



**HAL**  
open science

# Écoulement et ségrégation dans des pâtes granulaires modèle

Marie Lenoble

► **To cite this version:**

Marie Lenoble. Écoulement et ségrégation dans des pâtes granulaires modèle. Dynamique des Fluides [physics.flu-dyn]. Université Sciences et Technologies - Bordeaux I, 2005. Français. NNT: . tel-00011486

**HAL Id: tel-00011486**

**<https://theses.hal.science/tel-00011486>**

Submitted on 28 Jan 2006

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

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





N° d'ordre : 3039

# THÈSE

présentée à

l'université Bordeaux I

École doctorale des sciences chimiques

par Marie LENOBLE

pour obtenir le grade de

Docteur

Spécialité : physico-chimie de la matière condensée

---

## Écoulement et ségrégation dans des pâtes granulaires modèle

---

Soutenue le 17 octobre 2005

Après avis de :

M. Lydéric BOCQUET      Rapporteur  
M. Daniel LHUILLIER      Rapporteur

Devant la commission d'examen formée de :

M. Lydéric BOCQUET      Rapporteur  
M. Georges CHOUNET  
M. Hamid KELLAY  
M. Daniel LHUILLIER      Rapporteur  
M. Bernard POULIGNY  
M. Philippe RICETTI      Président



# Remerciements

Ce travail a été effectué au Centre de Recherche Paul-Pascal, à Bordeaux. Je remercie son directeur, Philippe Barois, de m’y avoir accueillie pendant ces trois années.

Je tiens également à remercier la DGA et la SNPE-Matériaux Énergétiques, pour le soutien financier accordé à ce travail. Pour l’intérêt qu’ils ont porté à cette thèse, et nos discussions à son sujet, je voudrais remercier Michèle Herbeaux, Marie Gaudré, Virginie Marchetto, Christine Marraud, Francine Stankiewicz et tous ceux chez SME que je n’oublie pas, mais qu’il serait trop long de citer ici.

Bernard Pouligny m’a encadrée pendant ces trois ans, je tiens à le remercier, pour sa disponibilité et sa rigueur scientifique, mais aussi, et surtout, pour son humour pince-sans-rire et sa gentillesse.

Sans l’aide de Patrick Snabre, ce manuscrit aurait certainement contenu moins de pages. Je tiens à lui exprimer toute ma reconnaissance pour son implication dans mon travail.

Lydéric Bocquet et Daniel Lhuillier ont accepté la lourde tâche de rapporter ce manuscrit, je les remercie pour le soin qu’ils ont apporté à cette tâche.

Ma gratitude va également à Georges Chounet, Hamid Kellay et Philippe Richetti pour avoir bien voulu participer au jury.

Le travail présenté dans ce manuscrit n’aurait pas pu être réalisé sans l’aide de la cellule instrumentation et celle de l’atelier mécanique. Merci donc à Ahmed Bentaleb, Pascal Merzeau, Philippe Barboteau, Jean-Yves Juanico, Emmanuel Texier et Jacky Vergès.

À mon arrivée au labo, je ne me croyais pas capable de regrets le jour du départ. Et pourtant... Pour ce pincement au cœur, je remercie : Catherine qui m’a passé le relais, François N., Laurence et Harald, Damien le viking, Sébastien le chercheur de baby-sitters, Cyprien le prosélyte, Pascale et ses débats de la cantine, Frédo et ses salutations distinguées,

Sylwia, Amélie mm-mm mm-mm, Cécile le cordon-bleu, Arash le latin-lofeur et Jérémie dit Sarouman.

Les remerciements, ça n'arrive pas qu'aux autres, donc merci Pierre pour avoir été ce coq vaillant et serein au milieu des zouzeries du poulailler n°10. Merci Gaël et Karine pour les piailllements, les batailles d'eau et la bonne humeur partagés à travers la cloison qui vous séparait de ce même poulailler.

Patrick et François, malgré vos carences manifestes en matière de  $m$ ,  $E$ ,  $t$ ,  $\vec{r}$  ou  $\lambda$ , je vous dois beaucoup de bons moments et de plus ou moins *fruitless discussions*. Que Xému soit toujours avec vous.

JB et Lydiane, votre amitié a été très précieuse pendant ces trois ans. Merci pour votre soutien dans les périodes de vague à l'âme, les blagues qui ne faisaient rire que nous, les confidences, les mails à caractère poétique, les bonnes bières, et j'en passe. J'espère que nous nous reverrons.

Enfin, un grand merci à ma famille et surtout à Guillaume, qui a patiemment supporté les allers-retours en TGV et les week-ends écourtés. J'espère que le temps qui vient sera plus apaisé.

# Table des matières

<b>1</b>	<b>Généralités sur les milieux granulaires</b>	<b>17</b>
1.1	Introduction . . . . .	17
1.2	Quelques propriétés remarquables des milieux granulaires mouillés . . . . .	18
1.2.1	Fraction volumique au repos . . . . .	19
1.2.2	Coefficients viscométriques d'une suspension . . . . .	19
1.2.3	Hydrodynamique non locale . . . . .	21
1.2.4	Migration sous écoulement . . . . .	23
1.3	Granulaires polydisperses : manifestations de la ségrégation . . . . .	30
1.3.1	Granulaires vibrés : effet des noix du Brésil . . . . .	30
1.3.2	Expériences en tambour tournant . . . . .	32
1.3.3	Autres géométries . . . . .	34
1.4	Conclusion . . . . .	36
<b>2</b>	<b>Pâte granulaire modèle et dispositifs expérimentaux</b>	<b>39</b>
2.1	Principe général . . . . .	39
2.2	Les constituants du mélange . . . . .	39
2.2.1	Billes . . . . .	39
2.2.2	Fluides adaptés en indice . . . . .	41
2.2.3	Marqueurs fluorescents . . . . .	42
2.3	Cellules de cisaillement . . . . .	48
2.4	Dispositifs d'observation des échantillons . . . . .	50
2.4.1	L'oléarium . . . . .	50
2.4.2	Éclairage par nappe laser : champs de concentration et de vitesse . . . . .	50
2.4.3	Speckle : localisation de la vitesse . . . . .	52
2.4.4	Poursuite de particules : écoulements secondaires . . . . .	55
2.5	Rhéométrie . . . . .	56
2.6	Comparaison de nos expériences avec les conditions industrielles . . . . .	57



<b>3</b>	<b>Comportement sous cisaillement d'une pâte granulaire monodisperse</b>	<b>59</b>
3.1	Introduction . . . . .	59
3.2	Description de l'écoulement principal en géométrie plan-plan . . . . .	59
3.2.1	Profils de vitesse . . . . .	60
3.2.2	Variation de fraction volumique sous cisaillement . . . . .	62
3.2.3	Glissement . . . . .	63
3.2.4	Portée des écoulements . . . . .	64
3.2.5	Rhéologie . . . . .	67
3.3	Modèle d'écoulement entre deux plaques parallèles . . . . .	68
3.3.1	Équations à résoudre . . . . .	68
3.3.2	Résultats du modèle . . . . .	70
3.4	Écoulement secondaire en plan-plan . . . . .	74
3.4.1	Expérience de poursuite de particules . . . . .	74
3.4.2	Observations complémentaires . . . . .	76
3.4.3	Discussion sur l'origine de l'écoulement secondaire en plan-plan . . . . .	77
3.5	Écoulement principal en géométrie Couette . . . . .	79
3.5.1	Profils de vitesse . . . . .	79
3.5.2	Glissement . . . . .	81
3.5.3	Portée des écoulements . . . . .	82
3.5.4	Variation de fraction volumique sous écoulement . . . . .	85
3.6	Généralisation du modèle d'écoulement ? . . . . .	86
3.7	Écoulement secondaire en géométrie Couette . . . . .	87
3.7.1	Observation : poursuite de particule . . . . .	87
3.7.2	Discussion sur l'origine des écoulements secondaires en Couette . . . . .	88
3.8	Instabilités et caractère non newtonien du fluide . . . . .	93
3.9	Conclusion sur le comportement en monodisperse . . . . .	94
<b>4</b>	<b>Comportement sous cisaillement d'une pâte granulaire polydisperse : ségrégation</b>	<b>97</b>
4.1	Introduction . . . . .	97
4.2	Conditions de référence : $\Phi_P^s = 16\%$ , $\Phi_G^s = 84\%$ et $\Delta\rho = 0,3 \text{ g/cm}^3$ . . . . .	98
4.2.1	Figures de ségrégation . . . . .	98
4.2.2	Cinétique . . . . .	105
4.2.3	Signature rhéologique . . . . .	107
4.3	Influence de la distribution granulométrique . . . . .	108
4.3.1	Proportions inversées : figures de ségrégation . . . . .	108

4.3.2	Cinétique en fonction de la composition . . . . .	112
4.3.3	Ségrégation dans une pâte « monodisperse » . . . . .	112
4.3.4	Ségrégation dans une pâte trimodale . . . . .	114
4.4	Rôle de la densité du fluide suspendant . . . . .	118
4.4.1	Fluide <i>presque</i> adapté en densité : $\Delta\rho'=0,05 \text{ g/cm}^3$ . . . . .	118
4.4.2	Fluide lourd : $\Delta\rho'' = -0,24 \text{ g/cm}^3$ . . . . .	122
4.5	Résumé et conclusion . . . . .	128
<b>5</b>	<b>Discussion sur l'origine de la ségrégation</b> . . . . .	<b>131</b>
5.1	Rappel des faits expérimentaux . . . . .	131
5.2	Le rôle des écoulements secondaires . . . . .	135
5.2.1	Expérience complémentaire : poursuite de petites particules . . . . .	135
5.3	L'hypothèse de la pression interstitielle : écoulements secondaires et ségrégation . . . . .	139
5.3.1	Le scénario imaginé . . . . .	139
5.3.2	Origine du gradient de pression ? . . . . .	140
5.3.3	Gradient de pression et ségrégation . . . . .	141
5.3.4	Temps caractéristiques de ségrégation . . . . .	144
5.4	Agrégation des particules . . . . .	144
5.4.1	Expériences de rhéologie . . . . .	144
5.4.2	Conséquences sur la ségrégation . . . . .	146
5.5	Conclusion : vers une théorie de la ségrégation ? . . . . .	147
<b>A</b>	<b>Recettes de fluides iso-indice</b> . . . . .	<b>153</b>
<b>B</b>	<b>Logiciels de calcul de concentration et de PIV</b> . . . . .	<b>155</b>
B.1	FLUO : construction des cartes de concentration . . . . .	155
B.2	PIV (particle image velocimetry) : construction des profils de vitesse . . . . .	156
<b>C</b>	<b>Passage de la géométrie idéale plan-plan à la géométrie « fond de Couette »</b> . . . . .	<b>157</b>
C.1	Composantes du tenseur des contraintes . . . . .	157
C.1.1	Contrainte tangentielle $\tau_{z\theta}$ . . . . .	157
C.1.2	Composante $\tau_{\theta r}$ . . . . .	158
C.1.3	Contraintes normales $\Pi_{\theta\theta}$ , $\Pi_{zz}$ et $\Pi_{rr}$ . . . . .	158
C.2	Résolution de l'équation de Stokes à trois dimensions . . . . .	159
C.3	Lien avec les expériences de rhéologie . . . . .	160
C.3.1	Force normale sur le disque supérieur . . . . .	160

C.3.2	Contrainte tangentielle : effets de taille finie . . . . .	161
-------	--	-----

# Notations

$a$  : rayon d'une particule

$\eta_0$  : viscosité du fluide suspensé

$\eta$  : viscosité de la pâte granulaire  $\rho_0$  : densité du fluide suspensé

$\Phi_i$  : fraction volumique de l'espèce  $i$ , rapportée au volume total de l'échantillon

$\Phi_i^s$  : fraction de l'espèce  $i$ , rapportée au volume total de solide introduit

$\Phi^*$  : fraction volumique d'empilement dense

$\bar{\Phi}$  : fraction volumique moyenne dans l'échantillon

$\Phi$  : fraction volumique locale

$\phi = \Phi/\Phi^*$  : fraction volumique réduite

$\bar{\phi} = \bar{\Phi}/\Phi^*$  : fraction volumique moyenne réduite

$\dot{\gamma}$  : taux de cisaillement

$V$  : vitesse de la plaque mobile

$V_0$  : vitesse de la couche de suspension au contact de la plaque mobile

$o$  : offset

$d$  : distance entre les plaques d'un plan-plan

$\delta = d(1 - \bar{\phi})$  : épaisseur de fluide pur au-dessus du matériau non cisailé (voir modèle d'écoulement plan-plan)

$\zeta$  : épaisseur de la zone cisailée mesurée par la PIV

$\xi$  : épaisseur de la zone cisailée mesurée par le speckle

$\dot{\nu} = -\partial v(z)/\partial z$  : cisaillement (voir modèle d'écoulement plan-plan)

$\lambda = \Delta\rho g\Phi^*$  : paramètre contenant l'effet de la gravité

$\tau$  : contrainte de cisaillement entre deux plaques parallèles

$\tau'$  : contrainte (expérimentale ou calculée) corrigée pour tenir compte des effets de bord

(voir annexe C)

$N$  : contrainte normale entre deux plaques parallèles

$N'$  : contrainte normale intégrée sur la surface du disque

# Introduction générale

Nous présentons dans ce mémoire une série de travaux sur le thème de la ségrégation dans des mélanges granulaires en écoulement. Ce titre un peu compliqué désigne un problème pratique qui peut être énoncé simplement : soit un milieu constitué de grains solides immergés dans un fluide visqueux, en forte concentration, et contenant des catégories différentes de grains. Nous appelons « pâte granulaire » ce genre de matériau parce que la présence du fluide lui donne une cohésion et un aspect pâteux caractéristiques.

L'exemple le plus courant de pâte granulaire est le béton frais, qui contient une multitude de grains de toutes tailles. Pour obtenir une composition homogène, on malaxe le mélange, qui est ensuite transporté dans des tuyaux, et déposé dans un coffrage. Bien entendu, il est important que la composition reste homogène, jusqu'à l'étape finale du processus. Faire couler le matériau implique un *cisaillement*. Il se trouve que la répartition spatiale des particules dans les matériaux granulaires est en général sensible au cisaillement. Le phénomène est connu et bien illustré dans des expériences de laboratoire, dans des géométries simples, et sur des granulaires *secs* (l'air est le fluide d'immersion). Il peut se traduire par une *ségrégation* partielle, voire totale, des catégories de grains.

On trouve peu d'informations dans la littérature sur la ségrégation dans les pâtes granulaires, mais on sait que le phénomène existe aussi, avec des conséquences potentiellement graves dans les applications pratiques.

L'étude que nous avons entreprise sur le sujet est dans une large mesure orientée vers les *propergols solides*, qui sont une catégorie particulière de matériaux granulaires. Ces matériaux sont très utilisés pour la propulsion des missiles militaires et des étages d'appoint de lanceurs spatiaux. Le problème est très similaire à celui que nous venons d'énoncer pour les bétons, bien que les compositions et les tailles de grains soient totalement différentes. Au départ du processus de formulation, le propergol est sous forme de pâte granulaire, à savoir un ensemble de grains solides d'oxydant et de réducteur en fraction volumique très élevée ( $> 80\%$ ) dans un polymère visqueux. Cette pâte est malaxée, puis amenée par

des conduits pour emplir le réservoir du propulseur. En fin de processus, le propergol est solidifié par réticulation du polymère, d'où le nom de *propergol solide*.

Les lanceurs utilisant des propergols solides présentent quelques aléas de fonctionnement. La poussée n'est pas toujours constante ni exactement la même d'un engin à l'autre, pourtant identiques en principe. Le défaut est dû à des variations locales de la vitesse de combustion du propergol, en des points qui dépendent de la méthode de remplissage. Cette vitesse étant très sensible à la composition, on imagine que des petites variations de composition, ou de façon plus générale de répartition des charges, sont à l'origine du phénomène. Ces défauts peuvent être créés pendant les étapes de mise en œuvre du propergol, où la pâte subit une série de cisaillements, dans les conduites et lors de la coulée. On peut donc craindre des modifications locales de composition en conséquence de ces cisaillements. Les cisaillements auxquels le propergol est soumis dépendent du protocole de coulée adopté, cette hypothèse permettrait donc comprendre pourquoi les anomalies constatées dépendent du protocole utilisé.

On trouve dans la composition du propergol des grains de tailles très différentes, de quelques centaines de microns jusqu'à moins d'un micron. Les plus gros sont des cristaux de perchlorate d'ammonium (quelques  $100\ \mu\text{m}$ , typiquement). L'aluminium joue le rôle de réducteur, avec des grains de l'ordre de  $30\ \mu\text{m}$ . Les grains les plus petits sont de l'oxyde de fer, qui joue un rôle important de régulateur de la vitesse de la réaction d'oxydo-réduction entre l'aluminium et le perchlorate.

Sous contrat avec SNPE-Matériaux Énergétiques, une étude systématique a été entreprise au CRPP pour observer et quantifier le phénomène de ségrégation avec un *matériau modèle* et dans des conditions très simplifiées de cisaillement. Les expériences faites jusqu'à maintenant utilisent une suspension de billes sphériques de polyméthylmétacrylate (PMMA), dans une huile adaptée en indice de réfraction, pour que le matériau soit transparent. Les tailles de billes sont en moyenne de  $180\ \mu\text{m}$  et  $30\ \mu\text{m}$ , comme dans le propergol. La pâte est cisailée entre deux disques plans parallèles, ou entre deux cylindres co-axiaux (cellule de Couette). Une première série d'expériences, antérieurement à cette thèse, a montré très clairement l'existence d'une très intense ségrégation entre grosses et petites particules, en même temps que quelques détails des écoulements de la pâte dans les différentes géométries [7].

Ces données se limitent à quelques exemples de taux de cisaillement et pour une seule composition de la pâte. Nous avons entrepris une étude systématique du phénomène, toujours sur la pâte modèle, en explorant les influences des multiples paramètres de ces expériences : géométries et taux de cisaillement, différence de densité entre fluide et solide ( $\Delta\rho$ ), granulométrie. Dans la plupart des cas, nous caractérisons les réponses de la pâte au

cisaillement par des champs de vitesse et de concentration des espèces, et dans quelques exemples par des données rhéométriques.

Un objectif pratique est de dégager quelques lignes directrices dans la description des phénomènes, sans a priori et sur la seule base des observations. Un deuxième objectif, beaucoup plus ambitieux, est d'interpréter les phénomènes observés, pour aboutir à une véritable théorie de la ségrégation, et par conséquent à un outil de calcul utilisable dans les applications pratiques. Il est honnête de prévenir le lecteur que nous ne résoudrons pas cette grande question. Nous essaierons plutôt de lister les outils de calcul qui ont été proposés pour les différents aspects de ce problème, en désignant ce qui nous paraît solide et dans quelle mesure, et en montrant ce qui ne fonctionne pas au regard de nos propres observations expérimentales. En même temps, nous proposerons quelques « pistes » qui nous semblent importantes dans ce que sera la suite de ces travaux.

Le mémoire comprend cinq chapitres. Le premier est une étude bibliographique pour introduire les notions de *migration* et de *ségrégation*, et résumer quelques contributions importantes dans le domaine, expérimentales et théoriques. Le chapitre 2 est un exposé sur les techniques expérimentales, essentiellement optiques. Nos observations et mesures sont présentées dans les chapitres 3 et 4. Nous commençons par le système le plus simple, monodisperse (chap. 3), dont nous étudions l'écoulement. Nous distinguons la composante azimutale, dominante, et une composante secondaire, plus faible et sous forme de rouleaux. Ce chapitre inclut une partie modélisation, par laquelle nous interprétons la forme de l'écoulement primaire en géométrie plan-plan. Les observations sur la ségrégation proprement dite sont présentées dans le chapitre 4. Presque toutes les données concernent des compositions bimodales (180-30  $\mu\text{m}$ ). Nous montrons une série de figures de ségrégation en régime stationnaire en plan-plan et en Couette, et, pour une partie d'entre elles, étudions leurs cinétiques de construction. L'influence de la gravité est démontrée, en comparant les effets pour des valeurs différentes de  $\Delta\rho$ . Par ailleurs, quelques expériences exploratoires sont présentées avec une composition tri-modale de la pâte (180-120-30  $\mu\text{m}$ ). Nos résultats sont discutés dans le chapitre 5 : nous montrons l'importance des écoulements secondaires dans le phénomène de ségrégation, et exposons quelques autres réflexions fondées sur des expériences récentes effectuées au laboratoire. Enfin, nous avons regroupé à la fin du mémoire trois annexes, où on trouve quelques détails techniques sur la constitution des échantillons, l'analyse des signaux et le calcul de l'écoulement primaire en plan-plan.





# Chapitre 1

## Généralités sur les milieux granulaires

### 1.1 Introduction

On appelle milieu granulaire un matériau constitué d'une assemblée de petites particules solides, immergées ou non dans un fluide. Les grains sont suffisamment gros pour qu'on puisse négliger l'agitation thermique.

Les phénomènes dans lesquels ces milieux sont mis en jeu sont nombreux autour de nous, dans la nature (dunes de sable, avalanches neigeuses, glissements de terrain... ) ou dans l'industrie (propergols solides, béton frais, céréales dans les silos, gélules en pharmacie... ), et ils intéressent donc une large communauté de scientifiques travaillant dans des domaines de la physique parfois éloignés : géophysique, mécanique, physique statistique, rhéologie, physique des fluides... La littérature offre donc à peu près autant de points de vue, et il ne peut donc pas ici être question de détailler l'ensemble des travaux sur les milieux granulaires.

Une particularité remarquable de ces matériaux réside dans le fait que bien que chaque particule ait un comportement solide, le comportement de l'assemblée peut être celui d'un solide (tas de sable), d'un fluide (écoulement du sable dans un sablier) ou d'un gaz (sable transporté par le vent), en fonction de la concentration des particules, des interactions entre les grains, de la nature et de l'intensité de la sollicitation imposée [43, 21].

L'interaction la plus simple est la répulsion de sphères dures, qui traduit seulement le fait que les particules ne peuvent pas s'interpénétrer. On décrira ainsi un tas de sable sec, en ajoutant aussi la nature des contacts : frottants ou non. Si le milieu granulaire est humide, il faut prendre en compte la force capillaire. On connaît par expérience la grande importance de cette force, sans laquelle il serait impossible de construire des châteaux de sable. Si on ajoute encore du liquide au tas de grains jusqu'à remplir tous les pores, les forces

capillaires disparaissent — au moins dans le volume. Quand on impose à un tel milieu de se déformer, il faut tenir compte de la lubrification des contacts pour rendre compte du comportement sous écoulement. Si les densités des billes et du fluide sont adaptées, ce sont d'ailleurs les interactions hydrodynamiques qui dominent le comportement de l'ensemble. Enfin, si les particules sont mises en suspension dans un fluide contenant des ions, une charge électrique apparaît en surface, et on peut être amené à tenir compte d'interactions répulsives entre les grains.

Les comportements observables sont donc a priori très nombreux, mais l'exposé sera limité aux cas où les grains sont des sphères dures soumises à la gravité et sans autre interaction que le frottement et les interactions hydrodynamiques liées à la présence d'un fluide interstitiel. De plus, nous n'aborderons que les cas où les grains sont suffisamment nombreux et la sollicitation suffisamment faible pour que le comportement du milieu granulaire reste liquide, ou à la limite entre liquide et solide.

Le chapitre est divisé en 2 parties. Dans la première, nous précisons quelques notions de base sur les matériaux granulaires, en prenant pour exemple les matériaux granulaires « simples » composés d'une seule espèce de particules. Ce paragraphe sera l'occasion de citer des expériences dans lesquelles la concentration en particules est inhomogène sous écoulement. Nous présenterons, lorsqu'elles existent, les théories avancées pour rendre compte des observations. Ensuite nous exposerons des résultats expérimentaux spécifiques aux matériaux bidisperses : ils concernent les phénomènes de ségrégation dans lesquels les grains se séparent en fonction de leurs propriétés. Quelques expériences marquantes seront décrites, ainsi que les arguments avancés pour les comprendre.

## 1.2 Quelques propriétés remarquables des milieux granulaires mouillés

Dans cette section, nous prenons le parti de ne parler que de « granulaires mouillés » monodisperses, c'est-à-dire de la catégorie où un fluide visqueux est partout présent entre des grains solides de même taille. D'autres appellations sont possibles, avec des nuances dans chaque cas. Si le fluide et le solide constituant les grains ont la même densité ( $\Delta\rho = 0$ ), on parle de *suspensions non colloïdales* ; mais certains auteurs adoptent la même expression pour le cas où  $\Delta\rho \neq 0$ . On parle aussi de *boue* (*slurry* en anglais), lorsque les grains sont plus lourds que le fluide. Nous adopterons la plupart du temps l'expression *pâte granulaire*, qui est une variante académique de la simple boue. Ici aussi, on peut discuter de l'adéquation du mot *pâte*, certains auteurs insistant sur la distinction entre pâte et suspension [21].

L'unanimité n'étant pas faite, nous parlerons de pâte sans autre précaution pour désigner indistinctement ce que d'autres appellent boues, suspensions non colloïdales concentrées et granulaires mouillés.

Dans cette partie, toutes les particules sont de même taille, ont la même rugosité de surface, la même densité.

### 1.2.1 Fraction volumique au repos

Un tas de grains au repos est caractérisé par sa fraction d'empilement  $\Phi$ , qui est le rapport entre le volume de grains introduits et le volume occupé par ces grains (taille du récipient, volume du tas de sable...). Elle dépend de la façon dont on prépare le tas : par avalanche, par pluviation, sous vibration. Pour des grains parfaitement monodisperses, l'empilement aléatoire le plus lâche qui puisse être réalisé a une fraction volumique  $\Phi_{\text{RLP}}^* \simeq 56\%$  (« random loose packing » en anglais) [72]. Si ce tas de grains est compacté (par exemple en tapotant sur les bords du récipient), on peut atteindre la fraction d'empilement dense aléatoire  $\Phi_{\text{RCP}}^* \simeq 64\%$  (« random close packing ») [75].

On peut dépasser cette fraction volumique à condition d'imposer une organisation aux billes. Dans ce cas, la valeur la plus élevée de  $\Phi$  correspond à l'empilement cristallin compact :  $\Phi \simeq 74\%$ . Dans la plupart des expériences de laboratoire, on veut éviter d'atteindre cet empilement, car dans les cas pratiques cités en début de chapitre, les grains sont désordonnés. Pour favoriser le désordre, dans la pratique comme dans les simulations numériques [50], on ne travaille pas avec des billes parfaitement monodisperses ; une petite polydispersité (environ 10%) est volontairement introduite. On continue de parler de suspensions monodisperses, avec un léger abus de langage.

### 1.2.2 Coefficients viscométriques d'une suspension

#### Viscosité de cisaillement

L'expérience montre que la mise en suspension de particules solides dans un liquide newtonien de même densité augmente la viscosité de ce liquide. On écrit en général  $\eta(\Phi) = \eta_0 \eta_r(\Phi)$ , avec  $\eta_0$  la viscosité du fluide pur et  $\eta_r$  la viscosité relative, indépendante du fluide suspendant.

Dans le cas dilué, Einstein [24] a montré que  $\eta_r(\Phi) = 1 + 2,5\Phi$ . Cette formule n'est valable que pour  $\Phi < 2 - 3\%$ .

Pour le cas semi-dilué, Batchelor et Green [9] ont étendu cette formule à l'ordre 2 :  $\eta(\Phi) = \eta_0 = (1 + 2,5\Phi + k\Phi^2)$ , avec  $k=5,2$ .

Quand  $\Phi$  augmente et s'approche de la fraction d'empilement maximal,  $\eta$  diverge. Pour comprendre la divergence de  $\eta$  avec  $\Phi$ , il faut rendre compte des interactions à plusieurs corps et de la lubrification des contacts entre grains. La forme de cette divergence en fonction de  $\Phi$  fait l'objet de nombreux travaux expérimentaux, numériques [47] ou de modélisation. Plusieurs lois ont été proposées pour ajuster les données expérimentales, on peut citer :

$$\eta_r = \frac{\text{cte}}{1-\Phi/\Phi^*} \quad (\text{Frankel et Acrivos [28]})$$

$$\eta_r = \left(1 + \frac{1,25\Phi}{1-\Phi/\Phi^*}\right)^2 \quad (\text{Eilers 1941, cité par [35]})$$

$$\eta_r = \left(1 - \frac{\Phi}{\Phi^*}\right)^{-\alpha} \quad (\text{type Krieger-Dougherty [51]})$$

$$\eta_r = \frac{1-\Phi}{(1-\Phi/\Phi^*)^2} \quad (\text{Mills et Snabre [67]})$$

où  $\Phi^*$  est un paramètre ajustable qui représente la fraction d'empilement dense. Dans la publication de Krieger et Dougherty [51], l'exposant  $\alpha$  est égal à  $2,5\Phi^*$  (ce qui permet de retrouver la loi d'Einstein lorsque  $\Phi \rightarrow 0$ ). Nous verrons que l'analyse de nos expériences sur l'écoulement de la pâte modèle en géométrie plan-plan est en accord seulement avec la loi de Frankel et Acrivos.

Comme  $\Phi^*$  dépend de l'organisation spatiale des grains ( $\Phi_{\text{RLP}}^* < \Phi^* < \Phi_{\text{RCP}}^*$ ), et que le cisaillement tend à structurer ceux-ci [32, 95], les lois ci-dessus peuvent être raffinées en introduisant une dépendance de  $\Phi^*$  avec  $\dot{\gamma}$  [97]. Ceci est une source de comportement thixotrope (à cisaillement donné, la contrainte diminue au cours du temps) pour les suspensions concentrées.

### Coefficients de forces normales

La réponse mécanique au cisaillement d'un fluide newtonien est caractérisée par une seule contrainte,  $\tau$ , parallèle à l'écoulement et proportionnelle au cisaillement :  $\tau = \eta\dot{\gamma}$ .

Les suspensions concentrées sont des fluides non newtoniens, parce que  $\eta$  dépend en général de  $\dot{\gamma}$ , et parce que le cisaillement crée une réaction perpendiculairement à l'écoulement, dite *normale*. Cette force normale est mesurable dans une expérience de cisaillement entre deux disques parallèles. Elle tend simplement à écarter les deux disques. De ce point de vue, c'est une manifestation du phénomène de *dilatance* (variation de volume au cours du cisaillement).

Aux composantes  $N_{ii}$  ( $i=1, 2, 3$ ) des contraintes normales sont associés deux coefficients viscométriques qu'on note habituellement  $\Psi_1$  et  $\Psi_2$  avec la convention suivante :

$$N_{11} - N_{22} = \Psi_1 \dot{\gamma} \quad N_{22} - N_{33} = \Psi_2 \dot{\gamma}$$

1, 2 et 3 désignent les directions de l'écoulement, du gradient de vitesse et de la vorticit  (voir figure 1.1). Dans la d finition ci-dessus, on fait en g n ral l'hypoth se que  $N_{ii} \propto \dot{\gamma}$  [14, 68, 98].

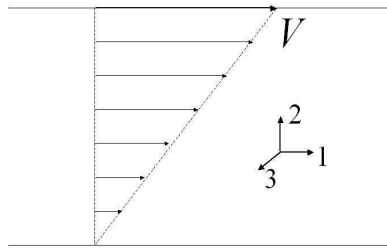


FIG. 1.1 – D finition des directions 1, 2 et 3 de l' coulement.

