi du terme "chutes de pression"

Lors d'un écoulement en conduite à débit constant, nous pouvons définir la charge hydraulique dans une section donnée de la canalisation (1) [32].

$$(1) \quad X(z) = \frac{1}{\rho g} \cdot \frac{1}{q_v} \int_{\text{section}} \left( \hat{p} + \rho \frac{\bar{U}^2}{2} \right) \cdot u \cdot ds$$

Si nous admettons les hypothèses suivantes :

$$\frac{d\hat{p}}{dr} \approx 0 \quad \text{et} \quad v \ll u$$

alors la charge hydraulique peut s'écrire (2).

$$(2) \quad X(z) = \frac{1}{\rho g} \left( \hat{p} + \frac{\rho}{2q_v} \int_{\text{section}} u^3 ds \right)$$

La charge hydraulique est donc calculée à partir de la somme de la pression motrice dans la section considérée et du débit d'énergie cinétique dans cette section.

La perte de charge entre deux sections s'écrit (3).

$$(3) \quad \Delta X = X_1 - X_2 = \frac{1}{\rho g} \left[ \hat{p}_1 - \hat{p}_2 + \frac{\rho}{2q_v} \left( \int_{s_1} u_1^3 ds - \int_{s_2} u_2^3 ds \right) \right]$$

Si les sections  $S_1$  et  $S_2$  sont identiques, les profils de vitesse dans ces deux sections ne le sont pas forcément si l'écoulement n'est pas établi. La perte de charge entre deux sections est en fait la somme de la différence de pression et d'une quantité liée à l'évolution du profil de vitesse entre ces deux sections.

Dans le cas d'un rétrécissement (le cône), il n'est pas juste non plus de parler de pertes de charge alors que nous faisons des mesures de chute de pression.

Dans ce chapitre, nous relatons bien des mesures de **chute de pression entre deux sections** et non de pertes de charge. Mais ce sont les pertes de charge qui rendent compte de la dissipation d'énergie par frottement. Il faudrait ensuite calculer la perte de charge, après détermination des champs de vitesse.

Nous verrons, dans le chapitre consacré à l'étude des profils de vitesse dans la conduite, que cette précaution est justifiée.

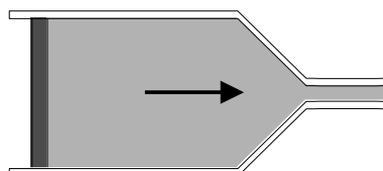
Nous noterons ces chutes de pression  $\Delta P$ .

## **IV.2. Incidence de l'histoire rhéologique sur l'écoulement du fluide.**

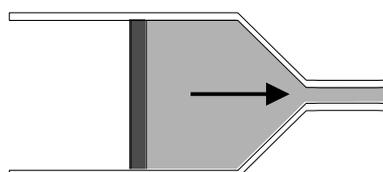
Dans ce paragraphe, nous montrons que la chute de pression entre deux sections est liée à l'histoire du fluide. L'histoire du fluide est constituée des différents événements qui ont précédé le test que nous souhaitons faire.

*Le protocole expérimental que nous avons utilisé est le suivant :*

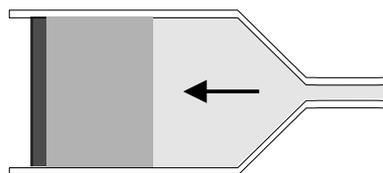
- Le fluide est resté au repos dans le réservoir amont pendant 24 heures.



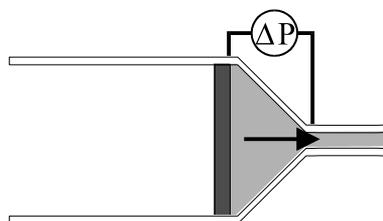
- Le piston (qui pousse le fluide) est mis en mouvement pendant 5 minutes à une vitesse de 0,46 mm/s. Une partie du fluide contenu dans le réservoir amont s'écoule dans la conduite avec une vitesse débitante de 70 mm/s.



- Le piston est ramené en position initiale afin de remplir le réservoir amont, ce qui a pour conséquence d'apporter un fluide déjà déstructuré dans celui-ci.



- Sans attendre que le fluide se restructure, nous imposons un nouvel écoulement dont la vitesse débitante dans la conduite est de 280 mm/s (la vitesse du piston est dans ce cas de 1,38 mm/s). Cela a pour conséquence de vidanger complètement le réservoir amont. Pendant cet écoulement, nous mesurons la différence de pression aux bornes du cône.



Sur la figure IV.1 nous avons représenté l'évolution de cette différence de pression dans le temps.

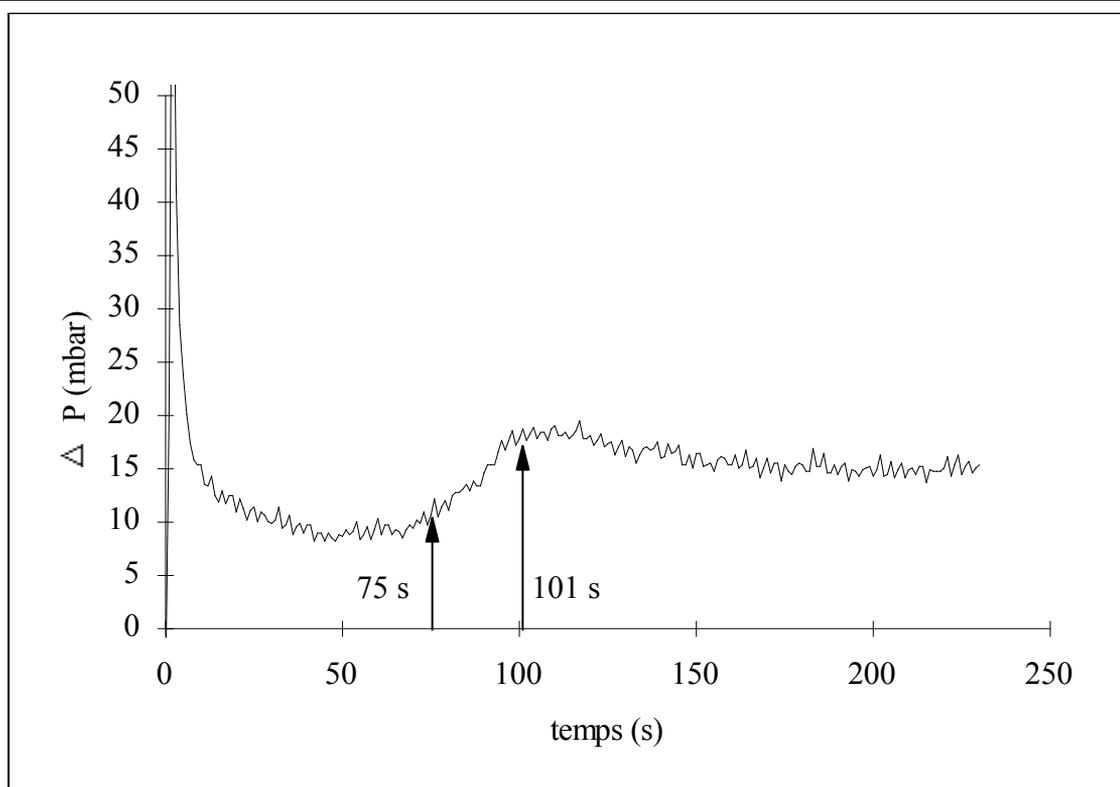


figure IV.1

$\Delta P$  aux bornes du cône lorsqu'il existe des "tranches de fluide à histoires différentes"

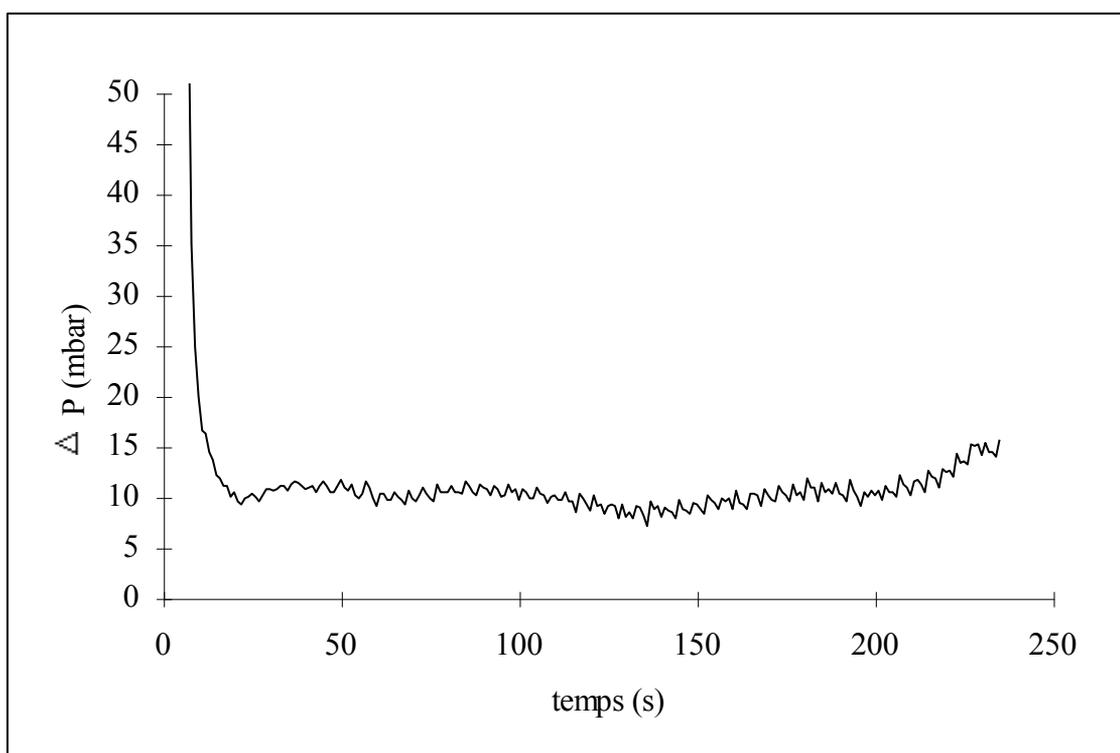


figure IV.2

$\Delta P$  aux bornes du cône lorsque tout le fluide du réservoir a la même histoire

Dans un premier temps, nous observons une forte augmentation de  $\Delta P$  liée à la mise en mouvement du fluide. Il faut une pression élevée pour mettre le fluide à seuil en écoulement. Très rapidement,  $\Delta P$  diminue et nous observons une diminution pendant les 75 premières secondes. Même si l'écoulement est à très faible vitesse dans le réservoir amont, il a un effet destructurant sur le fluide ce qui explique cette légère diminution de chute de pression aux bornes du cône. Après cette période,  $\Delta P$  augmente de nouveau.

Nous expliquons cette augmentation ainsi : pendant les 75 premières secondes, la  $\Delta P$  est due à l'écoulement d'un fluide ayant déjà subi un premier écoulement dans la conduite; il est déstructuré. Nous observons alors une zone de transition entre 75 s et 100 s pour laquelle le fluide a commencé à se déstructurer dans le cône mais n'est pas passé dans la conduite. Après 100 secondes le fluide qui s'écoule est déstructuré pour la première fois. En effet lors du premier écoulement ce fluide est resté dans le réservoir de repos.

Nous pouvons confirmer ce résultat en faisant le bilan volumique suivant.

Le débit du premier écoulement est de  $0,0496 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$  sa durée est de 300 s. Le volume de fluide qui s'est déstructuré lors de cet écoulement est  $V1 = 0,0149 \text{ m}^3$ .

Lors du second écoulement le débit est de  $0,199 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$ . La durée nécessaire pour que s'écoule le volume  $V1$  est donc de 75 s. Nous retrouvons bien par le calcul la durée observée expérimentalement (figure IV.1).

Pour la durée de la zone de transition, nous pouvons la retrouver à partir du calcul suivant : à la fin du premier écoulement, une partie du fluide est resté dans le cône. Ce fluide est plus ou moins déstructuré selon qu'il est proche ou loin de l'entrée de la conduite. Le volume de fluide contenu dans le cône est  $V2 = 0,00534 \text{ m}^3$ . Lors du second test, la durée nécessaire à l'écoulement de ce volume  $V2$  est 26 s. C'est bien le résultat que nous avons trouvé expérimentalement (figure IV.1).

Il est donc très important de s'assurer qu'il n'existe pas dans le réservoir amont ce que nous appellerons des "tranches de fluides à histoires différentes". Afin d'éviter ce phénomène, le réservoir est avant chaque test vidé au maximum de son contenu puis rempli.

Si nous prenons cette précaution, l'évolution de la  $\Delta P$  aux bornes du cône est constante pour un débit donné (figure IV.2). Sur cette figure nous remarquons une faible augmentation de  $\Delta P$  à la fin du test. Cette augmentation est certainement due aux perturbations occasionnées par l'approche du piston, celui-ci est en effet à moins de 5 cm de la prise de pression.

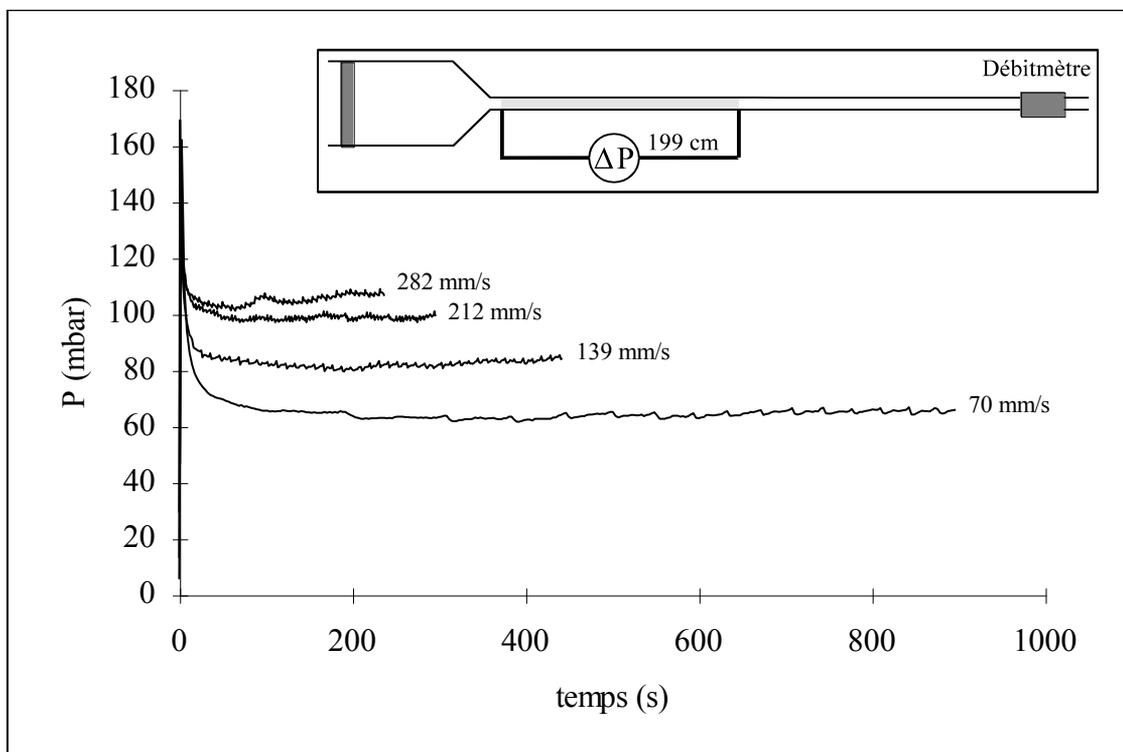


figure IV.3  
Différence de pression sur le tronçon de 199 cm après un repos de 24 heures

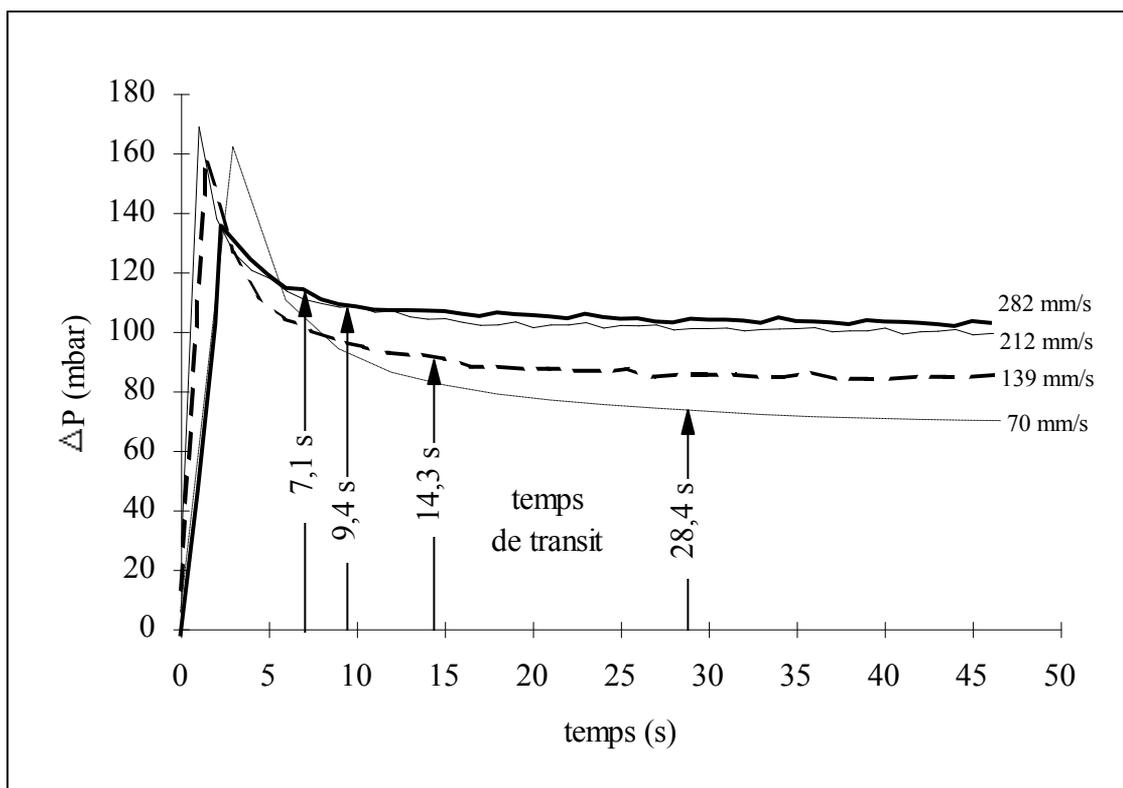


figure IV.4  
Différence de pression sur le tronçon de 199 cm après un repos de 24 heures.

### **IV.3. Evolution de $\Delta P$ dans le temps**

Nous présentons dans ce paragraphe des mesures de la chute de pression et leur évolution dans le temps lorsque le fluide est mis en écoulement.

Nous espérons obtenir de ces tests des temps caractéristiques liés à la déstructuration du fluide. C'est pourquoi, avant chaque test, le fluide est laissé au repos dans le réservoir amont. Durant cette période, le fluide se restructure. Nous étudierons l'influence de ce temps de repos sur la restructuration du fluide.

#### **IV.3.1. Evolution de $\Delta P$ dans un tronçon de conduite.**

Nous étudions ici l'évolution des  $\Delta P$  mesurées aux extrémités d'un tronçon de la conduite. Ce tronçon a une longueur de 199 cm, la prise de pression amont est située 2 cm après la sortie du cône.

Nous avons étudié l'écoulement du fluide pour 4 vitesses débitantes 70, 140, 210 et 280 mm/s. Pour chaque vitesse étudiée, le fluide reste au repos pendant 24 heures. La durée de chaque test est fonction de la vitesse débitante étudiée. Plus la vitesse débitante est importante plus la durée du test est petite (tableau IV.1). Pour chaque vitesse débitante, nous pouvons calculer la durée moyenne de transit du fluide dans le tronçon étudié et la durée de passage du fluide dans le cône (tableau IV.1).

vitesse débitante (mm/s)	70	139	212	282
durée du test (s)	900	450	300	230
temps moyen de transit (s)	28,4	14,3	9,4	7,1
temps de passage dans le cône (s)	108	54	35	26,8

tableau IV.1

Sur la figure IV.3, nous avons représenté l'évolution complète de  $\Delta P$  aux bornes du tronçon de 199 cm, pour les vitesses débitantes étudiées. Sur la figure IV.4 nous avons représenté seulement les 50 premières secondes afin de bien montrer l'évolution de  $\Delta P$  au début du test.

Comme le montrent les figures IV.3 et IV.4,  $\Delta P$  augmente très rapidement au début de l'écoulement. Le fluide, très fortement restructuré, ne s'écoule pas entraînant cette augmentation de pression.

Lorsque la pression est suffisante pour vaincre les forces de frottement entre la paroi et le fluide très structuré, celui-ci s'écoule et se déstructure,  $\Delta P$  diminue. Cette diminution

s'explique de la manière suivante : au démarrage, le tronçon est rempli de fluide structuré générant un  $\Delta P$  élevé. Au fur et à mesure de l'écoulement ce tronçon se remplit de fluide déstructuré ce qui entraîne une diminution de  $\Delta P$ . La durée de cette diminution, prise à partir du pic de  $\Delta P$ , est un peu supérieure au temps moyen de transit du fluide dans le tronçon, mais inférieure à la durée obtenue si nous ajoutons à ce temps de transit le temps de passage du fluide dans le cône. Ce phénomène conduit à penser que la déstructuration est progressive au passage du cône et qu'une légère déstructuration intervient même dans le cylindre.

### **IV.3.2. Evolution de $\Delta P$ pour différents temps de repos**

Nous avons étudié l'influence du temps de repos sur la différence de pression sur un tronçon de 199 cm de long placé 2 cm après l'entrée de la conduite. Les temps de repos que nous avons testés sont 24, 48, 72 et 96 heures. Nous présentons les résultats obtenus pour deux vitesses débitantes : 70 mm/s (tableau IV.2 et figures IV.5 a et b) et 211 mm/s (tableau IV.2 et figures IV.6 a et b). La durée de l'acquisition de  $\Delta P$  est égale à 300 s. Les résultats sont présentés avec deux échelles différentes afin de bien montrer l'évolution de  $\Delta P$ . Les figures IV.5 a et IV.6 a représentent l'évolution complète.

A l'équilibre,  $\Delta P$  a tendance à augmenter lorsque le temps de repos augmente. Notons toutefois que l'écart sur la moyenne calculée entre  $t = 150$  s et  $t = 200$  s est inférieur à 10% entre le test 24 heures de repos et le test 72 heures de repos. Entre 72 heures et 96 heures de repos, la différence est devenue négligeable. La restructuration peut être considérée comme acquise (tableau IV.2).

Le pic de  $\Delta P$  rend compte de la force que le piston doit imposer à l'ensemble du fluide pour que celui-ci s'écoule. Plus le temps de repos est grand, plus le pic de  $\Delta P$  est élevé, ce qui confirme la restructuration du fluide.

vitesse débitante	temps de repos (h)	24	48	72	96
70 mm/s	$\Delta P$ pic (Pa)	163	151	201	190
	$\Delta P$ équilibre (Pa)	62,3	64,2	68,4	67,7
211 mm/s	$\Delta P$ pic (Pa)	161	179	227	
	$\Delta P$ équilibre (Pa)	92,6	97,4	102,5	

tableau IV.2

Dans la suite de l'étude, la plupart des tests ont été faits après avoir laissé le fluide se restructurer pendant une durée de 24 heures.