### 1.2.3 Hydrodynamique non locale

Quand on  crit que la contrainte de cisaillement  $\tau = \eta \dot{\gamma}$ , on suppose que le comportement du granulaire au point  $\mathbf{r}$  ne d pend que de  $\eta$  et de  $\dot{\gamma}$  en ce point. Cette  criture constitue une simplification importante, surtout dans le cas des suspensions concentr es pour lesquelles  $\Phi \sim \Phi^*$ . En effet, aux fortes densit s en particules, il peut se former un r seau de particules en contact qui conf re   la suspension des propri t s remarquables tr s diff rentes de celles qu'on peut mesurer dans les suspensions dilu es.

La figure 1.2 montre deux exemples de r seaux de contact sous cisaillement. Il s'agit d'exp riences et de simulations sur des granulaires secs, o  l'absence de fluide visqueux interstitiel facilite les contacts entre particules. Les contacts les plus forts sont observ s dans la direction de la compression. Les cha nes ainsi form es viennent s'arquebouter sur les parois qui confinent le granulaire. Dans la situation des granulaires mouill s, ces contacts existent n cessairement   grande concentration et   faible cisaillement. Il est cependant difficile d'estimer leur importance relativement   la composante purement hydrodynamique.

Parmi les propri t s remarquables de ces cha nes de force, on peut citer [5] :

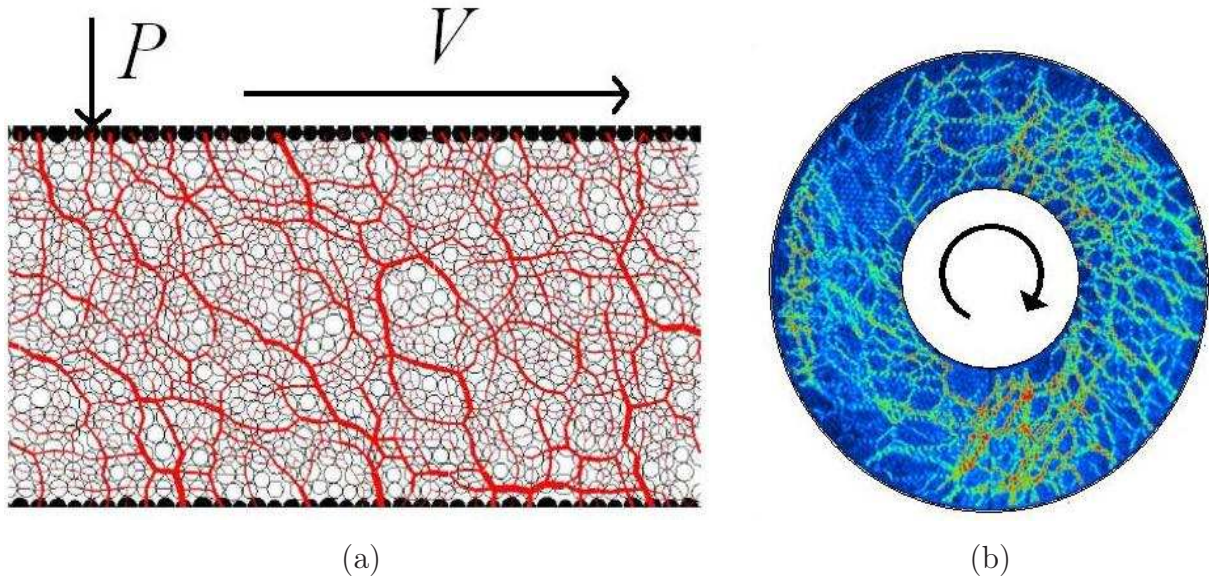


FIG. 1.2 – (a) : chaînes de force dans un milieu granulaire confiné entre deux plaques par la pression  $P$ , et cisailé à vitesse  $V$ . Résultat de simulations numériques extrait de [23]. L'intensité de la force de contact entre les grains est codée par l'épaisseur du trait qui les lie. (b) : expérience de photoélasticité dans un Couette bidimensionnel. Photo extraite de [38].

- le réseau peut transmettre des forces sur de grandes distances instantanément : les relations entre forces et déformations ne sont plus locales ;
- le réseau peut générer des efforts importants au niveau des contacts, mais entre les chaînes de force il existe des amas de particules entre lesquelles les contraintes sont significativement plus faibles ;
- les contraintes géométriques liées à ce réseau lorsqu'il doit se déformer amènent aux phénomènes de dilatance mentionnés plus haut, et de blocage (les voûtes orientées selon l'axe de compression s'opposent au mouvement) ;
- les chaînes de force sont fragiles, et quand la contrainte qu'elles supportent dépasse une certaine valeur, elles se rompent (voir sur le site internet [37] la version animée de la figure 1.2b). La succession des événements de formation et rupture des chaînes donne lieu à des fluctuations importantes des contraintes normale et tangentielle sur les plaques [66].

La figure 1.3 donne une idée des fluctuations que l'on peut enregistrer lors d'une expérience de cisaillement en géométrie annulaire.

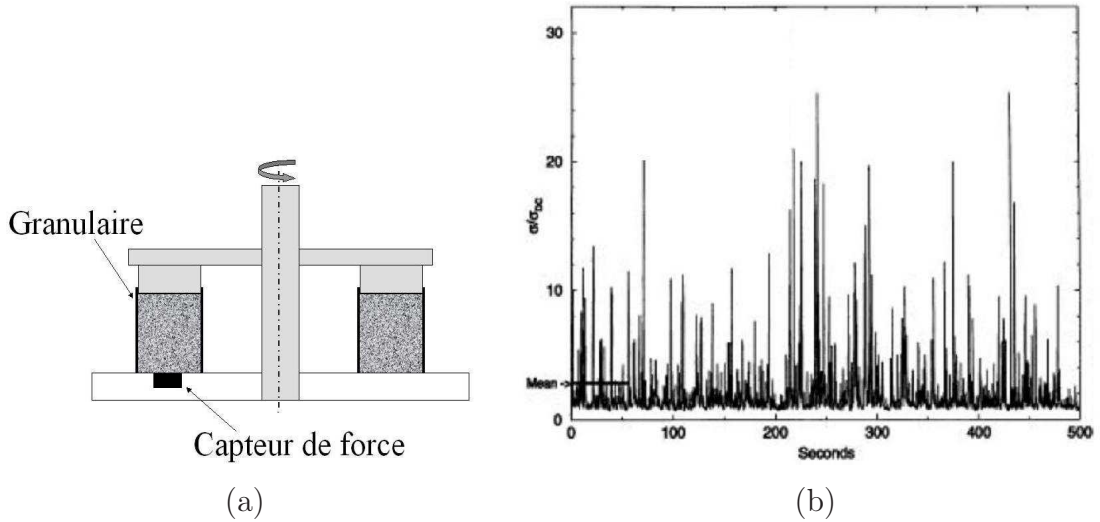


FIG. 1.3 – Expérience de Miller et al. [66]. (a) : dispositif de cisaillement en géométrie annulaire avec mesure de la force normale sous l’empilement. (b) : fluctuations temporelles de la contrainte normale mesurée sous l’empilement granulaire quand l’anneau est en rotation. Les mesures sont normalisée par  $\sigma_{dc}$ , la contrainte mesurée au repos, couvercle en place.

Les pics de force normale enregistrés sont liés à la nécessité pour le granulaire d’augmenter son volume accessible pour pouvoir se déformer. Cette particularité des milieux granulaires est appelée « dilatance » [91, 92, 20], elle existe aussi bien dans les milieux granulaires secs (contacts directs) que dans les granulaires mouillés (contacts lubrifiés), et se traduit par la non nullité des coefficients  $N_{ii}$  sur la diagonale du tenseur des contraintes.

#### 1.2.4 Migration sous écoulement

La dilatance provoque, si le granulaire n’est pas confiné, une augmentation de son volume, et par conséquent une diminution de la fraction volumique globale. Ce n’est cependant pas la seule cause de variation de concentration sous cisaillement. Ce paragraphe examine des expériences au cours desquelles  $\Phi$  varie spatialement dans l’échantillon. Pour distinguer ce phénomène de la simple dilatance, qui est liée à une variation du volume du granulaire, nous introduisons le terme de *migration*, qui aboutit à  $\Phi(\mathbf{r}) \neq \bar{\Phi}$ , où  $\bar{\Phi}$  est la fraction volumique moyennée dans l’espace.



### Diffusion induite par le cisaillement

En géométrie de Couette, si le fluide est newtonien, le cisaillement varie en  $1/r^2$ , avec  $r$  la distance à l'axe (voir par exemple [33], pp 210-213). La géométrie de Couette à large entrefer constitue donc un moyen efficace d'étudier le comportement des suspensions dans un gradient de cisaillement. Dans cette géométrie, Abbott et al. [3] et plus tard Tetlow et al. [90] ont montré que des suspensions adaptées en densité s'enrichissent en particules près du cylindre extérieur, là où le cisaillement est le plus faible. Les fractions volumiques étudiées vont de 10 à 50%. La géométrie de Couette impose que  $\tau = \eta\dot{\gamma}$  varie en  $1/r^2$ , donc à  $r$  donné, si  $\Phi$  (et donc aussi  $\eta$ ) augmente,  $\dot{\gamma}$  doit diminuer par rapport à sa valeur attendue dans le cas newtonien. Les profils de vitesse et de concentration mesurés par ces auteurs obéissent bien à cette règle.

Une autre géométrie induisant des gradients de cisaillement est l'écoulement dans un tube. Pour un fluide newtonien, le profil de vitesse est parabolique (écoulement de Poiseuille [33] pp 197-199). Le cisaillement est donc nul au centre du canal, et maximum près des parois. Si une suspension est placée dans un tel écoulement, on observe [60] une migration des particules vers le centre du tube, là où  $\dot{\gamma}$  est le plus faible. Les variations de fraction volumique modifient là aussi le profil de vitesse. Il s'aplatit au centre alors que près de la paroi, au contraire, le cisaillement augmente.

La théorie de la migration induite par cisaillement de Leighton et Acrivos [56] a été développée pour expliquer pourquoi les particules ont tendance à s'accumuler dans les régions calmes au détriment des régions cisillées. Selon eux, la migration est la conséquence de deux courants de diffusion, pilotés par deux coefficients proportionnels à  $a^2\dot{\gamma}$ . Ce sont les nombreux chocs<sup>1</sup> entre particules qui expliquent la nature diffusive du mouvement, car ils donnent aux trajectoires des particules une composante aléatoirement fluctuante.

Le premier courant de diffusion est lié à la variation spatiale de la fréquence des chocs,  $\dot{\gamma}\Phi$ . Si une particule est initialement dans une région agitée, elle y subit de nombreuses collisions. Statistiquement, certaines de ces collisions l'amènent vers les régions plus calmes. Une fois dans une telle région, les chocs étant moins nombreux, la particule a une faible probabilité de retourner dans la région agitée.

Le deuxième courant de diffusion est en relation avec les variations de viscosité du milieu. Après un choc, le déplacement d'une particule par rapport à sa trajectoire initiale est d'autant plus grand que la viscosité du milieu est faible. Les gradients de viscosité sont

---

<sup>1</sup> *choc* est à prendre au sens large, car lorsque les contacts sont lubrifiés, il n'y a pas à proprement parler de chocs entre les particules, mais les interactions hydrodynamiques font que les particules « sentent » la présence des voisines

donc à l'origine d'un flux de particules vers les régions les moins visqueuses. On utilise pour la viscosité une expression  $\eta(\Phi)$ , bien qu'à l'échelle de la particule, il semble difficile de définir la fraction volumique. Le flux lié au gradient de viscosité est donc, comme le flux lié à la fréquence d'interaction, lié au gradient de  $\Phi$ .

Phillips et al. [76] ont intégré l'équation de diffusion proposée par Leighton et Acrivos dans une équation constitutive plus générale permettant en principe de calculer le champ de vitesse et de concentration au cours du cisaillement d'une suspension **adaptée en densité**.

Plus tard, pour rendre compte d'observations en plan-plan contradictoires avec la théorie de Leighton et Acrivos, Krishnan [52] a été amené à introduire un troisième flux lié à la courbure des lignes de courant. En effet, lorsque deux particules se rencontrent sur une ligne courbe, la force répulsive qui s'exerce entre elles possède une composante dirigée vers l'extérieur 1.4. Le flux correspondant est donc dirigé vers les lignes de courant peu courbées.

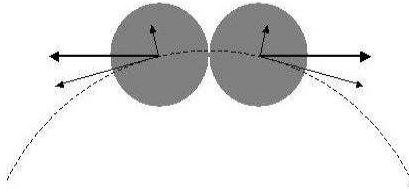


FIG. 1.4 – Collision de deux particules se rencontrant sur une ligne de courant incurvée. La force répulsive qui s'exerce sur les particules après la collision a une composante dirigée vers l'extérieur.

La théorie de la diffusion induite par cisaillement et ses prolongements [76, 84] est très phénoménologique, basée sur la compétition entre différents flux qu'il est difficile de lister de façon univoque, et qui impliquent des coefficients non connus indépendamment [90].

Une théorie alternative de la migration a été proposée par Brady [14] et Morris [68]. Elle consiste à résoudre l'équation de Stokes, incluant les composantes tangentielles et normales du tenseur des contraintes. Cette théorie a rencontré quelques succès notables en expliquant les phénomènes de migration en Couette et en plan-plan (disques parallèles) en ne mettant en jeu que les seuls coefficients  $\eta$ ,  $\Psi_1$  et  $\Psi_2$  (voir la définition page 21).

### Expériences en tambour tournant : *axial banding*

Dans ces expériences, la fraction volumique en particules est plus faible que dans les expériences précédentes, et ne dépasse en général pas 20 %.

**Particules et fluide de même densité ( $\Delta\rho = 0$ )** Dans les expériences de Tirumkudulu et al. [94] une suspension diluée de particules remplit partiellement un cylindre horizontal. Les billes sont adaptées en densité avec le fluide environnant visqueux. Après la mise en rotation du cylindre autour de son axe, il apparaît dans la suspension initialement homogène une succession de bandes enrichies et appauvries en particules (figure 1.5a). En même temps que les bandes apparaissent, le profil de hauteur du fluide dans le bas du cylindre est modulé : les bandes enrichies en particules sont des zones où la ligne de contact fluide-paroi<sup>2</sup> recule avec le cylindre, alors qu'au niveau des bandes pauvres en particules, la ligne de contact est entraînée moins loin (voir figure 1.5b). Cette ondulation est d'ailleurs visible sur la photo 1.5a.

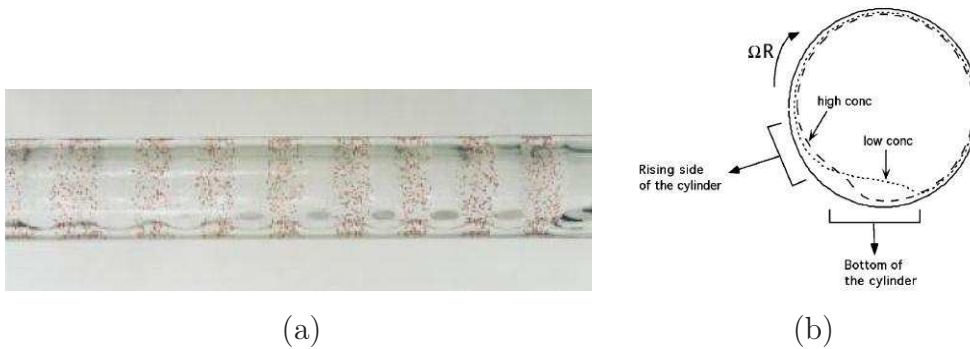


FIG. 1.5 – (a) : répartition des particules dans un cylindre (rayon : 1,27 cm) rempli à 15 % par une suspension diluée ( $\Phi = 15\%$ ) et mis en rotation autour de son axe ( $\Omega = 1,4$  rpm). (b) : allure du film fluide dans les régions riches et pauvres en particules. Figures extraites de [94].

Les auteurs montrent que la migration apparaît uniquement si le cylindre n'est que partiellement rempli par la suspension et si la vitesse de rotation est suffisamment faible pour que puisse exister dans le fond du cylindre une *flaque* (*puddle* dans l'article : la bosse de fluide visible sur le schéma 1.5b) et la ligne de contact associée. L'intensité de la ségrégation dépend alors du rapport entre la taille des particules et l'épaisseur du film de fluide qui tapisse le cylindre. Pour certaines valeurs des paramètres, on peut d'ailleurs observer que les zones pauvres en billes sont en fait vides de particules.

En l'absence de structuration parallèlement à l'axe du cylindre ( $z$ ), le champ de vitesse de l'écoulement n'a de composantes que transverses ( $v_z \equiv 0$ ) et ne dépend que de  $r$  et  $\theta$  (avec les notations usuelles pour les coordonnées cylindriques). Cette caractéristique définit l'écoulement primaire. Dans les situations où des bandes axiales sont formées, il existe une

<sup>2</sup>ce n'est pas à proprement parler une ligne de contact puisque le film de fluide visqueux recouvre toute la surface intérieure du cylindre

composante de l'écoulement dite *secondaire* (repérée par un exposant (2)), dépendant de  $z$  et telle que  $v_z^{(2)} \neq 0$ . En plus des observations sur la migration, les auteurs décrivent cet écoulement secondaire du fluide. Dans la partie basse du cylindre (cf figure 1.5b), l'écoulement secondaire est dirigé des régions pauvres en particules vers les régions riches ; dans la partie montante, l'écoulement est dirigé dans le sens inverse.

Jin et Acrivos [46] ont plus tard refait les expériences et complété les observations précédentes en remarquant que la ségrégation a lieu en deux temps. Dans un premier temps, la bosse de fluide au fond du cylindre se vide de particules (ségrégation radiale, figure 1.6a), ensuite seulement apparaissent les bandes de concentration (ségrégation axiale).

On trouve dans la littérature deux théories concurrentes pour rendre compte de l'expérience.

L'interprétation de Govindarajan et al. [30] est fondée sur la théorie de la diffusion des particules sous cisaillement [56, 76] exposée ci-dessus. Les gradients de cisaillement ont lieu dans la couche de fluide qui remonte à l'arrière du cylindre, dont l'épaisseur dépend de la fraction volumique grâce à la loi  $\eta(\Phi)$ .

Si la fraction volumique dans la suspension dépasse une valeur critique  $\Phi_0$ , le modèle prévoit bien l'apparition de bandes plus ou moins concentrées en particules, et la modulation de la hauteur de la ligne de contact, mais à l'arrière du cylindre seulement. Les phénomènes à l'avant du cylindre sont ignorés. De plus, la théorie prévoit que la taille caractéristique des bandes doit augmenter dans le temps — ce qui n'a pas été rapporté expérimentalement —, et ne décrit pas l'écoulement secondaire observé. Par ailleurs, la théorie de la diffusion induite par cisaillement ne peut probablement pas expliquer les variations très abruptes des concentrations, parce que les expressions des flux ne sont que des développements à faible  $\dot{\gamma}$  et  $\nabla\phi$ . Surtout, cette théorie ne permet pas de comprendre pourquoi la flaque ne contient pas de particules (observation postérieure à la publication [30]).

Jin et Acrivos proposent donc une autre explication. Ces auteurs ont tout d'abord étudié théoriquement la situation fictive où la suspension est remplacée par un fluide pur dont la viscosité varie périodiquement le long de l'axe du cylindre [45]. Cette étude leur permet de montrer que dans la flaque, les lignes de courant sont fermées sur elles mêmes (figure 1.6a), ce qui distingue cette région de la circonférence du cylindre. Le calcul des flux de fluide à travers chacune des régions — la circonférence et la flaque — révèle la présence d'un écoulement secondaire. À l'intérieur de la flaque (dans la région où existe la recirculation), le flux  $J^f$  est orienté vers les régions de faible viscosité. À la circonférence du cylindre,  $J^c$  est au contraire orienté vers les régions de forte viscosité (figure 1.6b).

Les résultats ci-dessus sont ensuite appliqués au cas où des particules sont introduites dans la suspension. À la circonférence du cylindre le flux de particules  $\Phi^c J^c$  amène les particules vers les régions de forte viscosité, c'est-à-dire celles qui sont déjà enrichies en particules. Dans la flaque, l'écoulement secondaire devrait contribuer à vider les bandes enrichies, mais les observations expérimentales montrent que cette région ne contient pas ou peu de particules (ce dont Jin et Acrivos avouent ne pas savoir rendre compte). Le flux  $\Phi^f J^f$  est donc nul, et l'enrichissement des bandes par la circonférence est irréversible.

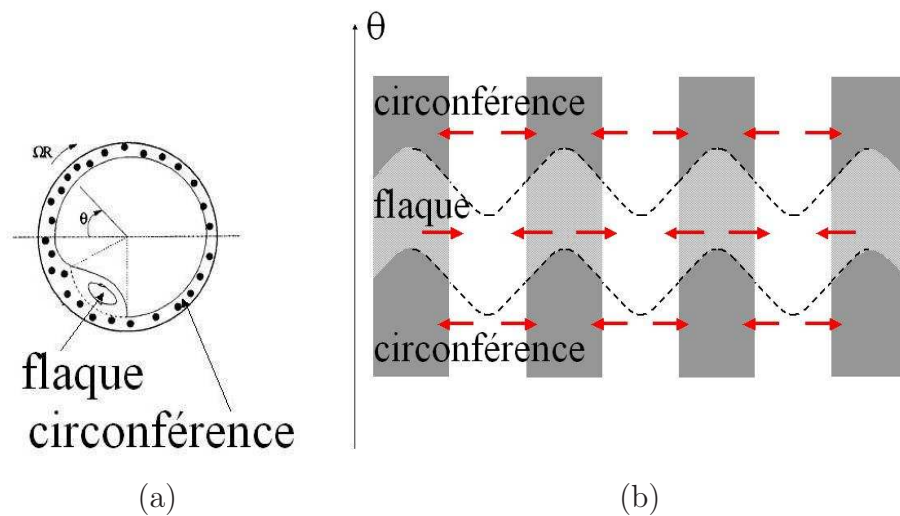


FIG. 1.6 – Résumé des résultats de Jin et Acrivos [45, 46] (a) : cylindre vu de côté : séparation du fluide en deux régions : la circonférence et la flaque, dans laquelle on observe une recirculation (résultat théorique) et qui ne contient pas de particules (résultat expérimental). (b) : schéma du film fluide développé sur un plan. Ligne pointillée : limites de la flaque. Les régions grisées correspondent aux régions de forte viscosité, les flèches montrent le sens des flux moyens associés à ces régions.

Enfin, on peut citer la contribution de Timberlake et Morris [93]. La géométrie étudiée est une variante du tambour tournant : il s'agit d'une cellule de Couette horizontale, et partiellement remplie de suspension, de manière à immerger une partie ou l'intégralité du cylindre intérieur. Lorsque celui-ci est mis en rotation autour de son axe, il entraîne avec lui le fluide visqueux chargé de particules. Selon les auteurs, de petites variations de l'épaisseur du film de fluide entraîné seraient à l'origine d'un drainage différentiel des particules et du fluide. Le mécanisme conduit à enrichir en particules les régions les plus épaisses du film, qui sont les plus visqueuses, et donc celles qui contiennent déjà un grand nombre de particules.

**Particules non adaptées en densité** Une autre catégorie d'expérience en tambour tournant consiste à remplir complètement le cylindre horizontal avec une suspension non adaptée en densité [61]. Pour une certaine gamme de viscosités du fluide suspendant et de vitesses de rotation du cylindre, on peut observer la formation de bandes de concentration dans la suspension.

Pour expliquer théoriquement le comportement de la suspension, Lee et Ladd [55] considèrent le cas limite de 2 particules en interaction hydrodynamique. L'interaction est la même que celle qui régit la sédimentation de deux particules, mais modifiée pour tenir compte de l'accélération  $\Omega^2 r$  qui s'ajoute à l'accélération de la pesanteur. Le résultat du calcul est une vitesse de rapprochement des centres des particules, projetée sur l'axe du cylindre. Lorsque les particules sont plus lourdes que le fluide, elles se rapprochent toujours, ce qui doit conduire à l'apparition des bandes lorsqu'il y a plus que 2 particules. Au contraire, si  $\Delta\rho < 0$ , les particules s'éloignent toujours, et on ne devrait donc pas observer de bandes dans ce cas. Pourtant, les études expérimentales de Lipson et Seiden [58] montrent que les bandes de concentration peuvent aussi apparaître quand les particules sont plus légères que le fluide (bulles d'air).

Très récemment, [54] Lee et Ladd eux-mêmes ont remis en cause cette interprétation, et proposent un mécanisme mettant en jeu les particules collectivement. Ils constatent que la formation des bandes n'intervient que dans une gamme étroite de fréquences de rotation du cylindre, entre le régime à faible vitesse où les particules forment une couche peu épaisse près de la paroi ; et le régime haute vitesse où elles sont réparties à peu près uniformément autour de l'axe. Dans le régime intermédiaire, les particules occupent un peu plus de la moitié de la section du cylindre et forment une avalanche entretenue. Les auteurs comparent cette situation à celle d'une expérience — fictive — de sédimentation, où les particules n'occuperaient qu'une partie du récipient, à droite ou à gauche d'un plan médian vertical. Ils expliquent qu'une répartition homogène des particules dans le demi-espace alloué est instable, parce que le fluide peut remonter librement dans l'autre demi-espace (on peut voir le phénomène comme une sorte d'effet Boycott [4]). L'instabilité se traduit par la croissance d'un motif périodique, parallèlement à l'axe du cylindre. Cette explication séduisante n'est cependant pas prouvée, ni par une démonstration analytique de l'instabilité, ni par une expérience annexe sur la sédimentation.

En principe, l'explication de Lee et Ladd est valable à très faible nombre de Reynolds, dans la limite où l'inertie (celle du fluide et celle des particules) est négligeable. Le même phénomène de formation de bandes est constaté par Seiden et al. dans une série d'expériences avec des particules plus lourdes, et en conséquence, des valeurs plus grandes du nombre de Reynolds ( $\mathcal{Re} \sim 50$ ). Ces auteurs proposent une explication partielle du phé-

nomène, basée sur une résolution approchée de l'équation de Navier-Stokes du problème, en prenant en compte l'inertie. Ils montrent que le mouvement relatif des particules par rapport au fluide d'immersion déclenche un écoulement secondaire, décomposable sur une base discrète de modes propres. Parmi ces modes, un seul évolue à la même vitesse de rotation que le cylindre ( $\Omega$ ), et donne un motif stationnaire. La période de ce mode, calculée en fonction de  $\Omega$ , reproduit bien les observations expérimentales.

À notre avis, la contribution de Seiden et al. est une avancée notable, en ce qu'elle propose une véritable théorie de l'écoulement secondaire dans la géométrie particulière du tambour tournant. Elle ne constitue cependant pas une théorie aboutie du phénomène, car, de l'avis même des auteurs, elle n'inclut pas le mécanisme par lequel les particules migrent pour se placer aux nœuds de l'écoulement.

### 1.3 Granulaires polydisperses : manifestations de la ségrégation

Dans cette section, nous allons nous intéresser aux expériences mettant en jeu plusieurs espèces de particules, qui se distinguent en général par leur taille. En pratique, les exemples que nous allons aborder seront limités aux cas à deux espèces de particules. Pour bien faire la différence entre cette situation et celle où il n'y a qu'une seule espèce de particules, nous introduisons le concept de *ségrégation*, qui, dans ce manuscrit, désigne les phénomènes dans lesquels la répartition de l'espèce  $i$  est différente de la répartition de l'espèce  $j$  :  $\Phi_i \neq \Phi_j$ . Nous proposons d'adapter le terme de *migration*, défini plus haut, en lui associant la fraction volumique totale :  $\Phi = \sum_i \Phi_i$ . Nous parlons de migration pour désigner une situation où  $\Phi$  n'est pas constant dans l'espace.

#### 1.3.1 Granulaires vibrés : effet des noix du Brésil

Cet effet se manifeste lorsqu'on fait vibrer verticalement un pot contenant quelques grosses billes (intrus) dans une assemblée de petites particules, sans fluide d'immersion. Dans une large gamme de fréquences et d'amplitude de vibration, on constate que les grosses particules, même si leur densité est plus élevée que celle des petites, se retrouvent sur le dessus du tas. L'effet des noix du Brésil est très documenté, que ce soit par des expériences [62, 41] ou des simulations numériques [78, 81].

Deux mécanismes sont en général invoqués pour expliquer ce comportement contre-intuitif, en fonction des paramètres de l'expérience. Le premier est la percolation des pe-

tites billes — plus légères — sous les grosses particules — plus lourdes. Lors de la phase ascendante de la vibration, les grosses particules ayant plus d’inertie que les petites billes sont moins gênées par leurs voisines et montent en moyenne plus haut que les légères. Les billes les plus petites peuvent alors retomber sous les grosses billes, conduisant à une remontée progressive de celles-ci. Le mécanisme de percolation explique aussi les expériences dans lesquelles les gros intrus légers « coulent, » alors que les gros intrus lourds « flottent » [85].

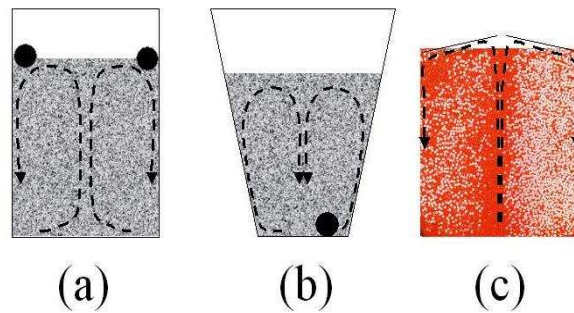


FIG. 1.7 – Convection et ségrégation dans un granulaire vibré. (a) : effet de noix du Brésil « normal » : la convection est ascendante au centre du tas et le gros intrus est bloqué à la surface. (b) : en changeant les propriétés des parois du récipient, on peut inverser le sens de la convection et le sens de la ségrégation [49, 39]. (c) : dans un mélange équivolumique de grosses (blanches) et de petites particules (rouges), l’existence de la convection ne suffit pas pour qu’apparaisse la ségrégation. L’existence d’un talus à la surface du tas est nécessaire, la figure de ségrégation est alors essentiellement radiale. Image extraite de [17].

Le deuxième mécanisme est invoqué lorsque peuvent se développer des rouleaux de convection à l’intérieur du milieu granulaire. L’existence et le sens de rotation des rouleaux sont liés à la présence des parois, qui modifient le comportement des grains périphériques par rapport aux grains dans le volume. Pour un récipient à bords verticaux lisses (ce qui est la situation la plus fréquente), le rouleau de convection est descendant le long des parois, et ascendant au centre du tas (figure 1.7a). Les grosses particules sont entraînées par cet écoulement secondaire, mais une fois arrivées sur le dessus de l’empilement, elles se retrouvent « coincées » contre la paroi et ne peuvent pas suivre l’écoulement descendant. Knight et al. [49] ainsi que Hsiao et al. [39] ont démontré la grande importance de l’écoulement secondaire sur le motif de ségrégation. En modifiant le récipient utilisé, ces auteurs ont réussi à inverser le sens de rotation de l’écoulement : le motif de ségrégation s’est retrouvé inversé, avec le gros intrus sous le tas de petites billes majoritaires (figure 1.7b).



Très peu d'expériences concernent le cas où les petites et les grosses particules sont introduites dans les mêmes proportions, et où on ne peut alors plus parler d'intrus. Les expériences de Brone [17] sont réalisées avec des mélanges équivolumentiques de grosses et petites particules dans un cylindre vibré. Lorsque la fréquence de vibration est telle que le flux ascendant conduise à la formation d'un talus à la surface, les comportements en surface des grosses billes et des petites billes sont différents : les grosses billes dévalent le talus jusqu'aux parois du cylindre, où elles redescendent en suivant la convection, alors que les petites billes peuvent être incorporées dans l'empilement à n'importe quel rayon. La figure de ségrégation est essentiellement radiale, et consiste alors en une accumulation des grosses particules contre la paroi cylindrique, et une accumulation des petites billes le long de l'axe (figure 1.7c). Si le talus n'existe pas et que la surface de l'empilement reste horizontale malgré la convection, les grosses billes et les petites billes ont le même comportement en surface ; le mélange reste homogène, on n'observe pas non plus de ségrégation verticale.