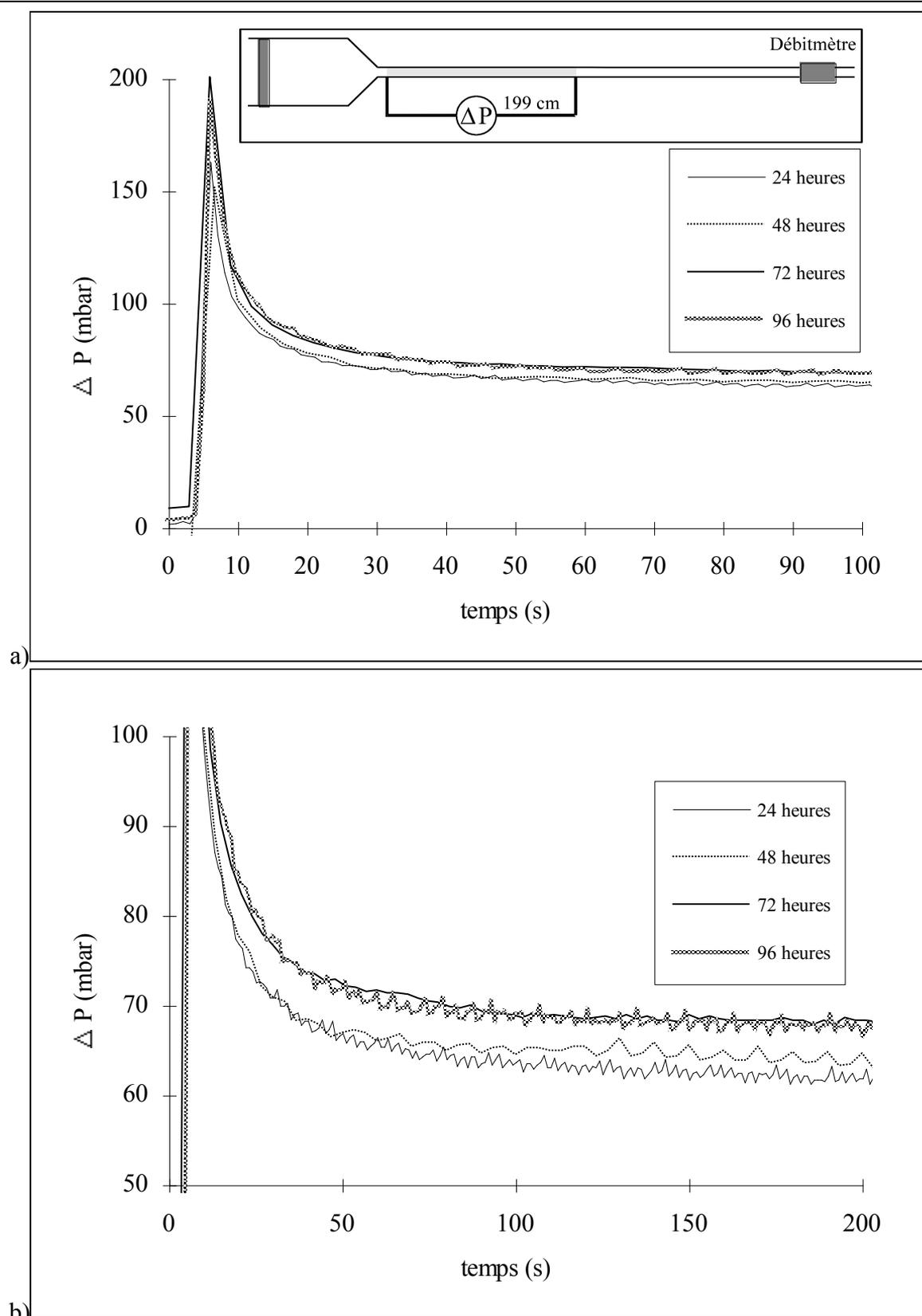


figure IV.5

Influence du temps de repos sur  $\Delta P$  sur un tronçon de 199 cm placé à 2 cm de l'entrée pour une vitesse débitante de 70 mm/s.

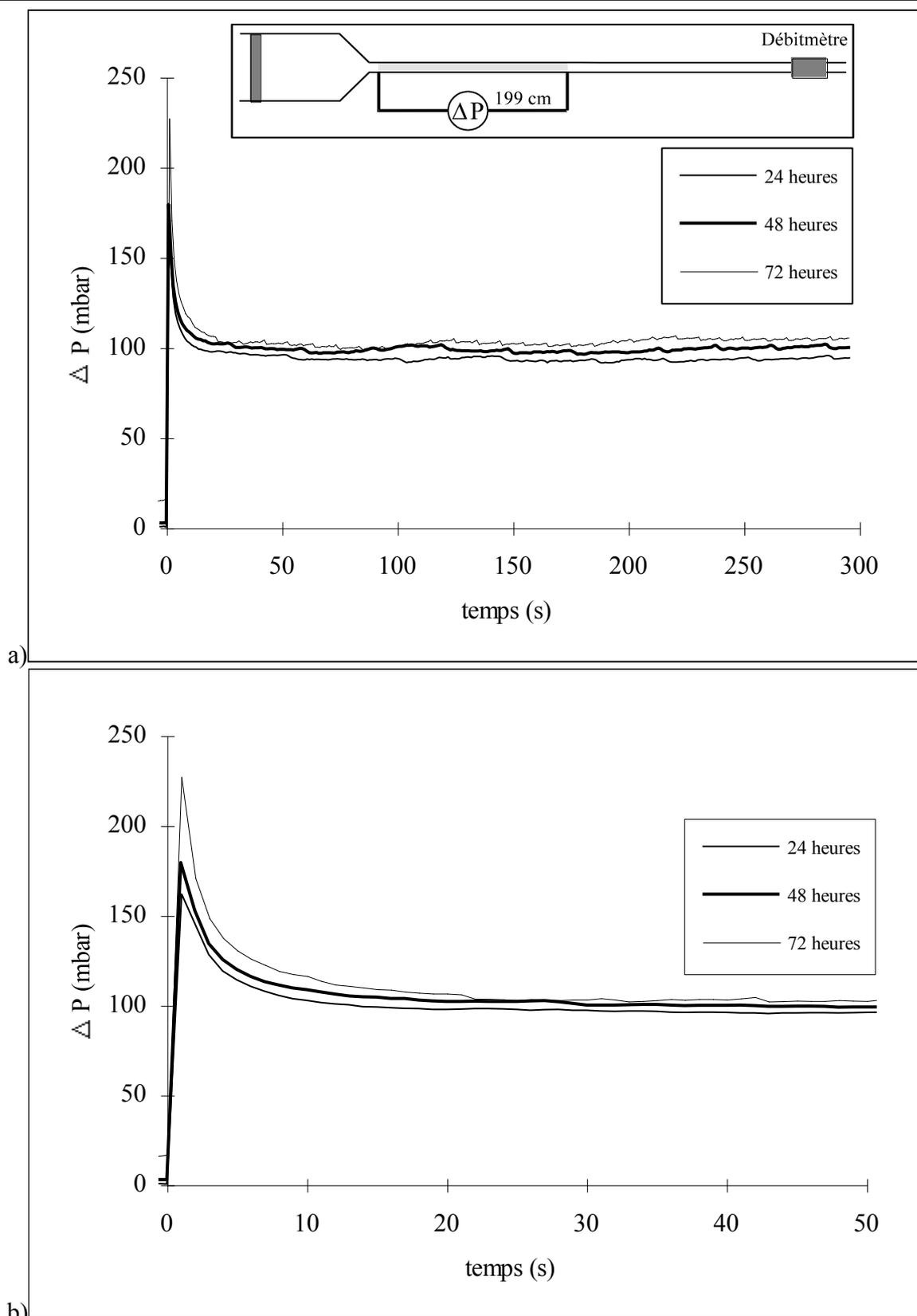


figure IV.6

Influence du temps de repos sur  $\Delta P$  sur un tronçon de 199 cm placé à 2 cm de l'entrée pour une vitesse débitante de 211 mm/s.

#### **IV.4. Etude de l'évolution de $\Delta P$ avec la vitesse débitante, à l'équilibre**

Dans ce paragraphe, nous donnons les valeurs des  $\Delta P$  pour des vitesses débitantes comprises entre 5 et 300 mm/s. Les mesures ont été faites aux bornes de tronçons de conduite dont la longueur était comprise entre 0,5 m et 4 m. L'acquisition des signaux est effectuée lorsque l'écoulement peut être considéré comme stationnaire.

Dans un premier temps nous définissons le protocole expérimental, puis nous montrons qu'il est difficile d'obtenir un écoulement reproductible car l'histoire du fluide joue un rôle important. Nous donnerons les résultats obtenus pour différents tronçons et comparerons les résultats expérimentaux à ceux calculés à partir de la loi de comportement à l'équilibre.

##### **IV.4.1. Protocole expérimental**

Pour l'étude de l'écoulement stationnaire, il n'est pas nécessaire d'attendre la restructuration du fluide entre chaque mesure. En effet, nous verrons que le fluide entre dans la conduite dans un état plus déstructuré qu'il ne l'est à l'équilibre.

L'étude des vitesses débitantes se fait dans le sens décroissant (nous étudions les grandes vitesses avant les faibles vitesses).

Chaque test à une durée de 60 s. Pendant les 30 premières secondes, nous laissons l'écoulement s'établir. Pendant les 30 s suivantes, nous faisons l'acquisition de  $\Delta P$ .  $\Delta P$  ne semble pas évoluer. La durée de l'acquisition est de 60 s lorsque nous étudions les vitesses inférieures à 50 mm/s. Nous calculons la chute de pression moyenne pour ce temps d'acquisition.

Le réservoir est alors rempli et nous pouvons faire de nouveau une série de mesures.

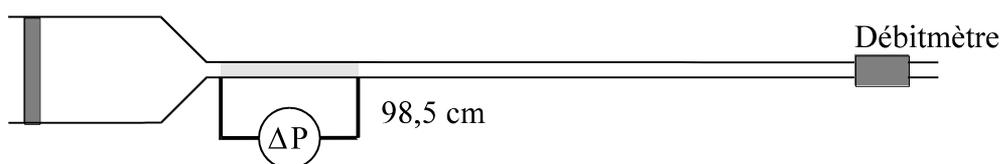
##### **IV.4.2. Reproductibilité de l'écoulement**

Lorsque nous enregistrons l'évolution de  $\Delta P$ , celle-ci est stable en fin d'acquisition ce qui nous permet de faire une moyenne. Pourtant, si nous refaisons le même test, après avoir rempli le réservoir de repos et sans attendre qu'il y ait restructuration, les résultats sont différents.

Dans le tableau IV.3 et sur la figure IV.7 nous donnons les  $\Delta P$  obtenues aux bornes d'un tronçon de 98,5 cm de long situé à 2 cm de l'entrée de la conduite. Les résultats du premier test (représentés par des carrés) sont supérieurs à ceux du second (représentés par des triangles) pour toutes les vitesses débitantes étudiées.

vitesse débitante (mm/s)	281	212	140	106	71,5	36,2	14,5	7,9
$\Delta P$ (mbar) 1er test	67,7	57,7	44,8	39,6	32,3	23,4	14,3	9,9
$\Delta P$ (mbar) 2 ième test	56,1	51,0	42,1	35,9	28,6	20,1	12,2	7,5

tableau IV.3



positionnement du capteur de  $\Delta P$

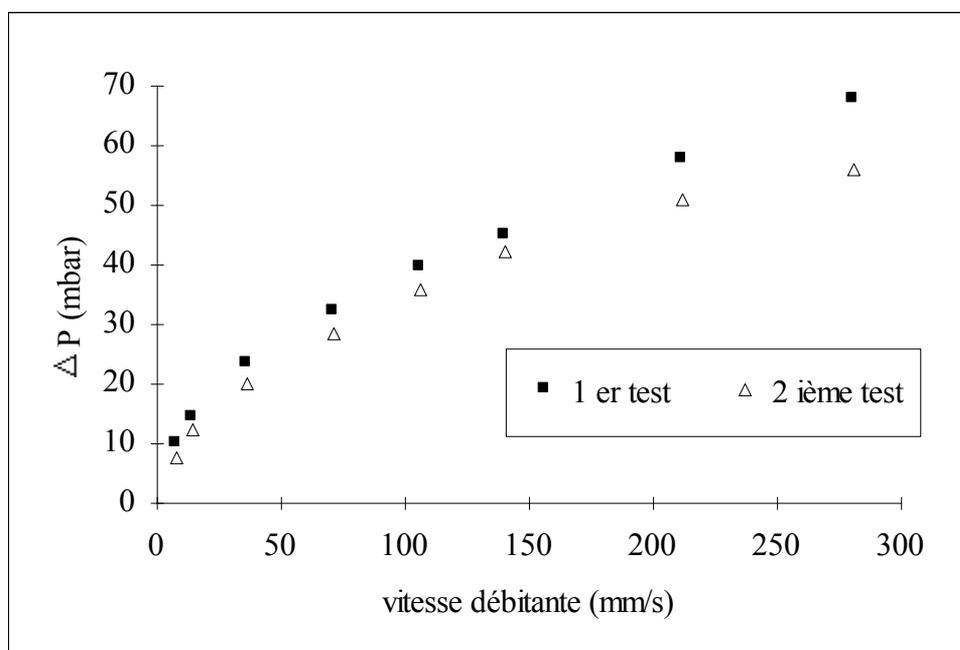


figure IV.7

Comparaison des résultats de deux tests successifs

Nous devons conclure que le remplissage a un effet destructurant sur le fluide. Les résultats du premier test sont obtenus pour un fluide dont l'état de structure n'est pas l'équilibre.

Nous nous efforcerons de comparer des tests qui ont été fait dans des situations comparables en ce qui concerne l'histoire du fluide.

**IV.4.3.  $\Delta P$  sur des tronçons de longueurs et de positionnements variables**

Les mesures exposées dans ce paragraphe ont été faites sur différents tronçons de conduite. La longueur et la position de ces tronçons seront indiquées pour chaque test.

IV.4.3.1. Etude de deux tronçons successifs de 47,5 cm

Les deux tronçons étudiés sont placés l'un en aval de l'autre. La première prise de pression est située à 2 cm de l'entrée de la conduite. Leur longueur est de 47,5 cm.

Dans le tableau IV.4 et sur la figure IV.8 nous avons donné les mesures de différences de pression pour les vitesses étudiées.

vitesse débitante (mm/s)	210,9	168,4	125,9	87,1	60,9	27,9	17,3	6,9
$\Delta P$ (mbar) 2 à 49,5 cm	25,5	22,8	20,3	17,4	14,4	10,3	8,8	6,9
$\Delta P$ (mbar) 49,5 à 97 cm	29,7	26,0	23,3	20,6	17,5	12,4	11,7	7,1

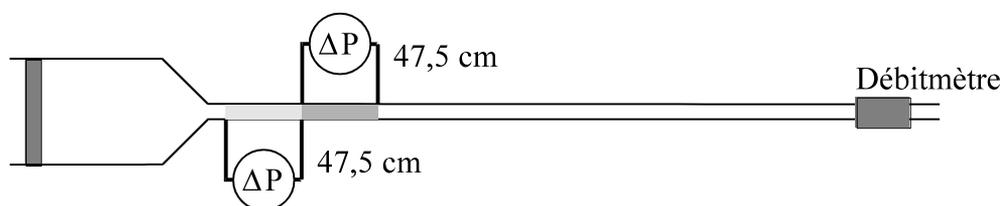
tableau IV.4

L'écart relatif entre les mesures est de 16 % pour la vitesse débitante maximale, alors que cet écart est de 30 % pour une vitesse débitante de 17,3 mm/s.

Nous observons une augmentation de la chute de pression lorsque nous nous éloignons de l'entrée de la conduite.

Il y a restructuration du fluide dans la conduite après sa déstructuration dans le réservoir amont et dans le cône.

Cette augmentation peut être expliquée comme la conséquence des propriétés thixotropes du fluide, et en particulier de sa capacité à se restructurer. Nous verrons, lors de l'étude des profils de vitesse, qu'il y a bien restructuration car les profils ont tendance à s'aplatir. Cet aplatissement au centre de la conduite entraîne une augmentation du gradient pariétal de vitesse et donc des frottements. S'il y a augmentation du frottement pariétal, il y a augmentation de la chute de pression.



positionnement des capteurs

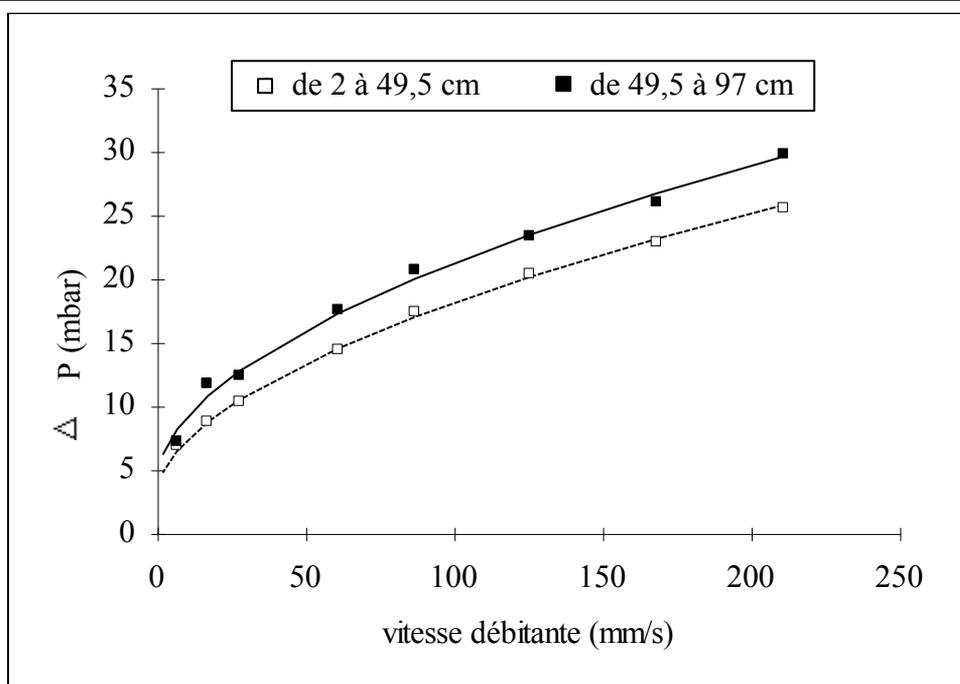


figure IV.8

Evolution de  $\Delta P$  aux bornes de deux tronçons de 47,5 cm de long mis bout à bout à partir de l'entrée de la conduite

#### IV.4.3.2. Etude de deux tronçons de 99 cm de long

Dans ce paragraphe nous étudions les différences de pression aux bornes de deux tronçons. Le premier tronçon a une longueur de 99 cm, il est placé 2 cm après l'entrée. Le second tronçon a une longueur de 99 cm, il est placé à 194 cm de l'entrée.

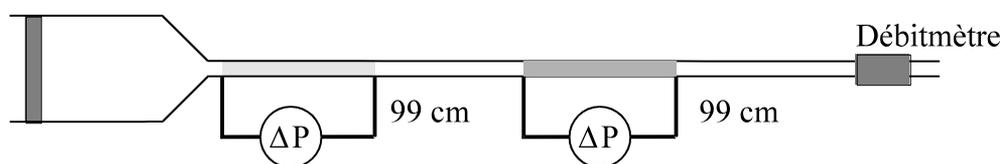
Les résultats sont donnés dans le tableau IV.5 et sur la figure IV.9.

vitesse débitante (mm/s)	282	212	140,8	106	71,5	36,4	14,5	8
$\Delta P$ (mbar) 2 à 101 cm	52,2	47,5	39,0	33,4	26,2	17,6	10,5	7,3
$\Delta P$ (mbar) 194 à 293 cm	48,3	41,5	33,7	29,2	23,6	15,9	9,15	6,2

tableau IV.5

Pour les grandes vitesses débitantes l'écart entre les résultats est inférieur à 10 % , cet écart monte à 20 % pour les petites vitesses débitantes.

Dans le paragraphe précédent, nous avons remarqué une augmentation de la chute de pression que nous avons attribuée aux propriétés de restructurations du fluide. Maintenant, nous observons une diminution de la chute de pression lorsque nous observons celle-ci sur deux tronçons de longueurs identiques. Il y a déstructuration du fluide à la paroi, ceci s'accompagne d'une diminution de  $\Delta P$ . C'est aussi une conséquence de la thixotropie du fluide.



positionnement des capteurs

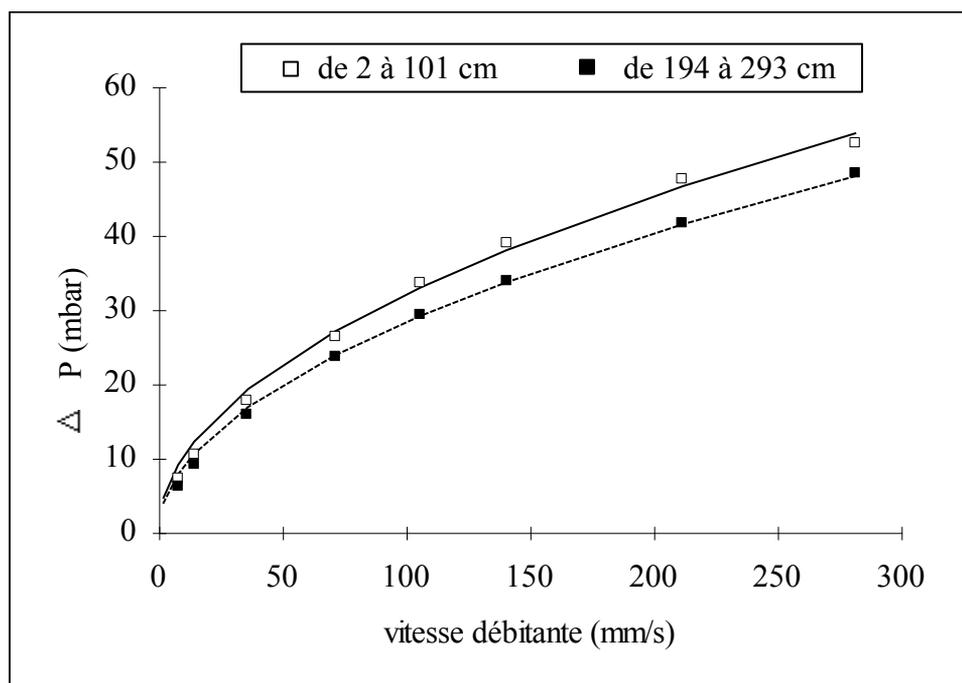


figure IV.9

Evolution de  $\Delta P$  aux bornes de deux tronçons de 99 cm de long séparés l'un de l'autre de 93 cm.

#### IV.4.3.3. Etude de tronçons de 199 cm de long

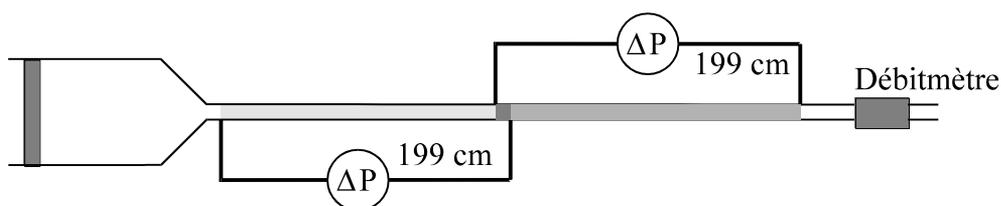
Nous avons étudié les différences de pression sur deux tronçons de 199 cm de long positionnés l'un à la suite de l'autre. Les résultats sont donnés dans le tableau IV.6 et sur la figure IV.10. Ces résultats ont été obtenus lors de tests distincts, mais nous avons veillé à ce que l'histoire du fluide soit identique pour les deux tests.

Sur la figure IV.10, nous pouvons voir que la différence de pression mesurée entre 2 et 201 cm est supérieure à celle mesurée entre 194 et 393 cm. Cette différence varie de 11 % pour la vitesse débitante maximale à 90 % pour la plus petite des vitesses débitantes.

Nous pouvons faire les mêmes commentaires que pour l'étude précédente en ce qui concerne la déstructuration progressive du fluide en écoulement. La déstructuration se fait en paroi, elle entraîne une diminution de  $\Delta P$ .

vitesse débitante (mm/s)	282	212	140,8	106	71,5	36,4	14,5	8
$\Delta P$ (mbar) 2 à 201 cm	108,7	98,7	81,6	70,6	56,6	37,2	21,3	14,8
$\Delta P$ (mbar) 194 à 393 cm	97,3	86,6	70,1	60,0	46,2	28,7	13,8	7,8

tableau IV.6



positionnement des capteurs

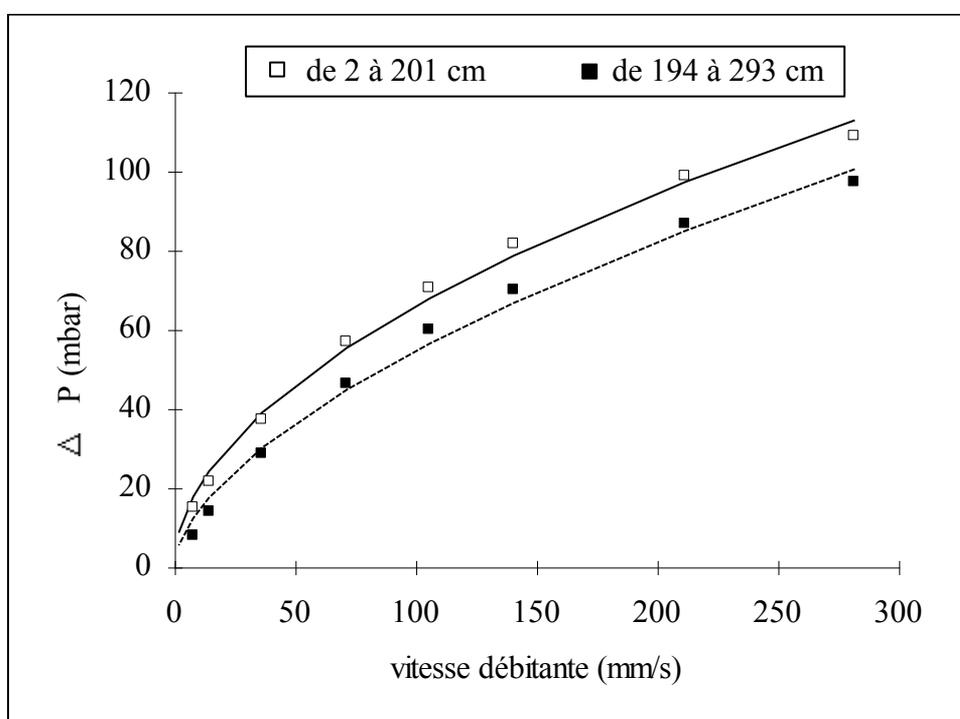


figure IV.10

Evolution de  $\Delta P$  aux bornes de deux tronçons de conduite de même longueur qui se suivent.

En conclusion, en fonction de l'histoire rhéologique imposée au fluide, nous pouvons observer successivement restructuration puis déstructuration. Tout dépend de la valeur des cisaillements par rapport aux valeurs d'équilibres.

## **IV.5. Pertes de charge sur un tronçon de 393 cm de long**

### **IV.5.1. Calcul de la perte de charge**

Nous avons vu qu'il est préférable de parler de chutes de pression plutôt que de pertes de charge, mais ce sont celles-ci qui rendent compte de la dissipation d'énergie. Il faut donc, comme nous l'avons vu dans le paragraphe IV.1, calculer la variation du débit d'énergie cinétique entre l'entrée et la sortie de la conduite et l'additionner à la différence de pression.

Nous étudions le cas de la perte de charge sur un tronçon de 393 cm de long placé à 2 cm de l'entrée de la conduite, dans lequel circule notre fluide avec une vitesse débitante de l'ordre de 100 mm/s.

Pour calculer la perte de charge il faut connaître les profils de vitesses aux extrémités du tronçon considéré. Nous allons utiliser les profils de vitesse obtenus à 101,4 mm/s (figure IV.11). Nous reviendrons en détail sur les profils de vitesse dans le chapitre V. Nous avons à notre disposition le profil obtenu à 1,5 cm de l'entrée de la conduite et le profil obtenu à 60 cm de l'entrée. Le profil à 60 cm caractérise l'écoulement au-delà de ces 60 cm et donc correspond au profil à l'extrémité aval du tronçon étudié.

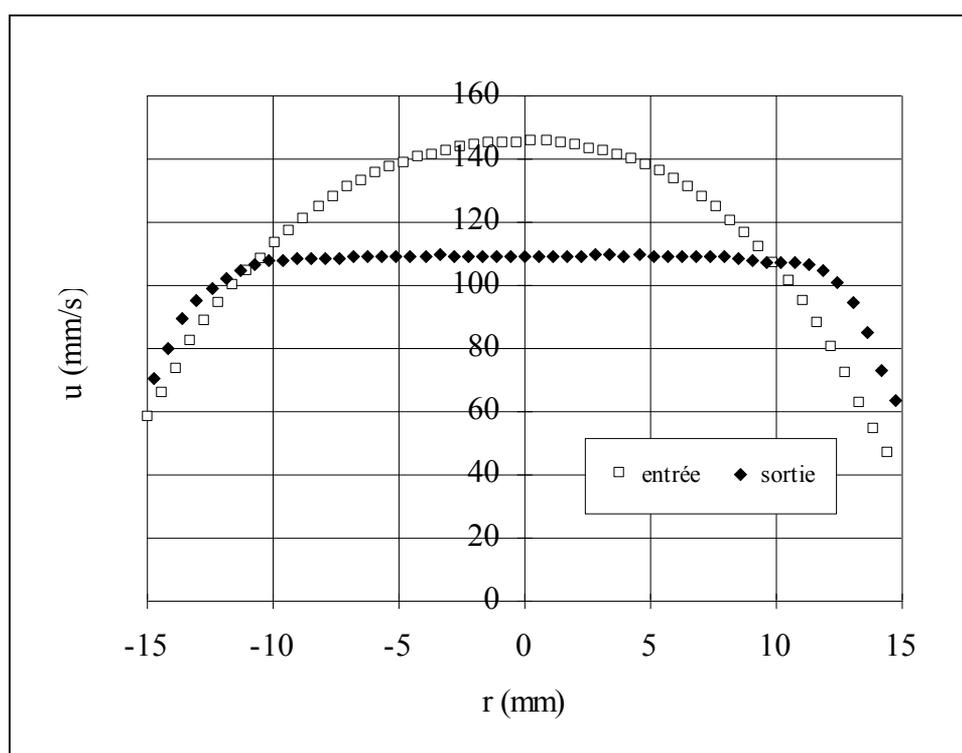


figure IV.11

Evolution du profil de vitesse entre l'entrée et la sortie du tronçon étudié.

La différence de pression entre les extrémités de ce tronçon est de 116,6 mbar pour une vitesse débitante de 106 mm/s.

Nous pouvons calculer les différents termes de la relation 3 dans notre cas.

$$\Delta X = X_{\text{entrée}} - X_{\text{sortie}} = \frac{1}{\rho g} \left[ \hat{p}_{\text{entrée}} - \hat{p}_{\text{sortie}} + \frac{\rho}{2q_v} \left( \int_{s_{\text{entrée}}} u_{\text{entrée}}^3 ds - \int_{s_{\text{sortie}}} u_{\text{sortie}}^3 ds \right) \right]$$

La chute de pression entre l'entrée et la sortie est :  $\hat{p}_{\text{entrée}} - \hat{p}_{\text{sortie}} = 11660 \text{ Pa}$

Le débit d'énergie cinétique pour les sections extrêmes sont :

$$\frac{\rho}{2q_v} \int u_{\text{entrée}}^3 ds = 6634 \text{ Pa} \quad \text{et} \quad \frac{\rho}{2q_v} \int u_{\text{sortie}}^3 ds = 5532 \text{ Pa}$$

Pour une vitesse de l'ordre de 100 mm/s, la perte de charge totale est donc de 12762 Pa, soit 1,3 m de C.E.

Si l'écoulement n'est pas établi, l'erreur que nous faisons en négligeant le débit d'énergie cinétique par rapport à la chute de pression est de 10 % lorsque la vitesse débitante est de l'ordre de 100 mm/s.

#### **IV.5.2. Calcul de la contrainte pariétale de l'écoulement établi**

Pour un écoulement à débit imposé établi, nous pouvons calculer la contrainte pariétale correspondant à ce débit de fluide. Ce calcul théorique se fait à partir de la loi de comportement du fluide à l'équilibre.

Nous avons donné la loi de comportement suivante pour notre fluide modèle lorsque l'équilibre est atteint.

$$(4) \quad \tau = 5,31 + 2,22\dot{\gamma}^{0,5497}$$

Avec cette loi nous pouvons calculer la contrainte pariétale :

$$(5) \quad \tau_p = 5,31 + 2,22\dot{\gamma}_p^{0,5497}$$

Le gradient pariétal de vitesse est calculé à partir de la relation (6) pour un fluide à seuil.

$$(6) \quad \dot{\gamma}_p = \frac{3n+1}{4n} \cdot \frac{8\bar{U}}{D} \cdot \frac{1}{w} \cdot \frac{1}{1-a^*}$$

avec

$$(7) \quad w = 1 + \frac{2a^*n}{2n+1} + \frac{2a^{*2}n^2}{(2n+1)(n+1)} \quad \text{et} \quad (8) \quad a^* = \frac{\tau_{\text{seuil}}}{\tau_p}$$

En remplaçant  $\dot{\gamma}_p$  par sa valeur dans l'équation 5 et divisant par  $\tau_{seuil}$  pour faire apparaître le coefficient  $a^*$  nous obtenons la relation :

$$(9) \quad \frac{(1-a)^{s+1}}{a^*} = \frac{K}{\tau_{seuil}} \left( \frac{3n+1}{n} \cdot \frac{8\bar{U}}{D} \cdot \frac{1}{w} \right)^n$$

Comme  $w$  est une fonction de  $a^*$ , nous résolvons cette équation, dont l'inconnue est  $a^*$ , par dichotomie pour chaque vitesse débitante étudiée. La contrainte pariétale correspondante se déduit de la relation (8).

Pour les différentes vitesses débitantes étudiées, nous avons donné dans le tableau IV.7 les contraintes pariétales correspondantes. Nous avons indiqué la contrainte pariétale correspondant à l'écoulement du même fluide sans la contrainte seuil.

Nous comparons alors ces contraintes pariétales théoriques à celles calculées à partir des résultats expérimentaux, obtenus sur un tronçon de 393 cm de long situé à 2 cm de l'entrée de la conduite, en considérant que l'écoulement est établi entre les deux prises de pression (relation 10).

$$(10) \quad \tau_{p \text{ exp}} = \frac{\Delta P \cdot D}{4L}$$

	$\bar{U}$ (mm/s)	282	212	140,8	106	71,5	36,4	14,5	8
fluide à seuil	$\tau_p$ théorique (Pa)	33,1	29,2	24,7	22	19	15,1	11,6	10,1
	$Re_s$	19,2	12,3	6,43	4,08	2,15	0,7	0,144	0,050
fluide sans seuil	$K \left( \frac{3n+1}{n} \cdot \frac{8\bar{U}}{D} \cdot \frac{1}{w} \right)^n$ (Pa)	30,6	26,1	20,8	17,7	14,2	9,3	5,8	4,1
	$Re_g$	20,77	13,77	7,64	5,08	2,88	1,09	0,289	0,123
fluide thixotrope	$\Delta P$ mesurée (mbar)	178	160,6	133,5	116,6	92,2	61,8	39,1	27,2
	$\tau_p$ expérimentale (Pa)	<b>34,1</b>	<b>30,7</b>	<b>25,5</b>	<b>22,3</b>	<b>17,6</b>	<b>11,8</b>	<b>7,5</b>	<b>5,2</b>
	$Cf = \tau_p / \left( \frac{1}{2} \rho \bar{U}^2 \right)$	0,86	1,37	2,57	3,97	6,89	17,81	71,34	162,5

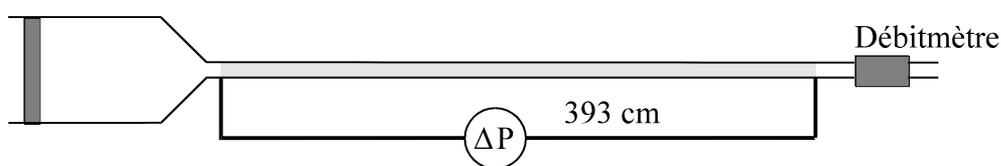
tableau IV.7

Sur la figure IV.9, nous avons représenté les contraintes pariétales théoriques et expérimentales en fonction de la vitesse débitante.

Pour les grandes vitesses débitantes (au-delà de 0,1 m/s), les contraintes pariétales expérimentales sont proches de celles calculées pour les fluides à seuil avec la loi de comportement à l'équilibre (moins de 3% d'écart). Nous pouvons conclure que la loi de

comportement du fluide à l'équilibre rend compte correctement de l'écoulement de celui-ci et permet de calculer la contrainte pariétale donc le coefficient de frottement.

En revanche pour les petites vitesses débitantes (inférieures à 0,1 m/s), plus la vitesse débitante est faible plus les contraintes pariétales expérimentales sont proches de celles calculées pour le fluide sans seuil. L'inverse serait plus logique, car le fluide est d'autant plus structuré que la vitesse débitante est faible. Si le fluide est très structuré alors la contrainte seuil est importante et la contrainte pariétale grande. Donc les résultats expérimentaux devraient être proches des résultats théoriques obtenus à partir de la loi de comportement du fluide à seuil. Pour un écoulement à faible vitesse débitante, la loi de comportement à l'équilibre ne permet pas de prévoir la chute de pression  $\Delta P$ .



positionnement du capteur de  $\Delta P$

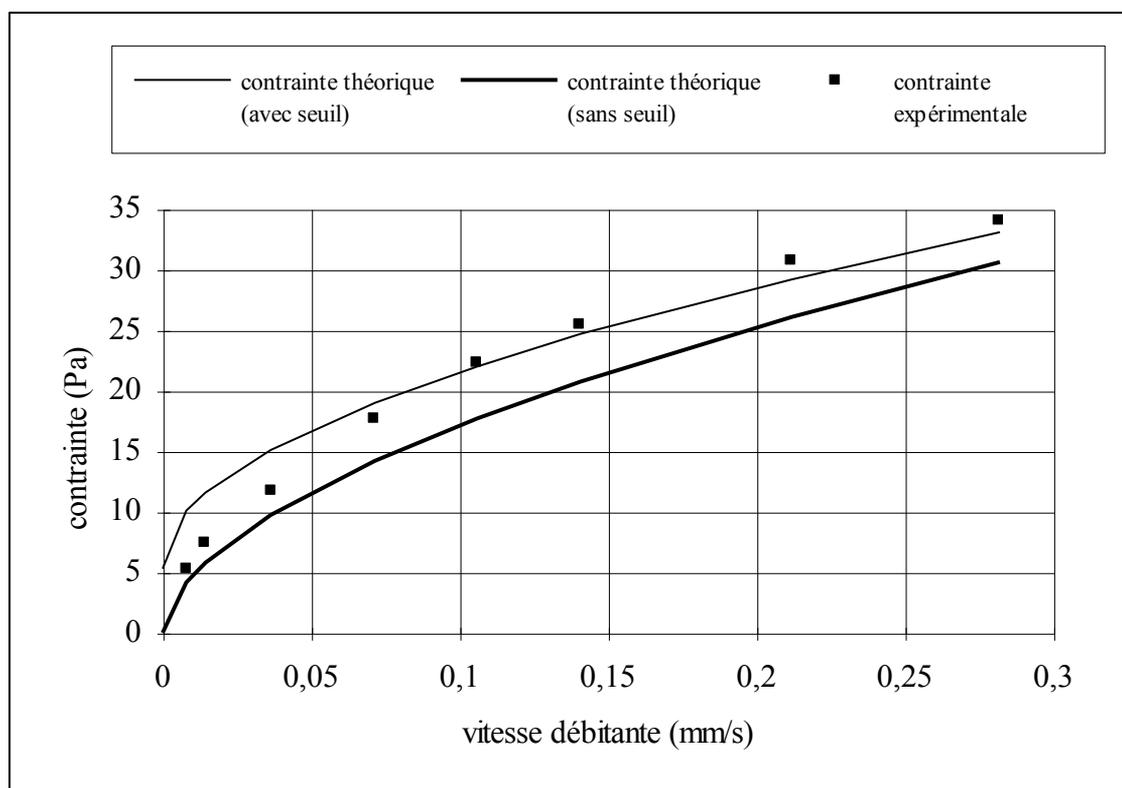


figure IV.12

Comparaison des différentes contraintes expérimentales et théoriques.

En ce qui concerne le coefficient de frottement  $C_f$ , nous l'avons calculé en considérant que les mesures étaient faites en écoulement stationnaire (tableau IV.7). Nous pouvons tracer l'évolution de  $C_f$  en fonction du nombre de Reynolds. Mais quel nombre de Reynolds choisir, le nombre de Reynolds généralisé (fluide sans contrainte seuil) ou le nombre de Reynolds calculé pour un fluide à seuil? Sur la figure IV.13 nous avons tracé ce coefficient de frottement en fonction des deux nombres de Reynolds  $Re_s$  et  $Re_g$  et nous les avons comparés au rapport  $16/Re$ .

$Re_s$  est le nombre de Reynolds pour un fluide à seuil calculé avec les paramètres de la loi de comportement à l'équilibre (relation 4),  $Re_g$  est le nombre de Reynolds calculé avec les paramètres de la loi de comportement du fluide déstructuré, comme nous l'avons écrite dans le chapitre III :  $\tau = 2,467\dot{\gamma}^{0,5598}$

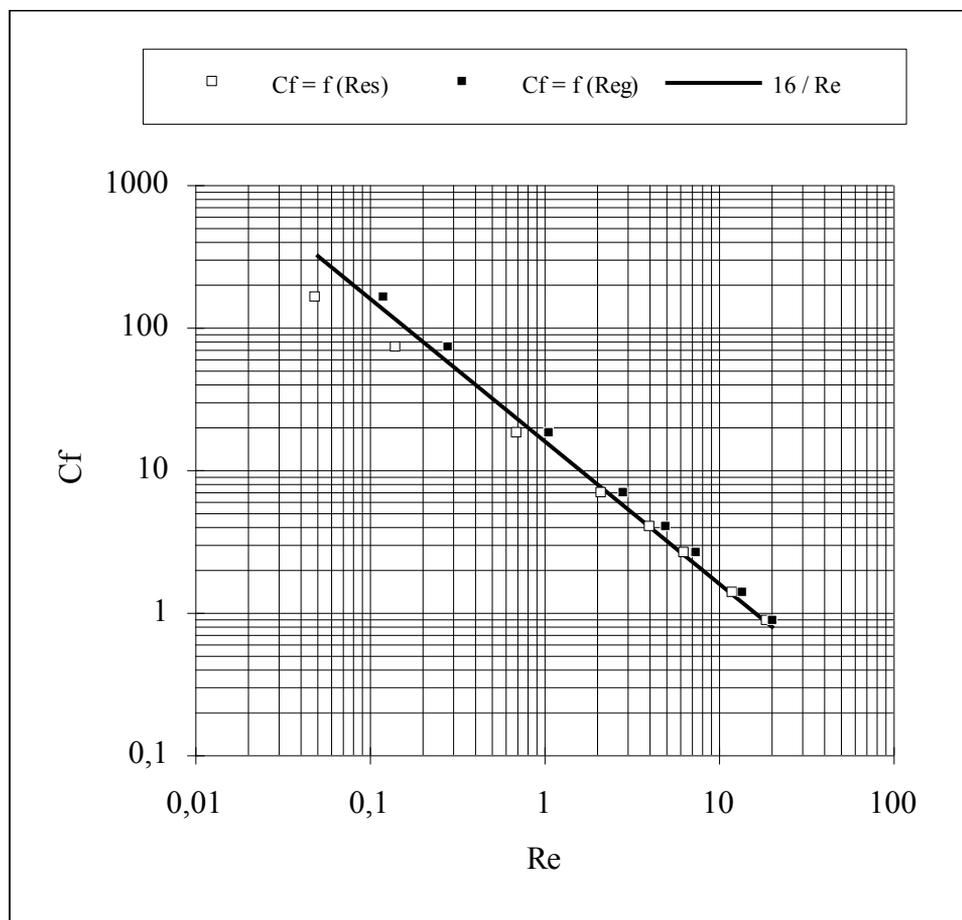


figure IV.13  
Coefficient de frottement en fonction du nombre de Reynolds

Si nous traçons  $C_f$  en fonction de  $Re_s$  alors il y a une bonne concordance avec  $16/Re$  pour des nombres de Reynolds supérieurs à 1. Nous l'avons déjà vu sur la figure IV.12

Si nous traçons  $C_f$  en fonction de  $Re_g$  nous remarquons que tous les points sont sur une droite parallèle à  $16/Re$ . Un ajustement de type moindre carré donne la loi  $19,8/Re$  soit 1,24 fois la loi  $16/Re$ . Nous avons vu dans l'étude bibliographique que pour obtenir le coefficient de frottement pour un fluide thixotrope il faut multiplier la loi  $16/Re$  par un coefficient fonction de l'évolution structurel du fluide entre l'entrée et la sortie de la conduite, lorsque le nombre de Reynolds est calculé à partir de la loi de comportement du fluide déstructuré :  $Re_g$ . C'est bien ce que nous confirmons expérimentalement.

## **Conclusion**

L'écoulement en conduite de tout fluide génère des frottements. Par l'étude des chutes de pression aux extrémités de tronçons de conduite, nous pouvons déterminer la contrainte pariétale et calculer le coefficient de frottement.

Pour notre fluide modèle thixotrope, nous avons mené une étude des chutes de pression dans le temps et dans l'espace afin d'observer l'influence du changement de structure du fluide sur celles-ci.

Au démarrage de l'écoulement, nous observons une forte augmentation de la pression. Cette pression élevée est la conséquence de la restructuration du fluide laissé au repos dans toute la veine de mesures. Cette pression augmente lorsque le temps de repos augmente et atteint une limite lorsque le fluide est totalement restructuré.

Par la suite, nous observons une diminution de  $\Delta P$  dans le temps ce qui montre qu'il y a réduction des frottements. Cette diminution est due au changement de structure du fluide dans le tronçon de mesures considéré. Ce changement de structure a deux causes. La première est le remplacement progressif du fluide contenu dans le tronçon par un fluide provenant du réservoir amont qui est déstructuré par le passage dans le cône. La seconde est la déstructuration du fluide provoquée par le cisaillement au sein du fluide et en particulier le cisaillement pariétal.

Lors de l'étude dans l'espace, c'est à dire le long de la conduite, nous avons montré que la chute de pression est plus grande à l'entrée de la conduite qu'à la sortie. Autrement dit, la contrainte pariétale, donc les frottements, diminue entre l'entrée et la sortie d'une canalisation.

D'après la relation contrainte - structure que nous considérons ( $\tau = \tau_{\text{seuil}} \cdot \lambda + K\dot{\gamma}^n$ ), si la contrainte pariétale augmente c'est que la contrainte seuil apparente ( $\tau_{\text{seuil}} \cdot \lambda$ ) augmente ou bien que la vitesse de cisaillement pariétale augmente. Et inversement si la contrainte pariétale diminue.

D'après la cinétique d'évolution de la structure, dans le cas d'un écoulement stationnaire, le fluide est d'autant plus déstructuré que la vitesse de cisaillement est grande. Donc les deux composantes de la relation contrainte - structure s'opposent. Si l'une augmente l'autre diminue.

En ce qui concerne le coefficient de frottement, il suit la loi universelle  $16/Re$  dans le cas où la vitesse débitante est supérieure à 0,1 m/s; le nombre de Reynolds est alors calculé avec les paramètres de la loi de comportement du fluide à l'équilibre.

Si, comme le suggère l'étude bibliographique, nous calculons le nombre de Reynolds avec les paramètres de la loi de comportement du fluide déstructuré, alors pour obtenir le coefficient de frottement il faut multiplier la loi  $16/Re$  par une constante égale à 1,24 dans notre cas; cette constante caractérise les effets thixotropes d'évolution de la structure lors de l'écoulement en conduite cylindrique de notre fluide.

L'étude des chutes de pression n'est donc pas suffisante pour développer une mécanique des fluides thixotropes. C'est pourquoi, nous allons dans le chapitre suivant étudier l'évolution des profils de vitesse dans la conduite. Cette étude nous donnera des informations sur l'évolution de la structure et du gradient pariétal de vitesse.