### 1.3.2 Expériences en tambour tournant

Des expériences semblables à celles décrites au paragraphe 1.2.4 ont été menées sur des milieux granulaires secs contenant deux espèces (ou plus [70]) de particules. Expérimentalement, le cas le plus fréquent est celui où les particules diffèrent par leur taille, mais on trouve également des expériences et des simulations numériques où les particules diffèrent par leur coefficient de frottement [79]. Le cylindre est à moitié rempli de grains, et sa mise en rotation autour de son axe entretient un mouvement d'avalanche sur une épaisseur de quelques particules le long de la surface libre de l'empilement [13]. Sous l'avalanche, le lit granulaire est en rotation solide. Les avalanches successives conduisent à l'apparition d'un motif de ségrégation, en deux étapes successives [25, 70].

Dans les premiers temps de l'expérience, la ségrégation est uniquement radiale, avec formation d'un cœur de petites billes entourées de grosses billes. Une fois que ce motif est formé, des bandes contenant chacune des espèces apparaissent perpendiculairement à l'axe (figure 1.8a). Selon les conditions expérimentales, la ségrégation radiale peut ne pas complètement disparaître et conduire au motif de la figure 1.8b, où les bandes de petites particules sont en fait le signe d'une ondulation du cœur dont les crêtes viennent « percer » l'enveloppe de grosses particules [36, 89, 70].

La ségrégation apparaît en réponse à des différences de comportements entre les espèces lors des avalanches. Ces différences peuvent être introduites par l'intermédiaire de la taille des particules (le cas expérimental le plus fréquent), de leur densité ou des coefficients de

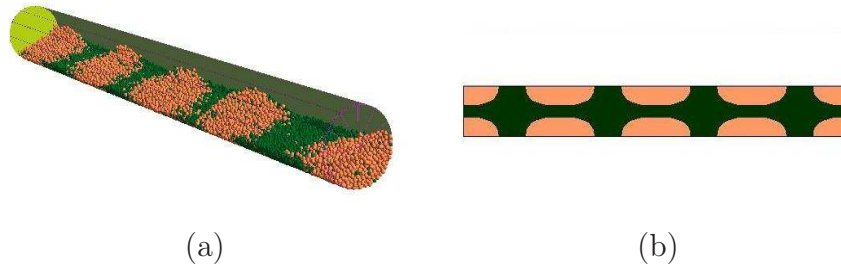


FIG. 1.8 – Figure typique de ségrégation d'un milieu granulaire bidisperse en tambour tournant. Les petites billes sont sombres, les grosses billes sont claires. (a) : les petites et les grosses particules s'organisent en bandes perpendiculaires à l'axe de rotation. Résultat d'une simulation de [79]. (b) : coupe du granulaire dans un plan parallèle à l'axe de rotation, schématisant la sous-structure parfois observée : les petites forment un domaine continu où les bandes sont reliées entre elles par le cœur de l'échantillon. D'après [70].

frottement [79, 70]. Dans ce cas, les particules les plus frottantes se comportent comme les petites billes.

Dans le cas de la ségrégation par taille, le mécanisme conduisant à la formation du cœur de petites billes est le suivant : lors d'une avalanche de petites billes et de grosses billes sur le lit granulaire, les petites billes sont plus facilement piégées par les aspérités de la surface, et elles parcourent donc en moyenne une distance plus courte que les grosses billes, qui elles dévalent la pente jusqu'à atteindre la paroi du cylindre [25]. Après quelques rotations du cylindre, le cœur est enrichi en petites particules par rapport à la périphérie.

Selon Elperin et Vikhansky [25] la ségrégation purement radiale (concentrations uniformes le long du cylindre) est instable. Par conséquent une modulation des concentrations le long du cylindre doit apparaître. L'origine de l'instabilité proposée réside dans l'asymétrie de la surface libre quand les particules du cœur et celles de l'extérieur n'ont pas le même angle d'avalanche.

L'étude de Santomaso et al. [82] est intéressante en ce qu'elle démontre expérimentalement qu'un flux de particules peut exister lorsque deux empilements de particules « avalanchent » côte-à-côte avec des angles différents. L'expérience consiste à partir d'un état ségrégué à deux bandes, chacune des espèces occupant une moitié du cylindre. Dans cet état, la ségrégation radiale n'a pas lieu, mais la mise en rotation de l'appareil provoque l'apparition de deux flux de particules dans la direction axiale. À la surface, le sens du flux est tel qu'il égalise les hauteurs de granulaire à droite et à gauche ; dans le cœur du granulaire, le flux est orienté en sens inverse, et maintient la concentration moyenne homogène : ce flux disparaît si le flux de surface est bloqué par un diaphragme.

Enfin, Jain et al. [44] ont étudié la situation mixte où une suspension bidisperse de particules est placée dans un cylindre en rotation. Dans cette expérience, les effets liés aux angles d'avalanches se combinent aux interactions hydrodynamiques pour donner lieu à nouveau à une ségrégation en bandes de particules.

### 1.3.3 Autres géométries

Quelques données éparses existent dans la littérature sur la ségrégation par taille dans des géométries plan-plan ou Couette.

Husband et al. [42] ont fait quelques observations intéressantes mais seulement qualitatives avec une suspension modèle de particules de PMMA. Le fluide d'immersion est adapté en indice et en densité, et la suspension est bimodale, c'est-à-dire faite d'un mélange de grosses et petites particules. La fraction volumique totale est de 65 %. Ces auteurs ont remarqué que le cisaillement a pour effet d'enrichir la paroi du cylindre extérieur du Couette. L'enrichissement est net mais assez faible, de l'ordre de 4 %. De ces expériences, et d'autres sur l'écoulement de la même suspension dans des conduits cylindriques, les auteurs tirent comme conclusion le fait que les grosses particules ont tendance à occuper les zones de faible cisaillement, au détriment des petites.

D. Mehri [64] a utilisé également une suspension modèle équilibrée en densité, concentrée à 40 %, et contenant des proportions égales de grosses et petites particules (diamètres 180 et 10 microns). En plan-plan, les expériences ne détectent pas de migration notable des petites ; en revanche les grosses ont tendance à fuir le centre de la cellule. L'enrichissement sur le pourtour est significatif, de 10 à 30 % en relatif.

Les travaux de Krishnan et al. [52] concernent le comportement d'un intrus dans une suspension concentrée de particules monodisperses. La géométrie employée est le plan-plan (disques parallèles). Alors que la théorie de la migration sous cisaillement prévoit que les grosses particules doivent migrer plus rapidement que les petites vers les zones de faible cisaillement, et donc se trouver préférentiellement au centre, les auteurs ont au contraire observé que les gros intrus dérivait à vitesse constante vers la périphérie, et que les petits intrus migraient vers le centre. De ce point de vue, et si on considère que le comportement d'un intrus de grande taille et isolé est représentatif de celui d'une population de grosses particules, les observations de Mehri et celles de Krishnan et al. sont en accord qualitativement. En géométrie plan-plan, les grosses particules ont tendance à peupler les zones de fort cisaillement. Ce résultat est à l'opposé de celui énoncé par Husband et al. concernant la géométrie Couette.

Pour expliquer ces observations, Krishnan et al. ont proposé une version étendue du modèle de Leighton et Acrivos sur la diffusion induite par cisaillement, en ajoutant un flux de particules provoqué par la courbure ( $1/r$ ) des lignes de courant (figure 1.4). Cet effet est d'autant plus fort que le rapport  $a/r$  est grand, ce qui est un facteur de ségrégation. En ajustant l'amplitude de ce flux, les auteurs arrivent à reproduire le comportement de l'intrus.

Sur cette base, Shauly et al. [84] ont développé une théorie de Philips généralisée au cas de suspensions bi- et même multimodales, adaptées en densité. Les auteurs construisent les expressions des flux des différentes catégories de particules, en tenant compte de l'effet de courbure. Le coefficient de diffusion des particules de catégorie  $i$  est en  $\dot{\gamma}\Phi\Phi_i \langle a \rangle a_i$ , pour tenir compte de ce qu'une particule de taille  $a_i$  interagit avec toutes les autres particules. On considère que l'effet moyen de ces interactions est représentable par le produit  $\langle a \rangle a_i$ , où  $\langle a \rangle$  est la taille moyenne de l'ensemble des particules. Par ailleurs, une hypothèse nécessaire est formulée quant à la dépendance de la viscosité de la suspension en fonction des différentes fractions volumiques. Cette hypothèse étant posée, le système d'équations du modèle est fermé, et on peut en principe tout calculer : profil de vitesse, et profils de concentration des différentes espèces.

Les auteurs énoncent quelques résultats pour les écoulements de mélanges bi-modaux, en tube cylindrique, plan-plan et Couette. En Couette, on trouve que les grosses particules sont totalement absentes de la région au contact du cylindre interne, et migrent en conséquence vers l'extérieur. Les profils de répartition des petites sont complémentaires, avec un excès de population au voisinage du cylindre interne. Le modèle rend compte ainsi des tendances observées par Husband et al. [42]. La même procédure, appliquée à la géométrie plan-plan, rend compte également des observations de Krishnan et al. [52]. Bien entendu, le résultat dépend beaucoup du choix qui est fait des différentes constantes et fonctions ajustables de la théorie.

Un développement théorique similaire est présenté dans la thèse de D. Mehri [64] et des profils de répartition grosses-petites en régime stationnaire sont calculés pour les deux géométries, Couette et plan-plan. Qualitativement, les allures des profils sont similaires à celles de Shauly et al.. Le calcul prédit un profil de ségrégation continu et très intense. Les expériences en plan-plan montrent un effet dans le même sens, mais d'amplitude semble-t-il moindre que celle prévue théoriquement. D'après D. Mehri, il est possible que le temps d'expérience ne permette pas d'atteindre véritablement le régime stationnaire, ce qui pourrait expliquer la différence.

Dans sa thèse, R. Pesché [74] présente une approche différente, fondée sur le calcul des interactions hydrodynamiques entre les particules de la suspension. Les profils de concen-

tration obtenus avec ce formalisme (dit *de résistance*) sont comparés à ceux prédits par la théorie de « Philipps bidisperse ». Les variations de concentration calculées par ces deux approches sont semblables, à condition de choisir des valeurs adéquates des différentes constantes.

Tous ces travaux concernent des suspensions ajustées en densité ( $\Delta\rho = 0$ ), c'est-à-dire une situation où la gravité ne joue en principe aucun rôle. Ce cas extrême est en fait une idéalisation, puisqu'on élimine l'effet de sédimentation dans le mouvement des particules, pour ne garder que les seules interactions hydrodynamiques (voire *de contact*, si la concentration est proche de l'empilement compact). Dans la pratique, les particules dans les systèmes tels que boues, bétons, propergols solides, etc, sont nettement plus lourdes que le fluide d'immersion. Il est donc important d'observer ce qui se passe sous cisaillement dans la situation générale où  $\Delta\rho > 0$  (et pour une compréhension de principe, dans le cas où  $\Delta\rho < 0$ , symétriquement).

Barentin et al. [7] ont travaillé avec des particules de PMMA dans une huile de densité  $0,8 \text{ g/cm}^3$ , correspondant à  $\Delta\rho = 0,3 \text{ g/cm}^3$ . En plan-plan, les expériences montrent en général une structuration verticale du système, en même temps qu'une localisation de l'écoulement au voisinage de la plaque supérieure. La partie inférieure de l'échantillon, au contact de la plaque du bas, est immobile. Cette configuration de l'écoulement est interprétée dans un article que nous avons récemment publié [57], et dont nous résumons le contenu dans le chapitre 3 de ce mémoire. Lorsque l'échantillon est bimodal, les expériences montrent une très intense ségrégation de tailles, dont le motif s'appuie sur la figure de localisation de l'écoulement. Les phénomènes sont différents de ceux répertoriés dans la littérature avec des fluides adaptés en densité. D'autres expériences, en géométrie Couette et avec le même système, ont confirmé cette observation.

La suite de ce mémoire expose les travaux que nous avons menés dans la continuation de ceux de Barentin et al..

## 1.4 Conclusion

Alors qu'on cherche dans la plupart des applications à obtenir un mélange homogène du fluide et des particules ou des particules entre elles, nous avons pu voir dans ce chapitre que la plupart des sollicitations simples auxquelles les milieux granulaires peuvent être soumis au cours de leur mise en œuvre provoquent la séparation des espèces.

Même pour les milieux simples étudiés académiquement (billes sphériques, lisses, fluide adapté en densité, tailles bien caractérisées) on est bien loin d'avoir un modèle général

pour rendre compte de toutes les expériences. Dans les cas favorables où des théories sont proposées, elles ne décrivent pas l'ensemble des phénomènes observés, mais seulement une partie des mécanismes ; ou bien le nombre de paramètres libres est trop grand pour que le modèle puisse prédire le comportement du granulaire soumis à une autre sollicitation que celle qui a permis d'ajuster les paramètres.

Si on est bien loin de disposer d'une description unifiée de toutes les expériences, un fait expérimental commun à nombre d'entre elles est l'existence d'un écoulement secondaire superposé à l'écoulement principal. Dans les études des suspensions en tambour tournant ainsi que dans les études sur les granulaires polydisperses, la séparation fluide-particules ou particules A-particules B est liée à l'existence de l'écoulement secondaire. Dans les expériences sur la ségrégation, s'il est important de bien connaître l'écoulement principal, il est tout aussi important de caractériser l'écoulement secondaire, sinon théoriquement au moins expérimentalement.

Dans cette thèse, le milieu granulaire qui nous intéresse est un propergol solide avant réticulation. C'est un exemple industriel très éloigné des situations académiques abordées dans ce chapitre. En effet, les charges (= particules) oxydantes et réductrices qui le composent sont rugueuses, non sphériques, très polydisperses (figure 1.9), toutes plus lourdes que le fluide, mais pas toutes de même densité. Le fluide suspendant, un polymère réticulable avec des additifs n'est probablement pas newtonien, et les cisaillements auxquels le propergol est soumis lors de son injection dans les réservoirs sont instationnaires et compliqués. Enfin, remarquons que la composition exacte d'un propergol est une fonction de l'application visée (militaire, civile, aéronautique) ; elle n'est donc pas unique.

Nous avons simplifié ce matériau pour obtenir un milieu modèle étudiable expérimentalement (voir chapitre 2), et il est hors de notre portée de décrire tous les phénomènes qui interviennent lors de la mise en œuvre d'un propergol. L'objectif des travaux qui font l'objet de ce manuscrit est, en multipliant les expériences, d'essayer de décrire le comportement du matériau modèle et de comprendre l'effet de certains paramètres afin de déduire quelques règles extrapolables au cas des propergols.

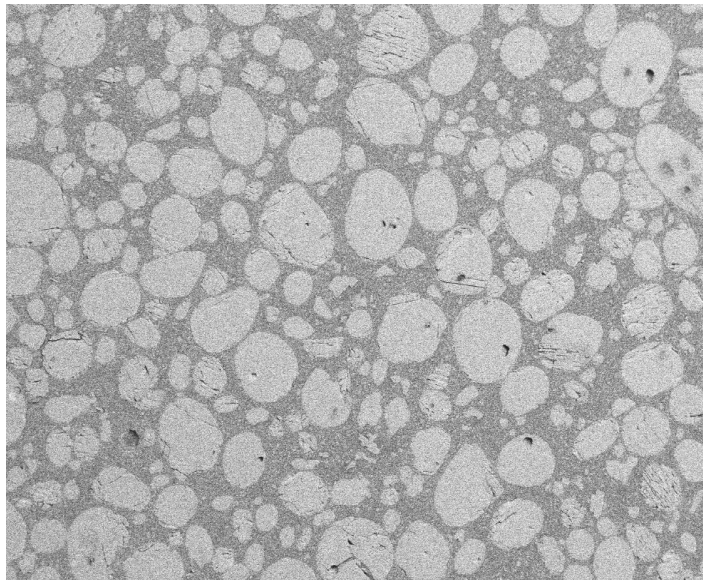


FIG. 1.9 – Image prise au microscope électronique à balayage d'une tranche de propegol après réticulation. Les grains visibles sont du perchlorate d'ammonium, dont les plus gros ont une taille caractéristique de  $400\ \mu\text{m}$ . Image fournie par SME.

# Chapitre 2

## Pâte granulaire modèle et dispositifs expérimentaux

### 2.1 Principe général

Afin de décrire les phénomènes ayant lieu au sein de la pâte cisailée, un mélange modèle a été mis au point [31]. Il s'agit d'une assemblée de billes transparentes immergées dans un fluide de même indice optique, afin que le mélange soit transparent. Les dispositifs de cisaillement utilisés sont fabriqués dans un matériau de même indice, ce qui permet de rendre l'échantillon observable sous cisaillement. Une faible fraction des billes est rendue fluorescente, et ce sont ces marqueurs qui permettent, grâce à des méthodes optiques, de connaître le comportement du matériau sous cisaillement.

Nous présentons dans la suite les différents éléments du montage : constituants du mélange, cellules de cisaillement et dispositifs d'observation et de rhéométrie.

### 2.2 Les constituants du mélange

#### 2.2.1 Billes

Les billes sont en polymétacrylate de méthyle (PMMA), de densité  $\rho = 1,18 \text{ g/cm}^3$  et d'indice de réfraction  $n \simeq 1,49$ . Le lot des petites billes (Acryperl 100, Elf Atochem) a un diamètre moyen de  $20 \mu\text{m}$ , avec des billes dont la taille varie entre  $7$  et  $50 \mu\text{m}$ . Le lot des grosses billes (Acryperl 520, Elf Atochem) a un diamètre moyen de  $173 \mu\text{m}$ , avec une distribution qui va de  $70$  à  $400 \mu\text{m}$  (figure 2.1). Enfin, les petites billes sont réticulées, alors que les grosses ne le sont pas.



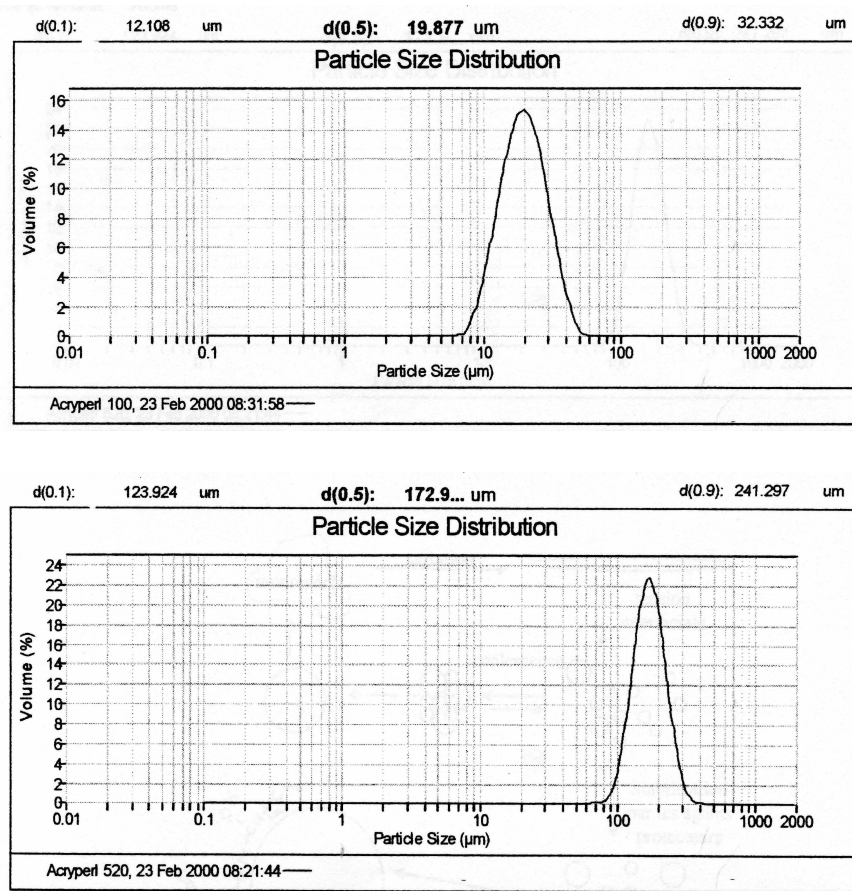


FIG. 2.1 – Distribution des tailles de billes dans chacun des lots utilisés, avant tamisage.

Alors que dans un propergol réel, il est intéressant d'utiliser des lots de particules largement distribués afin d'augmenter la fraction volumique solide [22], nous avons cherché à simplifier le problème qui nous était posé en travaillant avec des distributions de billes plus resserrées. Pour cela, nous avons tenté de tamiser les billes. Dans l'air, les petites billes sont agrégées, ce qui rend leur tamisage impossible tel quel. Pour les tamiser efficacement, il faut les entraîner à travers les tamis à l'aide d'un filet d'eau courante, puis les sécher à l'étuve. Malheureusement, les échantillons fabriqués avec ces billes tamisées sont beaucoup moins transparents que ceux fabriqués avec les billes non tamisées. Il semble donc que le passage dans l'eau modifie en surface l'indice du PMMA, et nous avons renoncé à tamiser les petites billes.

Le tamisage des grosses billes s'avère beaucoup plus simple : elles sont suffisamment grosses pour être tamisées à sec, et nous pouvons donc utiliser une tamiseuse automatique<sup>1</sup>. Les grosses billes que nous utilisons sont celles qui sont tamisées entre 180 et 200  $\mu\text{m}$ .

## 2.2.2 Fluides adaptés en indice

La contrainte principale que nous imposons au fluide est d'être adapté en indice avec les billes pour que le mélange soit transparent. Mais ce n'est pas la seule, puisqu'il faut aussi que le fluide soit un bon mouillant du PMMA, sans en être un solvant. De plus, il ne doit pas « fluorescer » aux longueurs d'onde d'excitation des colorants, et enfin, on préférera travailler avec un fluide non toxique.

Le fluide mis au point par E. Azanza satisfait le cahier des charges ci-dessus. Il est constitué d'un mélange d'huile de microscope (Sigma Aldrich 150) et d'héxadécane en proportions massiques 72-28%. C'est le fluide utilisé par défaut dans toute la suite du travail, on le désignera aussi parfois sous le nom de fluide C16S150. Sa densité, mesurée à l'aide d'un pycnomètre, est  $\rho_0 = 0,88 \text{ g/cm}^3$  et sa viscosité mesurée au rhéomètre est  $\eta_0 = 25 \text{ cp}$  à température ambiante. Cette viscosité varie peu avec la température. Ce fluide est donc plus léger que les billes de PMMA, comme le liant polymérique des propergols qui est plus léger que les charges solides.

Afin d'étudier l'influence de la différence de densité entre billes et fluide sur les phénomènes observés, nous avons fait appel à Cargille Laboratories pour mettre au point deux autres fluides, eux aussi adaptés en indice. Le premier est presque adapté en densité avec les billes ( $\rho'_0 = 1,15 \text{ g/cm}^3$ ,  $\eta'_0 = 23 \text{ cp}$ ), le deuxième est plus lourd que les billes ( $\rho''_0 = 1,43 \text{ g/cm}^3$ ,  $\eta''_0 = 42 \text{ cp}$ ). Les compositions de ces fluides n'ont pas été fournies par

---

<sup>1</sup>Retsh Bioblock Scientific

Cargille, mais ils sont miscibles l'un avec l'autre ainsi qu'avec le fluide C16S150, ce qui permet en théorie d'obtenir n'importe quelle valeur de  $\rho$  comprise entre 0,88 et 1,43 g/cm<sup>3</sup>.

Les caractéristiques des fluides utilisés sont rassemblées dans le tableau 2.1.

Fluide	$\Delta\rho = \rho_{\text{billes}} - \rho_{\text{fluide}}$ (g/cm <sup>3</sup> )	$\eta$ (cp) à $T_{\text{amb}}$
fluide de référence (C16S150)	0,31	23
fluide lourd (Cargille AC)	-0,24	42
fluide léger (Cargille AB)	0,04	25

TAB. 2.1 – Caractéristiques des fluides utilisés.

Enfin, il faut remarquer que l'adaptation d'indice n'est jamais parfaite car les billes (notamment les plus petites) présentent une légère dispersion d'indice, certaines d'entre elles présentent également des inclusions gazeuses, et le mélange est toujours légèrement opalescent, quel que soit le fluide utilisé.

On trouve dans la littérature quelques recettes permettant de fabriquer des fluides iso-indice, nous en donnons un récapitulatif dans l'annexe A.

### 2.2.3 Marqueurs fluorescents

#### Choix des colorants

Afin de caractériser l'écoulement du milieu cisailé et la répartition des différentes espèces, certaines billes sont rendues fluorescentes par l'imprégnation d'un colorant. Le principe de la coloration des billes a été mis au point par F. Gozalbès [31]. À l'époque, un seul colorant (la rhodamine 6G) était utilisé et servait à colorer les deux espèces de particules. La fluorescence du colorant était excitée par la raie à 514 nm du laser Argon, et recueillie sur la caméra après un filtre orange. Lors d'une expérience, une seule espèce de billes était colorée : pour avoir une connaissance complète du champ de concentration, il fallait donc faire deux expériences successives, l'une avec les petites billes colorées, l'autre avec les grosses billes colorées, et espérer que les deux expériences soient complémentaires.

Inspirés par le protocole de F. Gozalbès, nous avons revu le choix des colorants afin d'en trouver deux différents qui puissent être utilisés pour marquer simultanément les grosses et les petites particules. Autrement dit, il fallait trouver deux colorants qui fluorescent dans des longueurs d'onde différentes, et excitables par des longueurs d'onde différentes et accessibles avec le laser Argon.

Notre choix s'est porté sur la sulforhodamine B (abréviation SRB) pour marquer les grosses billes, et sur l'iodure de 3,3'-diéthylloxycarbocyanine (abréviation DOCI) pour marquer les petites billes. La figure 2.2a représente l'absorbance de ces colorants en fonction de la longueur d'onde, et permet de choisir les longueurs d'onde d'excitation adaptées.

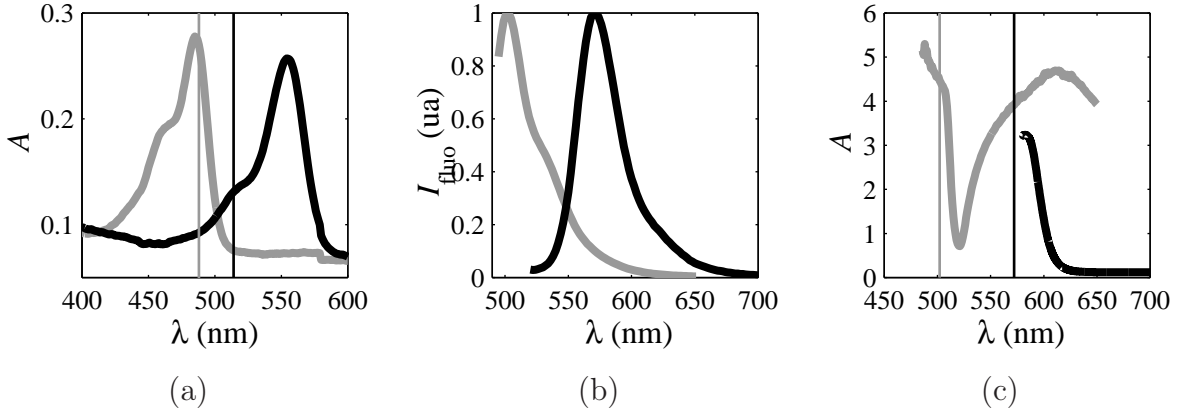


FIG. 2.2 – Pour ces trois figures, les courbes en traits gris sont relatives à la DOCI (et au filtre utilisé pour observer sa fluorescence), les courbes noires sont relatives à la SRB (et au filtre choisi pour observer sa fluorescence). (a) : absorbance de solutions alcooliques de DOCI et SRB à  $2 \cdot 10^{-6}$  mol/L. Traits verticaux : longueurs d'onde d'excitation choisies (488 et 514 nm). L'absorbance des solutions est définie comme le logarithme décimal de l'intensité incidente sur l'intensité transmise. (b) : spectre d'émission d'une pâte granulaire contenant uniquement des grosses billes (vierges + colorées SRB) et excitée à 514 nm ; et spectre d'émission d'une pâte granulaire composée uniquement de petites billes (vierges + colorées DOCI), et excitée à 488 nm. (c) : absorbance des filtres choisis. Traits verticaux : longueurs d'onde d'émission maximale des deux colorants mesurées sur la figure (b) (502 et 572 nm).

Le maximum d'absorption de la DOCI se situe autour de 485 nm, on peut donc l'exciter très efficacement avec la raie bleue à 488 nm du laser Argon. La SRB a son maximum d'absorption vers 554 nm mais la raie à 514 nm du laser Argon peut exciter ce colorant. Idéalement, on souhaite isoler un colorant et un seul par un choix convenable des longueurs d'onde d'excitation et d'observation. En réalité, les bandes d'absorption et d'émission des colorants se recouvrent un peu, et le découplage n'est pas possible à 100 %. Ainsi, quand on excite la DOCI à 488 nm, on excite aussi un peu la sulforhodamine, et inversement, comme le montrent les spectres d'émission des colorants de la figure 2.2b. Le spectre d'émission d'un colorant est en général fonction de l'environnement chimique dans lequel il se trouve, nous avons donc choisi de représenter sur la figure 2.2b les spectres d'émission des colorants imprégnés dans les billes de PMMA selon le protocole décrit plus loin.

Avec un filtre suffisamment étroit et centré sur le maximum d'émission de la DOCI, on voit qu'il est possible d'éliminer la fluorescence de la SRB. Nous réalisons ce filtrage

en associant un filtre interférentiel à 518 nm et une cellule d'épaisseur 5 mm contenant une solution alcoolique de DOCI à 0,39 g/L (ou  $8,5 \cdot 10^{-4}$  mol/L). Celle-ci, en effet, est très absorbante à 488 nm et peut donc être utilisée pour bloquer le rayonnement d'excitation diffusé par la pâte vers la caméra d'observation. La figure 2.2c montre la performance de cette association. Bien que nous ne récupérions pas la lumière émise au maximum d'émission de la DOCI, ce choix de filtre permet d'éliminer la quasi-totalité de la fluorescence parasite de la SRB, ainsi que le rayonnement à 488 nm.

Un filtre centré sur le maximum de fluorescence de la SRB ne serait pas judicieux, car la fluorescence de la DOCI à cette longueur d'onde est significative (figure 2.2b). On préfère donc, pour collecter les photons émis par la SRB, un filtre Newport FSQ-RG610 qui ne laisse passer que les longueurs d'onde supérieures à 610 nm.

Ce choix de filtres permet bien d'éliminer la fluorescence parasite de la SRB quand on cherche à observer les billes colorées à la DOCI, mais le signal mesuré pour une excitation à 514 nm est pollué par la fluorescence de la DOCI. Ceci n'est pas rédhibitoire si l'on connaît par une calibration la proportion de signal parasite par rapport au signal d'intérêt.

## Coloration des billes

L'utilisation de marqueurs colorés pour connaître la répartition du reste des billes repose sur les hypothèses suivantes :

- la concentration en billes marquées est proportionnelle à la fraction volumique de billes non marquées,
- l'intensité de fluorescence est partout proportionnelle à la concentration de marqueurs,
- l'intensité de fluorescence est proportionnelle à l'intensité lumineuse incidente.