# *Chapitre V*

*Etude des profils de vitesse*

*lors de l'écoulement*

*en conduite*



## SOMMAIRE

Introduction .....	171
V.1. Dispositions expérimentales propres à notre étude .....	172
V.1.1. Positions du transducteur pour les mesures dans le cône. ....	172
V.1.2. Mesures dans la conduite cylindrique.....	173
V.2. Etude du démarrage de l'écoulement .....	174
V.2.1. Résultats.....	174
V.2.2. Dilatation du réservoir de repos.....	177
V.3. Etude dans le cône de rétrécissement .....	178
V.3.1. Etudes des différentes positions angulaires .....	178
V.3.1.1. cas où $a = 0^\circ$ .....	178
V.3.1.2. cas où $a = -15^\circ$ et $15^\circ$ .....	179
V.3.2. Hypothèse sur les lignes de courant.....	181
V.3.3. Profils de vitesse dans le cône .....	184
V.3.4. Discussion sur la déstructuration du fluide.....	185
V.3.5. Influence du débit .....	189
V.4. Evolution des profils de vitesses dans la conduite.....	190
V.4.1. Rappel du protocole expérimental .....	190
V.4.2. Résultats expérimentaux.....	191
V.4.3. Discussion.....	192
V.5. Simulation de l'évolution des profils de vitesse.....	198
V.5.1. Présentation du problème.....	198
V.5.2. Simulation de la restructuration .....	200
V.5.2.1. Thixotropie de seuil .....	200
V.5.2.2. Thixotropie de seuil et de consistance .....	201
V.5.3. Déstructuration de l'écoulement.....	203
V.5.4. Conclusion .....	205
Conclusion.....	207



## **Introduction**

Cette étude a pu être réalisée grâce à la mise en oeuvre d'une technique nouvelle au laboratoire : la vélocimétrie ultrasonore à effet Doppler pulsé. Nous avons montré dans le chapitre II que cette technique était un moyen puissant qui permet d'acquérir un très grand nombre de profils de vitesse.

Très rapidement, nous avons montré que l'hypothèse d'un fluide non déstructuré à l'entrée de la conduite cylindrique était fautive. Avant de commencer l'étude dans la conduite, nous avons voulu comprendre les mécanismes qui provoquaient cette déstructuration. C'est pourquoi nous avons observé le champ des vitesses à l'intérieur du cône de rétrécissement. Cela fait l'objet de la première partie de ce chapitre.

Après avoir présenté l'évolution des profils lors du démarrage de l'écoulement dans une section donnée, nous consacrons une large part de ce chapitre à l'écoulement en conduite dans le cas du régime stationnaire. Nous montrons des phénomènes liés aux propriétés thixotropes du fluide.

Pour terminer, nous proposons une simulation de l'évolution des profils de vitesse expérimentaux basée sur la cinétique d'évolution du paramètre de structure et une relation contrainte - structure.

## **V.1. Dispositions expérimentales propres à notre étude**

### **V.1.1. Positions du transducteur pour les mesures dans le cône.**

Pour étudier les profils de vitesse dans le cône de rétrécissement, nous avons fait usiner une surface parallèle à la paroi intérieure du cône. Ainsi, il nous est possible de placer le transducteur et de connaître avec précision sa position (voir figure V.1).

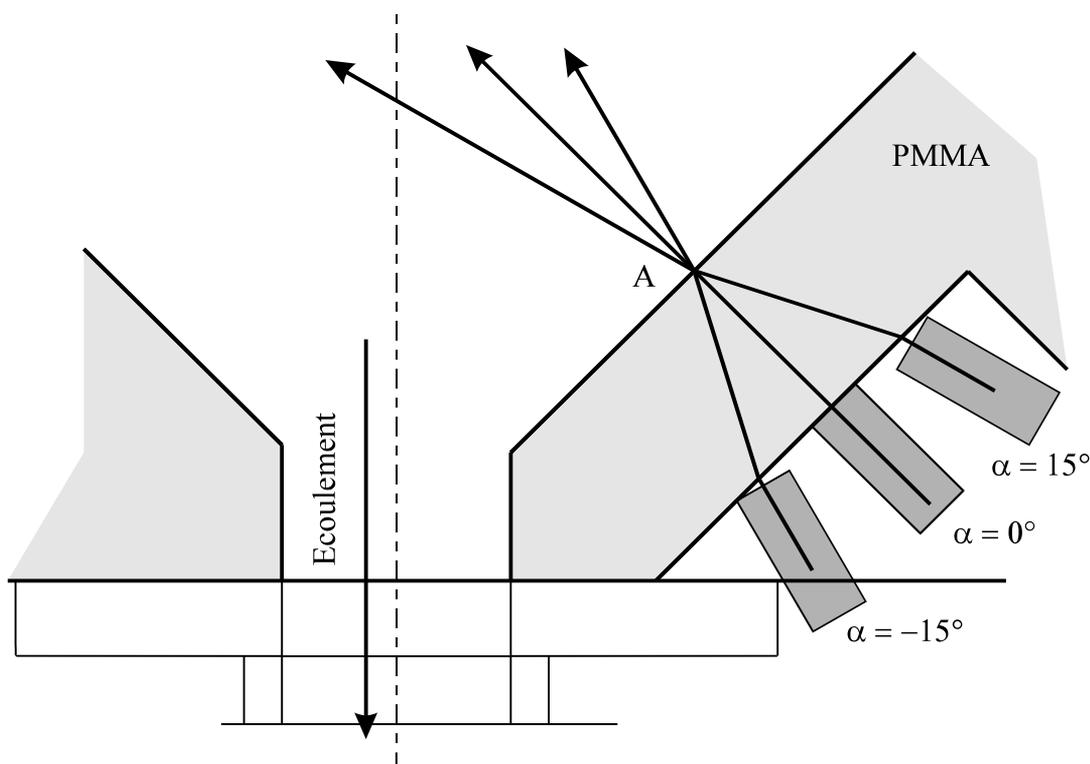


figure V.1  
Position du transducteur vélocimétrique dans le cône

Nous avons étudié trois positions du transducteur afin d'observer d'éventuels écoulements parallèles à la paroi. Ces positions sont repérées par l'angle  $\alpha$  entre la direction du faisceau ultrasonore et la direction normale à la paroi ;  $\alpha = -15^\circ$ ,  $\alpha = 0^\circ$  et  $\alpha = 15^\circ$ . Il y a conservation des angles dans l'écoulement.

### V.1.2. Mesures dans la conduite cylindrique

Nous avons déjà indiqué qu'il n'est pas possible à l'aide de la technique ultrasonore de mesurer des profils de vitesse dans une section perpendiculaire à l'écoulement. C'est pourquoi le transducteur vélocimétrique est incliné et fait un angle  $\alpha$  par rapport à l'axe de la conduite (figure V.2). La présence d'un gel aqueux sur la paroi extérieure de la conduite permet la conservation de l'angle  $\alpha$  à l'intérieur de celle-ci.

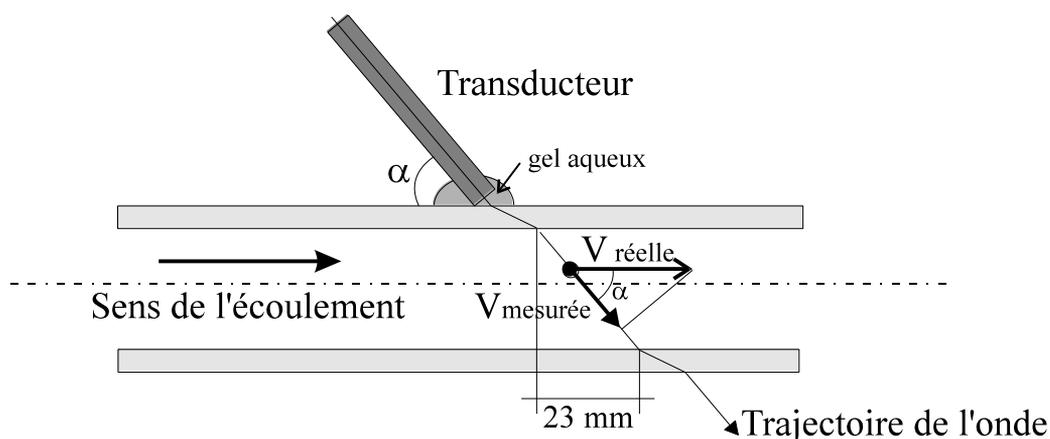


figure V.2  
Position du transducteur vélocimétrique

Pour notre fluide thixotrope et l'appareil que nous utilisons, l'angle  $\alpha$  qui nous a permis d'obtenir les meilleurs résultats a une valeur de  $50^\circ$ . Cet angle représente, pour une section de 30 mm de diamètre, une longueur de conduite de 23 mm (figure V.2). Lorsqu'il y a une évolution rapide des profils de vitesse, à l'entrée de la conduite, nous observons une asymétrie des profils.

Pour des raisons de facilité de placement du capteur, certaines mesures seront faites avec un angle  $\alpha$  égal à  $-50^\circ$ .

## **V.2. Etude du démarrage de l'écoulement**

L'étude de l'évolution de la chute de pression dans la conduite nous a montré que l'écoulement évoluait pendant une durée bien supérieure à celle caractéristique de l'acquisition des profils de vitesse par vélocimétrie ultrasonore. Cela nous a permis de penser qu'il serait possible d'observer, dans une section donnée, l'évolution des profils de vitesse au cours du temps.

Dans ce paragraphe, nous allons montrer l'évolution dans le temps, et en particulier au démarrage, des profils de vitesse.

Cette étude a été réalisée pour différentes vitesses débitantes et pour différentes positions du transducteur vélocimétrique.

Après avoir donné des résultats caractéristiques, nous reviendrons sur le problème de la dilatation du réservoir et sur les conséquences que cela a sur l'écoulement.

### **V.2.1. Résultats**

Le démarrage de l'acquisition des profils est asservi à la mise en mouvement du piston. Cela nous permet de connaître avec exactitude le début de l'écoulement, par rapport à la mise en mouvement du piston.

Nous présentons nos résultats sous plusieurs formes. Premièrement, nous donnons quelques profils complets correspondant à certains instants significatifs de l'écoulement. Puis, nous donnons l'évolution de la vitesse débitante et de la vitesse maximale (au centre de la conduite) dans le temps.

Les résultats ont été obtenus pour une vitesse débitante de 0,104 m/s, le transducteur étant placé à 2500 mm de l'entrée de la conduite.

Les figures V.3 a à V.3 f montrent des profils de vitesse pour des instants significatifs de l'évolution.

Pendant 0,9 s, il existe bien un écoulement, mais celui-ci a une vitesse débitante recalculée bien inférieure à celle imposée qui est de 0,104 m/s (profil caractéristique V.3 a). L'écoulement est localisé au centre de la conduite et les valeurs nulles ne représentent pas l'écoulement. En effet le profil présenté n'est pas une moyenne mais un profil instantané pour lequel nous n'obtenons pas d'échos pour tous les points de mesures. Cela arrive fréquemment avec ce fluide très chargé en particules.

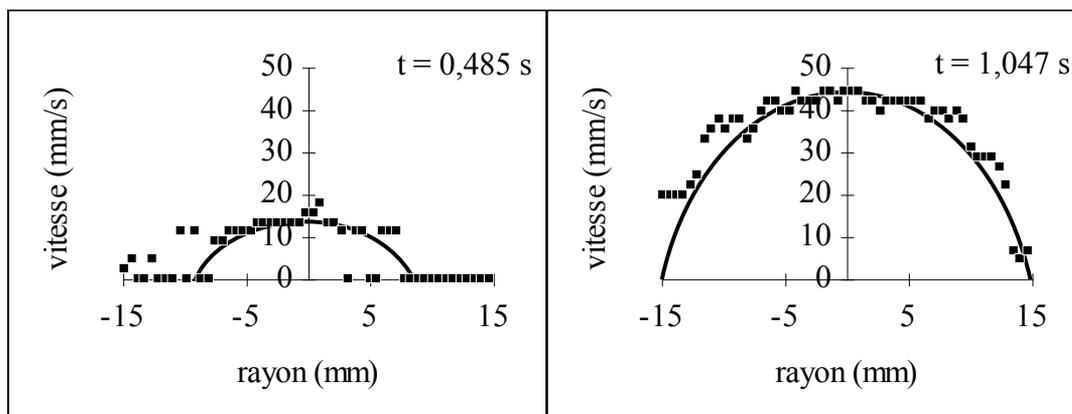


figure V.3 a

figure V.3 b

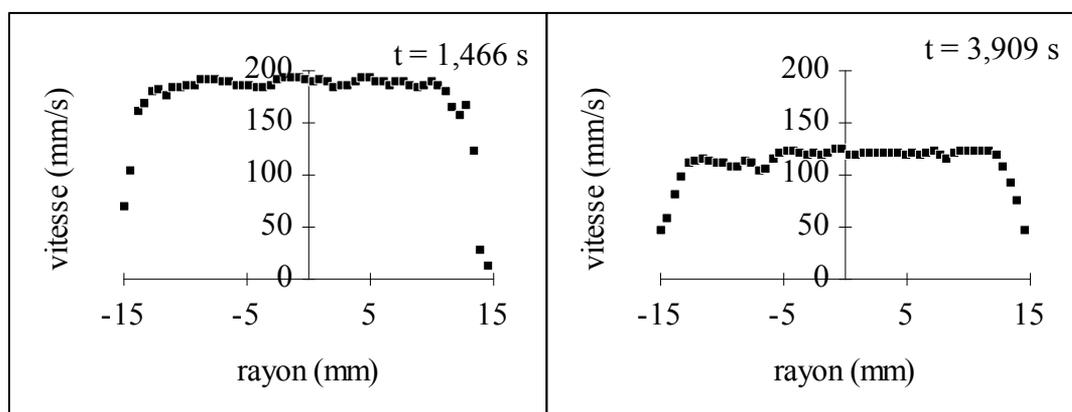


figure V.3 c

figure V.3 d

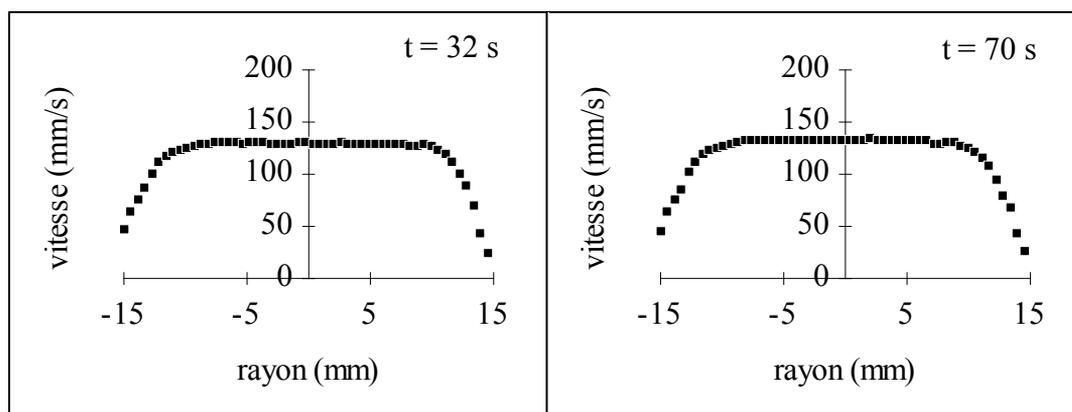


figure V.3 e

figure V.3 f

L'écoulement se développe et la vitesse augmente très rapidement et très fortement (figure V.3b).

A  $t=1,466$  s, nous avons un écoulement bouchon dont la vitesse centrale est très importante. Dans ce cas, la vitesse débitante est bien supérieure à celle imposée (figure V.3c). Cet accroissement de vitesse est confirmé par la figure V.4.

Entre  $t=1,466$  s et  $t=3,909$  s les vitesses diminuent mais la vitesse débitante est toujours supérieure à celle imposée (figures V.3d et V.4). L'écoulement est caractérisé par la présence d'un large noyau central pour lequel la vitesse est constante.

C'est seulement après environ 4 s que la vitesse débitante devient constante et égale à celle imposée (figure V.4).

Si la vitesse débitante est constante, les profils de vitesse continuent d'évoluer. La zone plastique diminue et la vitesse maximale au centre de la conduite augmente, les profils s'arrondissent. Nous observons alors une déstructuration du fluide due au fort gradient pariétal de vitesse (figures V.3 e et V.3 f), qui se traduit par un accroissement de la vitesse maximale sur la figure V.4.

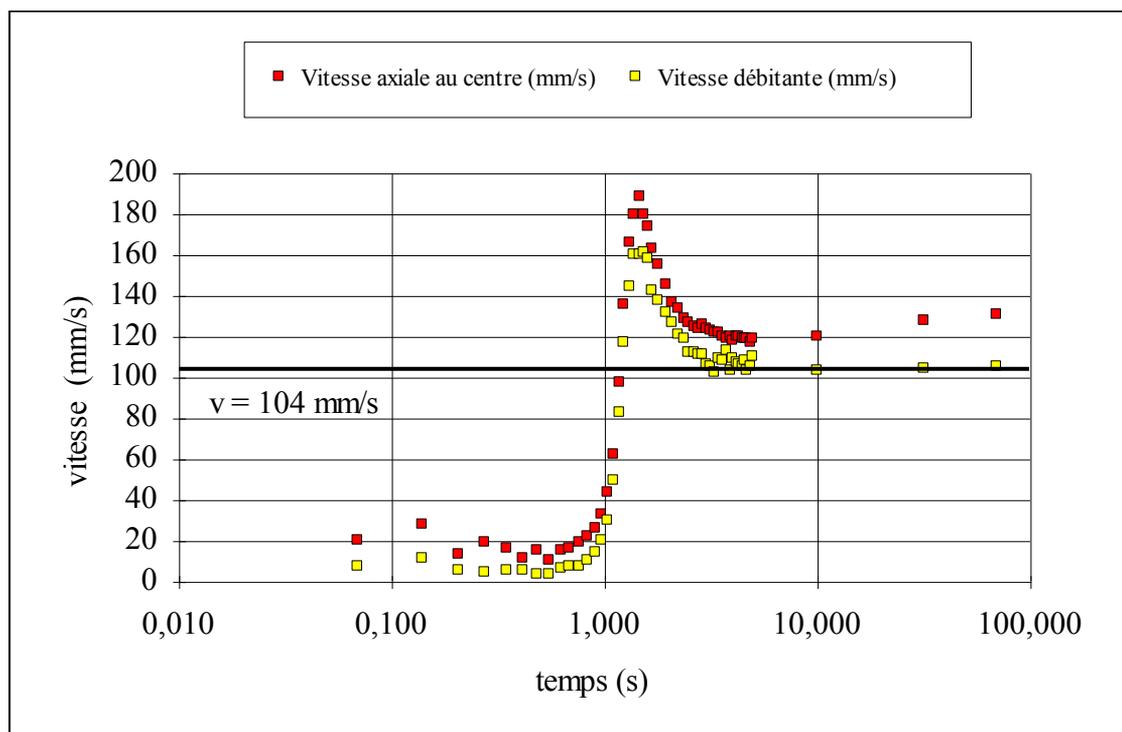


figure V.4  
Evolution de la vitesse débitante et de la vitesse maximale au cours du temps.

**V.2.2. Dilatation du réservoir de repos**

Les résultats obtenus montrent qu'il n'y a pas conservation du débit. Pour comprendre cette non-conservation du débit dans les premières secondes de l'écoulement, nous avons mesuré la dilatation du réservoir amont en plaçant une jauge de déformation sur celui-ci. Cette jauge est collée de manière à mesurer les déformations radiales du réservoir.

Comme le présente la figure V.5, la déformation de la jauge de contrainte montre une dilatation du réservoir. Cette dilatation s'observe tant que le fluide ne s'écoule pas dans la conduite. Dans le même temps  $\Delta P$ , mesuré entre les extrémités d'un tronçon de 199 cm de long, augmente. A partir du moment où le fluide s'écoule et se déstructure, le volume du réservoir diminue jusqu'à une valeur d'équilibre liée à la différence de pression entre l'intérieur et l'extérieur du réservoir. Nous observons alors une décroissance de  $\Delta P$ .

Nous avons montré qu'à l'arrêt de l'écoulement le réservoir reprend son volume initial.

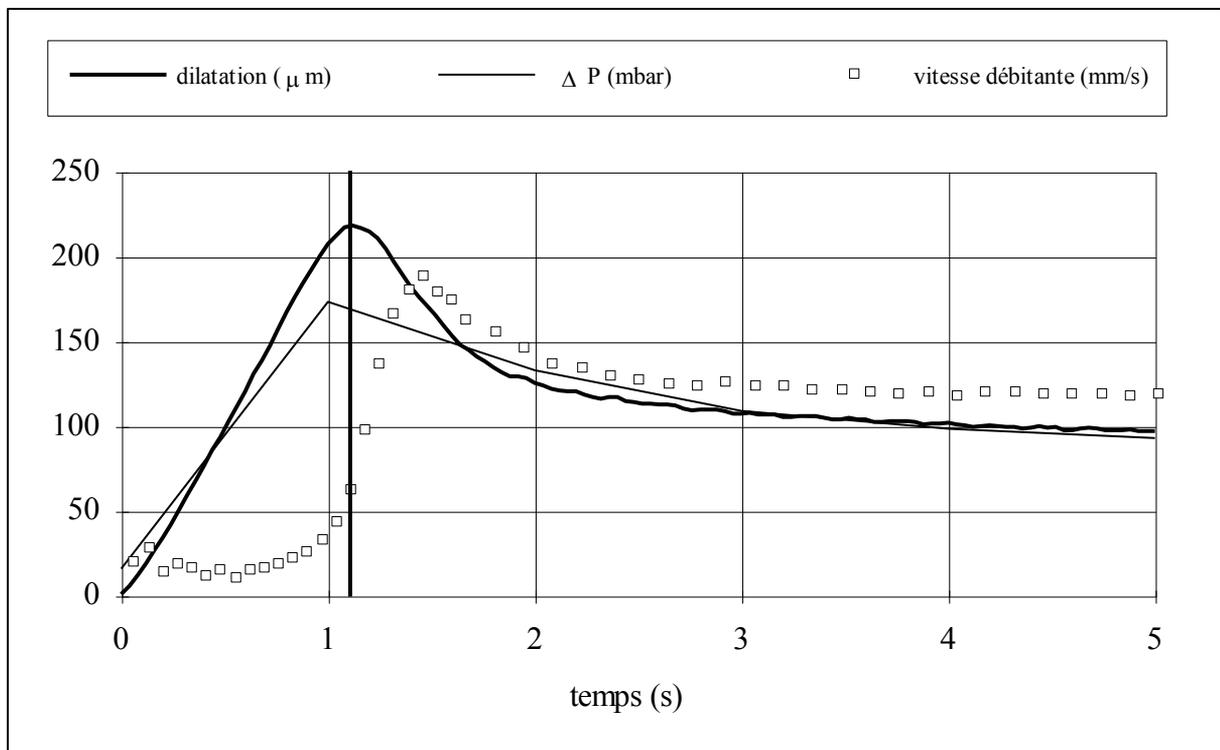


figure V.5

Dilatation du réservoir et vitesse au centre de la conduite.

Nous pouvons expliquer la dilatation du réservoir de la manière suivante : pour que le fluide à seuil s'écoule dans la veine de mesures, il est nécessaire de vaincre les forces dues au seuil de contrainte. Il faut donc appliquer une pression suffisante dans le réservoir de repos. Comme nous imposons la vitesse d'avance du piston, tant que la pression dans le réservoir est insuffisante le fluide s'accumule et le réservoir se dilate.

### **V.3. Etude dans le cône de rétrécissement**

Dans ce paragraphe nous donnons, pour les angles  $\alpha$   $-15^\circ$ ,  $0^\circ$  et  $15^\circ$ , les résultats bruts, c'est à dire les vitesses mesurées par le transducteur. Cette étude nous permettra de bien localiser l'écoulement. Nous verrons qu'il est nécessaire de faire une hypothèse relative aux lignes de courant dans le cône pour calculer les vitesses exactes.

Nous définirons le champ des vitesses en déplaçant le transducteur pour obtenir des mesures en des points significatifs de l'écoulement. Nous comparerons ces résultats à un modèle expliquant les causes de la déstructuration du fluide au passage du cône.

Pour finir, nous étudierons l'influence du débit.

#### **V.3.1. Etudes des différentes positions angulaires**

A cause des problèmes de réfraction des ondes ultrasonores lors d'un changement de milieu, il n'est pas possible de faire des mesures dans une section droite du cône, c'est à dire une section perpendiculaire à l'axe de symétrie du cône. C'est pourquoi nous avons fait ces mesures dans des directions repérées par rapport à la normale de la paroi intérieure du cône. Ces directions sont comprises entre  $-15^\circ$  et  $15^\circ$ .

Les mesures ont été réalisées pour un débit de  $0,103 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$ , il correspond à une vitesse débitante de  $146 \text{ mm/s}$  dans la conduite, il est situé au milieu de la plage de débit étudié.