La première condition implique en particulier que le marquage des billes ne doit pas provoquer de ségrégation entre les billes marquées et non marquées : le bon protocole de coloration ne doit modifier ni la taille des billes, ni leur forme ou leur l'état de surface. Pour satisfaire au mieux toutes ces hypothèses nous optons pour une coloration légère des billes, mais suffisante pour être détectable.

En partant du protocole mis au point par F. Gozalbès [31], nous avons procédé par essai-erreur pour établir une « recette » de coloration des billes présentant le meilleur compromis. Les nombreux tests de coloration nous ont permis de dégager quelques lois :

- contrairement à ce qu'avait fait F. Gozalbès, nous ne pouvons pas utiliser l'acétone comme solvant d'imprégnation des petites billes, car les petites billes plongées dans une solution d'acétone et de DOCI s'agrègent et forment des « caillots » solides.

- si la solution d’alcool et de DOCI est trop concentrée, et si la durée d’imprégnation est trop longue, les petites billes voient leur état de surface se dégrader, avec apparition de fissures multiples (voir par exemple la figure 2.3a).
- le séchage à l’étuve crée des agrégats faiblement cohésifs qu’il faut prendre soin de casser, par exemple en rassemblant les billes dans une toile de nylon, puis en les broyant manuellement.

Finalement, le protocole est le suivant :

- préparation de la solution colorée : 200 mL d’éthanol et 0,03 g de DOCI, ou 0,07 g de SRB ;
- chauffage de la solution au bain-marie à 35°C ;
- ajout de 3–4 g de billes ;
- agitation pendant 15 min ;
- filtration des billes sur tamis, puis rinçage à l’eau ;
- séchage à l’étuve à 50°C ;
- concassage des agrégats.

Nous avons mentionné que le passage des petites billes sous l’eau modifiait leur indice en surface, et rendait le mélange de petites billes lavées et de fluide C16S150 turbide. L’étape de rinçage est indispensable ici, mais elle ne nuit cependant pas à l’adaptation d’indice, car la proportion de billes fluorescentes —et donc lavées— étant très faible, le mélange reste transparent.

Des exemples de billes colorées, dont certaines comportent des défauts, sont donnés sur la figure 2.3. D’après notre expérience, ce protocole donne des résultats convenables pour l’utilisation que nous faisons des billes colorées. Les intensités de fluorescence ( $I$ ) sont suffisantes pour la détection par la caméra refroidie dans le mode *integrate on chip*<sup>2</sup>. La dynamique exploitable sur les images est de l’ordre de 1 à 100 en intensité, et dans chaque cas,  $I$  est proportionnelle à la concentration en particules colorées (voir paragraphe suivant). Par ailleurs, nous avons fait quelques tests pour voir si les particules n’avaient pas tendance à s’agréger sous cisaillement, ou si, d’une façon générale, la coloration des billes n’était pas à elle seule un facteur de ségrégation. L’interprétation des résultats des tests est délicate car on sait par ailleurs que le cisaillement engendre des variations de fraction volumique [56, 64]. Autrement dit, même si les billes colorées sont représentatives des billes non colorées, on peut quand même observer des inhomogénéités de fluorescence. Les variations de fluorescence constatées lors des tests sous cisaillement sont faibles (<10%),

---

<sup>2</sup>ce mode de la caméra CCD est l’équivalent d’un temps de pause long sur un appareil photo classique : la caméra fait la somme en temps réel de  $N$  images accumulées à la cadence vidéo

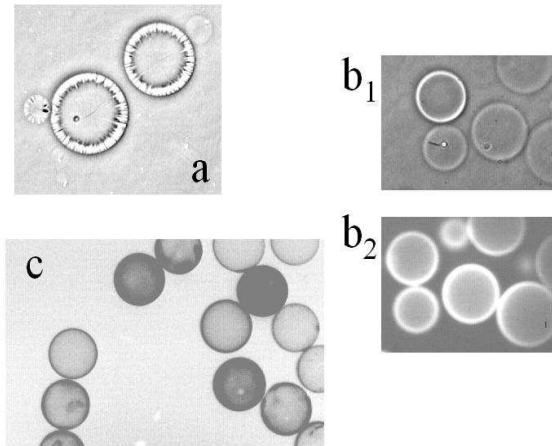


FIG. 2.3 – Exemples de billes après coloration. (a) : petites billes avec fissures multiples en surface. (b1) et (b2) : images en contraste de phase et en fluorescence de petites billes colorées réussies. L’image en contraste de phase met en évidence les anomalies d’indice de réfraction en surface. (c) : image en transmission de grosses billes tamisées après coloration réussie.

ce qui semble indiquer que les billes colorées ne ségrègent pas, du moins dans le temps des expériences (maximum : une semaine).

Enfin il est important de signaler les imperfections de la recette quant à l’uniformité et à la reproductibilité de la coloration. À l’issue d’un traitement, toutes les billes ne présentent pas le même niveau de coloration, et d’un traitement à l’autre, le niveau moyen de fluorescence peut varier. Pour une série d’expériences sur la pâte modèle, il est donc important de n’utiliser qu’un seul et même lot de particules colorées, et il faut que ces billes soient assez nombreuses dans l’échantillon pour que la dispersion de la quantité de colorant par bille soit partout négligeable. Les doses que nous adoptons, dans le protocole de coloration et dans la proportion de billes colorées par rapport aux billes non colorées, représentent un bon compromis sur tous ces points.

### Calibration de la fluorescence des billes

Cette étape permet de choisir la proportion adéquate de billes fluorescentes dans le mélange, et de vérifier l’hypothèse de linéarité de l’intensité de fluorescence en fonction de la proportion de billes fluorescentes dans le mélange.

L’expérience consiste à préparer de petits échantillons de pâte modèle contenant différentes proportions de billes fluorescentes : pour tester la fluorescence des petites billes

marquée à la DOCI, nous préparons des pâtes de petites billes, et pour tester la fluorescence des grosses billes marquées à la SRB, nous utilisons des pâtes de grosses billes.

Après avoir vérifié que la relation était bien linéaire entre le niveau de gris moyen  $NG$  et la puissance laser  $P_{laser}$ , nous avons enregistré pour chaque échantillon la valeur du rapport  $NG/P_{laser}$ , et ainsi obtenu la figure 2.4. Les filtres utilisés sont ceux qui ont été choisis au paragraphe 2.2.3. Les échantillons sont tous préparés de la même manière, on suppose donc que la fraction volumique moyenne ne change pas d'un échantillon à l'autre.

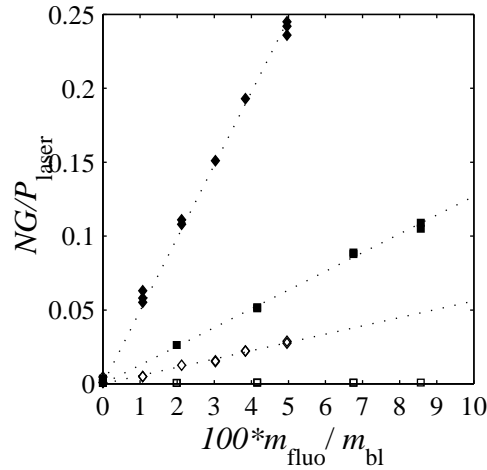


FIG. 2.4 – Calibration de la fluorescence de pâtes monodisperses en fonction du pourcentage de billes colorées.  $\square$  : SRB éclairée à 488 nm,  $\blacksquare$  : SRB éclairée à 514 nm,  $\blacklozenge$  : DOCI éclairée à 488 nm,  $\diamond$  : DOCI éclairée à 514 nm.

Les intensités mesurées dans chaque situation sont bien proportionnelles à la quantité de billes fluorescente introduite. Pour l'étude du comportement des pâtes bidisperses, nous avons décidé de travailler avec les proportions suivantes :  $m_G^{SRB}/m_G^{vierges} = 8\%$  et  $m_P^{DOCI}/m_P^{vierges} = 2\%$ .

Quand on éclaire la pâte à 488 nm pour connaître la répartition des petites billes, le signal émis par les grosses billes est négligeable, et l'image des petites billes ne nécessite pas d'autre correction que celle dues aux inhomogénéités d'éclairement et de collection de la lumière. Une fois cette correction apportée (voir annexe B) le niveau de gris est directement proportionnel à la fraction volumique. En revanche, quand on travaille à 514 nm pour connaître la répartition des grosses billes, l'image est polluée par l'intensité « parasite » émise par les petites billes éclairées à 514 nm. Autrement dit, à 514 nm :

$$Image_G^{exp} = Image_G^{ideale} + \alpha Image_P$$



où les indices P et G désignent les contribution des petites et des grosses billes. La figure 2.4 permet en principe de calculer  $\alpha$ , et donc de corriger les images obtenues à 514 nm. En fait, à 488 nm, les petites billes diffusent fortement la lumière, et sur l'image résultat, une partie de l'intensité lumineuse provient de régions qui ne contiennent pas de billes. En particulier, sur la photo 2.5, l'échantillon occupe le volume limité par les traits pleins, mais le niveau de gris n'est pas nul dans le rotor ! Nous ne sommes donc pas capables d'estimer précisément la fraction volumique en petites billes, et nous renonçons donc à corriger l'image des grosses billes. Notre technique ne permet donc pas de mesurer de façon fiable des changements subtils de concentration. En revanche, des variations nettes, de quelques % ou d'avantage, sont bien mises en évidence.

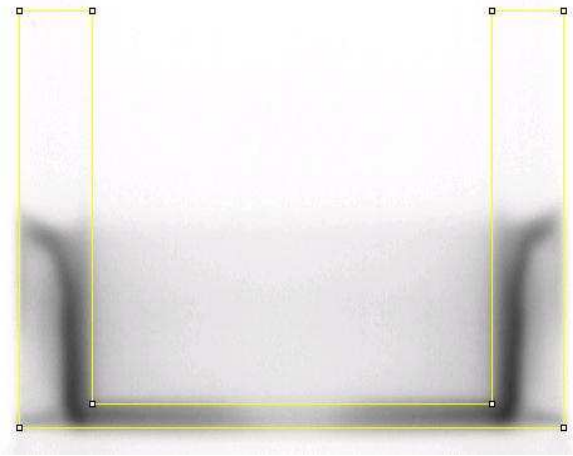


FIG. 2.5 – Image finale d'une expérience de cisaillement entre deux cylindres. La pâte granulaire bidisperse occupe le volume entre les cylindres délimité par les traits pleins. Les deux espèces de particules sont colorées. On voit ici le signal émis par les petites billes éclairées à 488 nm et situées dans un plan diamétral du dispositif : de l'intensité lumineuse parasite semble provenir de régions extérieures à l'échantillon. Dimension horizontale de l'échantillon : 40 mm.

## 2.3 Cellules de cisaillement

Nous avons étudié deux géométries de cisaillement, Couette et plan-plan (ou plus exactement, fond de Couette). Comme nous l'avons mentionné plus haut, les cellules de cisaillement sont fabriquées en PMMA, afin de conserver la continuité de l'indice de réfraction. Le cylindre extérieur, profond d'environ 40 mm, de diamètre  $2R_2=40$  mm, est le même dans toutes les expériences, le passage de la géométrie plan-plan à Couette se fait en changeant

le cylindre intérieur. Dans le cas des expériences en plan-plan, le cylindre interne a un diamètre  $2R_1=37,5$  mm et on laisse un gap horizontal  $d$  de plusieurs mm. Dans le cas des expériences en Couette, le cylindre interne a un diamètre  $2R_1=30$  mm, et il est descendu en laissant un entrefer horizontal minimum (typiquement 1 mm) (cf figure 2.6).

Chacun des deux cylindres est relié à un moteur, ce qui permet de travailler en mode contra-rotatif. La différence de vitesse  $\Omega = \Omega_1 - \Omega_2$  entre les deux cylindres étant fixée, on peut encore ajuster une quantité appelée *offset* telle qu'on puisse décaler chacune des vitesses  $\Omega_1$  et  $\Omega_2$  d'une quantité variable :  $\Omega_{1,2} \rightarrow \Omega_{1,2} - o$ , en gardant constante la vitesse  $\Omega$ . Cette fonction permet d'immobiliser dans le référentiel du laboratoire n'importe quel point de la pâte [7]. Dans la plupart des expériences, néanmoins, on maintient le cylindre extérieur fixe, et la pâte est entraînée par la rotation du cylindre interne seulement. Dans ce contexte, le cylindre interne sera très souvent appelé *rotor* et le cylindre externe *stator*.

Les caractéristiques géométriques des cellules de cisaillement sont indiquées sur la figure 2.6.

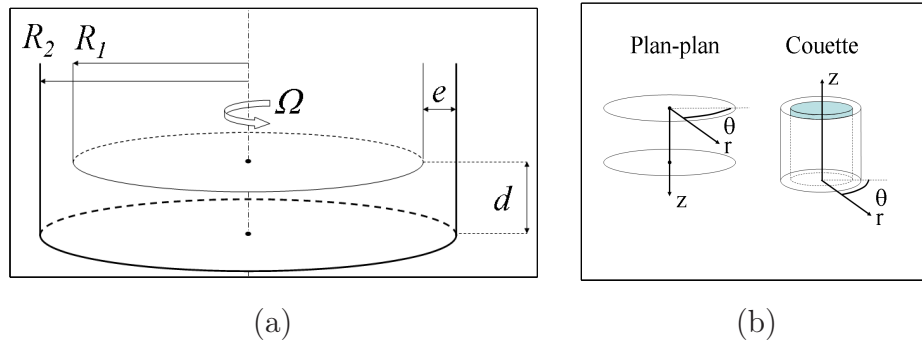


FIG. 2.6 – (a) : dispositif de cisaillement utilisé : 2 cylindres concentriques entre lesquels la pâte est cisailée. Le cylindre intérieur, de rayon  $R_1$  est plein. Il est inséré dans le cylindre extérieur de rayon  $R_2 = 20$  mm. L'entrefer est noté  $e$ , la distance entre les fonds des cylindres est notée  $d$ . En géométrie Couette :  $e = 5$  mm et  $d \sim 1$  mm. En géométrie plan-plan :  $e = 1.25$  mm et  $d =$  quelques mm. (b) : orientation du repère  $(r, \theta, z)$  pour les deux géométries.

Si les cylindres sont lisses, la pâte granulaire n'est pas entraînée par les surfaces en mouvement. Afin d'éliminer, au moins partiellement, le glissement, les surfaces des cylindres en contact avec la pâte sont rendues rugueuses à l'aide d'une râpe à bois. Les sillons ainsi creusés ont une profondeur de quelques  $10 \mu\text{m}$  et une largeur de quelques  $100 \mu\text{m}$ . Le glissement n'est pas totalement supprimé, comme nous le verrons plus loin.

Enfin, même si nous appelons souvent ce dispositif de cisaillement *rhéomètre*, il ne permet pas de mesurer les contraintes, mais seulement d'imposer un cisaillement. Les mesures

faites sur cet appareil concernent la répartition des espèces et les champs de vitesse sous cisaillement.

## 2.4 Dispositifs d'observation des échantillons

### 2.4.1 L'oléarium

Le stator est cylindrique. Sans autre dispositif, l'échantillon est vu au travers d'un cylindre, ce qui déforme l'image et la surface de mise au point. Afin de remédier à cet inconvénient, la cellule de Couette est plongée dans une cuve à faces parallèles, en PMMA elle aussi, et contenant du fluide adapté en indice. Nous appelons cette cuve « oléarium ». Ainsi, la caméra ne voit qu'une brique solide de PMMA, aux imperfections d'adaptation d'indice près.

### 2.4.2 Éclairage par nappe laser : champs de concentration et de vitesse

Nous utilisons une nappe laser pour exciter la fluorescence des billes marquées situées dans un plan. On obtient alors des vues en coupe.

La nappe laser est générée par un miroir polygonal tournant<sup>3</sup>. Un miroir incliné à 45° de l'horizontale et placé sous l'échantillon renvoie la nappe laser dans l'échantillon (figure 2.7a) qui est alors observé par le côté, perpendiculairement à la nappe. Celle-ci est fixe dans le référentiel du laboratoire, mais le rhéomètre est monté sur une platine de translation : pour obtenir des coupes de l'échantillon à différentes distances de l'axe, il suffit de déplacer le rhéomètre le long de la direction d'observation.

Une autre façon d'éclairer la pâte consiste à utiliser une nappe laser horizontale (figure 2.7b). Celle-ci est fabriquée à l'aide d'une lentille cylindrique. En jouant sur l'inclinaison du faisceau incident sur la lentille, on peut faire varier l'altitude des coupes horizontales. Dans cette configuration, l'échantillon est observé par le dessous, en utilisant le miroir de renvoi de la figure 2.7a tourné de 90°.

Dans les deux cas ci-dessus, on peut choisir la longueur d'onde d'excitation : 488 nm (bleu) pour observer les petites billes ou 514 nm (vert) pour observer les grosses billes. On intercale entre l'échantillon et la caméra le filtre adapté (cf page 43).

Dans le cas des coupes verticales, les images de l'échantillon sont obtenues à l'aide d'une caméra COHU 4920 refroidie à 5°C par effet Peltier. Associée à une carte d'acqui-

---

<sup>3</sup>Lincoln lasers : <http://www.lincolnlaser.com/products/mirrors.cfm>

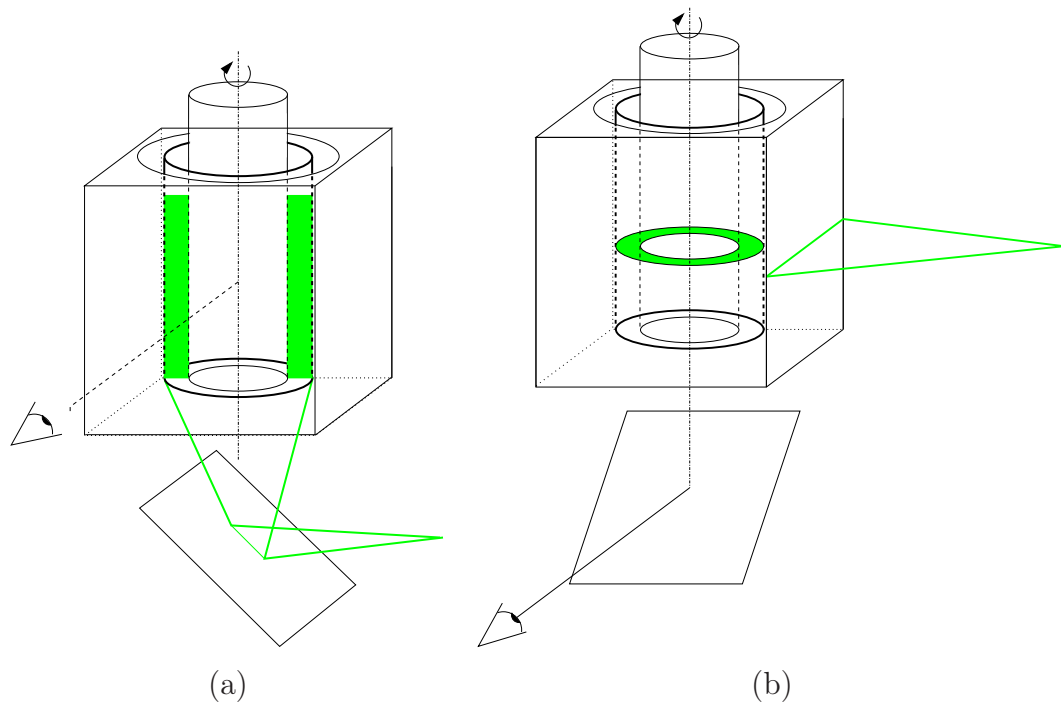


FIG. 2.7 – Deux modes d'observation possibles des échantillons sous cisaillement. L'échantillon contenu entre le rotor et le stator -traits gras-, est éclairé par la feuille laser. Le stator est plongé dans une cuve à face parallèles : l'oléarium. (a) : éclairage par la nappe laser verticale renvoyée dans l'échantillon par le miroir situé en dessous. L'échantillon est observé par la tranche. (b) : éclairage par la nappe laser horizontale. Le miroir situé sous l'oléarium renvoie la lumière émise par les marqueurs fluorescents vers la caméra.

tion SCION Image, cette caméra possède un mode *integrate on chip* qui permet de choisir le temps de pose du capteur CCD lors de l'enregistrement. Cette fonction permet d'améliorer le rapport signal/bruit des images, elle est très utile pour obtenir des champs de concentration précis sans illuminer la pâte granulaire de manière trop intense.

Les modes d'observation avec une nappe laser nous permettent d'obtenir les champs de vitesse et de concentration.

Pour obtenir les champs de vitesse dans tout l'échantillon, on tire profit du fait que les nappes laser permettent de balayer tout l'échantillon. On peut donc faire à chaque rayon (resp. altitude) un film sur lequel on suit le mouvement des particules marquées dans le plan  $(r, z)$  (resp.  $(r, \theta)$ ). La cadence et la durée d'acquisition sont choisies pour que les particules se déplacent environ d'un diamètre entre deux images successives. Un logiciel de vélocimétrie par imagerie de particules (PIV, voir annexe B) fondé sur le calcul de la fonction de corrélation des images nous permet alors de calculer le champ de vitesse dans chacune des coupes, et d'en déduire le champ de vitesse dans tout l'échantillon.

Les champs de concentration sont obtenus en plaçant la nappe laser verticale en position diamétrale. Pour diminuer le bruit, on fait en général des moyennes de films réalisés en faisant tourner les cylindres extérieur et intérieur en bloc. Le logiciel de traitement d'image qui nous permet de convertir les images brutes en cartes de concentration est décrit dans l'annexe B.

### 2.4.3 Speckle : localisation de la vitesse

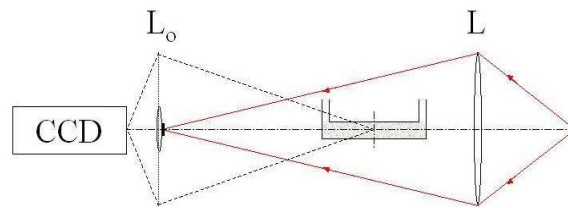


FIG. 2.8 – Dispositif d'éclairage en mode speckle.

Pour obtenir des informations globales sur l'écoulement dans la pâte, on éclaire celle-ci avec une onde plane rouge issue d'un laser He-Ne dirigé vers la caméra, et on forme une image du système en transmission (figure 2.8). En général, la pâte granulaire est assez diffusante, et ne transmet qu'une partie de l'onde rouge, en conséquence l'échantillon apparaît sombre dans l'image. Les zones alentour ne diffusent pratiquement pas, car les

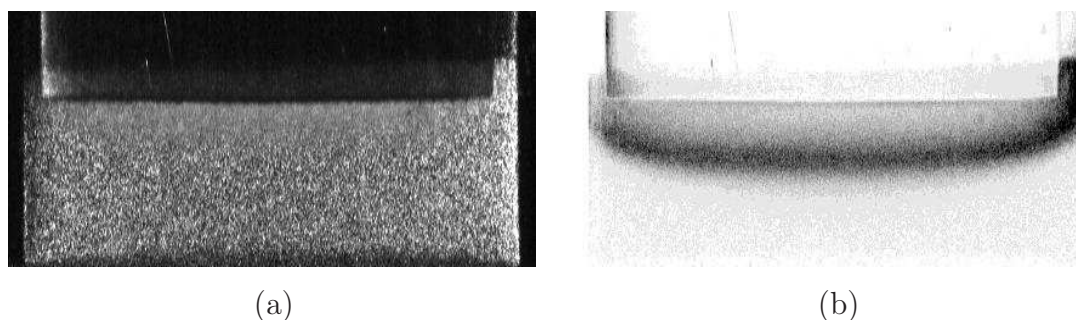


FIG. 2.9 – (a) : exemple d'image d'un film de speckle en géométrie plan-plan. (b) : image obtenue après traitement du film de speckle (contraste augmenté).

rayons qui les traversent ne rencontrent que du PMMA massif ou de l'huile pure : ces zones sans intérêt sont très lumineuses. Il est intéressant de renverser cette hiérarchie en faisant en sorte que ces zones apparaissent noires, et que la pâte constitue la partie brillante de l'image. Il suffit pour cela d'observer l'image dans un mode *strioscopie*, ou *fond noir* : on colle au centre de la lentille frontale de l'objectif de la caméra ( $L_o$ ) une petite pastille noire, et à l'aide de la lentille L disposée en amont de l'échantillon, on forme l'image de la source lumineuse sur la pastille. Si l'échantillon est parfaitement transparent, tous les rayons lumineux issus de la source sont bloqués par la pastille, et l'image est noire. Au contraire, si un rayon lumineux est dévié par la présence de diffuseurs, il passe à côté de la pastille. La zone de l'échantillon dont il provient est éclairée dans l'image. On visualise ainsi, sur fond noir, l'ensemble des zones diffusantes de l'échantillon.

Au repos, l'image obtenue est une figure statique dite de « speckle » constituée de grains lumineux et sombres aléatoirement disposés. Les grains lumineux correspondent à des trajectoires de photons ayant interagi constructivement, les gains sombres correspondent à des interférences destructives. Un exemple d'image de speckle est donné sur la figure 2.9a dans le cas d'une expérience de cisaillement en plan-plan.

Lorsque la pâte est cisailée, les chemins constructifs et destructifs se déplacent, ce qui fait clignoter les grains de speckle. On identifie ainsi les zones de speckle statique aux zones figées, et les zones de speckle fluctuant aux zones en mouvement.

Pour faciliter l'identification des zones en mouvement, on réalise un film de l'échantillon éclairé en mode speckle (100 images prises à la cadence 10 images/s). On applique alors au film un filtre de renouveau : l'opération consiste à soustraire à chaque image du film l'image précédente. Grâce à cette opération, les zones de l'échantillon qui ne changent pas d'une image à l'autre apparaissent blanches, alors que les zones dans lesquelles les grains

clignotent ont un niveau de gris non nul. La dernière étape consiste à moyenner les 99 images obtenues, et à identifier sur cette image les régions sombres qui sont les zones en mouvement. Un exemple d'image obtenue après traitement d'un film de speckle est donné sur la figure 2.9b.

L'information est globale, au sens où la figure ne donne que la portée maximale du champ des vitesses : la méthode du speckle revient à faire la projection sur le plan du capteur de la zone en mouvement. Si la zone en mouvement est un anneau, on n'a pas accès par cette méthode au diamètre intérieur de l'anneau. Pour cela, il faut faire des coupes de l'échantillon à l'aide de la nappe laser et utiliser la méthode « PIV » .

De plus, il faut garder à l'esprit que ces deux méthodes ne mesurent pas tout à fait la même quantité : la méthode PIV mesure la vitesse moyenne, alors que la méthode speckle ne fait pas la différence entre une fluctuation de position à vitesse moyenne nulle et un déplacement à vitesse moyenne non nulle. Pour cette raison, nous distinguons  $\xi$ , la limite des fluctuations de position ; et  $\zeta$ , la portée du champ de vitesse.

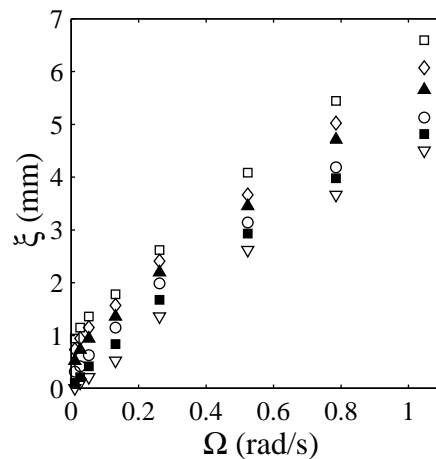


FIG. 2.10 – Influence de la fréquence de prise de vue sur la limite du champ de vitesse estimée.  $\square$  :  $f=0,2$  Hz,  $\diamond$  :  $f=1$  Hz,  $\blacktriangle$  :  $f=2$  Hz,  $\circ$  :  $f=5$  Hz,  $\blacksquare$  :  $f=10$  Hz,  $\nabla$  :  $f=25$  Hz.

Une subtilité supplémentaire apparaît lorsqu'on utilise la méthode du speckle, car la valeur de  $\xi$  dépend de la fréquence de prise de vue du film de speckle. Si la fréquence est lente on voit les fluctuations lentes, i.e. celles qui ont lieu aux grandes profondeurs, alors que si la fréquence de prise de vue est rapide, on ne voit que les fluctuations les plus rapides. Cet effet est illustré sur la figure 2.10, où on montre la variation de la hauteur interprétée comme en mouvement en fonction de la vitesse de rotation, et pour différentes fréquences de prise de vue. À vitesse  $\Omega$  donnée, on trouve bien que  $\xi$  est une fonction décroissante de

la fréquence de prise de vue. Nous travaillons à la fréquence 10 Hz, qui donne une valeur de  $\xi$  proche de  $\zeta$ .

Bien que plus compliquée du point de vue de l'interprétation, la technique du speckle est bien plus rapide que la méthode « PIV » pour mettre en évidence la localisation des écoulements. C'est un moyen simple de diagnostic rapide.

#### 2.4.4 Poursuite de particules : écoulements secondaires

L'éclairage par une nappe laser donne accès à l'écoulement principal (ou laminaire), dans lequel les trajectoires des particules sont circulaires, colinéaires à  $\vec{u}_\theta$  uniquement (dans le système de coordonnées cylindriques naturel pour nos géométries). On sait pourtant que la donnée de la vitesse azimutale ne suffit en général pas pour décrire complètement l'écoulement. Des instabilités peuvent en effet apparaître, par exemple si l'écoulement est proche de la turbulence (rouleaux de Taylor en Couette [33]), ou encore si les propriétés rhéologiques particulières du fluide (élasticité, échauffement visqueux...) rendent instable un écoulement laminaire, même aux faibles vitesses d'entraînement [11]. Il apparaît alors une composante de la vitesse dans le plan ( $\vec{u}_r, \vec{u}_z$ ).

Nous avons donc développé une deuxième méthode d'observation de la pâte, grâce à laquelle nous avons accès à l'écoulement secondaire des grains. Le rhéomètre utilisé a les mêmes caractéristiques géométriques que dans le cas de l'étude de l'écoulement principal, mais il est cette fois observé à l'aide d'un microscope. Le microscope est monté sur des translations motorisées et il est équipé d'une caméra reliée à un moniteur. La pâte est éclairée par un pinceau laser, la position de ce pinceau coïncidant avec le plan de mise au point du microscope. On visualise alors avec un fort grossissement les marqueurs fluorescents qui se trouvent dans le plan de mise au point. On choisit un de ces marqueurs, et en jouant sur l'offset, on le maintient dans le plan de mise au point du microscope. Il ne reste alors plus qu'à suivre le mouvement de la particule fluorescente dans le plan ( $\vec{u}_r, \vec{u}_z$ ), grâce aux translations qui équipent le microscope. En enregistrant les positions ( $r, z$ ) des translations, on accède ainsi à la trajectoire des particules. Le schéma de principe est donné sur la figure 2.11.

Le pilotage des translations motorisées et de l'offset se fait à l'aide de deux joysticks reliés à une carte d'acquisition, et toutes les coordonnées sont enregistrées au cours du temps.

L'utilisation de la fonction contrarotative pour mesurer l'écoulement secondaire est fondée sur l'hypothèse que faire tourner l'un ou l'autre des cylindres ne change pas la



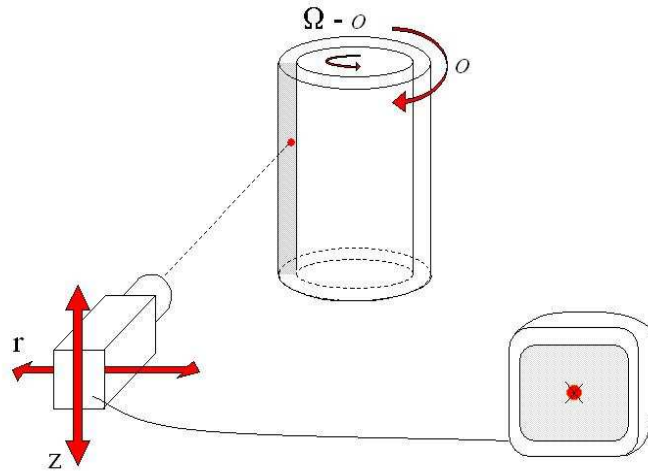


FIG. 2.11 – Principe de la poursuite de particules : la particule suivie est maintenue dans le plan de mise au point du microscope en jouant sur l’offset  $o$ , le déplacement dans le plan  $(r, z)$  est suivi en déplaçant l’ensemble {microscope + caméra}.  $r, z$  et  $o$  sont contrôlés par un joystick relié à une carte d’acquisition.

nature de l’écoulement, autrement dit, nous supposons que l’inertie est négligeable dans notre système. Nous verrons plus loin que cette hypothèse est approximativement vérifiée.

Enfin, il faut noter que la description de l’écoulement reste incomplète, même avec la donnée de l’écoulement secondaire, car nous ne savons pas quel est le comportement du fluide. En particulier, nous ne savons pas répondre à la question : « le mouvement du fluide est-il identique au mouvement des particules ? ».

## 2.5 Rhéométrie

Afin d’effectuer des mesures de rhéologie sur nos mélanges, nous avons équipé un rhéomètre AR 2000 (TA Instrument) avec des mobiles en PMMA, de mêmes dimensions que ceux utilisés ci-dessus.

Ce rhéomètre peut travailler à la fois dans les modes contrainte et vitesse imposées. D’après le constructeur, la gamme de couple accessible s’étend de 0,1 mN.m à 200 mN.m. Les vitesses angulaires vont de  $10^{-8}$  à 300 rad/s (mode : contrainte imposée) ou de  $10^{-2}$  à 300 rad/s (mode : vitesse imposée). Un capteur placé sous l’échantillon permet de mesurer la force normale. La gamme de force mesurable va de  $10^{-2}$  à 50 N.

Les mesures rhéologiques concernent les contraintes tangentielles et normales.

## 2.6 Comparaison de nos expériences avec les conditions industrielles

Nous terminons ce chapitre en comparant les caractéristiques des matériaux que nous avons choisis à celles des matériaux qui composent un propergol réel. Le tableau 2.2 contient ces informations.

	Propergol	Pâte granulaire
<b>particules</b>		
taille	1 à 400 $\mu\text{m}$	20 et 200 $\mu\text{m}$
nombre de « familles »	2 ou 3	2
densité	1,7 à 2,7	1,19
fraction volumique solide	80 à 88 % massique	unimodal : autour de 59 % bimodal : autour de 65 %
forme, rugosité	grains sphéroïdes, rugueux	billes sphériques, lisses
<b>liant</b>		
densité	0,9	0,9 (en général)
viscosité	10 Pa.s	0,025 Pa.s
<b>« process »</b>		
cisaillement typique	0,1 à 300 $\text{s}^{-1}$	1 à 10 $\text{s}^{-1}$ (moyen)
durée de sollicitation	1 h	1 journée
taille du modèle	cm à m	mm à cm

TAB. 2.2 – Principales différences entre les compositions et les sollicitations pour un propergol réel et la pâte granulaire « CRPP. »

La contrainte sur l'adaptation des indices des particules et du fluide nous a donc conduits à travailler avec un matériau qui n'a pas toutes les propriétés du propergol. En effet, les distributions de taille dans un propergol réel sont beaucoup plus larges que dans le cas de notre matériau modèle, et sont d'ailleurs étudiées pour que la fraction volumique solide soit la plus élevée possible. Nous travaillons donc à une fraction volumique moyenne plus faible que dans le cas réel. Les viscosités des liants sont également différentes : celle du liant réel est 50 fois plus grande que celle du liant modèle. Enfin, les densités des particules

utilisées dans un propergol réel sont plus grandes que dans la pâte modèle, et dépendent des particules considérées.

Malgré les différences relevées, nous espérons que notre pâte granulaire est mécaniquement représentative du propergol, et que les résultats que nous avons obtenus sont, au moins qualitativement, les mêmes que ceux qui apparaissent dans le problème réel. Pour obtenir des prédictions quantitatives, il faudrait comprendre l'influence de chacun des paramètres mentionnés, ce qui, vu leur nombre, implique un nombre immense d'expériences. Dans ce manuscrit, nous nous sommes limités à aborder l'effet de la différence de densité entre billes et fluide sur l'écoulement et la ségrégation ainsi que celui de la granulométrie de la phase solide.

# Chapitre 3

## Comportement sous cisaillement d'une pâte granulaire monodisperse

### 3.1 Introduction

Bien que le sujet de la thèse concerne les phénomènes de ségrégation sous cisaillement, il nous a semblé important de bien caractériser l'écoulement d'une pâte granulaire constituée d'une seule catégorie de particules avant d'espérer comprendre les observations sur des pâtes bidisperses. Ce choix s'appuie également sur l'observation expérimentale que l'écoulement de la pâte granulaire dépend assez peu de sa composition [7]. Comprendre ce qui se passe dans le cas le plus simple de pâtes monodisperses est donc instructif aussi vis-à-vis des expériences en bidisperse qui font l'objet du chapitre 4. Cette partie est donc consacrée à l'étude du comportement en plan-plan et en Couette de pâtes granulaires composées uniquement de grosses particules.

Nous présentons nos observations et mesures pour ces deux types de cisaillement. En particulier, nous discernons les écoulements primaires et secondaires, dans les deux cas. La partie sur le plan-plan comporte un modèle que nous avons mis au point, la partie sur le Couette est simplement descriptive.

### 3.2 Description de l'écoulement principal en géométrie plan-plan

Dans cette partie, nous nous attachons d'abord à décrire l'écoulement principal, c'est-à-dire celui dans lequel les trajectoires des particules sont des cercles coaxiaux. Cette

description est complétée par quelques observations sur la variation de fraction volumique sous cisaillement, et par une étude expérimentale du glissement et de la portée des écoulements. Nous nous intéressons ensuite au comportement rhéologique d'une telle pâte. Sur la base de ces différentes observations, nous avons construit un modèle qui reproduit les phénomènes observés.

### 3.2.1 Profils de vitesse

Les profils de vitesse sont obtenus dans la situation où le disque supérieur tourne. La figure 3.1 montre des profils de vitesse typiques obtenus en géométrie plan-plan. Les profils sont normalisés par la vitesse de plaque  $\Omega r$ , et la figure met en évidence deux caractéristiques essentielles : le glissement et la localisation de l'écoulement.

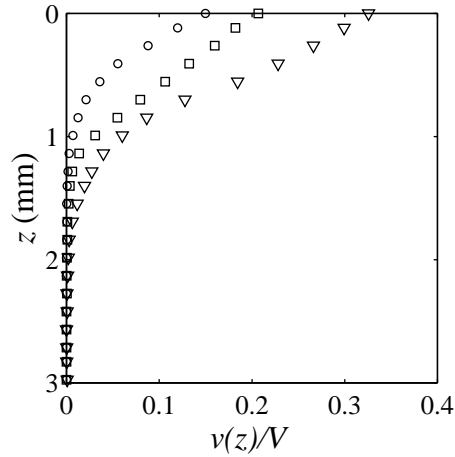


FIG. 3.1 – Exemples de profils de vitesse moyens obtenus en plan-plan à différents rayons ( $\Omega = 0,26$  rad/s) :  $\circ$  :  $r=4$  mm  $\square$  :  $r=8$  mm,  $\nabla$  :  $r=12$  mm.

Malgré la rugosité donnée aux disques, l'accrochage entre la première couche de particule et la paroi n'est jamais parfait. Nous devons donc distinguer la vitesse  $V_0$  de la première couche de particules et la vitesse  $V = \Omega r$  de la paroi. La caractérisation du glissement fait l'objet du paragraphe 3.2.3.

L'autre caractéristique des écoulements que nous étudions est leur localisation. En raison de la différence de densité entre les billes et le fluide suspendant, les billes au repos forment un sédiment solide que le cisaillement érode en surface. Dans l'échantillon coexistent donc une région solide immobile et une région fluide en mouvement. Plus la vitesse de la plaque mobile est élevée, plus la hauteur de billes mises en mouvement est

grande. On appelle cette hauteur  $\zeta$ . La variation de la hauteur fluidisée en fonction de la vitesse de la paroi mobile fait l'objet du paragraphe 3.2.4. À l'intérieur de la région fluidisée, le profil de vitesse est non linéaire, le cisaillement est donc variable dans toute la hauteur de l'échantillon. Pour cette raison, nous préférons en général parler de la vitesse de cisaillement  $\Omega$ , plutôt que de taux de cisaillement, comme c'est en général le cas en rhéologie.

Contrairement à ce que la figure 3.1 peut suggérer, les profils de vitesse sont en fait fluctuants, et nous donnons une idée de ces fluctuations sur la figure 3.2. La question des fluctuations de vitesse dans les milieux granulaires fait l'objet de nombreuses études [59, 65], mais nous n'avons pas concentré notre attention sur ce point. Il se pourrait cependant que cet aspect des écoulements soit fondamental pour comprendre les écoulements de matériaux granulaires.

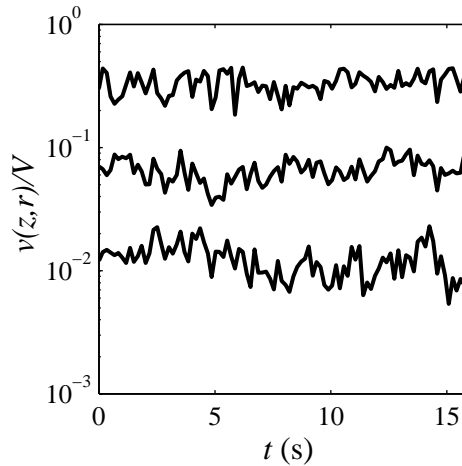


FIG. 3.2 – Représentation en coordonnées semilogarithmiques de la vitesse en fonction du temps mesurée à  $\Omega = 0,26$  rad/s et  $r = 12$  mm. De haut en bas :  $z = 0$ ; 1 et 1,5 mm.

Une représentation commode des champs de vitesse consiste à construire en deux dimensions les lignes « isovitesse », c'est-à-dire les lignes qui joignent tous les points de l'échantillon coulant à la même vitesse. Deux exemples de cette représentation sont donnés sur la figure 3.3. Sur cette figure, la norme du vecteur vitesse est codée par le niveau de gris de la ligne.

Cette représentation est pratique car elle met bien en évidence les zones mises en mouvement par la rotation du disque et les zones restées solides, et donne une idée des vitesses mesurées dans l'échantillon. Néanmoins, l'obtention de ces cartes est assez longue, car il faut d'abord obtenir tous les champs  $v(r)$  aux différentes altitudes, ou tous les champs

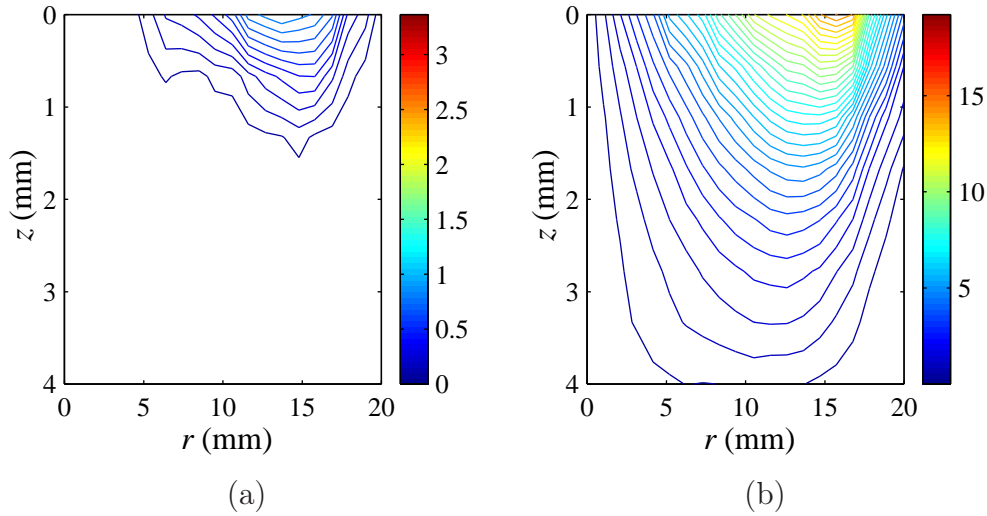


FIG. 3.3 – Lignes isovitesses obtenues en géométrie plan-plan, normées par la vitesse  $\Omega r$  de la plaque en  $r = 15$  mm. (a) :  $\Omega = 0,22$  rad/s. (b) :  $\Omega = 1,28$  rad/s.

$v(z)$  aux différents rayons. Lorsque l'information recherchée concerne la portée maximale de l'écoulement, une méthode alternative et rapide consiste à utiliser l'imagerie de speckle décrite en 2.4.3.

### 3.2.2 Variation de fraction volumique sous cisaillement

Les milieux granulaires cisailés présentent la caractéristique de se dilater : pour accepter la déformation, le tas de grains doit créer du volume « libre » entre les particules, pour que celles-ci puissent se déplacer les unes par rapport aux autres [22]. Dans nos expériences, nous nous attendons donc à observer une diminution de la fraction volumique dans la zone cisailée par rapport à la fraction volumique du sédiment. Nous avons donc entrepris de mesurer cette variation, en mesurant l'intensité de fluorescence sous cisaillement.

Pour cela, il faut moyenner la répartition des traceurs fluorescents dans la pâte. En effet, sur une photo (image 3.4a) de la pâte, on distingue nettement les traceurs individuels, et l'éventuelle diminution de fraction volumique est masquée par ces fluctuations rapides du niveau de gris. Pour moyenner les niveaux de gris, l'expérience est menée en faisant tourner le cylindre extérieur, et en maintenant le cylindre intérieur fixe. S'il n'y avait pas de glissement dans nos échantillons, nous devrions observer que la couche de particules contre le disque supérieur est immobile dans le référentiel du laboratoire, ce qui se traduirait par des fluctuations rapides du niveau de gris contre ce plan. En fait, comme l'échantillon glisse à la paroi supérieure, aucun point de la pâte n'est immobile dans le référentiel du

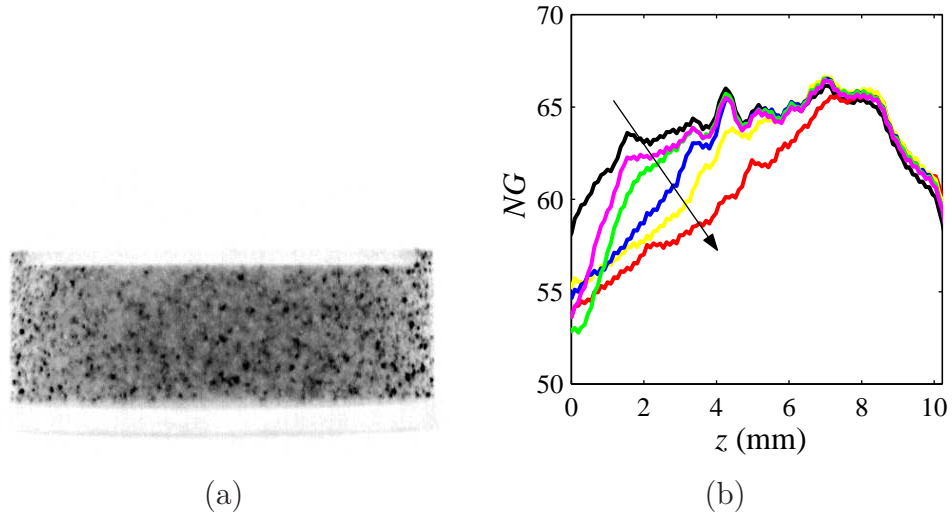


FIG. 3.4 – (a) : la photo est une vue instantanée d'une coupe diamétrale. Les traceurs, étant peu nombreux, ne donnent qu'une image extrêmement bruitée du champ de concentration des particules. (b) : niveaux de gris moyennés entre  $r = 8$  et  $16$  mm. Les vitesses de rotation sont, en suivant le sens de la flèche, : 0 (sédiment au repos) 0,26 ; 0,52 ; 1,04 ; 2,09 et 3,13 rad/s.

laboratoire, et nous profitons de cette caractéristique : en faisant un film de la pâte sous cisaillement, et après moyenne des images du film, les inhomogénéités disparaissent, et l'image résultat est uniforme à l'oeil. Nous effectuons alors des profils verticaux de niveau de gris pour mettre en évidence les variations fines. Nous donnons sur la figure 3.4b les niveaux de gris moyennés dans un anneau compris entre  $r = 8$  et  $16$  mm, à différentes vitesses d'entraînement de la plaque.

Le niveau de gris, même après le moyennage, reste bruité, et il semble difficile de mesurer une fraction volumique absolue à partir de ces données ; on ne peut observer que des variations relatives. Il apparaît clairement sur la figure 3.4b que sous cisaillement, la fraction volumique dans la zone cisailée diminue par rapport à ce qu'elle était avant l'expérience. On retrouve également sur les profils de niveau de gris que la taille de la région cisailée augmente avec  $\Omega$ . Sur la figure, le facteur de proportionnalité entre niveau de gris et fraction volumique est  $\sim 1$ .

### 3.2.3 Glissement

Dans le domaine des fluides complexes, la question du glissement aux parois fait l'objet de nombreuses études dans le cas des polymères [16, 34] et des émulsions [8, 63], mais le sujet est assez peu documenté en ce qui concerne les pâtes granulaires. Le glissement



est en général interprété comme une conséquence du changement de la microstructure du matériau près de la paroi solide : dans cette région, l'arrangement des grains est plus ordonné que dans la masse de l'échantillon, et la présence de fluide interstitiel joue le rôle de lubrifiant entre la première couche de bille et la plaque mobile [8].

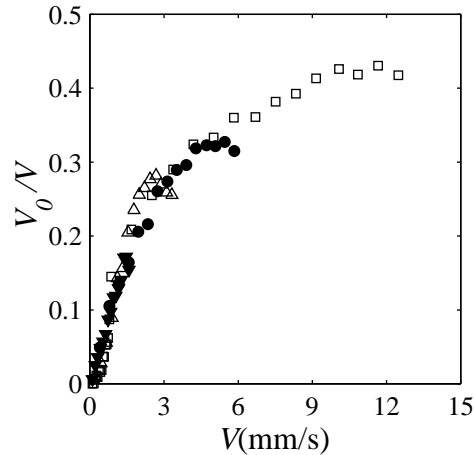


FIG. 3.5 – Efficacité de l'entraînement des billes par la plaque supérieure en fonction de sa vitesse  $V = \Omega r$ .  $\Omega$  (rad/s) = 0,05 ( $\square$ ); 0,10 ( $\blacktriangledown$ ); 0,21 ( $\triangle$ ); 0,37 ( $\bullet$ ); et 0,79 ( $\square$ ).

Nous avons vu sur la figure 3.1 que l'accrochage entre la pâte et la plaque mobile n'était pas parfait. Pour caractériser le glissement, nous avons tracé sur la figure 3.5 la vitesse  $V_0/V$  en fonction de la vitesse de plaque  $V$ . D'après cette figure, le glissement est une fonction de la vitesse d'entraînement. L'accroche des particules sur le disque supérieur est une fonction croissante de la vitesse de plaque. À forte vitesse, le rapport  $V_0/V$  tend vers une valeur constante, mais ne devient jamais égal à 1.

### 3.2.4 Portée des écoulements

Après le glissement, la deuxième caractéristique des écoulements est leur portée finie. Il y a deux façon de mesurer cette portée.

La plus simple consiste à utiliser l'imagerie de speckle. Dans ce cas, on mesure  $\xi$  en fonction de  $\Omega$  (figure 3.6). Cette méthode donne une estimation de la portée maximale du champ de vitesse à chaque  $\Omega$ , mais ne donne aucune information sur sa variation en fonction de  $r$  à  $\Omega$  donnée.

Pour obtenir cette information, nous avons employé une autre méthode, fondée sur l'utilisation de la nappe laser verticale pour faire des coupes de l'échantillon aux différents

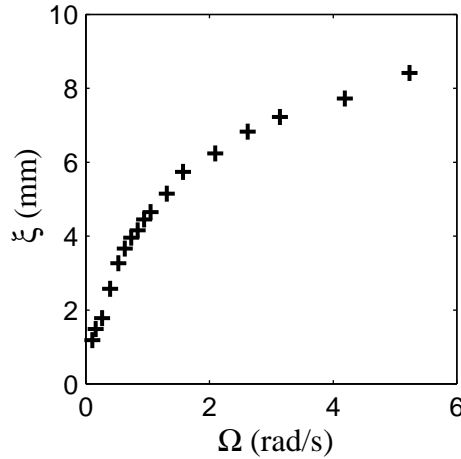


FIG. 3.6 –  $\xi$ , portée maximum de l'écoulement, en fonction de  $\Omega$ .

rayons. À chaque rayon nous faisons un film de la pâte sous cisaillement, de durée égale à  $1/\Omega_0$  (où  $\Omega_0$  est la vitesse angulaire de la couche en  $z = 0$ ). Chaque film est ensuite moyenné, et nous déterminons sur l'image finale l'altitude  $\zeta$  à laquelle les billes se sont déplacées de moins de 2 rayons pendant la durée du film. Un exemple d'image moyennée est donné sur la figure 3.7.

Il existe alors deux représentations possibles de  $\zeta$  : la première, donnée sur la figure 3.8a donne  $\zeta$  en fonction de la vitesse de la plaque mobile. À vitesse  $\Omega$  fixée, on constate que  $\zeta$  n'est pas monotone en fonction de  $V$ .  $\zeta$  est d'abord une fonction croissante de  $V$  —c'est-à-dire de  $r$  puisque  $V = \Omega r$ — puis sature et décroît aux grands rayons. Pour chaque courbe, on trouve  $r = 12$  mm pour le rayon à partir duquel  $\zeta(V)$  est décroissante. Cette décroissance de la vitesse est due à la présence des parois verticales du cylindre extérieur, qui imposent la nullité de la vitesse en  $r = 20$  mm (en fait il y a aussi du glissement à cette paroi, donc  $V$  n'est pas tout à fait nulle).

Une deuxième façon de représenter la portée des écoulements est donnée figure 3.8b, cette fois en coordonnées logarithmiques. À cause du glissement, il est intéressant de tracer également  $\zeta$  en fonction de  $V_0$ . Les points creux sont à lire en fonction de  $V_0$ , les points pleins en fonction de  $V$ . Pour améliorer la lisibilité de la figure, nous avons éliminé les points correspondant à  $r > 12$  mm. La droite en trait plein est un guide pour l'œil et correspond à la pente  $1/2$ . Les points expérimentaux ne peuvent être obtenus sur une grande gamme de  $\Omega$ , car nous sommes limités par la fréquence maximum d'acquisition de la caméra. Au delà de  $\Omega = 2$  rad/s, le déplacement des traceurs d'une image à l'autre est trop grand (image floue), et la méthode PIV ne permet plus d'accéder au champ de vitesse.

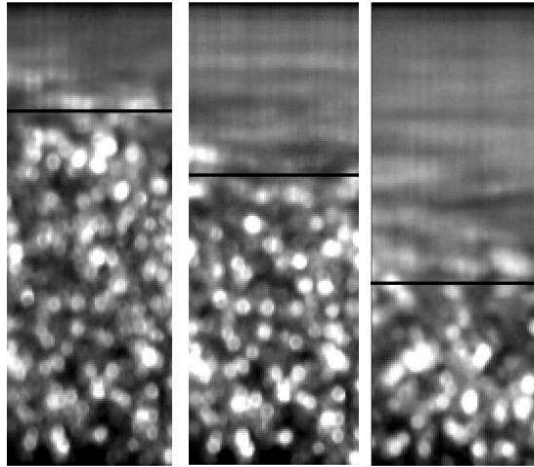


FIG. 3.7 – Détermination de la portée de l'écoulement sur les films moyennés. De gauche à droite :  $\Omega = 0,26$  rad/s,  $\Omega = 0,52$  rad/s,  $\Omega = 1,04$  rad/s.  $r=12$  mm. Le trait horizontal marque la limite entre les régions de l'image où les billes se sont déplacées de plus d'un diamètre et celle restée « immobile ».

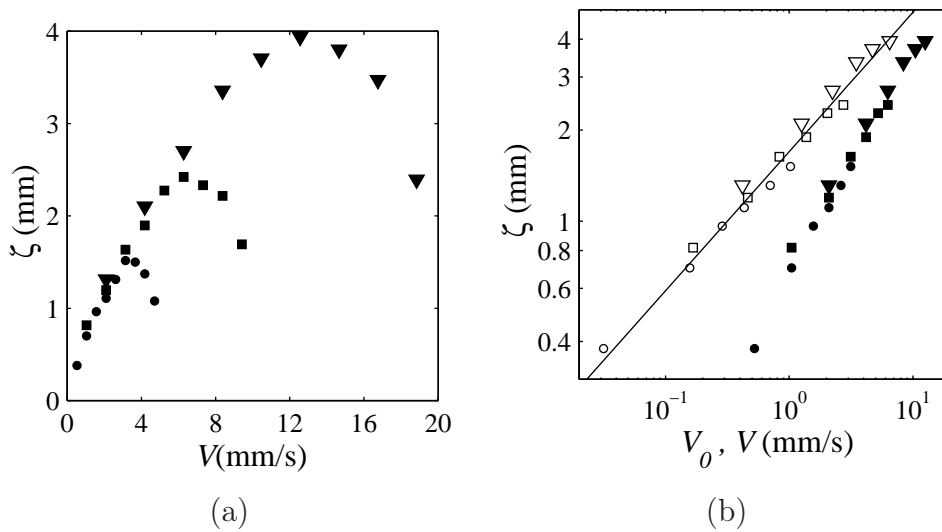


FIG. 3.8 – Deux représentations possibles de la portée de l'écoulement en fonction de la vitesse. (a) : représentation linéaire en fonction de la vitesse de plaque  $V = \Omega r$ . (b) : représentation logarithmique en fonction de  $V$  (symboles pleins) ou de  $V_0$  (symboles vides). On a éliminé sur cette figure les points correspondant aux effets de taille finie. Trait plein : ajustement par une loi en puissance  $1/2$ .  $\Omega$  (rad/s) =  $0,26$  ( $\circ$ ,  $\bullet$ );  $0,52$  ( $\square$ ,  $\blacksquare$ ) et  $1,04$  ( $\nabla$ ,  $\blacktriangledown$ ).

### 3.2.5 Rhéologie

Nous terminons cette partie concernant l'écoulement principal en plan-plan avec des expériences de rhéologie dans cette géométrie. Nous représentons sur la figure 3.9 les contraintes tangentielles et normales corrigées (cf annexe C pour l'origine et le calcul de cette correction) en fonction de la vitesse de plaque  $\Omega$ , ainsi que la variation de la contrainte normale avec la contrainte tangentielle.

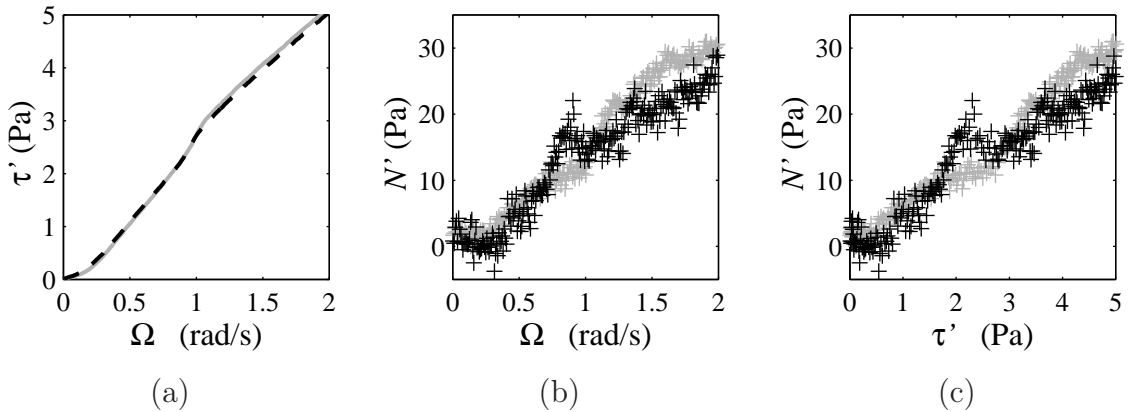


FIG. 3.9 – Courbes de rhéologie obtenues sur un mélange monodisperse cisailé en plan-plan. Courbes grises : contrainte imposée, courbes noires : vitesse imposée. (a) : contrainte tangentielle en fonction de  $\Omega$ . (b) : contrainte normale en fonction de  $\Omega$ . (c) : contrainte normale en fonction de la contrainte tangentielle.

Les expériences sont menées à contrainte imposée (trait gris) ou à vitesse imposée (trait noir), et nous constatons que le comportement du matériau est le même. Le temps de la rampe est 24 h, ce qui est suffisamment lent pour que la montée puisse être considérée quasi-statique. La courbe  $\tau'(\Omega)$  présente une pente à l'origine faible : ceci est une conséquence du glissement. À faible vitesse, le sédiment n'est pas mis en suspension (cf fig. 3.5), et une couche mince de fluide pur est cisailée. Au delà de la vitesse  $\Omega = 0,2$  rad/s, la pente de la courbe devient constante jusqu'à  $\Omega \simeq 1$  rad/s. Au delà de cette vitesse, la dilatance du matériau est telle qu'une fraction non négligeable des billes quitte la région plan-plan pour envahir le volume annulaire compris entre les cylindres. Nous ne travaillons alors plus à volume de billes constant, et l'augmentation du couple avec  $\Omega$  est moins rapide. Entre ces deux limites  $\Omega = 0,2$  et  $1$  rad/s, le comportement de la pâte semble newtonien, ce qui est surprenant vue la complexité du système étudié.

En réalité, la pâte n'est pas newtonienne, puisqu'on peut mesurer une contrainte normale sous cisaillement (figure 3.9b). Les valeurs mesurées de la contrainte normale sont très bruitées, parce que proches de la limite de sensibilité de l'appareil (et même en deçà,

d'après la valeur spécifiée par le constructeur). Malgré tout, la mesure est possible si on évite toute vibration au voisinage de l'appareil. Pour atténuer ce bruit, on peut par ailleurs faire une moyenne glissante des points expérimentaux, comme sur les figures 3.9a et b, sur lesquelles chaque mesure de  $N'$  est en fait la moyenne sur les 100 mesures voisines.

### 3.3 Modèle d'écoulement entre deux plaques parallèles

Nous cherchons à reproduire les profils de vitesse mesurés en plan-plan. Pour cela, nous avons développé un modèle inspiré de la théorie dite *suspension balance* dont les principes sont présentés dans les références [14, 68, 98]. Puisque la gravité permet de comprendre qualitativement certains comportements du granulaire cisailé, c'est un ingrédient important de notre modèle, qui est contenu dans le paramètre  $\lambda = \Delta\rho g\phi^*$ . Les notations que nous introduisons sont rappelées au début du manuscrit (page 11). Le modèle est de champ moyen puisqu'on ne tient pas compte des fluctuations de vitesse et de densité; local car il ne permet pas en particulier de rendre compte de la présence de chaînes de force. Enfin, il faut remarquer que ce modèle est établi dans le cas du cisaillement entre deux plaques parallèles infinies, et qu'il n'est équivalent au plan-plan circulaire que dans la mesure où l'on peut négliger le cisaillement dans le plan horizontal ( $r\partial(v_\theta/r)/\partial r \simeq 0$ )... Nous verrons la validité de cette hypothèse. La résolution du modèle a fait l'objet d'une publication [57], nous ne donnons ici que les ingrédients et les résultats principaux.