##### **V.3.1.1. cas où $\alpha = 0^\circ$**

Définissons pour commencer la position des points de mesures :

- le 1er point est à  $9,05 \text{ mm}$  du capteur dans le P.M.M.A.
- les points 1 à 12 sont espacés de  $1,34 \text{ mm}$  dans le P.M.M.A.
- le 12 ième point est situé dans le P.M.M.A. à  $0,5 \text{ mm}$  de l'interface
- le 13 ième point est dans le fluide à  $0,46 \text{ mm}$  de la paroi
- les points suivants sont espacés de  $0,74 \text{ mm}$  dans le fluide
- le centre du cône est situé à  $51,81 \text{ mm}$  de la paroi, cette position correspond au 83 ième point.

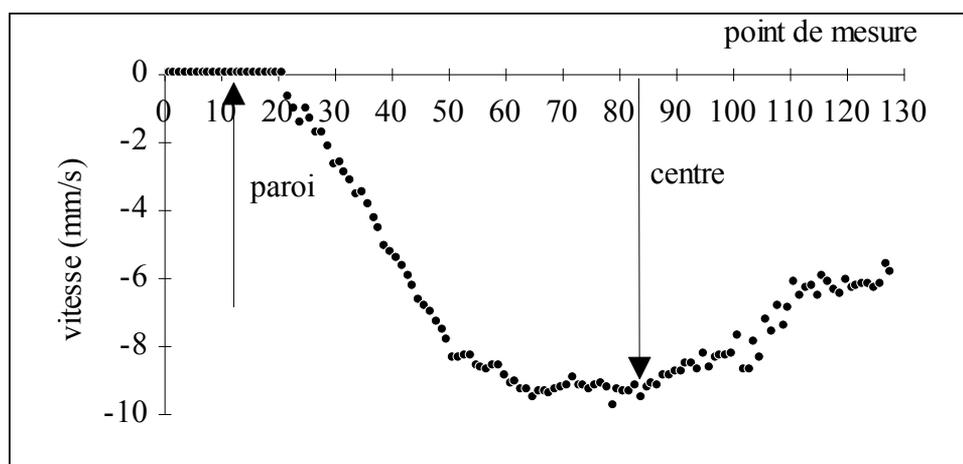


figure V.6  
Profil de vitesses brutes dans le cône pour  $\alpha=0^\circ$

Sur la figure V.6, représentant la vitesse mesurée par le vélocimètre suivant l'axe de tir en fonction du point considéré, nous voyons que le premier point dont la vitesse est non nulle est le 22 ième. Ce qui signifie que sur une épaisseur de 6,4 mm la projection de la vitesse est nulle donc que les vecteurs vitesses sont parallèles à la paroi ou que la vitesse est nulle.

S'il existe un écoulement à proximité de cette paroi, il ne pourrait être observé que pour d'autres positions angulaires, c'est pourquoi nous allons maintenant étudier les positions  $-15^\circ$  et  $15^\circ$

#### V.3.1.2. cas où $\alpha = -15^\circ$ et $15^\circ$

Pour ces deux positions angulaires, les points de mesure sont situés identiquement dans la paroi en P.M.M.A. et dans le fluide, seule la distance entre la paroi et l'axe du cône est fonction de l'angle  $\alpha$  choisi.

- le 1er point est à 8,18 mm du capteur dans le P.M.M.A.
- les points 1 à 16 sont espacés de 1,34 mm dans le P.M.M.A.
- le 16 ième point est dans le P.M.M.A. à 0,47 mm de l'interface
- le 17 ième point est dans le fluide à 0,48 mm de la paroi
- les points suivants sont espacés de 0,74 mm dans le fluide

La distance entre la paroi et le centre de la conduite est fonction de l'angle, comme nous pouvons le remarquer sur la figure V.1.

pour  $\alpha = -15^\circ$  cette distance est de 62,3 mm; elle correspond au 99 ième point

pour  $\alpha = 15^\circ$  cette distance est de 42,3 mm; elle correspond au 74 ième point.

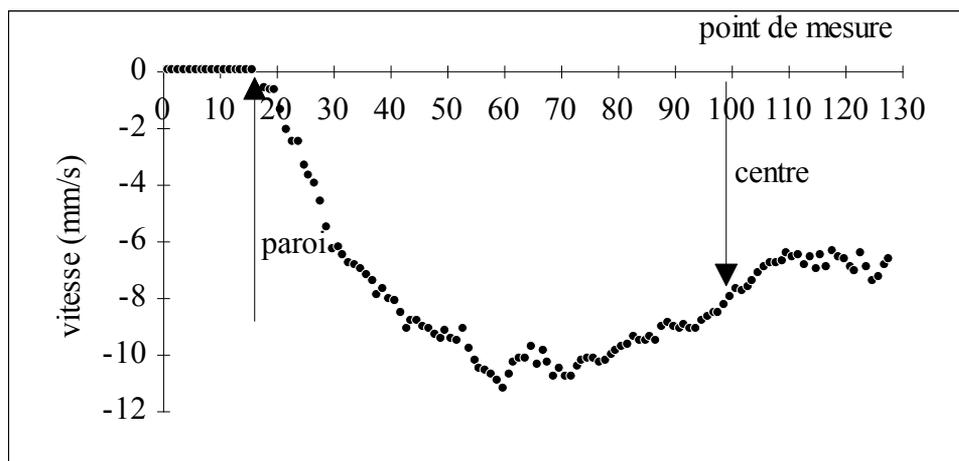


figure V.7  
Profil de vitesses brutes dans le cône pour  $\alpha = -15^\circ$

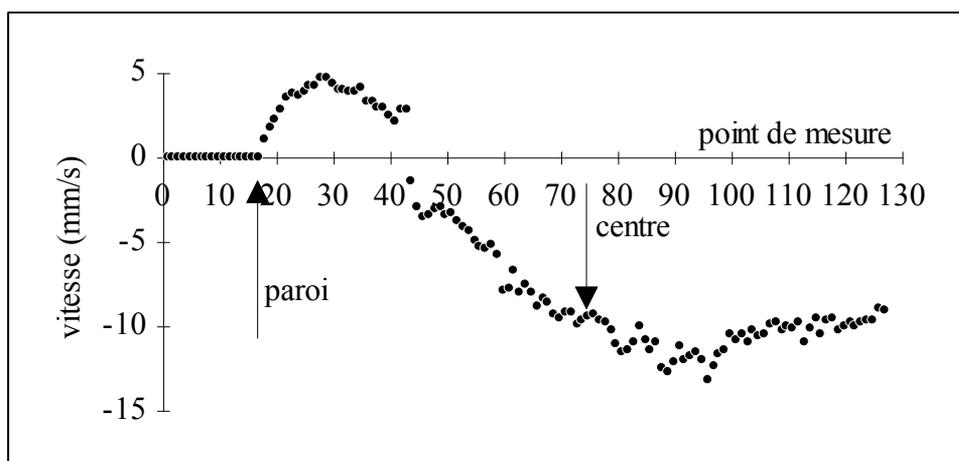


figure V.8  
Profil de vitesses brutes dans le cône pour  $\alpha = 15^\circ$

Bien que le 17 ième point de la figure V.8 soit nul alors qu'il se situe dans l'écoulement, les figures V.7 et V.8 montrent bien qu'il existe un écoulement à proximité de la paroi. La vitesse nulle du 17 ième point peut être dû à un problème de positionnement angulaire du capteur.

Il n'existe pas de recirculation, comme le laisserait penser la figure V.8. Si une partie des vitesses est positive et l'autre négative cela est dû au fait que le vélocimètre à ultrason enregistre la valeur de la projection de la vitesse sur l'axe de tir des ultrasons.

Notons l'importance de la figure V.8. Sur celle-ci nous observons une fausse vitesse nulle (43 ième point) correspondant, comme nous venons de le dire, à un changement de sens de la projection du vecteur vitesse. A cet endroit le vecteur vitesse est perpendiculaire à l'axe des ultrasons. Ceci nous permet donc de formuler une hypothèse sur les lignes de courant et ainsi calculer les valeurs réelles des vitesses aux points considérés dans le cône. C'est l'objet du paragraphe suivant.

### **V.3.2. Hypothèse sur les lignes de courant**

Afin de calculer les valeurs réelles des vitesses de l'écoulement en chaque point, il faut connaître la direction du vecteur vitesse en chacun de ces points. Ainsi connaissant la valeur de la projection ( mesure par vélocimétrie) nous pouvons calculer la valeur réelle de la vitesse (voir figure V.9).

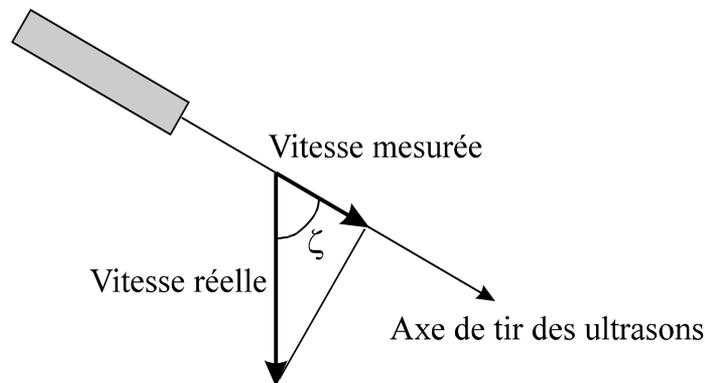


figure V.9  
Calcul des vitesses réelles dans le cône.

L'hypothèse que nous faisons nous permet de donner, en chaque point de mesure, une approximation raisonnable de la direction du vecteur vitesse, donc l'angle  $\zeta$  entre l'axe de projection et cette direction.

Cette hypothèse consiste à considérer que les lignes de courant (ou direction des vitesses) sont constituées de deux faisceaux de droites. Le premier faisceau, proche de la paroi, est constitué de lignes parallèles. Cette zone a une épaisseur "ep" fonction de la nature de l'écoulement, comme nous le verrons plus tard. La seconde zone, contiguë à la première, est formée de droites convergentes, comme le montre la figure V.10.

L'épaisseur "ep" est déterminée à partir des tests vélocimétriques réalisés avec un angle d'incidence des ondes ultrasonores  $\alpha = 0^\circ$ ; elle correspond à l'ensemble des mesures ayant une valeur nulle dans le fluide a proximité de la paroi.

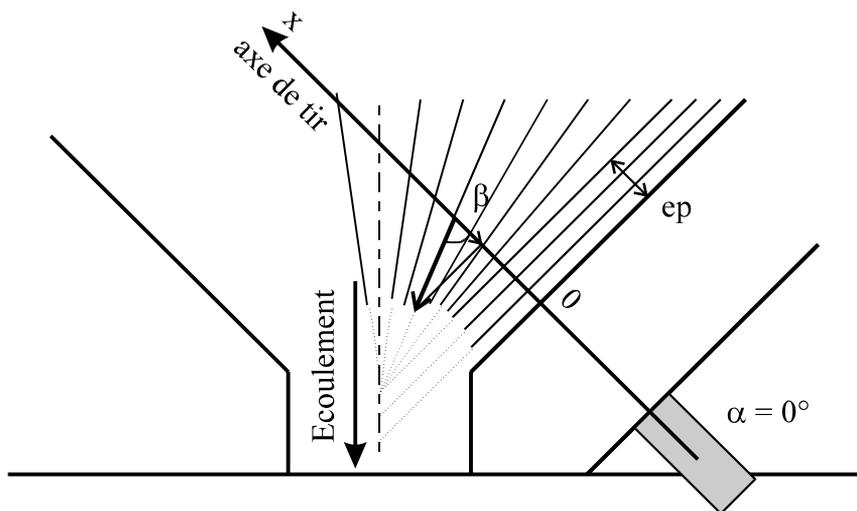


figure V.10  
Hypothèse sur la disposition des lignes de courant.

Géométriquement nous calculons la position d'un point de mesure et l'angle  $\zeta$  qui lui est associé. Nous pouvons donc calculer la vitesse en chaque point de l'écoulement en utilisant la relation :

$$(1) \quad V_{\text{réelle}} = \frac{V_{\text{mesurée}}}{\cos \zeta}$$

Les figures V.11 et V.12 représentent le champ de vitesses brutes et le champ de vitesses corrigées respectivement pour les position angulaire  $-15^\circ$  et  $15^\circ$ . Nous avons représenté ces vitesses en fonction de la distance x entre la paroi et le point de mesure suivant l'axe de tir des ultrasons (figure V.10.).

En ce qui concerne les vitesses corrigées, nous pouvons remarquer que les vitesses qui correspondent à l'angle  $\alpha = -15^\circ$  sont inférieures à celles qui correspondent à l'angle  $\alpha = 15^\circ$ , ceci est normal si l'on considère la position de la trajectoire des ultrasons dans ces deux cas (voir figure V.1).

Sur le profil de vitesse obtenu pour un angle de  $\alpha = 15^\circ$ , nous observons une très forte augmentation de la vitesse autour de la position  $x = 18$  mm. Cette position correspond au 43 ième point de mesure. Autour de cette position l'angle  $\zeta$  entre la direction du faisceau ultrasonore et le vecteur vitesse tend vers  $90^\circ$  (figure V.10). Pour obtenir la vitesse réelle, il

faut diviser par  $\cos(\zeta)$  donc les vitesses calculées ont des valeurs importantes qui ne reflètent pas la réalité.

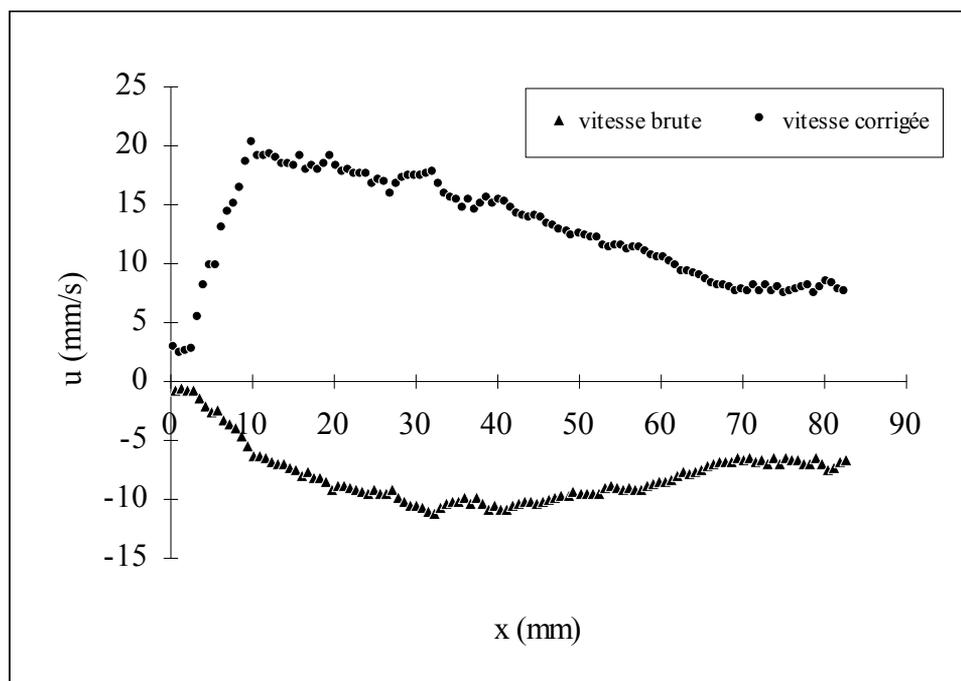


figure V.11

Profils de vitesses brutes et corrigées pour un angle  $\alpha = -15^\circ$ .

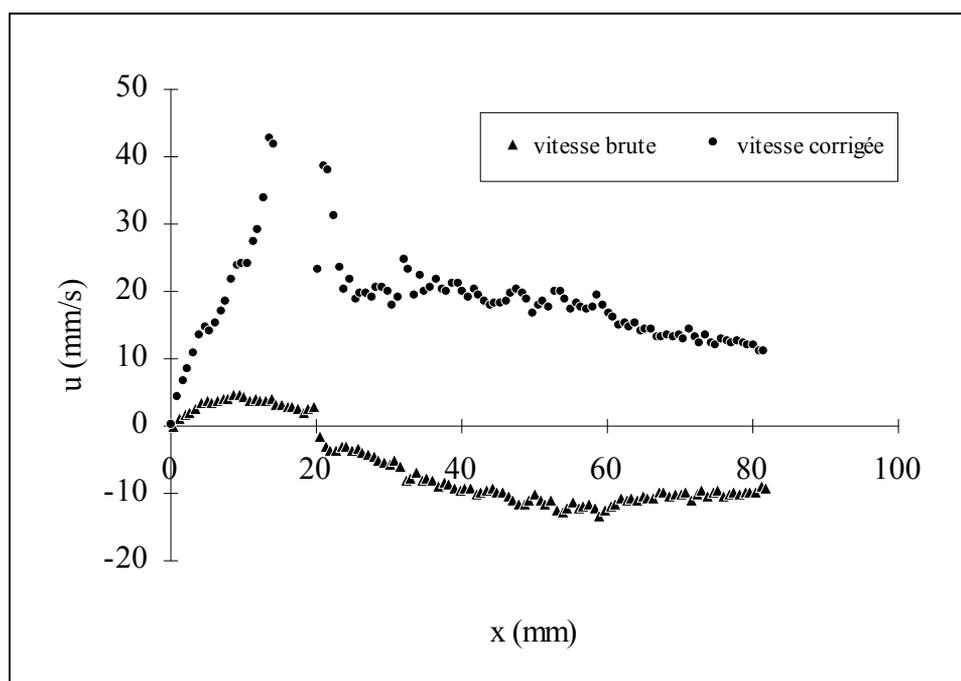


figure V.12

Profils de vitesses brutes et corrigées pour un angle  $\alpha = 15^\circ$ .

### V.3.3. Profils de vitesse dans le cône

Pour obtenir les profils de vitesse dans le cône, nous avons choisi différentes positions du transducteur vélocimétrique (figure V.13). Pour une section donnée du cône nous pouvons trouver les points de mesures correspondants; ce qui définit un réseau de points (figure V.13).

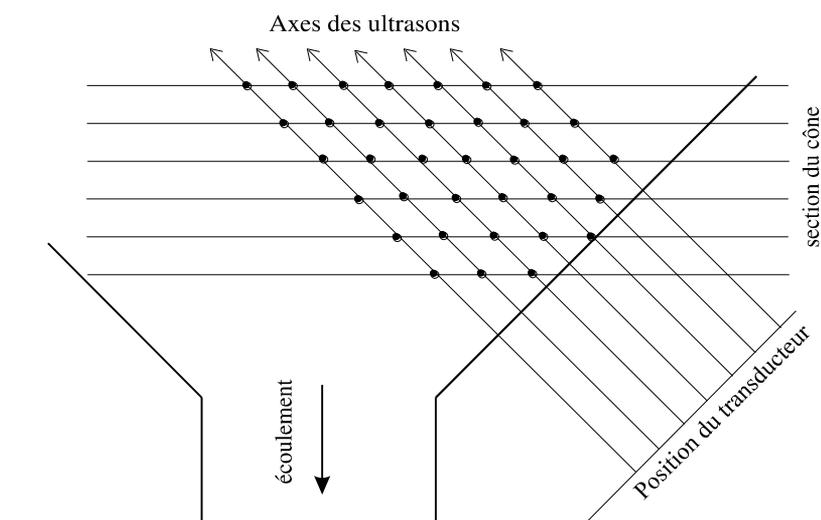


figure V.13

Réseau de points pour la détermination des profils par mesures successives

En chaque point de ce réseau, nous pouvons déterminer l'angle  $\zeta$  entre l'axe de tir des ultrasons et la direction de la vitesse à partir de l'hypothèse que nous avons formulée dans le paragraphe V.3.2. Nous calculons alors la vitesse réelle avec la relation (1).

Toutes les mesures sont faites lors du même écoulement, ceci limite le temps de travail donc le nombre de positions du capteur et donc le nombre de points par section. Pour faciliter la mise en place du capteur et perdre le moins de temps possible, le transducteur est placé avec un angle  $\alpha = 0^\circ$  par rapport à la normale de la surface du cône.

Les mesures de vitesse ont été faites pour un débit de fluide de  $0,075 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$ .

Après traitement des données nous obtenons les profils de vitesse présentés sur la figure V.14. Cette figure montre qu'il existe des instabilités sous forme d'ondulation dans l'écoulement.

Ces instabilités sont dues à la déstructuration du fluide; cette déstructuration s'effectuant à proximité de la paroi où la vitesse de cisaillement est importante.

#### **V.3.4. Discussion sur la déstructuration du fluide**

Dans ce paragraphe, nous expliquons la déstructuration du fluide dans le cône par une description intuitive. Cette description est basée sur l'évolution de la zone plastique d'un fluide à seuil qui passe dans un convergent (figure V15).

Pour commencer faisons deux remarques.

- La vitesse débitante maximale dans le réservoir amont, due au déplacement du piston, est inférieure à 2 mm/s. Nous pensons donc avoir affaire à un écoulement bouchon. Seul le fluide, situé dans la zone proche de la paroi, est cisailé.

- Il ne nous est pas possible de faire des mesures de vitesse dans le réservoir amont. En effet les vitesses sont de l'ordre de grandeur de la sensibilité du vélocimètre. Nous ne pouvons donc pas vérifier la validité de la première remarque.

Lorsque le fluide entre dans le cône, comme il y a conservation du débit, si la vitesse au centre du cône est égale à celle de l'écoulement bouchon dans le réservoir amont, il faut nécessairement que la vitesse près de la paroi du cône augmente. Cela entraîne une augmentation du cisaillement pariétal et donc une augmentation de la déstructuration du fluide, la zone cisailée augmente, et la zone plastique se réduit. A l'arrivée, le fluide est presque entièrement déstructuré, voire totalement, lorsqu'il entre dans la conduite (voir figure V.15).

Les résultats expérimentaux, représentés sur la figure V.14, peuvent trouver un début d'explication au regard de la figure V.15.