#### 3.3.1 Équations à résoudre

Le modèle décrit l'état stationnaire d'un sédiment initialement au repos et soumis à un cisaillement constant entre deux plaques parallèles.

Au repos, le sédiment est à l'empilement compact (i.e.  $\Phi = \Phi^*$ ) et occupe une hauteur  $(d - \delta)$  entre deux plans infinis distants de  $d$  (figure 3.10). Au dessus du sédiment, il existe une couche de fluide pur de hauteur  $\delta$ . Autrement dit, la fraction volumique moyenne de l'échantillon  $\bar{\Phi}$  est inférieure à  $\Phi^*$ . La mise en mouvement de la plaque supérieure à la vitesse  $V$  provoque la mise en suspension des particules sur une épaisseur  $\zeta$ . Comme  $\delta \ll d$ , la couche de fluide pur disparaît même aux faibles valeurs de  $V$  et il n'y a que 2 phases en présence dans l'échantillon : la phase *suspension* cisailée ( $\phi < 1$ ), et la phase *sédiment* immobile ( $\phi = 1$ ).

La suspension est caractérisée par deux coefficients viscosimétriques qui relient les contraintes normale et tangentielle au cisaillement. Le premier de ces coefficients,  $\Psi$ , ca-

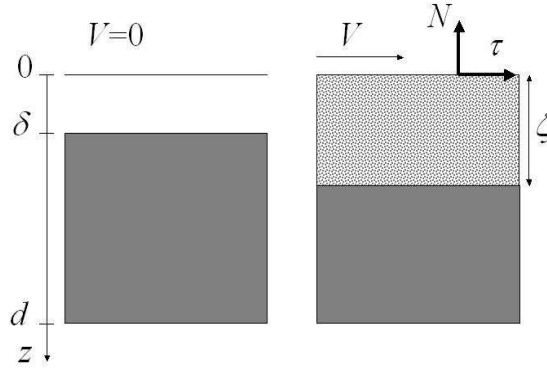


FIG. 3.10 – À vitesse de plaque  $V$  nulle, le granulaire est un sédiment compact de hauteur  $(d - \delta)$ . Lorsque la vitesse de la plaque supérieure est non nulle, une partie du sédiment est resuspendue, et une couche d'épaisseur  $\zeta$  est mise en mouvement au dessus du sédiment résiduel. La contrainte tangentielle  $\tau$  appliquée par la plaque à la suspension maintient  $V$  constante, et la suspension exerce une force verticale  $N$  sur cette paroi.

ractérise la réponse normale (i.e. orthogonale à  $V$ ) :

$$\mathbf{n} = -\Psi \dot{v} \mathbf{z} \quad (3.1)$$

L'égalité (3.1) traduit la tendance du granulaire à gonfler sous cisaillement. De ce fait il exerce une contrainte normale  $\mathbf{n}$  vers le haut qui équilibre :

- le poids de la colonne de billes situées aux altitudes supérieures (poids corrigé de la poussée d'Archimède)
- la force  $N$  exercée par la plaque mobile sur la première couche de granulaire

Autrement dit :

$$\Psi \dot{v} = N + \int_0^z \lambda \phi dz' \quad (3.2)$$

Pour  $\Psi$ , nous postulons une loi du type :

$$\Psi = \Psi_0 \frac{\phi^\beta}{(1 - \phi)^\alpha}$$

qui donne bien une force normale nulle quand la fraction volumique est nulle.  $\alpha$  et  $\beta$  sont laissés libres pour le moment.

Le second coefficient viscosimétrique,  $\eta$ , apparaît dans l'expression de la contrainte tangentielle  $\tau$  qu'il faut appliquer pour déplacer la plaque supérieure à la vitesse  $V$ . Il y

a deux contributions à cette contrainte : la première est simplement due à la résistance visqueuse du milieu, égale à  $\eta\dot{v}$ . La seconde contribution est un seuil de mise en mouvement lié à la nature granulaire du milieu étudié : une bille située à l'altitude  $z$  dans le granulaire est coincée dans le creux constitué par ses voisines du dessous. Pour sortir de ce puits elle doit déplacer la colonne de billes au dessus d'elle, en exerçant sur cette colonne une force de l'ordre du poids de la colonne. La force  $N$  exercée par la plaque supérieure contribue aussi à coincer les billes. D'où :

$$\tau = \eta\dot{v} + \omega(N + \int_0^z \lambda\phi dz') \quad (3.3)$$

$\omega$  est un facteur de proportionnalité compris entre 0 et 1 qui traduit l'importance du terme de seuil. Nous choisissons pour  $\eta$  une loi de type Krieger-Dougherty [51], avec un exposant de divergence  $\alpha'$  qui sera déterminé d'après les données expérimentales.

$$\eta = \eta_0 \frac{p(\phi)}{(1 - \phi)^{\alpha'}}$$

$p(\phi)$  est une fonction régulière de la fraction volumique, égale à 1 quand  $\phi = 0$ . Nous nous plaçons dans la limite  $\bar{\phi} \approx 1$ , où  $p(\phi)$  peut être considérée constante, égale à  $p$ . Nous adoptons le point de vue de Brady [14] et Morris [68], selon lequel les deux coefficients viscométriques doivent être proportionnels à  $\eta\dot{v}$  et doivent donc présenter la même singularité en  $\phi = 1$ . Nous fixons donc  $\alpha = \alpha'$ , ce qui simplifie également les calculs.

Les inconnues du problème sont le champ de vitesse  $v(z)$  et la fraction volumique  $\phi(z)$ . Les conditions aux limites du problème sont la conservation de la masse :

$$d\bar{\phi} = \int_0^z \phi dz$$

et la condition de raccord des vitesses aux plaques supérieure et inférieure :

$$\begin{aligned} v(z=0) &= V_0 \\ v(z=d) &= 0 \end{aligned}$$

Pour tenir compte du glissement,  $V_0$  peut être différente de  $V$ .

### 3.3.2 Résultats du modèle

Les équations sont résolues numériquement, et analytiquement dans la limite  $1 - \phi \ll 1$ . On trouvera les détails de la résolution analytique dans [57].

Pour que le modèle puisse reproduire les observations expérimentales en régime 3 phases (sédiment-suspension-fluide pur), il faut imposer  $\beta > 2$  : nous choisissons  $\beta = 3$ . La résolution des équations donne une loi limite reliant  $\zeta$  à  $V_0$ .

On trouve qu'il faut prendre  $\alpha = 1$  pour reproduire la variation expérimentale de  $\zeta$  avec  $V_0$  :

$$\zeta^2 \propto V_0 \quad (3.4)$$

(facteur de proportionnalité  $6\Psi_0/\lambda$ ). On trouve aussi que  $\omega \simeq 0$ , autrement dit qu'il n'y a pas de seuil de mise en écoulement. Avec ces résultats, on trouve les variations suivantes pour  $\eta$  et  $\Psi$  avec la fraction volumique réduite :

$$\eta = \eta_0 \frac{p}{1 - \phi} \quad (3.5)$$

$$\Psi = \Psi_0 \frac{\phi^3}{1 - \phi} \quad (3.6)$$

Le modèle prévoit alors un profil d'écoulement parabolique (figure 3.11a) :

$$v(z) \simeq V_0 \left(1 - \frac{z}{\zeta}\right)^2 \quad (3.7)$$

avec  $V_0$  reliée à  $\tau$  par l'équation 3.9 ci-dessous. Le profil de concentration prédit est linéaire (figure 3.11b) :

$$\phi(z) \simeq 1 - \frac{2\delta}{\zeta} \left(1 - \frac{z}{\zeta}\right) \quad (3.8)$$

Nous vérifions sur la figure 3.12 qu'un profil de vitesse parabolique décrit raisonnablement bien les profils expérimentaux, et que le sens de variation de  $\phi$  est compatible avec les résultats de la figure 3.4.

Le modèle prévoit également que les contraintes tangentielle et normale sont proportionnelles :

$$N = \frac{\Psi_0}{\omega\Psi_0 + p\eta_0} \tau$$

et :

$$\tau = \eta_0 \frac{p}{1 - \bar{\Phi}} \frac{V_0}{d} \quad (3.9)$$

Cette égalité est surprenante, car elle prédit que la contrainte tangentielle varie comme si l'échantillon était une suspension homogène de viscosité constante  $\eta_0 p / (1 - \bar{\Phi})$  cisailée sur toute sa hauteur par la mise en mouvement de la plaque à la vitesse  $V_0$ . La contrainte tangentielle est donc aveugle à la non-uniformité de la vitesse et de la concentration.



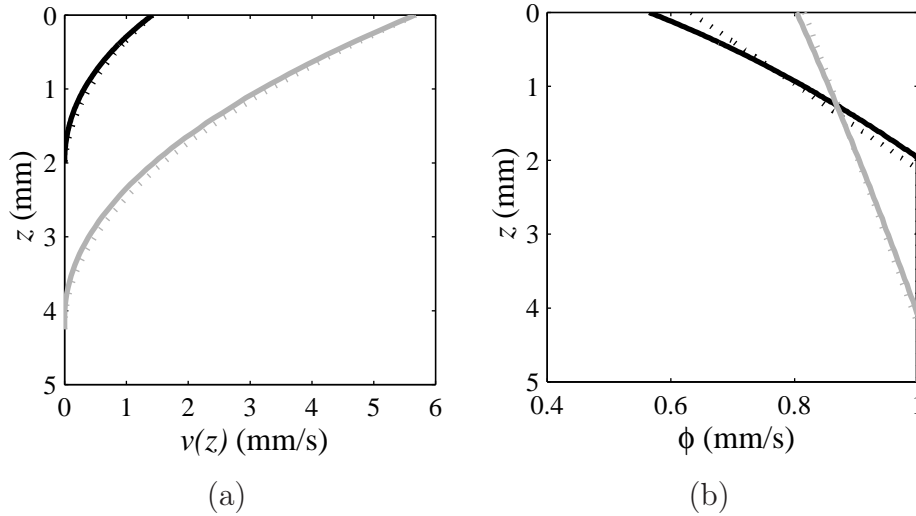


FIG. 3.11 – Profils de vitesse (a) et de concentration réduite (b) prédits par le modèle. En noir  $\tau = 0,5$  Pa, en gris  $\tau = 2$  Pa. Traits pleins : modèle complet (résolution numérique), traits pointillés : limite asymptotique (résolution analytique).

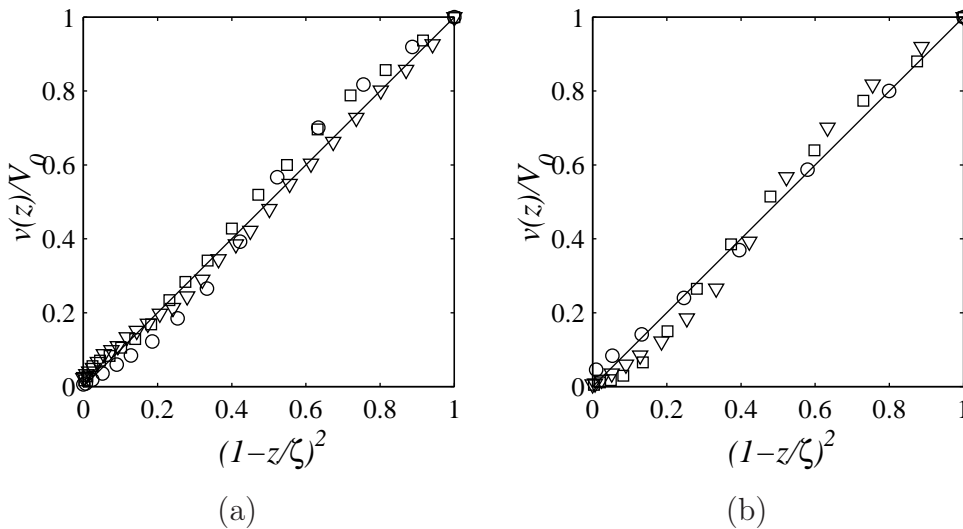


FIG. 3.12 – Profils de vitesse normalisés par la vitesse de la première couche de particules et représentés en fonction de  $(1-z/\zeta)^2$ . (a) :  $r=12$  mm fixé et  $\Omega = 0,26$  rad/s ( $\zeta = 2$  mm,  $\circ$ ),  $0,52$  rad/s ( $\zeta = 2,7$  mm,  $\square$ ) et  $1,04$  rad/s ( $\zeta = 3,9$  mm,  $\nabla$ ). (b) :  $\Omega = 0,26$  rad/s fixé et  $r = 4$  mm ( $\zeta = 1,1$  mm,  $\circ$ ),  $8$  mm ( $\zeta = 1,8$  mm,  $\square$ ),  $12$  mm ( $\zeta = 2$  mm,  $\nabla$ ).

Pour vérifier les prédictions du modèle sur le comportement rhéologique de la pâte, une étape supplémentaire est nécessaire. En effet, les expériences de rhéologie ont été faites non

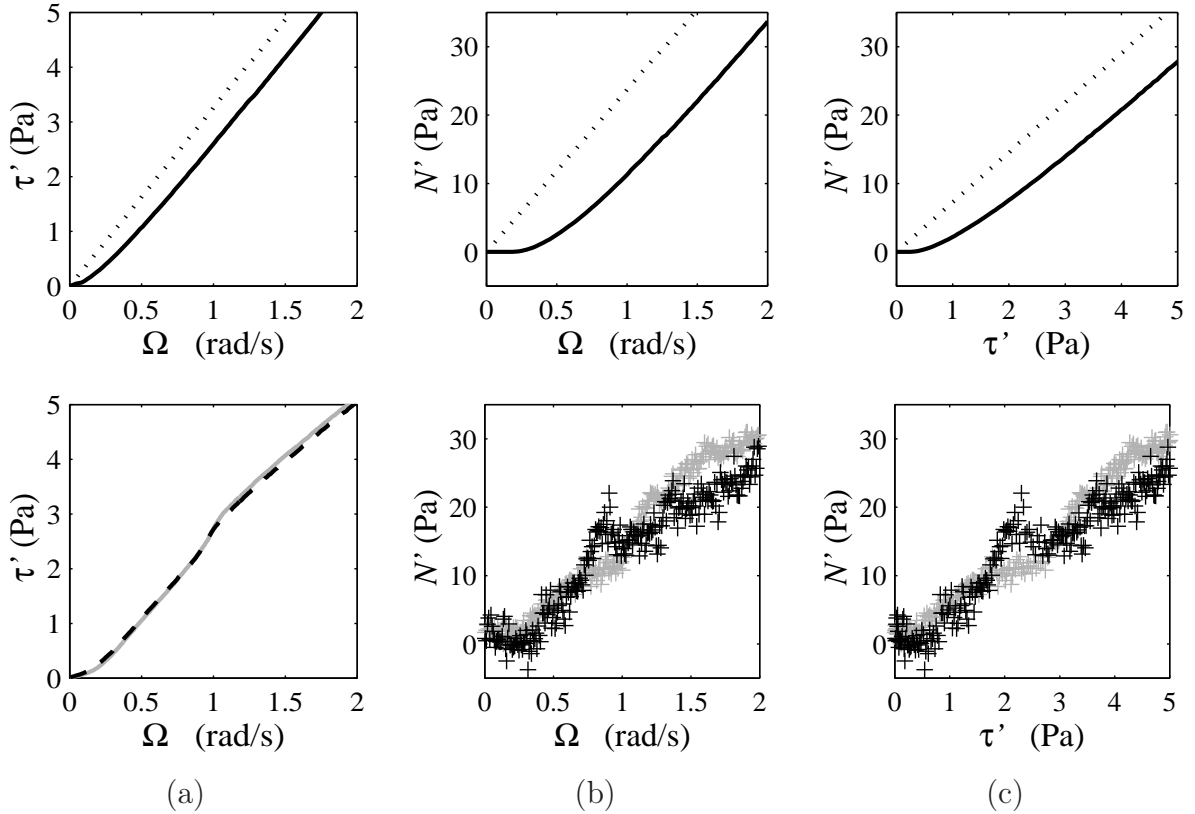


FIG. 3.13 – Courbes de rhéologie prédites par le modèle (voir annexe C), et rappel des courbes expérimentales. Trait plein : modèle complet, glissement pris en compte et résolution numérique. Trait pointillé : modèle asymptotique, glissement constant et résolution analytique. (a) : contrainte tangentielle en fonction de  $\Omega$ . (b) : contrainte normale en fonction de  $\Omega$ . (c) : contrainte normale en fonction de la contrainte tangentielle.

pas entre deux plaques en translation, mais entre deux disques, les mesures de contraintes normale et tangentielle ne sont pas faites pour une vitesse de plaque donnée, mais pour un continuum de vitesses entre 0 et  $\Omega R_1$ . Une étape d'intégration des résultats du modèle entre ces valeurs s'impose donc.

Quelques complications apparaissent. La première est liée à la présence de la paroi verticale du cylindre externe, et à la présence de fluide excédentaire dans le volume annulaire entre les cylindres : ceci tend à augmenter la contrainte par rapport à la valeur qui serait estimée dans un plan-plan circulaire infini. La deuxième difficulté vient du fait que le passage à deux dimensions nécessite d'écrire entièrement le tenseur des contraintes, et que celui-ci fait intervenir non pas un, mais deux coefficients pour caractériser les forces normales. Enfin, nous avons vu que pour utiliser les résultats calculés en plan-plan infini, il

fallait pouvoir négliger la composante horizontale du cisaillement. Or, avec l'expression de la vitesse que nous avons établie, le gradient de vitesse dans un plan horizontal  $r\partial(v_\theta/r)/\partial r$  est non nul, car  $\zeta$  est une fonction de  $r$ . Toutes ces questions font l'objet de l'annexe C.

Nous intégrons donc les résultats obtenus en plan-plan infini entre 0 et  $R_1$  pour obtenir la figure 3.13. Sur cette figure, on a tenu compte du glissement en ajustant les données expérimentales de la figure 3.5 par la loi phénoménologique suivante :

$$\frac{V_0}{V} = \frac{0,6V}{4+V} \quad (3.10)$$

La comparaison de cette figure avec la figure 3.9 montre qu'il existe un bon accord entre nos mesures — corrigées à l'aide de la formule C.10 — et les prédictions du modèle.

## 3.4 Écoulement secondaire en plan-plan

### 3.4.1 Expérience de poursuite de particules

Dans cette partie, nous montrons qu'il existe en plan-plan un écoulement secondaire. Nous utilisons le montage décrit au paragraphe 2.4.4. Dans cette expérience, nous adoptons un point de vue Lagrangien : nous choisissons une particule que nous suivons en fonction du temps, en relevant ses coordonnées dans le plan  $(r, z)$ . Un exemple de relevé des coordonnées en fonction du temps est présenté sur la figure 3.14.

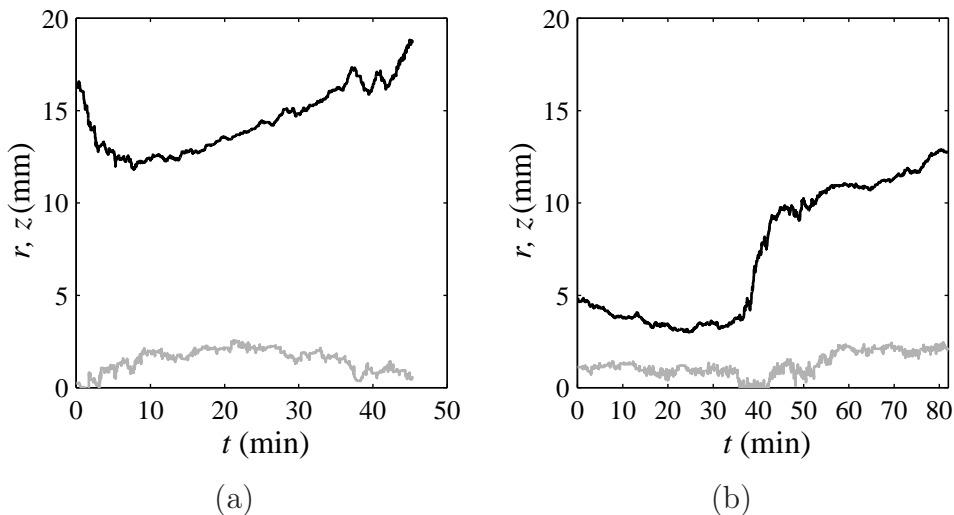


FIG. 3.14 – Deux exemples de relevés de position en fonction du temps,  $\Omega = 0,4$  rad/s.  $z$  est donné en gris,  $r$  est donné en noir.

Les trajectoires sont bruitées. Ce bruit a deux origines. La première origine est physique : les particules étant très proches les unes des autres, le marqueur suivi subit des chocs répétés qui saccadent sa trajectoire. Le mouvement de la particule a donc une composante aléatoire. La deuxième source de bruit provient de l'expérimentateur : le suivi de particule devient difficile quand il s'agit de suivre une particule près de la plaque supérieure (voir la figure 3.2 pour une idée des fluctuations de vitesse selon  $\vec{u}_\theta$ ), et les à-coups dans ces régions sont nombreux. Enfin, en géométrie plan-plan la mise au point correspond à la coordonnée  $z$ . Quand l'expérimentateur cherche la meilleure mise au point sur la particule, il joue finement sur la translation correspondante, et une fluctuation en  $z$  apparaît, qui n'est pas représentative de la trajectoire réelle.

Malgré ces sources de bruit, les expériences durent suffisamment longtemps et ont été répétées suffisamment de fois pour qu'une tendance fiable et reproductible puisse être mise en évidence. Le temps cumulé des poursuites de particules atteint 8,3 h à  $\Omega = 0,4$  rad/s et 5,9 h à 0,8 rad/s. Si on élimine le paramètre temps pour ne représenter que la hauteur en fonction du rayon, on met en évidence la structure de l'écoulement secondaire, constitué de deux rouleaux contrarotatifs (figure 3.15) côte à côte. Le rouleau intérieur est ascendant en  $r = 0$ , le rouleau extérieur est ascendant le long de la paroi du cylindre externe. Il existe au voisinage de  $r = 10$  mm un courant descendant. La dimension horizontale des rouleaux semble indépendante de la vitesse de rotation, mais la dimension verticale en dépend, puisque la taille de la région en écoulement est plus grande à plus grande vitesse de rotation.

Les vitesses mesurées dans les rouleaux sont très dépendantes de la position de la particule. À proximité du disque supérieur, les vitesses sont élevées (d'ailleurs, au voisinage de  $r = 20$  mm et  $z = 0$  mm, le suivi des particules devient quasiment impossible : quand la particule atteint le disque supérieur, elle « file » vers le centre si vite que tous les suivis de trajectoires ont échoué dans cette région), mais quand on s'approche de la limite d'écoulement, au contraire, les vitesses sont très lentes. Pour quantifier néanmoins l'amplitude de l'écoulement secondaire, on donne la vitesse descendante des particules, à la jonction entre les deux rouleaux : lorsque  $\Omega = 0,4$  rad/s, nous mesurons des vitesses typiques entre 0,8 et  $2 \mu\text{m/s}$ . À  $\Omega = 0,8$  rad/s, cette vitesse est comprise entre 1 et  $5 \mu\text{m/s}$ . Ces vitesses sont environ 1000 fois plus faibles que la vitesse d'entraînement en  $r = 10$  mm, ou 400 fois plus faibles que la vitesse de la première couche de particules à ce rayon.

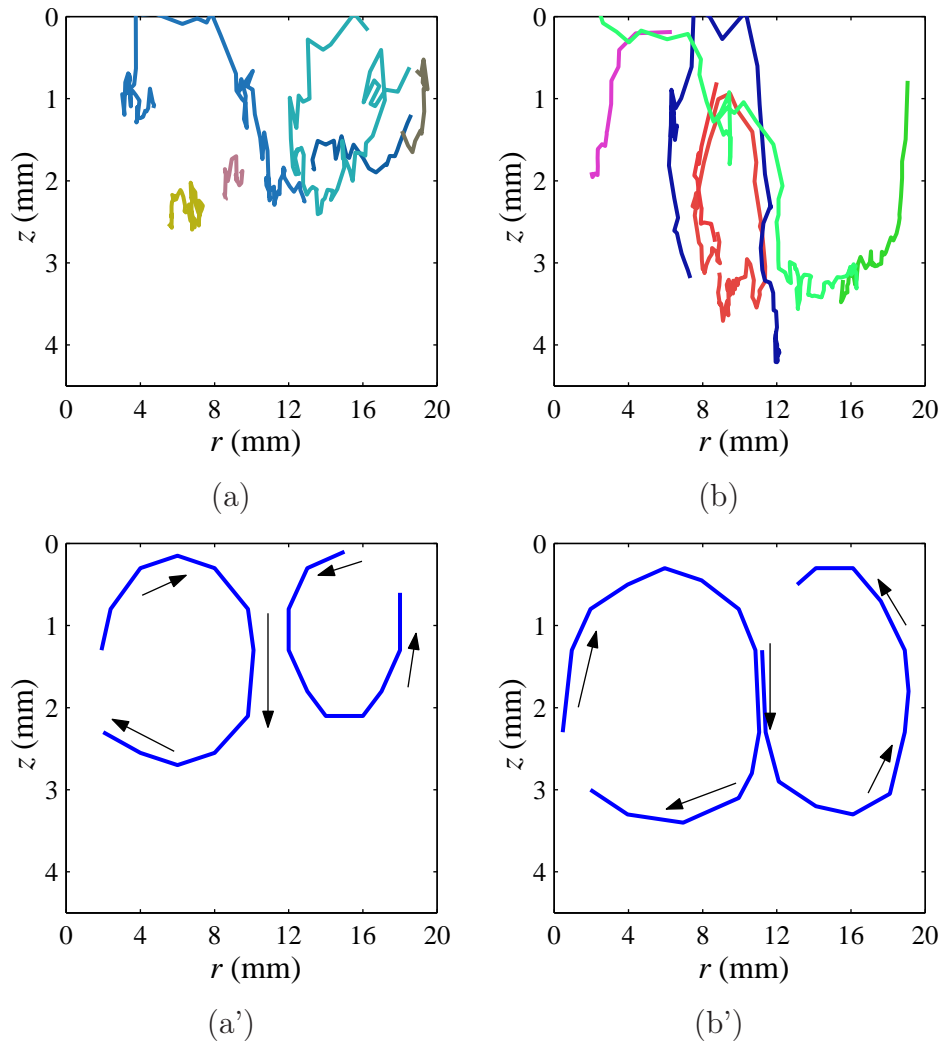


FIG. 3.15 – Quelques unes des trajectoires enregistrées dans le plan  $(r, z)$  à  $\Omega = 0,4$  rad/s (a) et  $\Omega = 0,8$  rad/s (b), et tendances reconstituées (a') et (b').

### 3.4.2 Observations complémentaires

D'autres preuves de l'écoulement secondaires existent, dans le cas où la pâte contient à la fois des grosses et des petites billes. Comme nous le verrons dans le chapitre 4, les phénomènes de ségrégation créent une répartition très inhomogène des petites particules dans l'échantillon. Quand on déstabilise la figure de ségrégation en passant brusquement de la vitesse  $\Omega_1$  à  $\Omega_2$ , on voit très clairement que les petites billes suivent un écoulement secondaire identique à celui décrit ci-dessus (figure 3.16), avant de former la figure de ségrégation attendue à  $\Omega_2$ . Si on admet l'hypothèse que cet écoulement n'est pas un écoulement

transitoire dû au passage de  $\Omega_1$  à  $\Omega_2$ , mais bien l'écoulement secondaire stationnaire mis en évidence à l'aide du montage de poursuite de particules, ce genre d'expérience fournit quelques indications complémentaires.

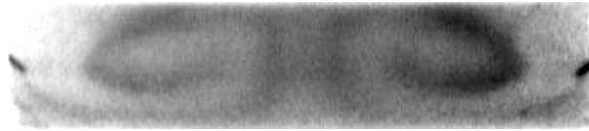


FIG. 3.16 – Figure transitoire observée lors du passage de  $\Omega = 2,6$  à  $3,7$  rad/s. L'échantillon est un mélange en proportions 50-50 de petites et de grosses particules, une fraction des petites particules est colorée.

Notamment, nous avons pu obtenir des informations sur le sens de l'écoulement secondaire lorsque le signe de la différence de densité entre les billes et le fluide est inversé (i.e. billes plus légères que le fluide). Avec ces échantillons, la forme de l'écoulement principal est sensiblement la même qu'avec le fluide habituel (très cisailé près de la plaque supérieure, peu cisailé près du fond). Lorsqu'on suit l'évolution de la répartition des petites billes lors du passage de  $\Omega = 0$  à  $\Omega$  fini, on voit clairement qu'il existe deux régions dans lesquelles le mouvement du fluide est ascendant ( $r \simeq 0$  et  $r \simeq R_1$ ), et un anneau situé autour de  $r = 10$  mm dans lequel l'écoulement est descendant. De plus, nous avons vérifié que l'écoulement secondaire était identique (sens et vitesses caractéristiques) quel que soit le disque mis en mouvement.

Nous en concluons donc que l'écoulement secondaire est indépendant de la plaque mise en rotation, et du signe de  $\Delta\rho$ .

### 3.4.3 Discussion sur l'origine de l'écoulement secondaire en plan-plan

Dans la littérature, les expériences de Forterre et Pouliquen [26, 27] offrent un exemple d'écoulement secondaire de vorticité parallèle à l'écoulement principal. Il s'agit d'avalanches rapides de grains sur un plan incliné. Les auteurs proposent un mécanisme analogue à celui de l'instabilité de Rayleigh-Bénard pour rendre compte de leurs observations. Lorsque l'écoulement est rapide, à cause de la rugosité de la surface du plan incliné, l'agitation des grains est plus grande près du fond de l'écoulement que sur le dessus, ce qui entraîne que la densité des grains est plus faible dans la partie basse de l'écoulement qu'à sa surface. Cette situation est instable, et conduit à l'observation de rouleaux. Dans notre situation,

l'écoulement conduit au contraire à une stratification stable de la densité, puisque la fraction volumique de grains diminue quand on s'approche du plan supérieur. Il nous faut donc trouver un autre mécanisme pour expliquer le sens de l'écoulement observé.

**Centrifugation** L'idée la plus intuitive pour interpréter la nature de l'écoulement secondaire est l'existence d'une force centrifuge qui, à proximité de la plaque supérieure, expulserait la suspension vers l'extérieur. Ceci expliquerait le sens de rotation du rouleau intérieur, le rouleau extérieur pouvant alors être lié à la taille finie de l'appareil.

Pour savoir si cette hypothèse est valable, nous estimons le nombre de Reynolds de l'écoulement, qui caractérise l'importance des effets inertiels par rapport aux effets visqueux dans le transport de la quantité de mouvement. Par définition,  $Re = \rho l v / \eta$ , où  $\rho$ ,  $\eta$ ,  $l$  et  $v$  sont respectivement la densité du fluide, sa viscosité, la taille et la vitesse typiques de l'écoulement. Dans les expériences en plan-plan,  $l \sim 5$  mm et  $v \sim 10$  mm/s. On estime  $\eta$  d'après l'égalité 3.9 :  $\eta \simeq 1$  Pa.s. Avec  $\rho \simeq 10^3$  kg/m<sup>3</sup>, nous obtenons  $Re \simeq 5 \cdot 10^{-2}$ . Ce nombre étant très petit, on s'attend à ce que les effets inertiels soient négligeables. Malheureusement, *négligeable* n'est pas inexistant à partir du moment où, justement, on recherche un écoulement secondaire, dont l'amplitude est nécessairement plus faible que celle de l'écoulement principal...