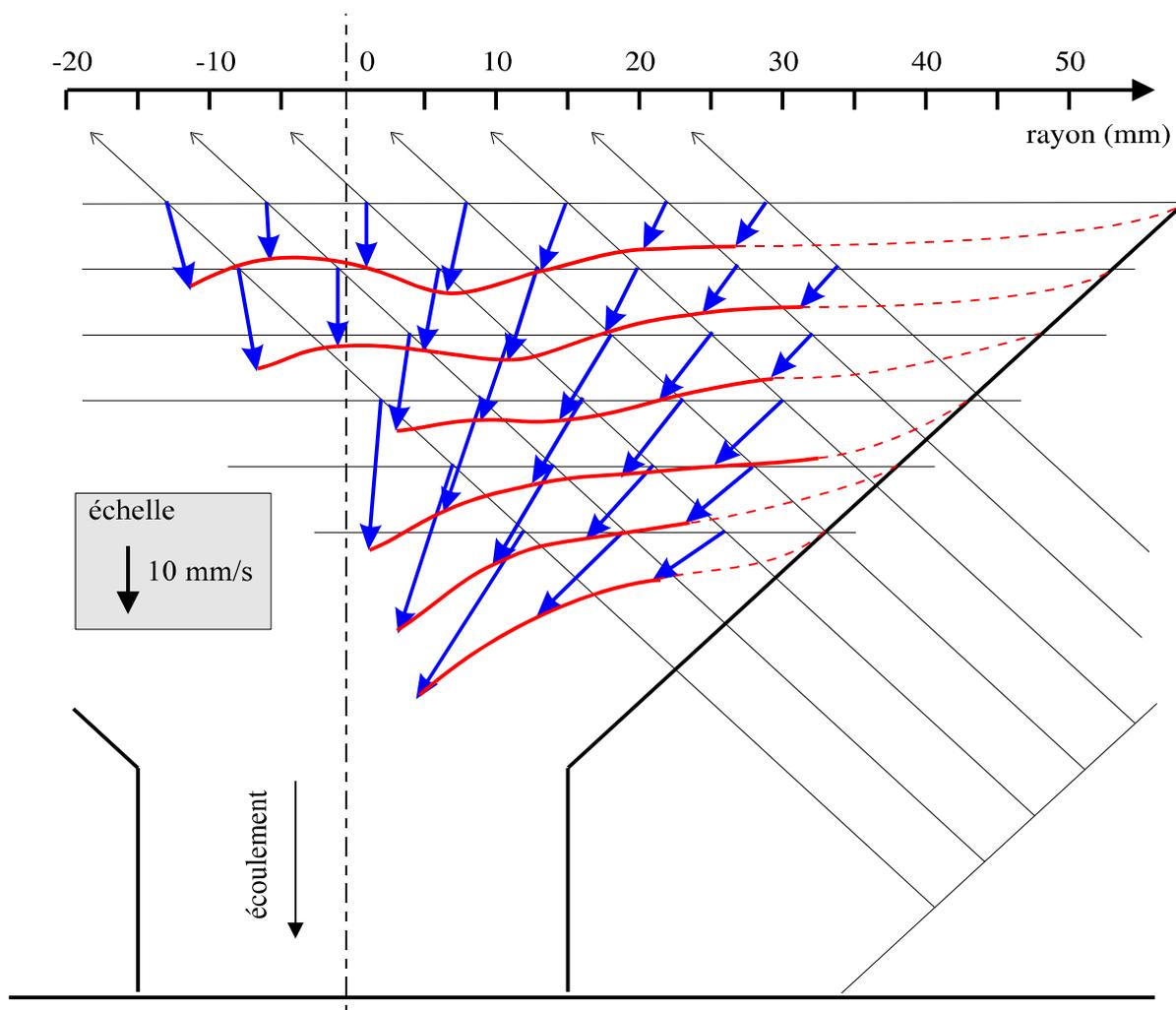


figure V.14  
Evolution des profils de vitesse dans le cône

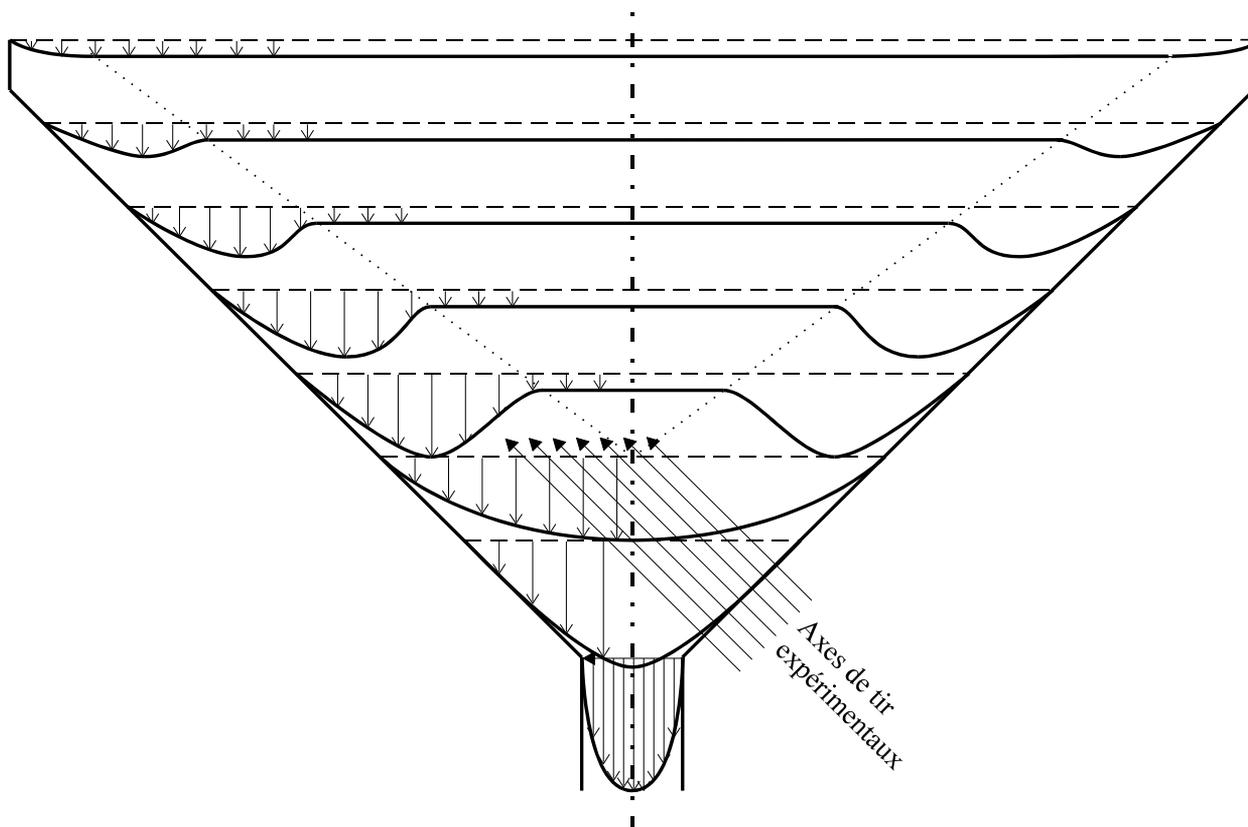


figure V.15  
Hypothèse de déstructuration du fluide lors du passage dans le cône

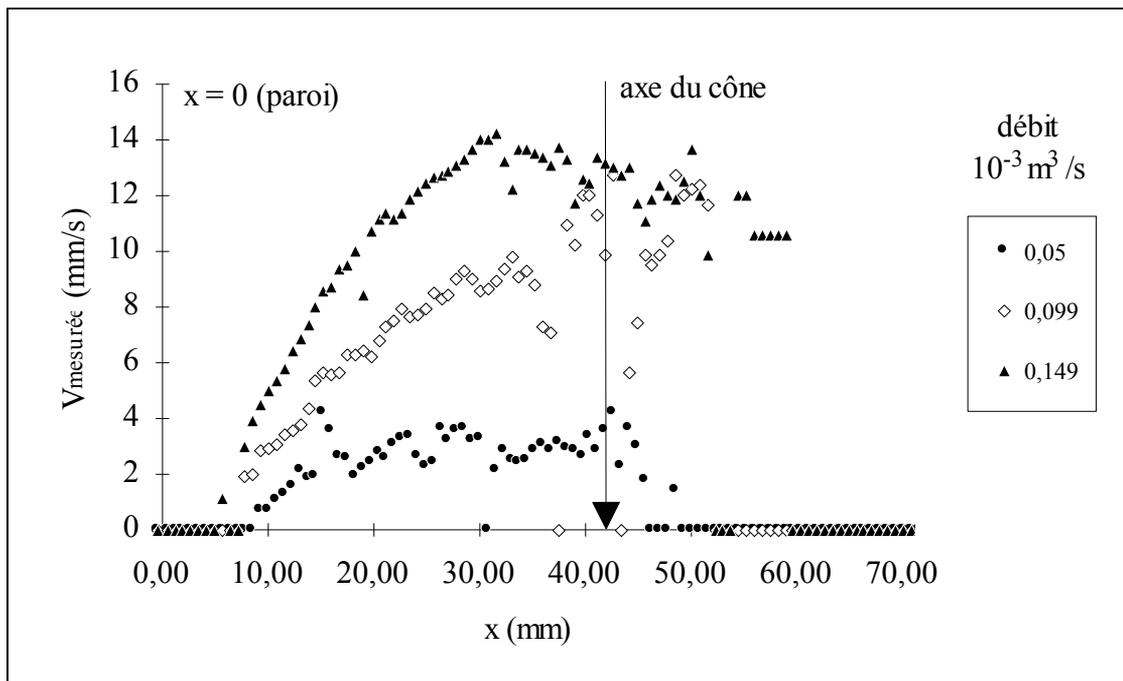


figure V.16  
Profils de vitesse brutes dans le cône pour différents débits

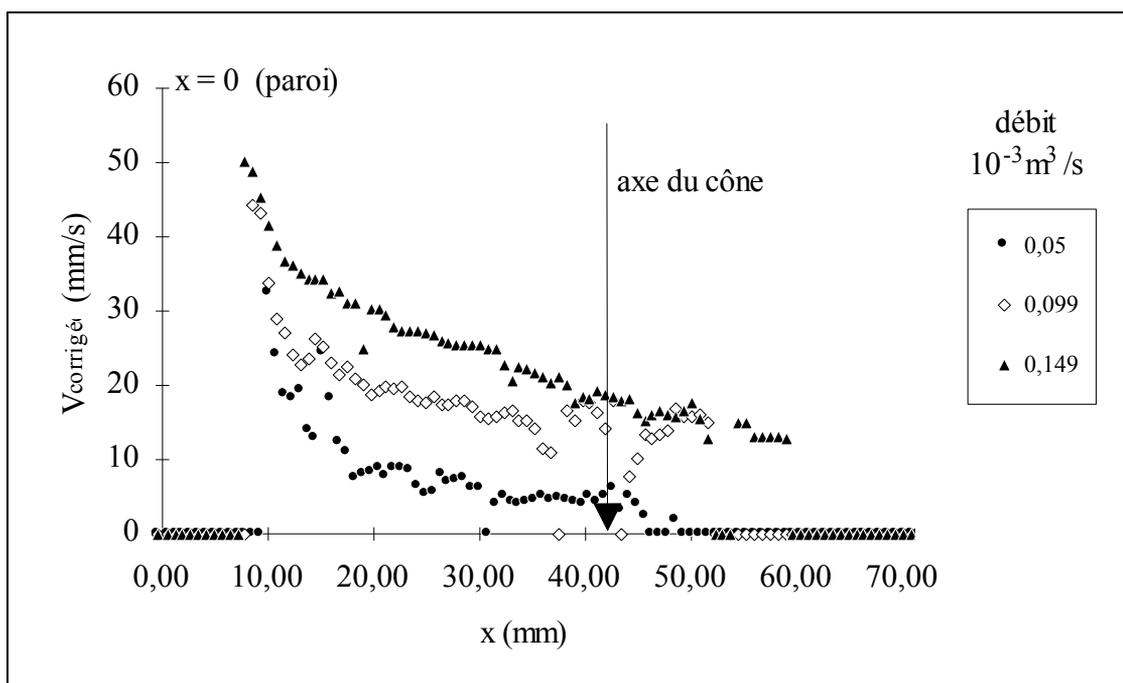


figure V.17  
Profils de vitesse corrigées dans le cône pour différents débits

### **V.3.5. Influence du débit**

Dans ce paragraphe, nous présentons l'évolution expérimentale des vitesses pour trois débits de fluide différents (tableau V.1).

Ces résultats ont été obtenus en positionnant le transducteur vélocimétrique avec un angle  $\alpha = 0^\circ$  par rapport à la normale de la paroi (figure V.1). Une seule position A du capteur de vitesse a été étudiée.

Sur la figure V.16 nous avons représenté les mesures de vitesses brutes et sur la figure V.17 les mesures corrigées en fonction de la distance  $x$  entre la paroi et le point de mesure suivant l'axe de tir des ultrasons.

Dans un premier temps, nous pouvons remarquer que la forme des profils de vitesse reste la même quel que soit le débit étudié. Nous observons une décroissance de la vitesse lorsqu'on s'éloigne de la paroi.

Dans un deuxième temps, intéressons nous à la zone située à proximité de la paroi.

Comme nous l'avons indiqué dans le paragraphe V.3.1.1., le premier point de mesure, situé dans l'écoulement, est le treizième. Nous pouvons voir sur la figure V.16 qu'il existe une zone, d'épaisseur "ep" dans laquelle le fluide semble ne pas s'écouler. En fait, celui-ci s'écoule perpendiculairement à l'axe de propagation des ultrasons. Nous constatons que cette zone est d'autant plus faible que le débit de fluide est grand (tableau V.1).

débit ( $m^3/s$ )	épaisseur ( mm)
$0,05 \cdot 10^{-3}$	9,3
$0,0983 \cdot 10^{-3}$	7,9
$0,148 \cdot 10^{-3}$	5,6

tableau V.1  
Épaisseur de la zone d'écoulement parallèle à la paroi

Connaissant l'épaisseur de la zone dans laquelle le fluide s'écoule parallèlement à la paroi, nous pouvons faire une hypothèse sur la disposition des lignes de courant afin de corriger les mesures expérimentales et tracer l'évolution des vitesses dans le cône (voir figure V.17).

## **V.4. Evolution des profils de vitesses dans la conduite**

### **V.4.1. Rappel du protocole expérimental**

Les tests présentés ont été réalisés sur un fluide laissé au repos pendant une journée.

Lorsque nous réalisons une expérience, c'est à dire que nous déterminons successivement plusieurs profils de vitesse le long de la conduite, l'écoulement n'est jamais arrêté. Arrêter l'écoulement entre deux profils risquerait d'entraîner une modification de celui-ci, nous ne pourrions pas comparer les résultats.

Cela implique que, plus le débit est important plus le temps pour faire les mesures (c'est à dire déplacer le transducteur et acquérir les signaux) est faible.

Comme il est nécessaire d'enregistrer un nombre suffisant de profils afin de faire une moyenne ( 300 profils pour une moyenne sont un minimum), l'augmentation du débit se fait au détriment du nombre de positions étudiées.

A partir de la mise en écoulement, nous attendons 1 mn avant de faire les mesures, ceci afin de faire ces mesures sur un écoulement stationnaire.

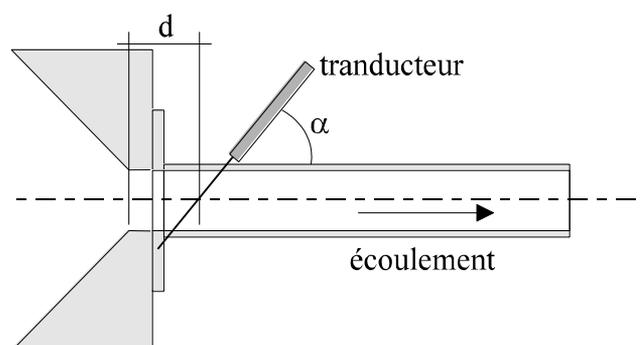


figure V.18  
Position du profil expérimental

Nous avons vu dans la partie concernant le dispositif expérimental que le faisceau ultrasonore était dirigé dans une section non perpendiculaire à l'écoulement. Dans ces conditions la distance axiale entre les points situés sur des parois opposées est de 23 mm (voir figure V.2). Lorsque nous indiquons la position d'un profil de vitesse, cette position est repérée par l'intersection entre l'axe de la conduite et l'axe du faisceau ultrasonore (voir figure V.18).

### V.4.2. Résultats expérimentaux

Nous présentons dans ce paragraphe les résultats obtenus pour les vitesses débitantes de 33,4 mm/s, 66,9 mm/s, 101,4 mm/s et 196 mm/s.

La position du transducteur vélocimétrique, c'est à dire la position moyenne du profil de vitesse, varie de 15 mm à 2000 mm par rapport à l'entrée de la conduite.

Les représentations graphiques de ces profils sont données sur les figures V.19 à V.22 pour chacune des vitesses étudiées.

Dans le tableau V.2, pour les vitesses étudiées, nous indiquons le nombre de Reynolds généralisé pour un fluide à seuil  $Re_s$  (relation 2) et la longueur d'établissement du régime dynamique  $L_e$  (relation 3) calculés à partir des lois de comportement données dans le chapitre III pour les différents états de structure :

- restructuré  $\lambda$  tend vers 1 :  $\tau_{\lambda \rightarrow 1} = 22,34 + 14,35\dot{\gamma}^{0,498}$
- déstructuré  $\lambda$  tend vers 0 :  $\tau_{\lambda \rightarrow 0} = 2,467\dot{\gamma}^{0,5598}$
- à l'équilibre :  $\tau_{\text{équilibre}} = 5,31 + 2,22\dot{\gamma}^{0,5497}$

$$(2) \quad Re_s = \frac{\rho \cdot \bar{U}^{2-n} \cdot D^n}{8^{n-1} \cdot K \cdot \left(\frac{3n+1}{4n}\right)^n} \cdot w^n \cdot (1-a^*)^{1+n}$$

$$(3) \quad L_e = D \cdot 0,06 \cdot Re_s$$

Le nombre de Reynolds  $Re_s$  est calculé pour un fluide restructuré, pour un fluide déstructuré et à l'équilibre, à partir des paramètres des lois de comportement présentées ci-dessus.

Nous pouvons conclure, d'après les valeurs présentées dans le tableau V.2, que nous avons toujours un régime établi pour un fluide thixotrope.

vitesse débitante	structure	$Re_s$	$L_e$ (mm)
33,4 mm/s	$\lambda \rightarrow 1$	0,12	0,21
	$\lambda \rightarrow 0$	0,96	1,73
	équilibre	0,61	1,1
66,9 mm/s	$\lambda \rightarrow 1$	0,38	0,68
	$\lambda \rightarrow 0$	2,61	4,71
	équilibre	1,92	3,47
101,4 mm/s	$\lambda \rightarrow 1$	0,74	1,34
	$\lambda \rightarrow 0$	4,76	8,57
	équilibre	3,79	6,83
196 mm/s	$\lambda \rightarrow 1$	2,15	3,87
	$\lambda \rightarrow 0$	12,3	22,1
	équilibre	10,9	19,6

tableau V.2

### **V.4.3. Discussion**

Les figures V.19 à V.22 montrent que les profils de vitesse évoluent dans la conduite au-delà de la longueur d'établissement du régime dynamique quelle que soit la loi de comportement utilisée. Le comportement thixotrope du fluide doit en être la cause.

Ces figures nous montrent très visiblement une restructuration du fluide. Cette évolution, qui doit être considérée comme une évolution dans le temps, est due aux propriétés de restructuration du fluide thixotrope. Le profil a tendance à s'aplatir.

Cette restructuration s'effectue à partir du centre de la conduite où le cisaillement est nul. Dans ces conditions les forces d'attraction sont suffisantes pour reconstituer un réseau structuré.

La conservation du débit impose une augmentation des vitesses de cisaillement à proximité de la paroi.

Il y a donc restructuration au centre de la conduite et déstructuration près de la paroi.

Nous constatons que les profils de vitesse évoluent peu, au moins à coeur de l'écoulement. Cette zone est comprise entre 150 et 300 mm pour la vitesse débitante de 33,4 mm/s (figure V.19) et 200 à 500 mm (figure V.21) pour la vitesse débitante de 101,4 mm/s. Nous sommes proches de l'équilibre structural.

Au-delà, nous voyons que la vitesse maximale du profil obtenu à 1750 mm (figure V.19 pour 33,4 mm/s de vitesse débitante) est supérieure à celle pour le profil obtenu à 300 mm. C'est un effet des propriétés thixotropes du fluide. Celui-ci est soumis, à la paroi, à de forts gradients pariétaux de vitesse de cisaillement qui entraînent une déstructuration progressive marquée par un "arrondissement" du profil.

Ces résultats vont dans le même sens que ceux énoncés lors de l'étude des pressions dans le chapitre IV.

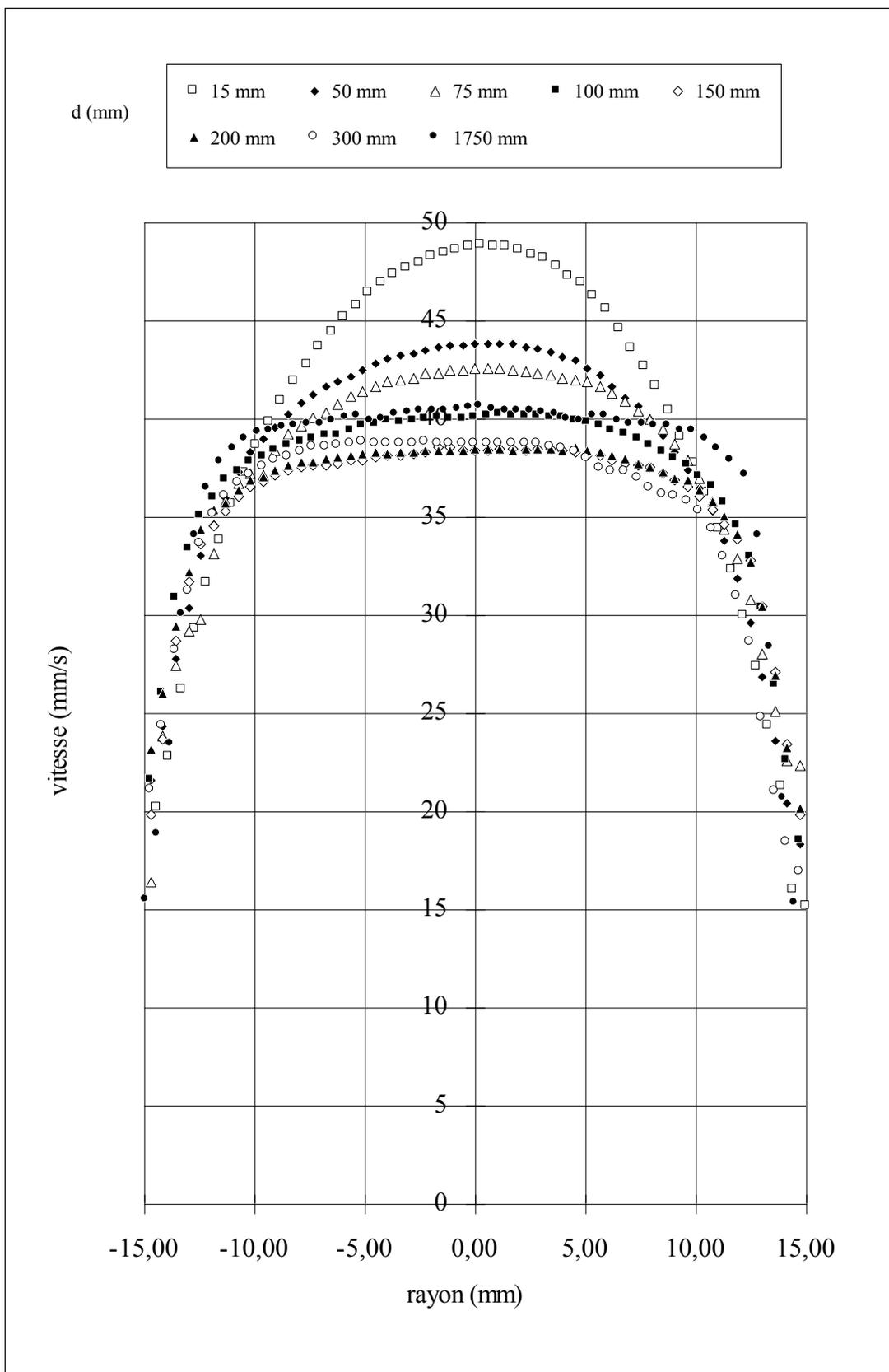


figure V.19

Evolution des profils de vitesse pour une vitesse débitante de 33,4 mm/s

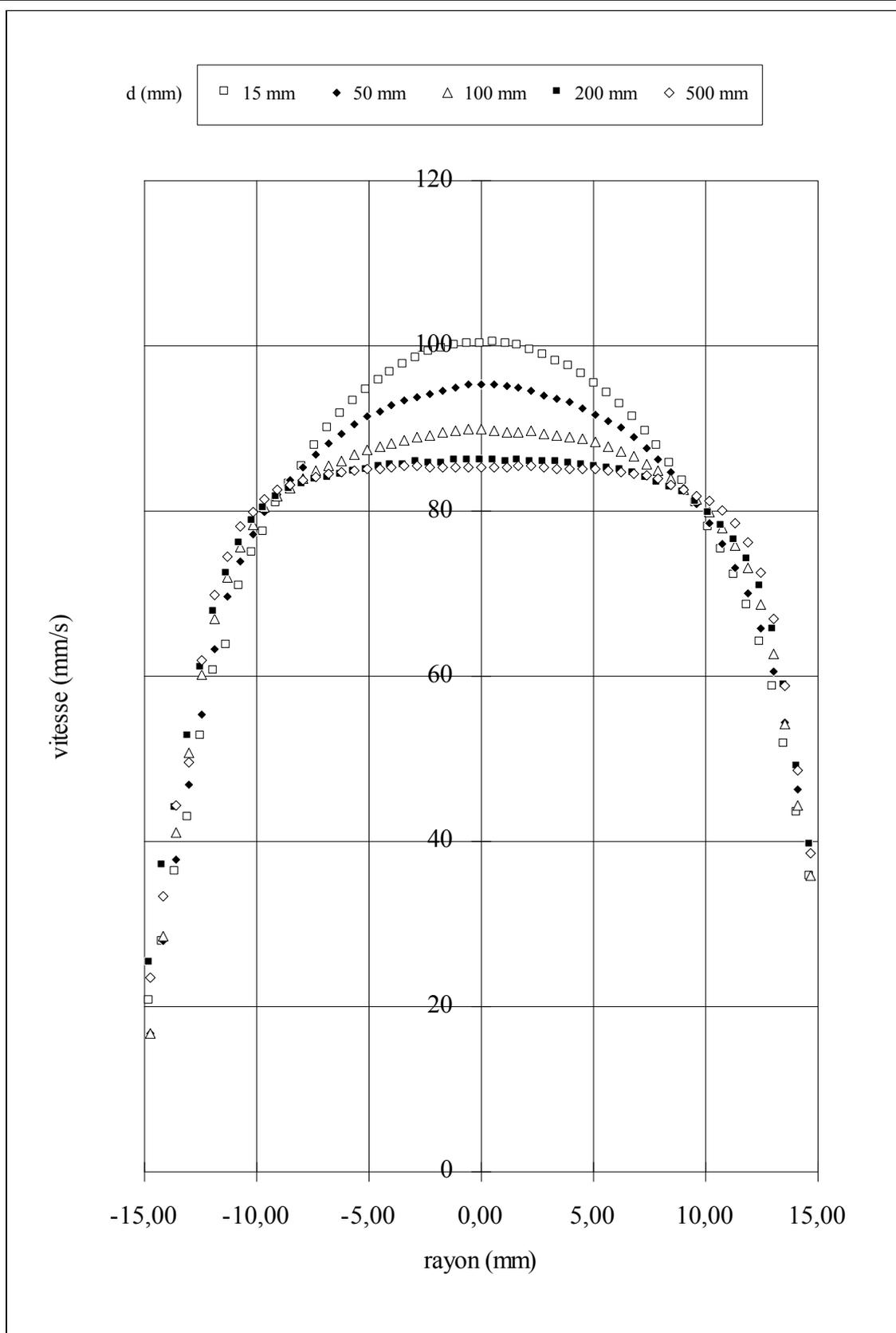


figure V.20  
Evolution des profils de vitesse pour une vitesse débitante de 66,9 mm/s