Cependant, même si les effets inertiels ne sont pas nuls en général, un autre argument permet d'éliminer la possibilité d'un effet centrifuge : nous avons vu que le sens de l'écoulement secondaire ne dépendait pas de la plaque mise en mouvement, ce qui serait le cas avec si la force centrifuge était en jeu.

**Pompage d'Ekman** On peut également penser à ce mécanisme pour expliquer la remontée de matière au voisinage de l'axe de rotation. Même si le pompage d'Ekman concerne des écoulements dans un référentiel en rotation, et non pas les écoulements de rotation dans un référentiel immobile, nous pouvons estimer une longueur d'Ekman associée à la rotation des disques. Par définition :  $\delta_E = \sqrt{\eta / (2\nu\Omega)} = 3$  cm avec  $\Omega = 1$  rad/s. Cette épaisseur étant supérieure à l'épaisseur de l'échantillon, cette hypothèse peut être rejetée.

**Courant de diffusion en  $z = 0$**  Le modèle d'écoulement décrit en 3.3 prédit comment la fraction volumique varie contre la plaque supérieure. Si  $\delta$  ne dépend pas du rayon, l'égalité 3.8 prise en  $z = 0$  indique que  $\Phi_0$  est une fonction croissante de la distance à l'axe, puisque  $\zeta$  est croissante en fonction de  $r$ . On peut donc imaginer qu'un courant diffusif soit alors généré, qui tende à égaliser la fraction volumique contre la plaque supérieure. Mais dans la

portion où les effets de bords sont négligeables ( $r < 12$  mm), l'écoulement secondaire serait centripète en surface, ce qui est l'inverse de ce que nous observons expérimentalement.

Le passage en revue de ces quelques origines possibles ne permet pas d'expliquer l'existence ni le sens de rotation des rouleaux observés. Pour en rendre compte, il faut probablement résoudre exactement l'équation de Stokes, avec les couplages entre les différents termes du tenseur des contraintes (voir paragraphe 3.8, à la fin du chapitre).

## 3.5 Écoulement principal en géométrie Couette

### 3.5.1 Profils de vitesse

Nous présentons sur la figure 3.17 des profils de vitesse obtenus en géométrie de Couette. On remarque avant tout que les profils de vitesse mesurés contre le rotor sont bien plus bruités que les profils mesurés dans le cœur de l'échantillon. On observe cependant une tendance moyenne : la pâte est mieux entraînée à proximité de la surface que vers le fond.

Comme en plan-plan, nous présentons aussi ces résultats sous forme de lignes isovitesse sur la figure 3.18. Nous constatons que les écoulements sont à nouveau localisés près de la paroi mobile. De plus, la taille de la zone cisailée est toujours plus grande près de la surface que vers le fond. Sur une ligne horizontale, la distance entre 2 lignes isovitesse est plus grande vers le stator que vers le rotor, ce qui signifie que le cisaillement diminue quand on s'éloigne du rotor.

Le glissement et la taille de la région cisailée en fonction de la vitesse de rotation font l'objet des deux paragraphes suivants.



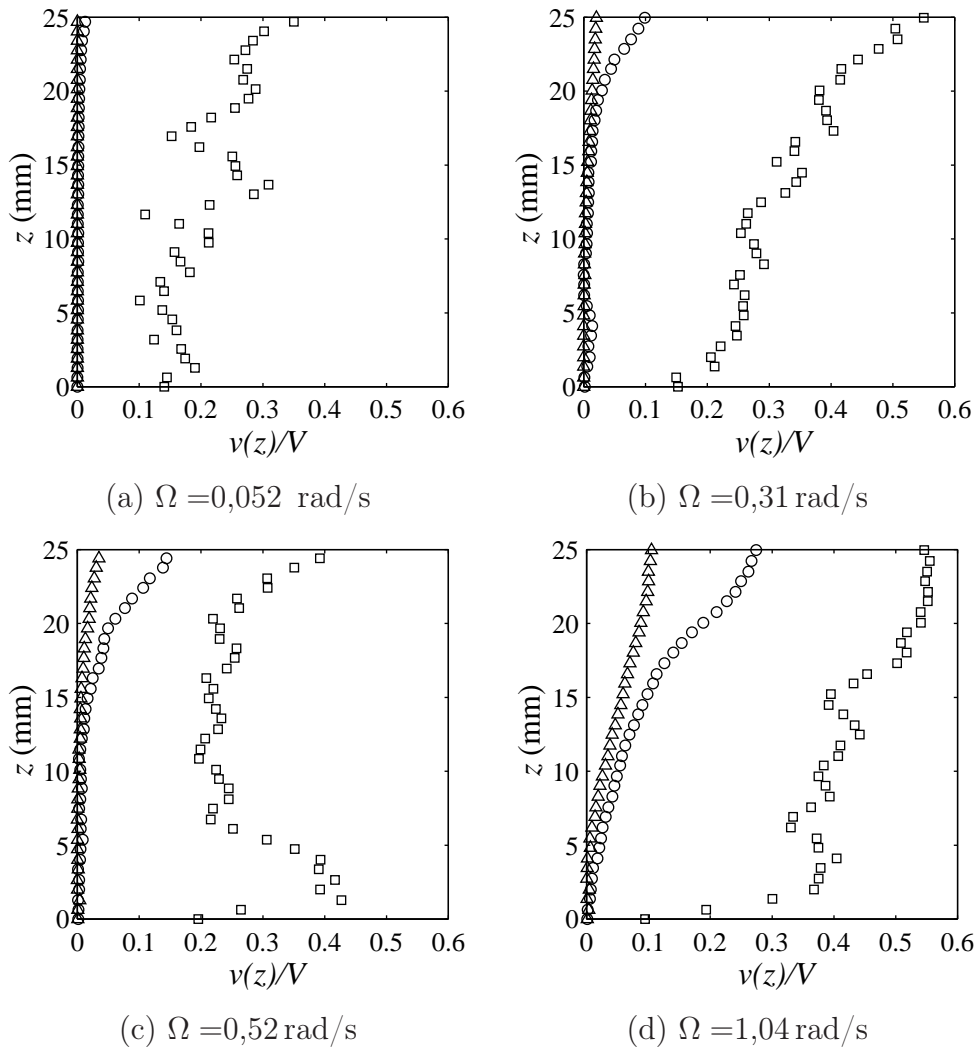


FIG. 3.17 – Exemples de profils de vitesse laminaire à différentes vitesses de rotation, et normalisés par la vitesse du rotor  $V$ .  $\square$  :  $r = 15,2 \text{ mm}$  (i.e. contre le rotor),  $\circ$  :  $r = 17 \text{ mm}$  et  $\triangle$  :  $r = 19 \text{ mm}$ .

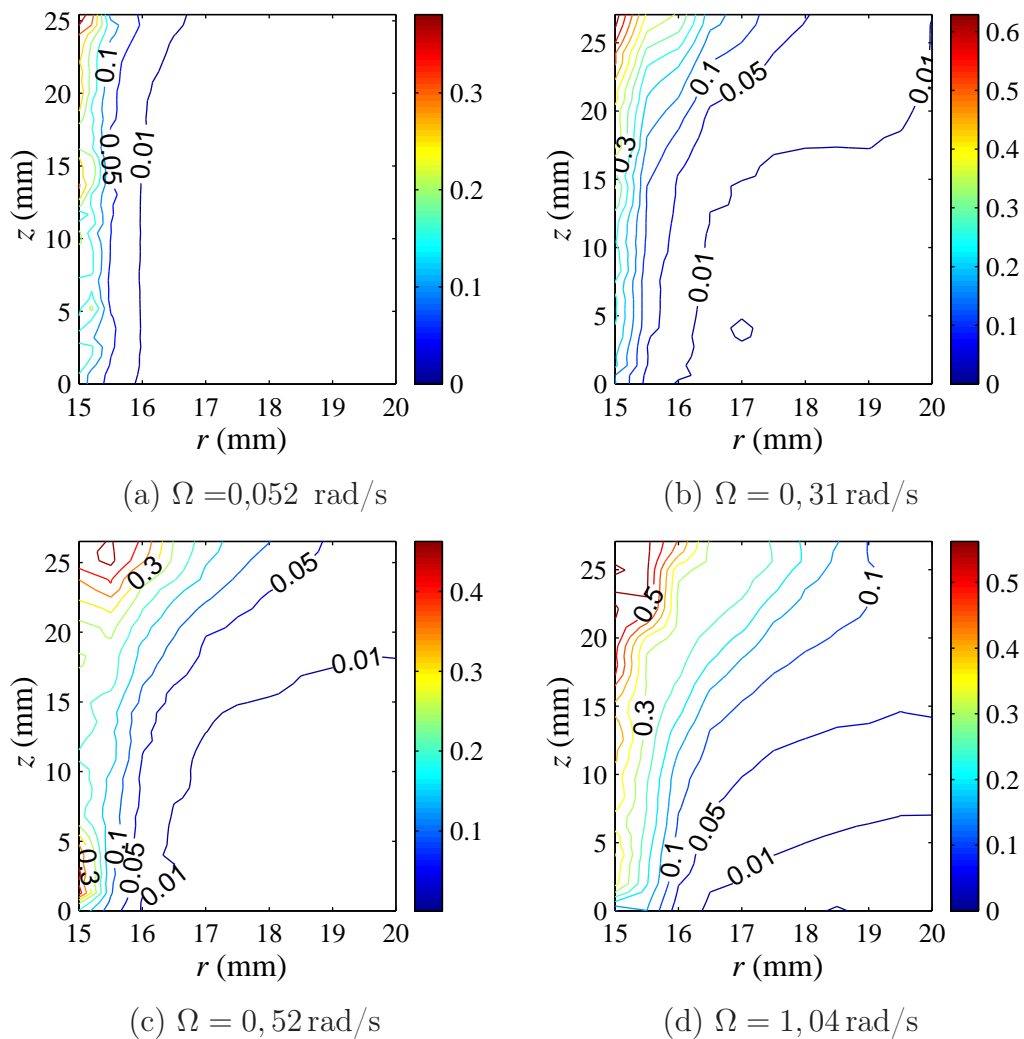


FIG. 3.18 – Représentation du profil laminaire de vitesse par des lignes « iso  $v(r, z)/V$  ». Distance entre 2 lignes : 0,05.

### 3.5.2 Glissement

On donne sur la figure 3.19 la variation du rapport  $V_0/V$  en fonction de l'altitude, et pour différentes vitesses de rotation du cylindre intérieur. D'après cette figure, le glissement en Couette est fonction croissante de  $z$ , mais vue la dispersion des points, on peut en première approximation considérer que le rapport  $V_0/V$  est indépendant de  $\Omega$ .

Deux explications peuvent rendre compte de la variation de  $V_0$  avec l'altitude. Tout d'abord, les conditions aux limites sont différentes en haut et en bas du Couette. La condi-

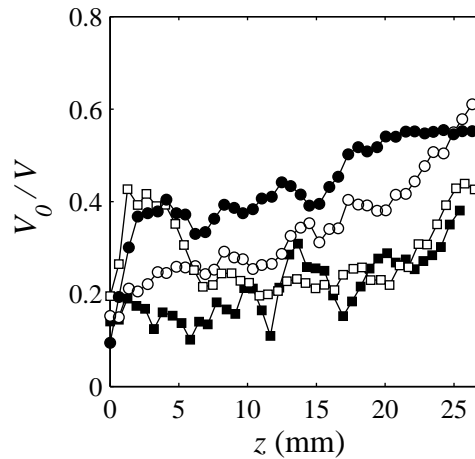


FIG. 3.19 – Glissement en fonction de l'altitude et à différentes vitesses de rotation. ■ : 0,052 rad/s; ○ : 0,31 rad/s; □ : 0,52 rad/s; ● : 1,04 rad/s.

tion à la limite  $z = z_{\max}$  est la continuité de la vitesse du sommet du granulaire avec la vitesse du fluide surnageant. En  $z = 0$ , le fond du cylindre externe impose une vitesse nulle partout, et il y a d'ailleurs un conflit entre les conditions  $v(z, R_1) = \Omega R_1 \forall z$  et  $v(z = 0, r) = 0 \forall r$ .

La deuxième explication tient au fait que le poids de la colonne de billes au dessus d'une particule est une fonction de l'altitude de cette particule. Intuitivement, les billes situées en profondeur sont plus « coincées » que les billes situées en surface, il est donc plus difficile de les mettre en mouvement.

### 3.5.3 Portée des écoulements

Pour rendre compte de la localisation des écoulements, une méthode alternative à la donnée des lignes isovitesse consiste à utiliser l'imagerie de speckle. On donne les images de speckle obtenues après traitement sur la figure 3.20, et pour différentes vitesses de rotation du cylindre interne.

À faible vitesse de rotation, la zone en écoulement, qui coïncide avec les pixels sombres des images, est une fine bande située contre le rotor. Quand on augmente la vitesse de rotation, cette zone en écoulement s'évase à partir du haut de l'échantillon. On voit qu'il est très difficile de mettre en écoulement la pâte qui se trouve dans le fond et loin du rotor.

Aux grandes vitesses de rotation ( $\Omega > 0,52$  rad/s) il apparaît une zone claire à proximité du stator qui ne correspond pas à une région immobile, mais au contraire à une région

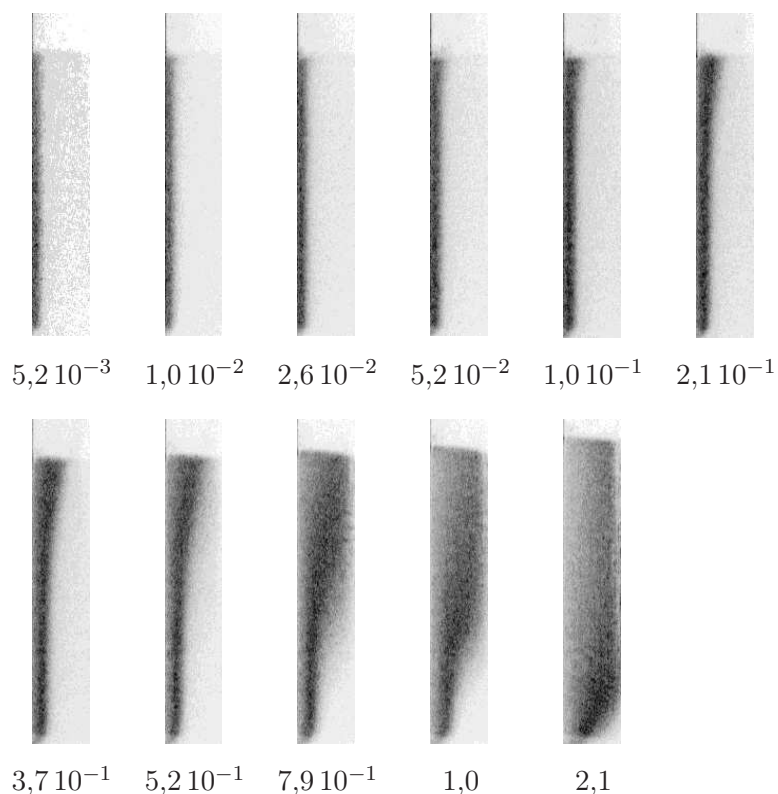


FIG. 3.20 – Portée des écoulements en géométrie Couette : séquence d’images de speckle après traitement par le filtre de renouveau. On ne représente que la branche droite du Couette, c’est-à-dire que le rotor est confondu avec le bord gauche de chaque image. L’indication sous chaque vignette est la vitesse angulaire du rotor, en rad/s.

dans laquelle la fréquence de scintillement du speckle est trop grande par rapport à la fréquence d’acquisition des images. Une image du film non traité est donc déjà une moyenne temporelle du niveau de gris. Cette moyenne étant invariante d’une image à l’autre, le filtre de renouveau ne voit pas de fluctuations dans ces régions pourtant convectées.

À partir des images de speckle, on cherche à quantifier la variation de  $\xi$  avec  $\Omega$ .  $\xi$  étant aussi une fonction de l’altitude, on décide d’abord de fixer l’altitude  $z = 10$  mm. On est alors assez loin du fond et du sommet de l’échantillon, ce qui doit permettre de s’affranchir le plus possible des effets de bord. À l’aide du logiciel ImageJ, on trace la variation de niveau de gris à cette altitude, en moyennant sur une bande d’épaisseur 3 mm autour de  $z = 10$  mm. On obtient alors un ensemble de courbes dont celle de la figure 3.21 est un exemple. Le profil de niveau de gris fait apparaître un pic près du rotor (la région cisailée)

et une région de niveau de gris faible et à peu près constant (le sédiment au repos).  $\xi$  marque donc la frontière entre le pic et la valeur constante.

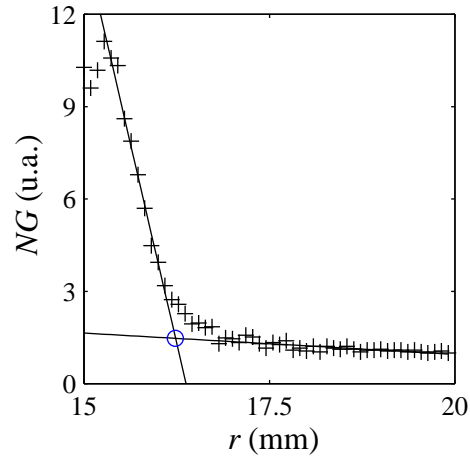


FIG. 3.21 – Profil de niveau de gris dans une bande horizontale de 3 mm d'épaisseur autour de  $z = 10$  mm. Sur cet exemple,  $\Omega = 0,026$  rad/s.

À partir de cette figure, nous choisissons de définir  $\xi$  comme l'intersection de deux droites : celle qui ajuste la partie descendante du pic, et celle qui ajuste la région de niveau de gris faiblement variable (point entouré sur la figure 3.21).

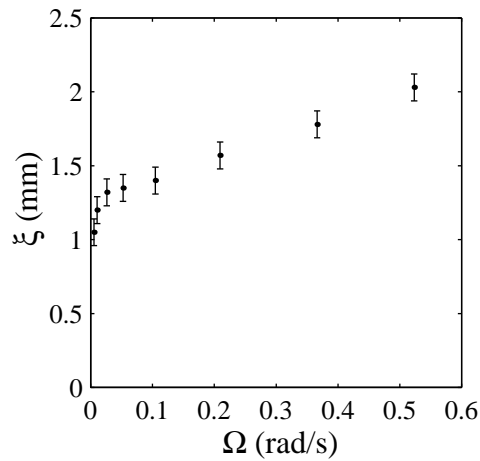


FIG. 3.22 – Épaisseur cisailée  $\xi$  en fonction de  $\Omega$  mesurée autour de  $z = 10$  mm.

La figure 3.22 rassemble les mesures de  $\xi$  en fonction de la vitesse de rotation du cylindre intérieur. On observe deux régimes. Aux très faibles valeurs de  $\Omega$ , l'augmentation de  $\xi$  avec  $\Omega$  est brutale. Au delà de 0,026 rad/s, la pente de la courbe diminue fortement.

À cause de la taille finie des particules, on pouvait s'attendre à observer une valeur minimum de  $\xi$ , égale à un diamètre de particule, ici 200  $\mu\text{m}$ . En fait, l'allure de la courbe semble suggérer qu'il existe un nombre minimum ( $>1$ ) de particules mises en mouvement. L'extrapolation à l'origine de la partie lentement croissante de la courbe indique un minimum de 6 particules, ce qui est l'ordre de grandeur observé dans les granulaires secs [65, 12]. Entre  $\Omega = 0,026$  et 0,52 rad/s, l'épaisseur  $\xi$  augmente de manière affine avec  $\Omega$ . Au delà, la paroi du cylindre extérieur se fait sentir, et les images ne sont plus exploitables pour mesurer  $\xi$ .

### 3.5.4 Variation de fraction volumique sous écoulement

Nous avons vu que le protocole expérimental ne nous permettait pas d'utiliser les niveaux de gris pour mesurer des variations faibles de  $\Phi$ . Mais on peut mesurer des fractions volumiques moyennées en  $r$  et  $z$  grâce aux images de la figure 3.20. On remarque en effet que la hauteur occupée par l'échantillon dans l'entrefer du Couette dépend de la vitesse du rotor. Connaissant la masse de particules introduite et leur masse volumique, on peut estimer à partir de ces images la variation de la fraction volumique moyenne sous cisaillement. Les résultats sont donnés sur la figure 3.23.

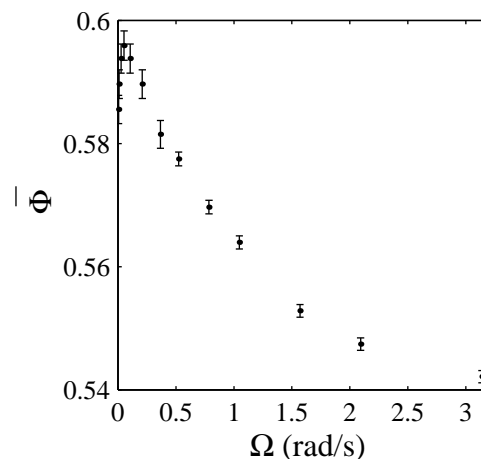


FIG. 3.23 – Fraction volumique moyenne dans l'entrefer du Couette en fonction de la vitesse du rotor. Les fractions volumiques sont calculées d'après la variation de la hauteur occupée par l'échantillon sur les vignettes de la figure 3.20.

La courbe  $\bar{\phi}(\Omega)$  n'est pas monotone. Aux faibles cisaillements, on assiste à une compaction des grains sous cisaillement. En effet, le processus de sédimentation ne conduit pas à la compaction maximale de l'empilement, mais à une valeur  $\bar{\Phi} = 58,6\%$  intermédiaire entre  $\Phi_{\text{RLP}}$  et  $\Phi_{\text{RCP}}$ . Les faibles cisaillements provoquent des réarrangements sur quelques couches de billes (environ 6 d'après la courbe 3.22), qui entraînent un tassement du milieu. Après 0,026 rad/s, la fraction volumique diminue : on observe la dilatance de la pâte sous cisaillement. Entre 1 et 1,5 rad/s,  $\bar{\Phi}$  passe en dessous de la fraction d'empilement lâche aléatoire (56%), à partir de laquelle les grains sont trop peu nombreux pour former un réseau continu de contacts.

L'expérience a été conduite en augmentant  $\Omega$  progressivement depuis 0. Si on avait décrit la courbe  $\bar{\Phi}(\Omega)$  dans le sens  $\Omega$  décroissant, il est probable que l'on n'aurait pas observé de maximum.

### 3.6 Généralisation du modèle d'écoulement ?

Pour l'instant, nous n'avons interprété nos résultats en Couette que de manière qualitative. Or nous disposons d'un modèle (paragraphe 3.3) pour décrire le comportement de la pâte en géométrie plan-plan. Il est donc tentant d'essayer de généraliser ce modèle pour décrire aussi le comportement en Couette, c'est-à-dire dans le cas où la gravité est parallèle aux plaques.

En plan-plan, le modèle de la section 3.3 est une simplification : l'écoulement torsionnel réel est remplacé par l'écoulement entre deux plaques parallèles en translation. Cette simplification est possible au prix des approximations mentionnées dans l'annexe C. En Couette, une telle simplification n'est pas sans conséquences. Considérons deux plaques parallèles verticales, parallèles à la gravité, comme sur le schéma 3.24 : cette situation est symétrique et on n'attend pas de localisation de l'écoulement à une paroi ou à une autre. Il faut trouver une source de dissymétrie, qui puisse rendre compte de la forme de  $\zeta(z)$  symbolisée en pointillées sur le schéma.

Une source de dissymétrie est le régime transitoire : lorsque le cylindre interne est mis en rotation, il existe un régime transitoire lié au temps de diffusion de la quantité de mouvement vers l'extérieur. Si la pâte voit sa structure modifiée par la mise en écoulement, il se peut qu'on arrive à une situation qui reste dissymétrique aux temps longs. Cette explication ne nous semble pas la bonne, vues les viscosités mises en jeu. De plus, expérimentalement, l'état final ne dépend pas de la plaque mise en mouvement en premier, ce qui signifie que les effets transitoires sont bien négligeables.

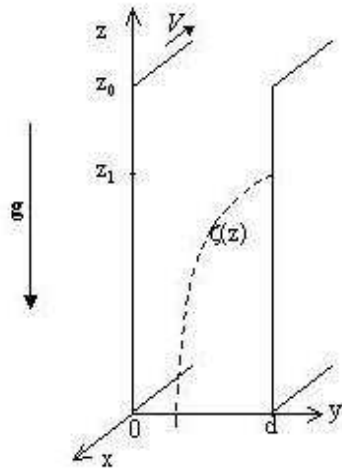


FIG. 3.24 – Représentation simplifié du problème du Couette : cisaillement entre deux parois verticales parallèles.

Une source de dissymétrie plus probable a en fait déjà été mentionnée plus haut. Nous avons montré que les conditions aux limites de notre écoulement ne sont pas symétriques : le fond immobile constitue avec les parois verticales du cylindre extérieur un coin où la vitesse doit être nulle, et qu'il est très difficile de remettre en mouvement (voir sur les vignettes 3.20). Il semble que l'écoulement « ressent » la présence de ce coin, même à faible  $\Omega$ . À ce niveau, une anticipation sur un résultat du chapitre 4 (figure 4.25) est utile : quand  $\Delta\rho$  est négatif, les conditions aux limites en haut et en bas de l'échantillon sont plus symétriques, et alors il est plus difficile d'observer la localisation. Ceci confirme que le coin joue un rôle dans la dissymétrisation de l'écoulement, mais ce n'est pas la seule source, puisque la localisation reste observable à  $\Delta\rho < 0$ .

Il semble donc qu'un modèle entre deux plaques parallèles soit trop simple pour permettre de rendre compte de la localisation en Couette. Le modèle dans cette géométrie doit tenir compte de la courbure des lignes de courant, et être résolu en 3 dimensions [77].

## 3.7 Écoulement secondaire en géométrie Couette

### 3.7.1 Observation : poursuite de particule

Comme pour le plan-plan, l'écoulement secondaire en géométrie de Couette est observé à l'aide du montage de poursuite de particules. Plusieurs vitesses de cisaillement ont été



étudiées. Les relevés de trajectoires sont donnés sur la colonne de gauche de la figure 3.25, et on peut avoir une idée de l'allure de la région cisailée, grâce aux images de speckle de la colonne du milieu.

Malgré le bruit dont sont entachés les points expérimentaux, la figure permet, comme en plan-plan, de dégager une tendance fiable et reproductible que l'on montre sur la figure 3.25, dans la colonne de droite. Dans le plan  $(r, z)$ , l'écoulement secondaire consiste donc en deux rouleaux de convection superposés (visibles uniquement sur les sous-figures b et c). Le long de la paroi du rotor, le rouleau inférieur (pointillés) est descendant alors que le rouleau supérieur (trait plein) est ascendant. L'importance relative des rouleaux est une fonction du cisaillement moyen imposé. La taille du rouleau supérieur, non observé à  $\Omega = 0,052 \text{ rad/s}$ , augmente avec  $\Omega$  au détriment du rouleau inférieur qui, lui, n'est plus observé à  $\Omega = 1,47 \text{ rad/s}$ .

### 3.7.2 Discussion sur l'origine des écoulements secondaires en Couette

Les instabilités qui se développent en géométrie de Couette ont été largement étudiées, du moins dans le cas du cisaillement de fluides newtoniens. L'instabilité de Taylor-Couette, probablement la plus documentée de toutes, apparaît en général lorsque le cylindre externe étant maintenu fixe, le cylindre interne est mis en rotation au delà d'une certaine vitesse. L'écoulement secondaire consiste alors en un empilement de rouleaux toroïdaux contrarotatifs, dont la taille caractéristique est celle de l'entrefer [33]. En jouant sur les vitesses de chacun des cylindres, on peut faire apparaître des motifs plus compliqués [6]. Une instabilité assez semblable a été observée récemment par Conway et al. [19] dans un milieu granulaire sec mis en suspension par un flux ascendant d'air et cisailé entre deux cylindres. Au delà d'une certaine vitesse de cisaillement, les auteurs voient apparaître un écoulement secondaire ressemblant à celui de Taylor-Couette. Les vitesses mises en jeu sont très importantes, supérieures à 130 cm/s au rotor. Dans l'expérience de Conway et al., l'origine de l'écoulement secondaire est donc inertielle, comme dans le cas de l'instabilité de Taylor-Couette. Le nombre de Taylor, qui compare les effets centrifuges destabilisants et visqueux stabilisants, permet d'estimer si nos conditions expérimentales sont susceptibles de conduire à l'instabilité de Taylor-Couette. On définit ce nombre par  $Ta = \rho^2 R \Omega e^3 / \eta^2$ . Dans cette expression,  $\Omega$  est la vitesse angulaire du cylindre interne,  $R$  le rayon moyen des cylindres supposé  $\gg e$  (l'entrefer).  $\eta$  et  $\rho$  sont toujours la viscosité et la densité du fluide moyen. Avec  $\Omega = 1 \text{ rad/s}$ , on trouve dans notre cas  $Ta = 10^{-4}$ . Or, pour observer l'écoulement secondaire, il faut que  $Ta$  dépasse 1700. Nous sommes donc bien en dessous du seuil

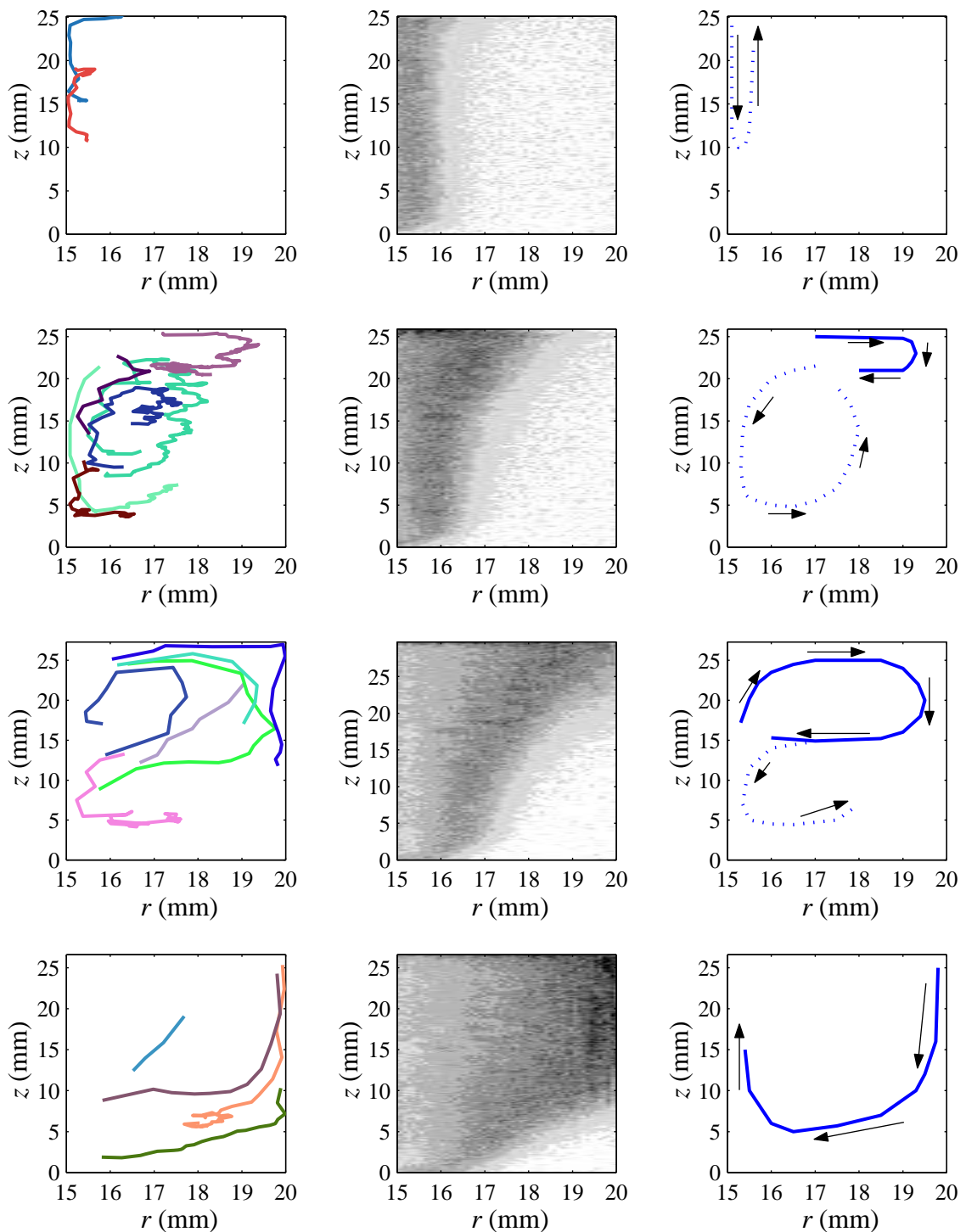


FIG. 3.25 – De gauche à droite : trajectoires de particules dans le plan  $(r, z)$  relevées en géométrie Couette; allure de la frontière sédiment (clair) - suspension (sombre) déterminée par la méthode du speckle et trajectoires reconstituées. De haut en bas,  $\Omega = 0, 0,52 ; 0,31 ; 1,05$  et  $1,47$  rad/s.