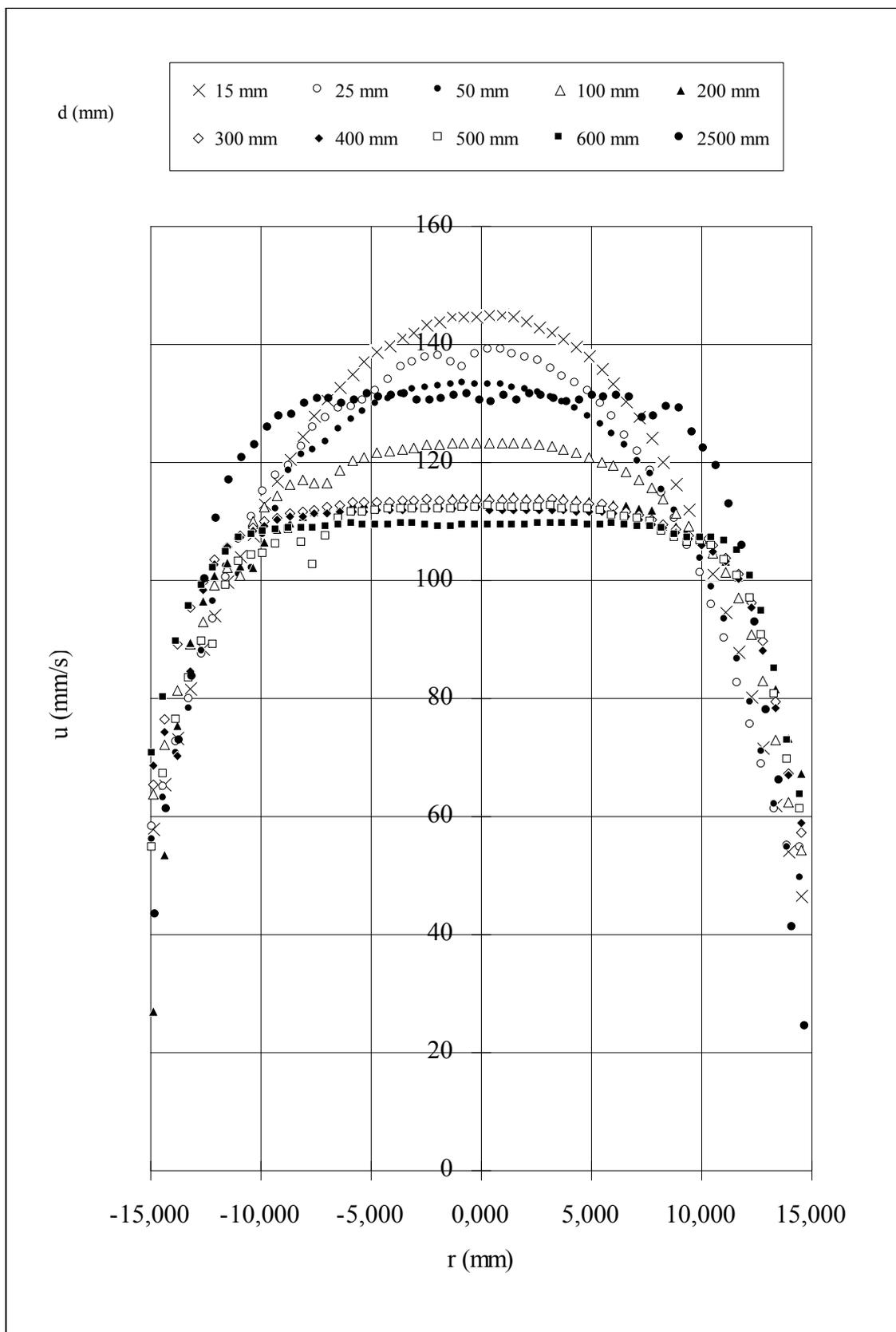


figure V.21  
Evolution des profils de vitesse pour une vitesse débitante de 101,4 mm/s

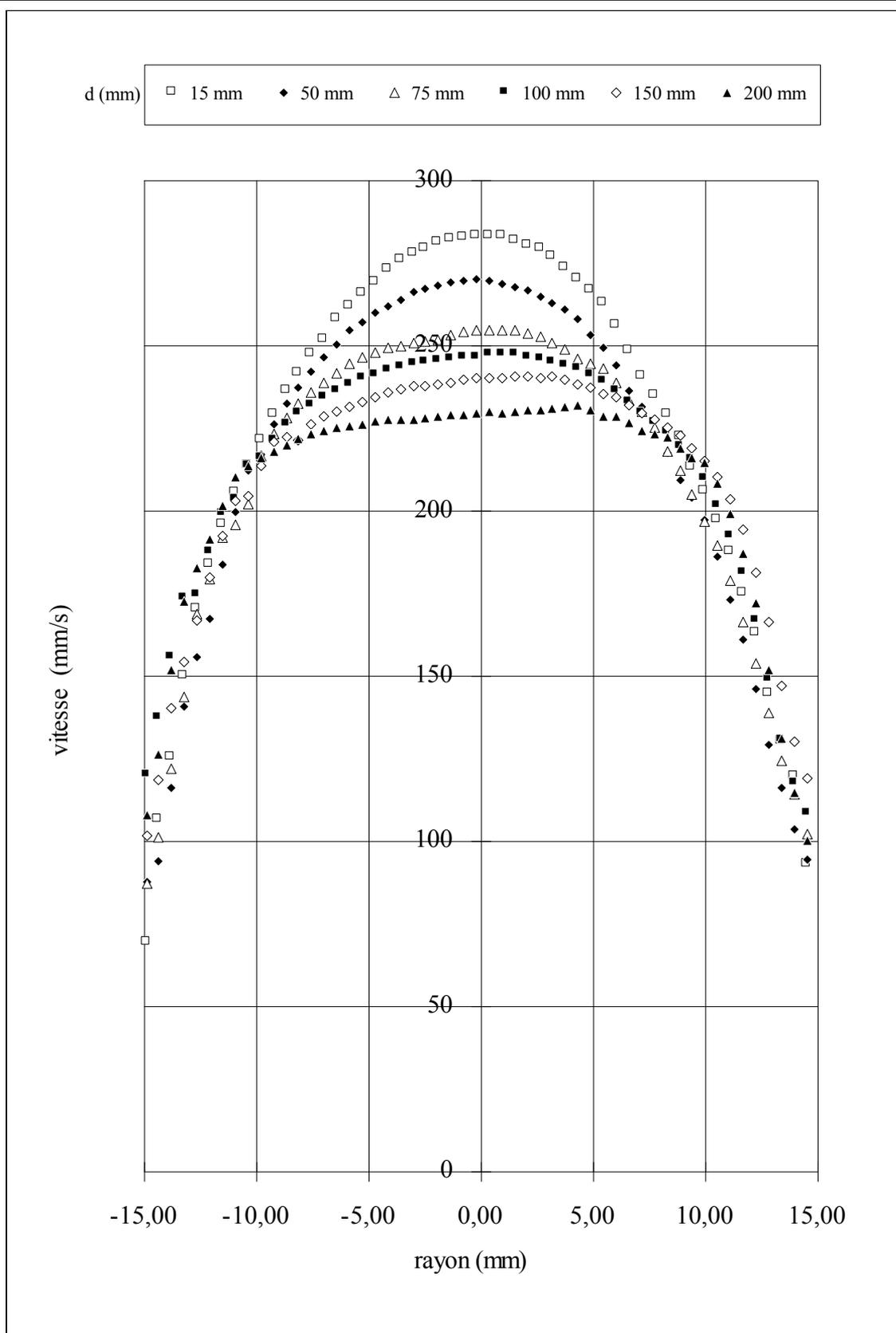


figure V.22  
Evolution des profils de vitesse pour une vitesse débitante de 196 mm/s

## **V.5. Simulation de l'évolution des profils de vitesse**

### **V.5.1. Présentation du problème**

Nous proposons une simulation de l'évolution des profils de vitesse le long de la conduite, à partir d'une relation contrainte - structure (4) et d'une cinétique d'évolution de celle-ci (5).

$$(4) \quad \tau = \tau_{\text{seuil}} \cdot \lambda + K(1 + e \cdot \lambda) \dot{\gamma}^n$$

$$(5) \quad \frac{d\lambda}{dt} = a \cdot (1 - \lambda) - b \lambda \dot{\gamma}$$

La relation contrainte - structure est composée d'un terme contrainte seuil et d'un terme consistance. La contrainte seuil est proportionnelle à la structure  $\lambda$ , la consistance est multiplier par une fonction linéaire de la structure  $\lambda$ .

Lorsque le paramètre  $e$  de la relation (4) est égal à zéro, nous retrouvons la relation contrainte - structure introduite pour modéliser les cycles d'hystérésis. Nous poserons  $e = 0$  pour faire la première simulation.

Cette simulation se passe en deux temps; premièrement, nous simulons l'évolution des profils de vitesse en considérant la restructuration du fluide au centre de la conduite; puis, nous simulons l'évolution des profils en considérant que le fluide se déstructure à proximité de la paroi.

La méthode de résolution est la suivante : Nous calculons les profils de vitesse dans des sections successives de l'amont vers l'aval. A un profil de vitesse donné correspond une valeur du paramètre de structure. Nous calculons la valeur du paramètre de structure dans la section suivante à partir de l'équation de cinétique. Nous calculons le profil de vitesse (6) correspondant à la nouvelle relation-contrainte - structure<sup>1</sup>.

$$(6) \quad u = \bar{U} \frac{3n+1}{n+1} \left[ 1 - \left( \frac{r/R - a^*}{1 - a^*} \right)^{\frac{1+n}{n}} \right] \cdot \frac{1}{w}$$

*remarque :* l'indice d'écoulement  $n$  est calculé à partir de la vitesse maximale du premier profil expérimental. Considérant dans ce cas que la valeur du paramètre de structure est nulle,

---

<sup>1</sup> $a^*$  et  $w$  ont été définis dans le chapitre I, § I.4.4.4.1., relations (74) et (75).

la relation contrainte - structure se réduit à  $\tau = K\dot{\gamma}^n$  pour laquelle la vitesse maximale théorique en conduite cylindrique est  $u_{\max} = \frac{3n+1}{n+1} \bar{U}$ , d'où la valeur de n.

La valeur de l'indice d'écoulement n est en moyenne de 0,29 si nous considérons l'ensemble des tests présentés dans le paragraphe précédent.

Cette valeur de n est très inférieure à 1 et comme le montre la figure V.23 ne modélise pas parfaitement le premier profil expérimentale.

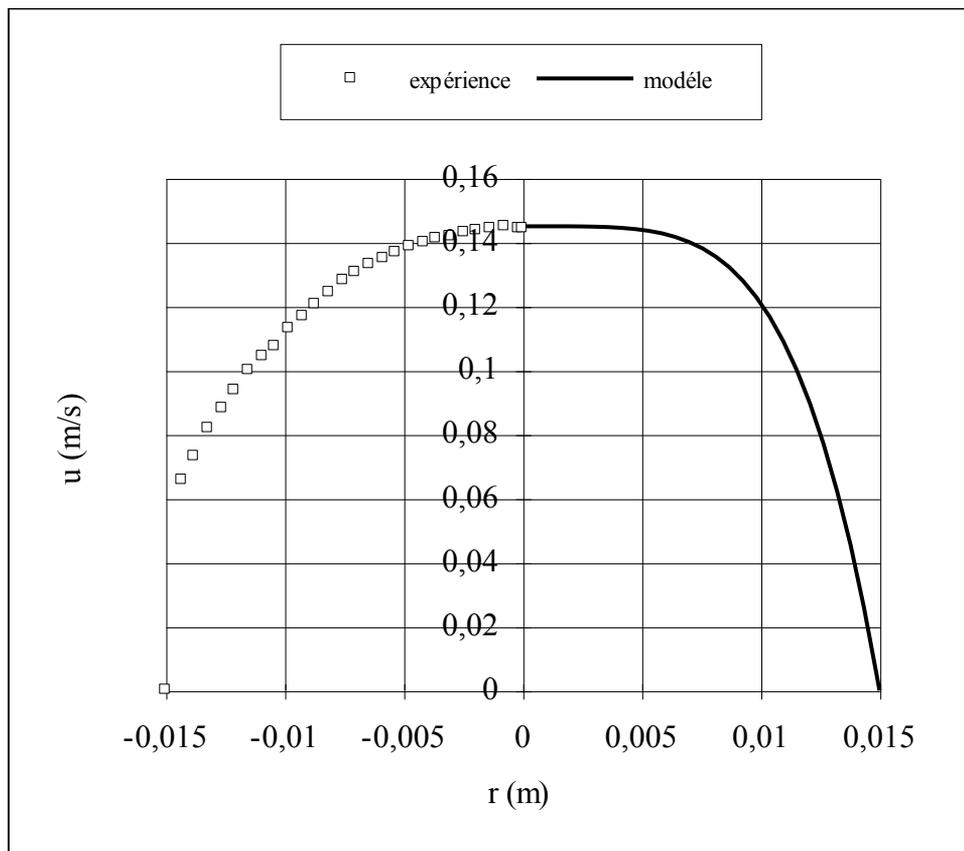


figure V.23  
Modélisation du premier profil expérimental.

Revenons sur la cinétique d'évolution du paramètre de structure, celle-ci est une équation différentielle en temps. Il faut considérer l'évolution dans l'espace, c'est à dire le long de la conduite, comme une évolution en temps. En considérant la vitesse débitante  $\bar{U}$ , nous pouvons écrire la cinétique en faisant apparaître la position z du profil de vitesse recherché.

$$(7) \quad \frac{d\lambda}{dz} = \frac{1}{\bar{U}} [a(1-\lambda) - b\lambda\dot{\gamma}]$$

Avant de présenter les résultats de cette simulation il est important de donner les valeurs des différents paramètres présents dans les relations.

Les paramètres a et b de restructuration et de déstructuration sont ceux déterminés lors de la modélisation des cycles d'hystéresis :

$$a = 0,55 \text{ s}^{-1} \qquad b = 0,51$$

La contrainte seuil  $\tau_{\text{seuil}}$  est celle déterminée lorsque le fluide est totalement restructuré, sa valeur est donc au minimum de 42 Pa, déterminée après 6 heures de repos ( voir § III.2.2.3.1), mais nous pensons qu'elle peut être supérieure. Nous prendrons une valeur raisonnable qui permet une bonne comparaison expérience - simulation.

### **V.5.2. Simulation de la restructuration**

Pour simuler l'aplatissement des profils de vitesse, nous considérons uniquement la partie restructuration de la cinétique (8). Celle-ci nous permet de calculer l'évolution de la structure au centre la conduite en fonction de la position z du profil.

$$(8) \quad \frac{d\lambda}{dz} = \frac{a}{U} (1-\lambda)$$

Pour résoudre cette équation il faut une condition initiale correspondant au premier profil. D'après la forme très arrondie du premier profil et toute l'étude faite dans le cône, nous penser que le fluide est très déstructuré. Nous prenons donc  $\lambda = 0$  dans la première section.

La simulation a été réalisée pour une vitesse débitante de 101mm/s, afin de comparer les résultats à l'expérience.

#### **V.5.2.1. Thixotropie de seuil**

Dans un premier temps, nous allons considérer une thixotropie de seuil. Dans ce cas le paramètre e de la relation (4) est nul; la consistance est constante :

$$(9) \quad \tau = \tau_{\text{seuil}} \cdot \lambda + K\dot{\gamma}^n$$

Nous prenons  $K = 2,7 \text{ Pa}\cdot\text{s}^n$ , comme nous l'avons fait pour les cycles d'hystéresis. Dans ce cas, nous obtenons une bonne simulation (figure V.24) lorsque nous donnons aux paramètres  $\tau_{\text{seuil}}$  et a les valeurs suivantes :

$$\tau_{\text{seuil}} = 70 \text{ Pa} \qquad a = 0,1 \text{ s}^{-1}$$

Le paramètre de restructuration est inférieur à celui déterminé lors de l'étude des cycles d'hystéresis qui vallait  $0,55 \text{ s}^{-1}$ . La contrainte seuil est supérieure à celle que nous avons trouvée après 6 heures de repos mais reste raisonnable.

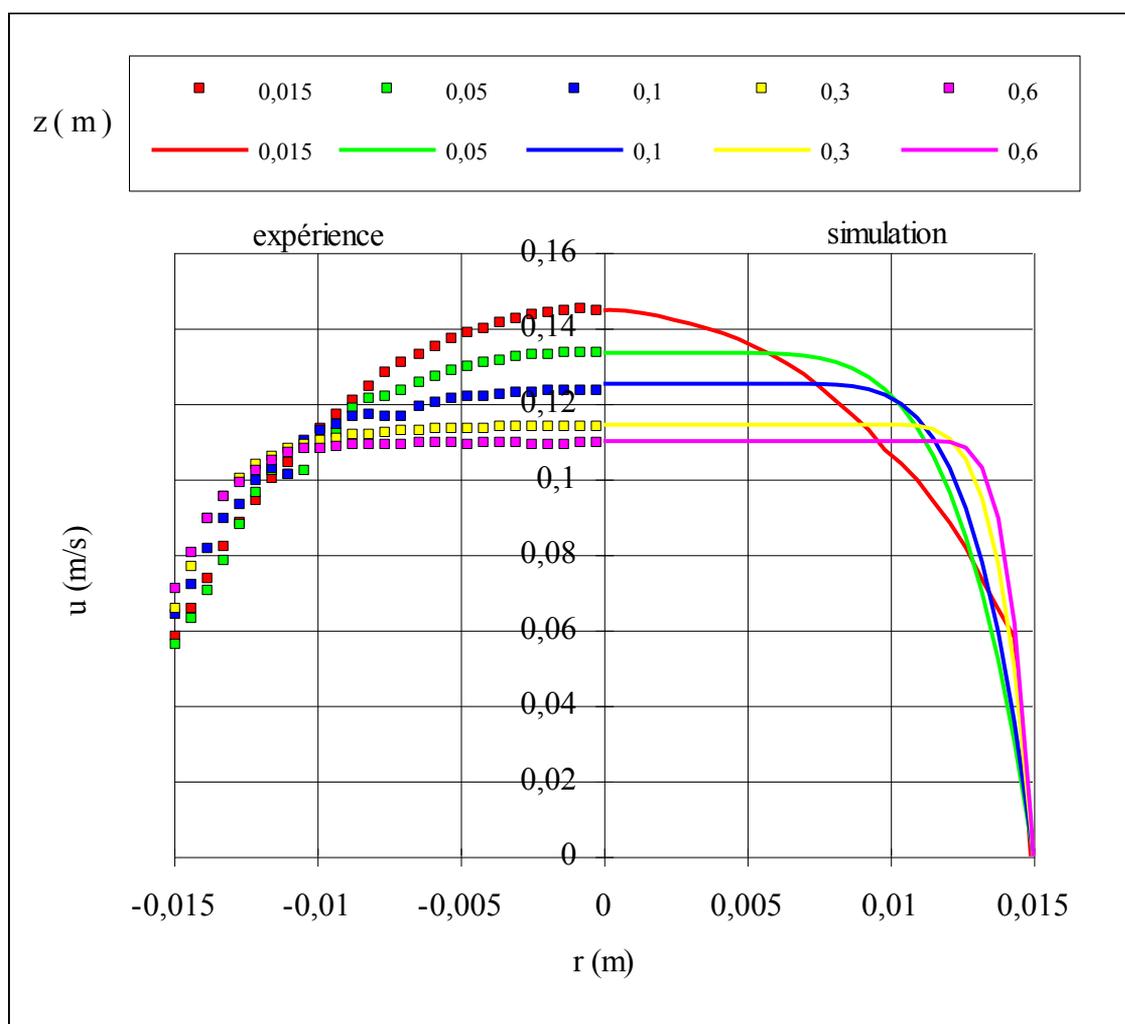


figure V.24

Comparaison simulation / expérience pour une vitesse débitante de 0,101 m/s.

### V.5.2.2. Thixotropie de seuil et de consistance

Pour simuler l'évolution des profils de vitesse en considérant une thixotropie de seuil et de consistance, nous prenons la loi de comportement définie par la relation (4). Dans celle-ci, la consistance  $K$  est multipliée par une fonction linéaire de la structure.

En conservant pour le paramètre de restructuration  $a$  la valeur trouvée lors de l'étude des cycles d'hystéresis, c'est à dire  $a = 0,55 \text{ s}^{-1}$ , nous obtenons une bonne simulation (figure V.25) avec les paramètres suivants :

$$\tau_{\text{seuil}} = 55 \text{ Pa}$$

$$K = 12 \text{ Pa.s}^n$$

Dans ce cas, le paramètre  $e$  doit prendre la valeur suivante :

$$e = -0,625$$

Ce résultat signifie que lorsque le paramètre de structure augmente, la consistance diminue. Cela va à l'opposé des résultats rhéologiques présentés dans le paragraphe III.2.3.1 du chapitre III; la consistance diminue lorsque le fluide se déstructure.

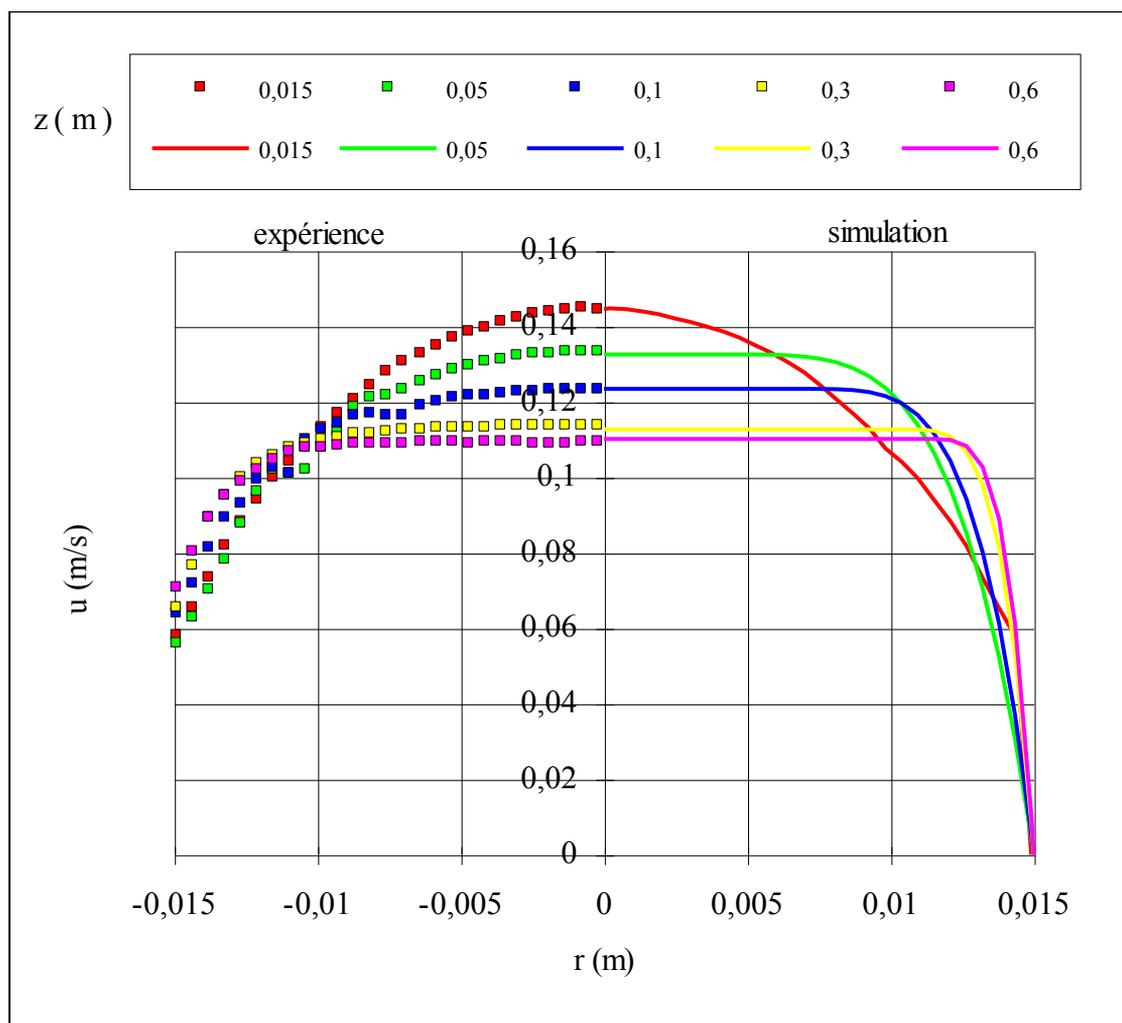


figure V.25

Comparaison simulation / expérience pour une vitesse débitante de 0,101 m/s.

Comme le montre la figure V.26, la valeur de la structure au centre de la conduite est proche de l'unité après une longueur d'écoulement de 0,6 m; le fluide s'est totalement restructuré au centre de la conduite.

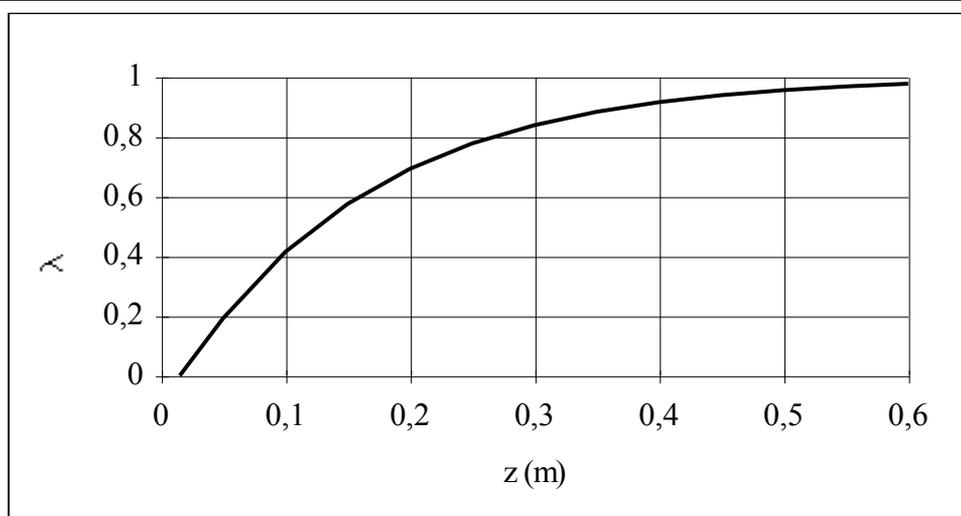


figure V.26

Evolution du paramètre de structure au centre de la conduite.

### V.5.3. Déstructuration de l'écoulement

Pour simuler la déstructuration de l'écoulement il est nécessaire d'utiliser la cinétique de variation de  $\lambda$  en gardant les deux composantes (10). Si nous n'utilisons que la partie déstructuration alors  $\lambda$  évolue de 1 à 0 et nous retrouvons l'évolution inverse à celle décrite précédemment.

$$(10) \quad \frac{d\lambda}{dz} = \frac{1}{U} [a(1-\lambda) - b\lambda\dot{\gamma}]$$

Cette cinétique est fonction d'une vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$ . Quelle vitesse de cisaillement devons nous considérer, en sachant que c'est elle qui provoque la déstructuration ?

- Au centre de la conduite, dans la zone plastique,  $\dot{\gamma}$  est nulle,
- A la paroi  $\dot{\gamma}$  est très importante et le fluide est totalement déstructuré,

- Reste la zone de transition proche de la zone plastique pour laquelle les vitesses de cisaillement sont faibles, et le paramètre de structure grand. C'est dans cette zone que se développe la déstructuration.

Le cisaillement est une valeur locale, pour résoudre notre problème nous prenons une valeur moyenne. Cette moyenne est calculée sur la moitié de la zone cisailée qui est la plus proche du centre de l'écoulement. Nous trouvons un cisaillement moyen de  $3 \text{ s}^{-1}$ .

Dans le cas que nous étudions, les paramètres  $a = 0,55 \text{ s}^{-1}$  et  $b = 0,51$  définissent non seulement les vitesses de restructuration et de déstructuration, mais aussi la valeur limite que peut prendre le paramètre de structure.

La simulation que nous présentons sur la figure V.27 montre que une bonne correspondance avec expérience même si nous ne possédons que les deux profils extrêmes. La figure V.28 montre l'évolution de la structure calculée au centre de la conduite. Après la restructuration le paramètre tendait vers 1, la déstructuration a entraîné sa diminution jusqu'à une valeur limite.

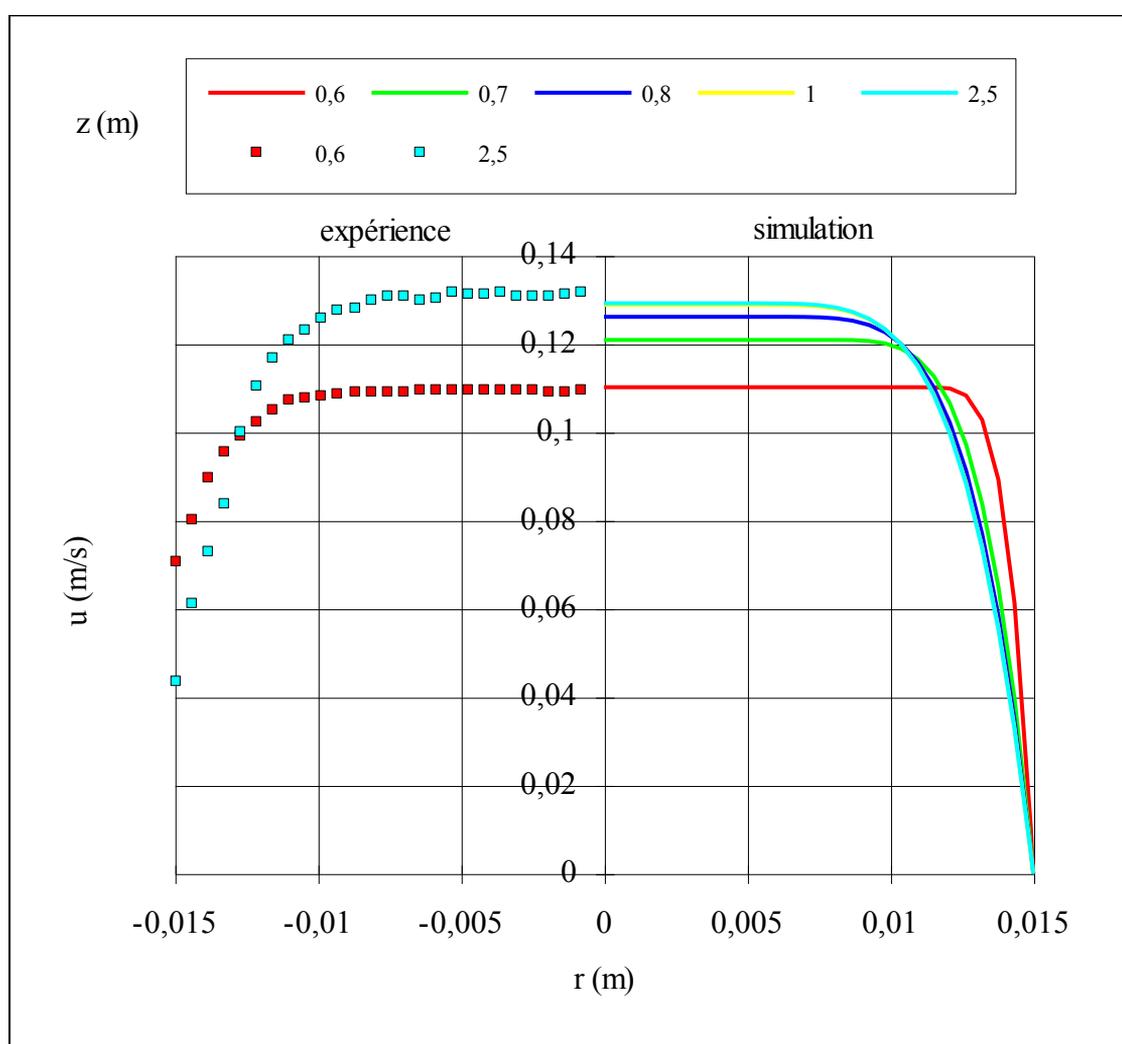


figure V.27  
Evolution des profils lors de la déstructuration pour une vitesse de 0,101 mm/s.

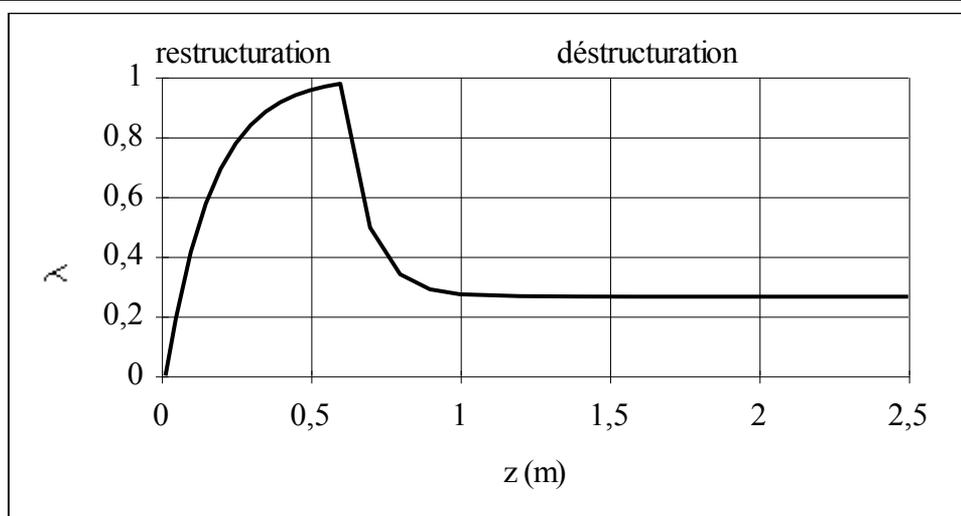


figure V.28

Evolution du paramètre de structure au centre de la conduite.

#### **V.5.4. Conclusion**

La simulation que nous avons présentée modélise correctement l'évolution des profils, et ceci parce que nous avons modélisé en deux temps cette évolution. Dans un premier temps la restructuration prend le pas sur la déstructuration. L'aplatissement des profils entraîne, à cause de la conservation du débit, une augmentation du cisaillement pariétal, la déstructuration commence mais n'est pas sensible. La déstructuration devient primordiale lorsque la restructuration s'achève. Alors les profils de vitesse tendent vers une limite.



## **Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons étudié l'influence de la structure du fluide sur l'écoulement, en observant l'évolution des profils de vitesse dans la conduite cylindrique. Et inversement nous avons montré l'influence de la géométrie de la veine de mesure sur la structure du fluide; c'est l'étude menée dans le cône.

Le passage dans le cône a une action déstructurante sur le fluide. Cela se traduit à l'entrée de la veine d'essais par un profil parabolique. La déstructuration dans le cône a pu être expliquée par l'importance du gradient pariétal de vitesse tandis que le fluide s'écoule à faible vitesse au centre du cône. Ceci provoque une forte déstructuration du fluide.

En ce qui concerne l'étude dans la conduite cylindrique, nous pouvons faire un parallèle entre l'évolution des profils de vitesse et l'évolution des  $\Delta P$  afin d'établir une mécanique des fluides thixotropes. Ce parallèle peut se faire aussi bien sur les mesures faites dans le temps que sur celles faites dans l'espace.

Dans le temps, l'évolution des profils, dans une section donnée, montre un retard au démarrage. Pendant cette période nous avons montré une augmentation importante de la pression. A partir du moment où il y a écoulement, nous voyons un arrondissement du profil qui entraîne une diminution du gradient pariétal de vitesse. Cet arrondissement est dû à la déstructuration du fluide. Si le gradient pariétal diminue alors la contrainte pariétale et  $\Delta P$  diminuent.

A l'entrée de la conduite, nous observons un aplatissement des profils lié à la restructuration du fluide. A cause de la conservation du débit, le gradient pariétal de vitesse augmente entraînant une augmentation de  $\Delta P$ . En aval de cette zone de restructuration nous observons une déstructuration du fluide qui se caractérise par l'arrondissement des profils et une diminution du gradient pariétal de vitesse. Cela entraîne une diminution de  $\Delta P$ .

La valeur de la perte de charge est liée à la forme du profil de vitesse; à un gradient pariétal élevé correspond une perte de charge élevée et inversement. Dans le cas de notre fluide thixotrope, le gradient pariétal de vitesse est largement influencé par la structure du fluide au sein de l'écoulement et l'évolution du celle-ci.

## *Conclusion Générale*



L'importance de la thixotropie n'est pas à démontrer. En effet, il est nécessaire de bien connaître le comportement des fluides complexes rencontrés dans l'industrie. Ces fluides ont généralement des propriétés dépendantes du temps. Afin de les mettre en écoulement, il faut connaître les mécanismes qui gouvernent ceux-ci. Pourtant peu d'études ont été réalisées jusqu'à présent sur l'écoulement de ces fluides. C'est ce que montre l'étude bibliographique.

Notre travail de thèse répond donc à une attente puisqu'il apporte des informations nouvelles sur l'écoulement et la rhéologie d'un fluide modèle thixotrope. Dans notre cas, ce fluide est un mélange d'argile (le Veegum) et de carboxyméthyl-cellulose de sodium.

Si le travail est original car peu d'études ont été faites, il l'est aussi par le principe utilisé pour générer l'écoulement du fluide. Après avoir retrouvé sa structure dans un réservoir de repos, le fluide est mis en écoulement à vitesse débitante imposée par un piston qui le pousse. Le déplacement du piston est contrôlé par un automate programmable.

Les études rhéologiques de fluides thixotropes ne manquent pas. Nous apportons une contribution en présentant un modèle basé sur la loi de comportement d'un fluide à seuil. Dans cette dernière, la contrainte seuil est influencée par la structure du fluide représenté par le paramètre  $\lambda$ .

$$\tau = \tau_{\text{seuil}} \cdot \lambda + K\dot{\gamma}^n$$

Cette relation contrainte - structure est accompagnée d'une cinétique d'évolution du paramètre de structure.

$$\frac{d\lambda}{dt} = a \cdot (1 - \lambda) - b\lambda\xi^s t^r$$

Dans ce modèle, nous faisons intervenir le taux de variation de la vitesse de cisaillement  $\xi$ . Cette description permet de modéliser les cycles d'hystéresis obtenus à vitesse de cisaillement imposée sur le rhéogoniomètre de Weissenberg. Nous avons aussi utilisé ce modèle pour simuler l'écoulement en conduite de ce fluide modèle.

En ce qui concerne l'écoulement en conduite proprement dit, après avoir montré que le fluide est déstructuré lors du passage dans le cône de rétrécissement, nous avons mis en évidence qu'il existait une zone, à l'entrée de la veine de mesures, dans laquelle le fluide se restructurait. Cette restructuration entraîne un aplatissement des profils de vitesse et une augmentation de la chute de pression dans cette zone. En aval de cette zone, le fluide a tendance à se déstructurer de nouveau, les profils de vitesse s'arrondissent et les chutes de

pression diminuent. L'étude de la chute de pression entre deux points de la conduite et l'étude vélocimétrique donnent des résultats qui vont dans le même sens.

\* \* \*

Les premiers résultats obtenus avec cette nouvelle veine d'essais sont encourageants mais d'autres essais pourraient être réalisés pour comprendre encore mieux les mécanismes de déstructuration et de restructuration de ce fluide modèle. Le caractère thermodépendant de notre fluide modèle thixotrope peut faire l'objet d'une étude approfondie. Cette étude permettrait peut être de mettre en évidence l'influence du changement de structure sur le chauffage du fluide.

Du point de vue de la vélocimétrie ultrasonore, de nombreuses expériences peuvent être réalisées avec le nouveau vélocimètre. Ce dernier permet l'utilisation de plusieurs sondes vélocimétriques. Cela nous donnera la possibilité de connaître les composantes axiale et radiale de la vitesse simultanément, en un point. Nous pourrions ainsi définir complètement le champ de vitesses dans le cône de rétrécissement et mieux comprendre la déstructuration du fluide dans cette partie de la veine d'essais.

En ce qui concerne la simulation numérique, elle a été réalisée à partir de l'équation de cinétique du paramètre de structure. Une meilleure connaissance de la loi de comportement et une définition de la cinétique en fonction non seulement du temps mais aussi de l'espace nous permettraient de considérer le problème du point de vue de la mécanique des milieux continus en résolvant les équations de bilan. Dans ce cas, il faudrait prendre comme système la veine de mesure dans sa totalité et prendre en considération le piston (paroi mobile) et le cône de rétrécissement.

*Références  
Bibliographiques*



## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] GERMAIN P., Lois de comportement. Cours de mécanique des milieux continus. Ed Masson et Cie (1973).
- [2] FREUNDLICH H et RAWITZER W., dans *Kolloid Z.*, 1927 pp. 41-102.
- [3] Dictionnaire de rhéologie, Groupe Français de Rhéologie, 1988.
- [4] DOUBLIER J.L., CASTELAIN C., LEFEBVRE J., FLAUD P; et QUEMADA D., Système caroube-xanthane a faible teneur en xanthane : viscoélasticité, écoulement et thixotropie. Acte du 3ème colloque T.I.F.A.N. 1990 pp. 1-12.
- [5] RUCKENSTEIN E. et MEWIS J., Kinetics of structural changes in thixotropic fluids. *Journal of colloid and interface sciences*, 1973, 44, pp. 532-541.
- [6] SESTAK J., ZITNY R. et HOUSKA M., *Dynamika tixotropnich kapalin*. Compte rendu de l'académie de Tchécoslovaquie, 1990, Edition ACADEMIA PRAHA.
- [7] ZITNY R., Influence of dissipative heating and thixotropy upon flow of non-newtonian fluids in a tube, Thèse de la faculté de mécanique et d'ingeneering de Prague, 1976.
- [8] HOUSKA M., Rheological models of thixotropic fluids, Thèse de la faculté de mécanique et d'engineering de Prague, 1976.
- [9] LAPASIN R., ALESSANDRINI A., STURZI F., A procedure for the definition of the thixotropic inelastic model, *PROC. VIII Rheol. Congress, NAPLES 2 (1980)*, p. 563-564
- [10] WELMANN R.N., breakdown of thixotropic structure as function of time. *Journal of applied physics*, 1943, 14, pp. 343-350.
- [11] KEMBLOWSKI Z. et PETERA J., Rheological characterization of thixotropic fluids. *Rheologica acta*, 1979, 18, pp.702-710.
- [12] KEMBLOWSKI Z. et PETERA J., A generalized rheological model of thixotropic materials. *Rheologica acta*, 1980, 19, pp.529-538.

- [13] DOLZ-PLANAS M., ROLDAN-GARCIA C., HERRAEZ-DOMINGUEZ J.V. et BELDA-MAXIMINO R., Thixotropy of different concentrations of microcrystalline cellulose : sodium carboxymethylcellulose gels. *Journal of pharmaceutical sciences*, 1991, 80, pp. 75-79.
- [14] HUANG C.R., SISKOVIC, N., ROBERTSON R.W., FABISIAK W., SMITHEBERG E.H. et COPLEY A.L., Quantitative caractérisation of thixotropy of whole blood. *Biorheology*, 1975, 12, pp. 279-282.
- [15] HUANG C.R., PAN W.D., CHEN H.Q. et COPLEY A.L., Thixotropic properties of whole blod from healthy human subjects. *Biorheology*, 1987, 25, pp. 795-801.
- [1] AGUILLAR C., RIVZI S.S.H., RAMIREZ J.F. et INDA A., Rheological behavior of processed mustard. I: effect of milling treatment. *Journal of texture studies*, 1991, 22, pp.59-84.
- [17] MARTINEZ-PADILLA L.P. et HARDY J., Quantifying thixotropy of bechamel sauce under constant shear stress by phenomenological and empirical models. *Journal of texture studies*, 1989, 20, pp.71-85.
- [18] MARTINEZ - PADILLA L.P., Etude de la thixotropie de sauces amylicées. Application à la modélisation de leur écoulement en régime non stationnaire. Thèse de l'INP Lorraine 1988.
- [19] MASSAGUER-ROIG S., RIVZI S.S.H. et KOSIKOWSKI F.V., Characterization of thixotropic behavior of soft cheeses. *Journal of food sciences*, 1984, 49, pp. 668-670 et 684.
- [20] DE KEE D., CODE R.K. et TURCOTTE G., Flow properties of Time-Dependent Foodstuffs. *Journal of rheology*, 1983, 27, pp.581-604.
- [21] MAINGONNAT J.F. et BENEZECH T., Modélisation de la thixotropie d'une solution de carboxymethylcellulose et de silicate d'aluminium. Acte du 4ème colloque T.I.F.A.N. 1991 pp. 1-8.
- [22] MAINGONNAT J.F., GRADECK M. et BENEZECH T., Caractérisation rhéologique des solutins de carboxymethylcellulose chargées en argile ; étude spécifique de la thixotropie. Acte du 3ème colloque T.I.F.A.N. 1990 pp. 13-20.
- [23] DOLZ M., HERRAEZ J.V., SOBRINO P., BELDA R. et HERRAEZ M., The effects of electrolyte concentration on the thixotropic behaviour of microcrystalline cellulose sodium carboxymethyl-cellulose gels, *Journal of dispersion science and technology*, 1991, 82, pp. 199-218.

- [24] METZNER A.B. et REED J.C.C, Flow of non-newtonian fluids correlation of the laminar transition and turbulent flow regions. A.I.Ch.E. journal, 1955, 1, pp. 434-440.
- [25] KEMBLOWSKI Z. et PETERA J., Memory effects during the flow of thixotropic fluids in pipes. Rheologica acta, 1981, 20, pp.311-323.
- [26] DZIUBINSKI M. et PETERA J., Laminar flow of some inelastic time-dependent fluids in pipes. Rheologica acta, 1984, 23, pp.261-265.
- [27] TOURE A. Hydraulique en charge d'un fluide thixotrope, Thèse de l'INP Grenoble 1994.
- [28] BOGER D.V., HUR D.U et BINNINGTON R.J., Further observations of elastic effects in tubular entry flows, Journal of non-Newtonian fluid mechanics, 1985, 20, pp 31-49.
- [29] BOGER D.V. et BINNINGTON R.J., Circular entry flows of fluid M1, Journal of non-Newtonian fluid mechanics, 1990, 35, pp 339-360.
- [30] PERONNEAU P., 1991, Vélocimétrie Doppler, Applications en pharmacologie cardiovasculaire animal et clinique, Les Editions INSERM, Techniques en ... ISBN 2-8559-8471-8.
- [31] CHENG D.C-H , Yield stress : a time dependent property and how to measure it, Rhéol. Acta, 1986, 25, pp. 542-554.
- [32] PADET J. Fluide en Ecoulement, Méthodes et modèles, Edition MASSON 1991 ISBN 2-225-82092-9.