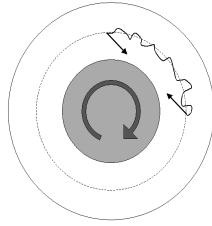


FIG. 3.26 – Origine des instabilités d'écoulement observées sur des solutions de polymère en géométrie de Couette.

d'apparition des effets inertiels, et une autre origine de l'écoulement doit être recherchée, peut-être dans la non-linéarité de l'équation rhéologique du fluide.

Ainsi, il est déjà connu que lorsqu'on cisaille des solutions de polymères entre deux cylindres, on peut observer un écoulement secondaire à faible nombre de Taylor. L'instabilité dans ces expériences a pour origine le comportement élastique des polymères [11, 83]. L'interprétation microscopique des écoulements secondaires repose sur l'idée que les lignes de courants en géométrie de Couette (comme d'ailleurs en géométrie plan-plan) sont courbées [73]. Sous cisaillement, les polymères s'alignent sur les lignes de courant, et il apparaît une force à chaque extrémité de la chaîne qui tend à leur faire retrouver leur forme en pelote (voir figure 3.26). Cette force, dirigée vers l'intérieur du Couette et d'autant plus grande que la courbure est grande peut créer un écoulement secondaire.

Il semble difficile d'extrapoler ce genre d'interprétation à notre système, car on voit mal dans nos expériences où trouver l'origine d'une élasticité. Cependant, une confrontation de nos expériences avec les résultats obtenus par Khosropour et al. [48] semble indiquer que le caractère granulaire de nos échantillons est bien à l'origine de l'écoulement secondaire observé.

Dans l'étude menée par ces auteurs, le milieu granulaire est constitué d'une assemblée de billes de 1 mm de diamètre dans l'air. L'entrefer du Couette vaut 5 mm, il est initialement rempli de billes sur une hauteur de 3 cm, la dilatance sous cisaillement est permise. Lorsque le cylindre intérieur est mis en rotation, même à faible vitesse de rotation, le cisaillement gagne tout l'entrefer : contrairement à notre situation, il n'y a pas de localisation de la vitesse. Les auteurs suivent le mouvement dans le plan  $(r, z)$  de traceurs de 1 mm de diamètre et mettent en évidence l'existence d'une convection orientée vers le haut le long du cylindre extérieur, et vers le bas le long du cylindre intérieur, quelle que soit la vitesse de rotation : ce sens de rotation est identique à celui du rouleau inférieur que nous décrivons. L'étude de  $V_z$ , vitesse d'ascension des billes le long du cylindre extérieur, en fonction

de  $\Omega$  fait apparaître 2 régimes : dans le régime basse vitesse,  $V_z$  augmente linéairement avec  $\Omega$ ; dans le régime forte vitesse,  $V_z$  présente des fluctuations importantes. Le passage d'un régime à l'autre coïncide avec le moment où la fraction volumique globale devient inférieure à la fraction d'empilement lâche aléatoire ( $\sim 56\%$ ). Quand les chaînes de force sont dominantes ( $\Phi > 56\%$ ) les contacts entre grains sont frottants, ce qui limite les fluctuations de la vitesse. Quand les contacts entre grains deviennent collisionnels ( $\Phi < 56\%$ ) les fluctuations de vitesse dominant. Le sens de rotation de l'écoulement secondaire est attribué à l'ouverture de pores entre les grains. Quelle que soit la vitesse  $\Omega$ , la fréquence d'ouverture est plus grande au rotor qu'au stator, ce qui explique que le sens de l'écoulement secondaire soit le même dans les 2 régimes.

À la lumière de ces observations, essayons d'expliquer la structure que nous observons, c'est-à-dire 2 rouleaux de sens opposés. À la différence des expériences rapportées dans [48], nos billes sont immergées dans un fluide visqueux. Il faut donc comprendre l'influence du fluide.

Intuitivement, nous prévoyons qu'aux faibles cisaillements et aux fortes fractions volumiques, le comportement du granulaire mouillé sera dominé par les contacts « longs » entre grains. Le fluide interstitiel est passif dans ces conditions, et la description du milieu par un granulaire sec dense est équivalente. En revanche, à suffisamment fort cisaillement et faible fraction volumique, les chaînes de contact vont disparaître : la présence du fluide visqueux ne sera plus neutre et la lubrification interdira les collisions entre grains. Dans ces conditions, la description par un granulaire sec devient caduque, et la description par une suspension est plus appropriée.

Un nombre sans dimension, le nombre de Leighton [22, 40], caractérise le régime dans lequel on se trouve, frictionnel ou lubrifié, en fonction des paramètres de l'expérience.

$$\mathcal{L}e = \frac{\eta_0 a^2 \dot{\gamma}}{N} \quad (3.11)$$

On peut interpréter ce nombre comme le rapport entre le temps d'approche  $T_N$  de deux particules soumises à une force normale  $N$  et le temps d'approche  $T_h$  lié au cisaillement (i.e.  $1/\dot{\gamma}$ ). Si  $T_N$  est très grand devant  $T_h$ , le contact entre les particules n'a pas le temps de s'établir, et les interactions entre grains sont lubrifiées. Au contraire, si  $T_h$  est très grand devant  $T_N$ , ce sont les contacts frictionnels qui dominent. Il existe un nombre  $\mathcal{L}e_c$  tel que :

$$\begin{aligned} \mathcal{L}e \gg \mathcal{L}e_c & : & \text{contacts lubrifiés dominants} \\ \mathcal{L}e \ll \mathcal{L}e_c & : & \text{contacts frictionnels dominants} \end{aligned}$$

Dans notre situation, la force qui rapproche les particules les unes des autres est la gravité,  $N = \int_z^H a^2 \Delta \rho g \Phi dz$  est donc une fonction de l'altitude dans l'échantillon. Le ci-

saillement moyenné dans une tranche horizontale est lui aussi une fonction de  $z$ , puisque nous avons montré que la vitesse de la première couche de particules ainsi que l'épaisseur cisailée en dépendaient. D'après les figures 3.17 et 3.22,  $V_0$  varie dans nos expériences entre  $10^{-1}$  mm/s et 10 mm/s, alors que l'épaisseur cisailée peut être prise constante égale à 1 mm. Le cisaillement varie donc entre  $10^{-1}$  et  $10\text{s}^{-1}$ . À 10 mm sous la surface de l'échantillon, avec  $\Phi = 60\%$  (en fait,  $\Phi$  est plus probablement une fonction décroissante de  $z$ ), nous trouvons  $10^{-4} < \mathcal{L}e < 10^{-2}$ . Dans [40], la valeur critique pour laquelle la transition est observée est  $\mathcal{L}e_c = 7 \pm 5 \cdot 10^{-4}$ . Les valeurs que nous trouvons encadrent cette valeur critique, et l'hypothèse selon laquelle nous pouvons observer les deux comportements, frictionnels et lubrifiés, est acceptable. De plus, nous avons établi que  $\mathcal{L}e$  est dans nos expériences une fonction de croissante de  $z$ . Donc nous pouvons nous attendre à observer la transition en fonction de l'altitude. Nous proposons donc le schéma suivant pour rendre compte de nos observations.

Aux très faibles valeurs du cisaillement,  $\mathcal{L}e$  est toujours inférieur à  $\mathcal{L}e_c$ , et le comportement de notre milieu granulaire se rapproche de celui du granulaire sec étudié par Khosropour et al.. En particulier, le sens de rotation des écoulements secondaires est identique.

Aux forts cisaillements,  $\mathcal{L}e$  est toujours supérieur à  $\mathcal{L}e_c$  : le comportement de la pâte granulaire est celui d'une suspension, c'est-à-dire proche de celui d'un fluide visqueux de densité moyenne  $\rho_{eq} = \Phi\Delta\rho + \rho_0$ . Par ailleurs, dans les suspensions adaptées en densité en géométrie de Couette,  $\Phi$  est une fonction croissante de  $r$  [3, 90]. Nous admettons donc que la densité de notre suspension est plus grande au rotor qu'au stator (car dans nos expériences,  $\Delta\rho$  est positif). Cette situation est instable, et doit conduire à un écoulement secondaire ascendant au rotor (fluide léger), et descendant au stator (fluide lourd) pour rétablir l'équilibre. C'est bien le sens de rotation que nous observons pour le rouleau supérieur, celui qui prédomine à grande vitesse de rotation.

Ce régime est l'analogue du régime  $\Phi < 56\%$  décrit dans [48], mais la présence d'un fluide visqueux conduit à observer un sens de rotation différent.

Aux cisaillements intermédiaires, il existe une altitude critique  $z_c$  telle que  $\mathcal{L}e(z_c) = \mathcal{L}e_c$ , et les deux comportements sont observés simultanément dans l'échantillon. On observe donc deux rouleaux de convection de sens opposés.  $z_c$  est une fonction décroissante du cisaillement, ce qui explique pourquoi la taille relative des rouleaux dépend de  $\Omega$ .

### 3.8 Instabilités et caractère non newtonien du fluide

Ce paragraphe est une tentative pour montrer que si l'on connaissait l'écriture exacte du tenseur des contraintes dans la pâte granulaire, on pourrait probablement rendre compte des écoulements secondaires.

Écrivons l'équation de Navier-Stokes dans le cas d'un écoulement à très petit nombre de Reynolds, avec pour seul champ de force extérieur la gravité, et sans faire d'hypothèse sur la nature du fluide étudié [33] :

$$-\rho\mathbf{g} + \mathbf{div}[\bar{\bar{\Pi}}] = 0 \quad (3.12)$$

Dans cette équation,  $\bar{\bar{\Pi}}$  est le tenseur des contraintes qui s'exercent sur le fluide. Ce tenseur peut se décomposer en un terme de pression  $p\bar{\bar{\mathbb{I}}}$  ( $\bar{\bar{\mathbb{I}}}$  est le tenseur identité) et un terme  $\bar{\bar{\tau}}$ .

Dans le cas d'un fluide newtonien incompressible :

- $\tau_{ii} = 0$
- $\tau_{ij} = 2\eta e_{ij}$ , où  $\eta$  est la viscosité du fluide et  $e_{ij}$  le taux de déformation. Par définition :  
 $e_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial v_i}{\partial x_j} + \frac{\partial v_j}{\partial x_i} \right)$  (dans le référentiel cartésien  $Ox_i$ ,  $i = 1, 2, 3$ ).

Moyennant cette écriture de  $\tau$ , on peut ré-écrire  $\mathbf{div}[\bar{\bar{\Pi}}]$  sous la forme  $\eta\Delta\mathbf{v} + \mathbf{grad}p$ .

Si on suppose que le forçage est selon  $\vec{u}_\theta$  et que l'écoulement est indépendant de  $\theta$  (par symétrie des écoulements en plan-plan et en Couette), on aboutit à un champ de vitesse uniquement orienté selon  $u_\theta$ .

$$\text{En plan-plan : } v_\theta = \Omega r \left( 1 - \frac{z}{d} \right) \quad (3.13)$$

$$\text{En Couette : } v_\theta = ar + b/r \quad (3.14)$$

où  $d$  est la hauteur du plan-plan et où  $a$  et  $b$  sont deux fonctions de  $\Omega$  et des rayons des cylindres, voir [33] pages 210-213).

En Couette comme en plan-plan, aucun écoulement secondaire n'est possible en résolvant l'équation de Stokes, et on peut définir sans ambiguïté le cisaillement  $\dot{\gamma}$  dans chacune des géométries.

$$\text{En plan-plan : } \dot{\gamma} = \frac{\partial v}{\partial z} \quad (3.15)$$

$$\text{En Couette : } \dot{\gamma} = r \frac{\partial(v/r)}{\partial r} \quad (3.16)$$

Dans le système d'axe (1,2,3), où la direction (1) est celle de la vitesse, la direction (2) celle du gradient de vitesse et la direction (3) celle de la vorticit , le tenseur des contraintes  $\bar{\bar{\tau}}$  se met alors sous la forme :

$$\bar{\tau} = \begin{vmatrix} 0 & \eta\dot{\gamma} & 0 \\ \eta\dot{\gamma} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{vmatrix} \quad (3.17)$$

En revanche, si le fluide est non newtonien, les  $\tau_{ij}$  ne sont plus nécessairement linéaires par rapport à  $e_{ij}$ , il peut apparaître des termes sur la diagonale de  $\bar{\tau}$  et la relation entre contrainte et taux de déformation n'est plus nécessairement locale (dans les granulaires, les chaînes de force et les interactions hydrodynamiques à longue portée sont responsables de la non localité, voir paragraphe 1.2.3).

Même si on ne connaît pas la relation qui exprime le couplage entre  $\tau_{ij}$  et les composantes  $e_{kl}$ , une conséquence de ce couplage est qu'un écoulement induit par un mouvement axisymétrique (invariant selon  $\theta$ ) n'est plus nécessairement orienté selon  $\bar{u}_\theta$ . Autrement dit, l'origine de l'écoulement secondaire dans nos expériences est certainement la conséquence de la nature non newtonienne du « fluide » étudié.

### 3.9 Conclusion sur le comportement en monodisperse

Dans ce chapitre, nous avons étudié l'écoulement de pâtes monodisperses cisailées entre deux disques plans ou bien entre deux cylindres concentriques. Les deux types d'expériences conduisent à des observations similaires. Nous avons vu que l'écoulement était non linéaire, et localisé près du rotor si la vitesse d'entraînement n'est pas trop élevée. L'entraînement par la paroi mobile est une fonction croissante de la vitesse de la plaque mobile en plan-plan, c'est une fonction de l'altitude en Couette. Dans les deux géométries de cisaillement, nous avons mis en évidence un écoulement secondaire dans le plan  $(r, z)$ , constitué de deux rouleaux de convection contrarotatifs. Ces rouleaux sont côte à côte en plan-plan, et superposés en Couette.

Les données accumulées en plan-plan sur l'allure de la zone cisailée, sa taille et sur les forces mises en jeu lors du cisaillement ont permis d'élaborer un modèle qui rend compte des observations expérimentales concernant l'écoulement principal. L'extrapolation du modèle à la géométrie de Couette demande encore du travail.

L'origine de l'écoulement secondaire en Couette n'est pas décrite dans le cadre d'un modèle hydrodynamique, mais peut être comprise qualitativement, du moins en ce qui concerne le rouleau supérieur qui s'observe à fort cisaillement. Une instabilité gravitaire liée à la variation radiale de  $\Phi$  explique bien la variation de la taille de ce rouleau avec la vitesse de cisaillement, ainsi que le sens de rotation observé. Le sens du rouleau inférieur

est compatible avec des observations antérieures sur des granulaires secs, et pourrait être gouverné par la friction aux parois comme c'est le cas dans le cas des granulaires secs vibrés. En plan-plan, nous n'avons pas pu trouver d'explication satisfaisante pour rendre compte de nos observations, et des expériences complémentaires permettraient d'y voir plus clair, notamment en éclaircissant le rôle de la différence de densité entre billes et fluide.

Enfin, pour caractériser complètement l'écoulement de la pâte granulaire, il faudrait aussi avoir des informations sur la nature du mouvement du fluide. Pour le moment, cette information est limitée à ce qui se passe à la paroi : à cet endroit au moins, l'existence du glissement est le signe que les mouvements du fluide et des grains ne sont pas nécessairement identiques. Une autre composante peut-être importante, et dont nous n'avons jusqu'à présent pas tenu compte, faute de moyens pour l'observer, est la rotation des billes sur elles-mêmes. L'existence de mouvements d'« engrenage » pourrait bien avoir aussi une grande importance de principe dans les phénomènes observés, notamment pour rendre compte du glissement à la paroi. On peut imaginer qu'une partie de la quantité de mouvement transmise par la paroi aux billes est convertie en mouvement de rotation des billes, ce qui reviendrait à diminuer le glissement réel entre la surface des billes et celle du rotor [1].





# Chapitre 4

## Comportement sous cisaillement d'une pâte granulaire polydisperse : ségrégation

### 4.1 Introduction

Nous abordons enfin le cœur du sujet de ce manuscrit : les phénomènes de ségrégation sous cisaillement. Dans cette partie, les échantillons contiennent plusieurs tailles de particules. Nous nous sommes intéressés à leur comportement en fonction de la composition, de la vitesse de cisaillement et de la différence de densité entre billes et fluide. Nous verrons que les pâtes polydisperses ségrègent sous cisaillement, et que la figure de ségrégation est fortement couplée à la forme de l'écoulement.

Nous commençons ce chapitre par l'étude d'un échantillon que nous appellerons de *référence*, dont la composition est proche de celle d'un propergol bimodal. Les grosses particules sont majoritaires et le liant est plus léger que les billes. Nous nous intéressons aux figures de ségrégation et à leur temps caractéristique d'apparition. Dans une seconde partie, nous jouons sur la composition granulométrique de la pâte et voyons comment ce paramètre modifie les résultats obtenus avec l'échantillon de référence. Enfin, en modifiant la nature du fluide suspendant, nous verrons quelle est l'influence du paramètre  $\Delta\rho$ .

## 4.2 Conditions de référence : $\Phi_P^s = 16\%$ , $\Phi_G^s = 84\%$ et $\Delta\rho = 0,3 \text{ g/cm}^3$

### 4.2.1 Figures de ségrégation

#### Géométrie plan-plan

Les échantillons contiennent 0,96 g de petites particules et 5,00 g de grosses particules. La figure 4.1 présente l'état final obtenu après le cisaillement en géométrie plan-plan à différentes vitesses de rotation. Ces cartes en couleur sont obtenues grâce au logiciel *FLUO* développé dans l'équipe. Comme nous l'avons mentionné dans le paragraphe 2.2.3, elles ne peuvent donner qu'une indication de la fraction volumique, à cause des problèmes de diffusion et de collection de la lumière que nous rencontrons.

L'état initial est préparé en mélangeant à la spatule les grosses et les petites billes avec un excès de fluide, puis on laisse les billes sédimenter. Ce mode de préparation conduit à un état initial inhomogène (figure 4.1 en haut) où une couche pure en petites billes surmonte un sédiment de grosses et de petites billes mélangées. De manière très simplifiée, l'origine de cette figure tient à la différence de vitesse de sédimentation des petites billes et des grosses billes : les petites billes sédimentant plus lentement que les grosses billes, ce sont elles qui atteignent en dernier le fond du récipient [10, 86]. En conséquence, une fine couche de *crème*, ne contenant que des petites billes, est formée en haut de l'échantillon.

Après ces étapes de mélange et sédimentation, le disque supérieur est descendu au contact du sédiment, et mis en rotation à la vitesse  $\Omega$ .

Lorsque la vitesse de cisaillement est non nulle, mais pas trop grande (nous verrons plus tard ce que *grande* signifie pour nous), les figures de ségrégation consistent en une accumulation des petites particules le long d'une fine ligne, dont la forme rappelle celle d'une moustache (particulièrement visible sur la figure à  $\Omega = 1,05 \text{ rad/s}$ ). Le long de la moustache,  $\Phi_P$  est supérieure à 25 % ; en dessous,  $\Phi_P = \Phi_P(t = 0)$  ; et au dessus  $\Phi_P \sim 0$ .

La moustache trouve son équivalent en négatif sur les images de la répartition des grosses billes : là où les petites billes sont rassemblées, il y a un creux de  $\Phi_G$  ( $\Phi_G$  passe à  $\sim 55\%$  au lieu de  $\sim 60\%$  dans le reste de l'échantillon). Les surconcentrations visibles sur les images à 1,05 et 2,09 rad/s ne sont pas physiques, puisque la concentration mesurée est supérieure à 74 %. Plusieurs explications peuvent être à l'origine de cette surconcentration : l'agrégation des marqueurs, un concassage insuffisant des agrégats après l'étape de séchage (cf. paragraphe 2.2.3) ou encore la grande sensibilité de la ségrégation à des petites variations

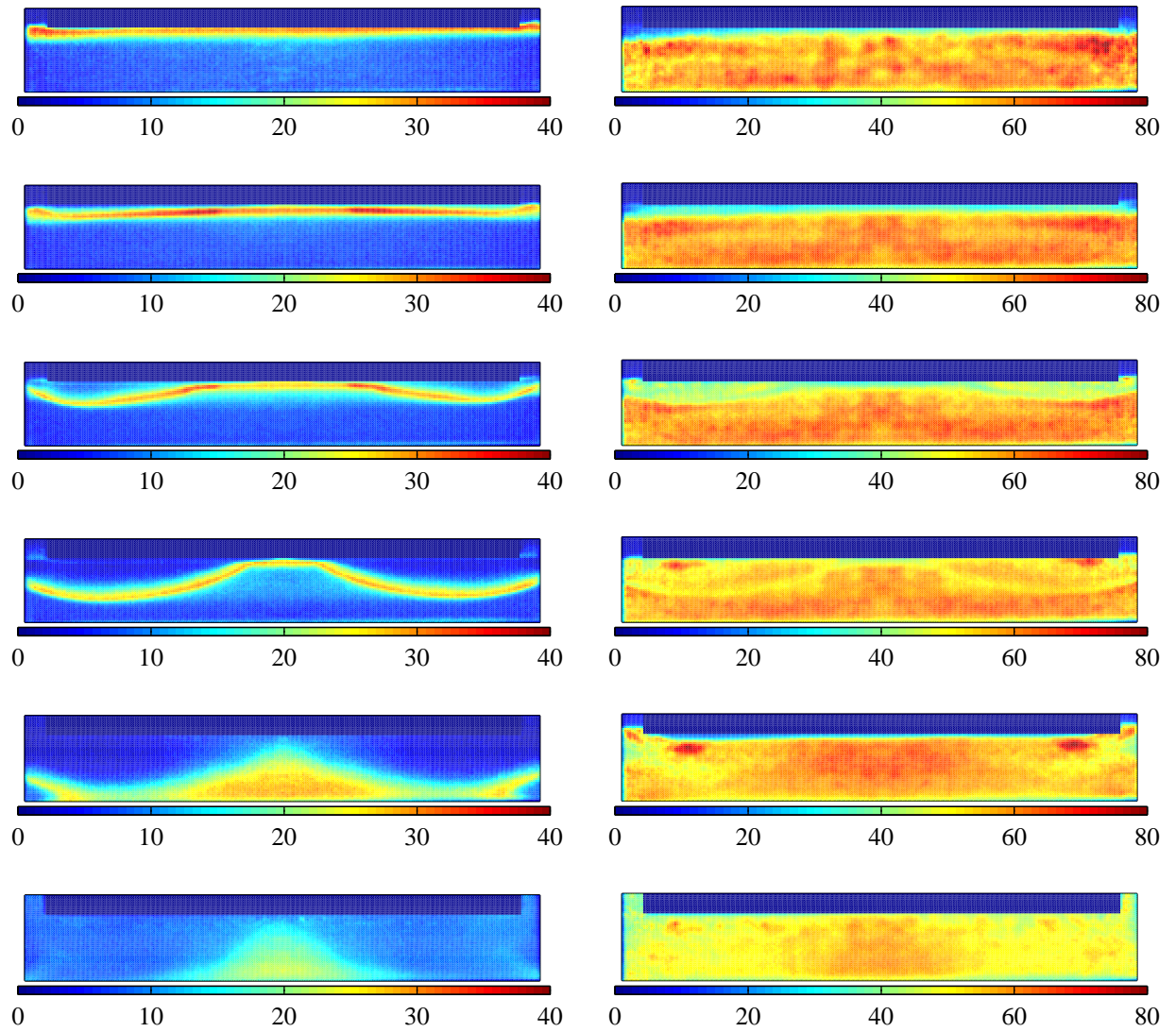


FIG. 4.1 – Cartes de concentration en petites (à gauche) et en grosses particules (à droite). L'échelle de couleur sous chaque vignette est graduée en %. De haut en bas,  $\Omega = 0$  (état initial) ; 0,26 ; 0,52 ; 1,05 ; 2,09 ; 4,19 rad/s.

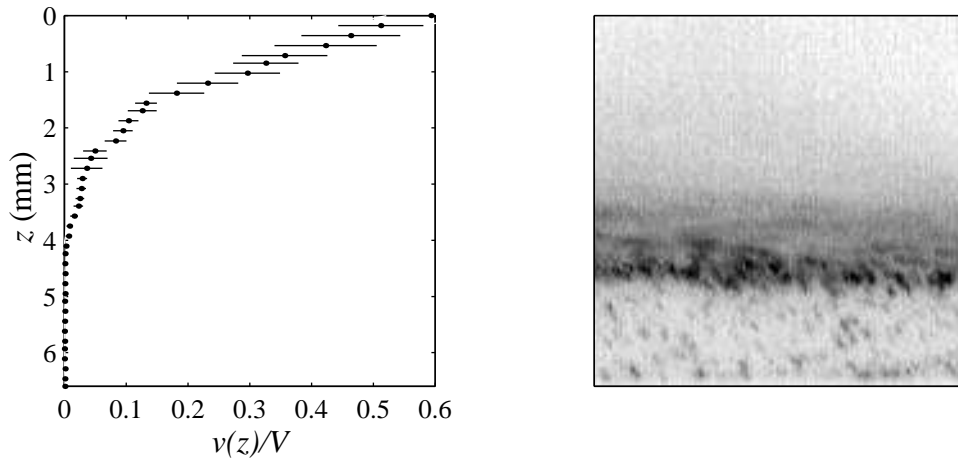


FIG. 4.2 –  $\Omega = 1,05$  rad/s,  $r = 14$  mm. À gauche, le profil de vitesse en fonction de  $z$ , les barres d'erreur donnent une idée des fluctuations temporelles de la vitesse. À droite, une photo de la pâte à ce rayon. Les petites billes apparaissent en sombre. Les échelles verticales des deux images sont identiques.

de taille (cf. paragraphe 4.3.3). Les deux dernières hypothèses paraissent plus probables, car tous les échantillons étudiés ne présentent pas cette surfluorescence.

La position de la moustache dans l'échantillon dépend de la vitesse de rotation de la plaque supérieure : à faible vitesse, la moustache se situe près du disque supérieur. Elle s'en éloigne quand  $\Omega$  augmente. À  $\Omega = 2,09$  rad/s, la moustache a atteint le disque inférieur, et à  $4,19$  rad/s, elle a disparu. La figure de ségrégation est alors essentiellement bidimensionnelle, et surtout beaucoup moins contrastée qu'aux faibles vitesses. La concentration moyenne en grosses billes à cette vitesse est plus faible que sur les autres images, car sous l'effet du cisaillement, les particules ont quitté la région située entre les disques pour monter dans le volume annulaire entre les cylindres (dilatance).

La signification de l'expression *grande vitesse* dans ce contexte est donc reliée à l'existence ou non de la moustache : si la moustache existe, on est à faible vitesse ; si la moustache est invisible parce que sa position attendue est plus basse que le fond du plan-plan, on est à forte vitesse. Le passage du régime forte vitesse au régime faible vitesse est donc dépendant de l'épaisseur de l'échantillon.

Sur la figure 4.2, un profil de vitesse à rayon donné et une image de la suspension au même rayon sont mis en regard. D'après cette figure, le profil de vitesse s'annule dans la moustache.

On donne enfin sur la figure 4.3 les états successifs de l'échantillon cisailé à  $\Omega = 1,05$  rad/s.

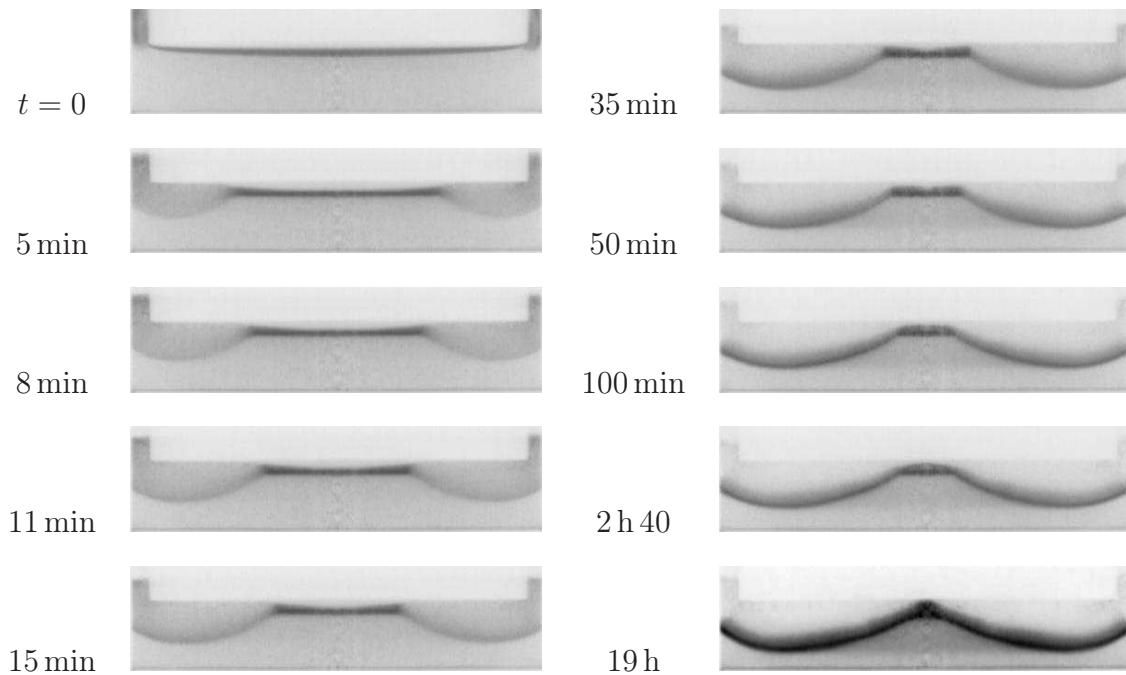


FIG. 4.3 – Échantillon de référence cisailé en géométrie plan-plan à  $\Omega = 1,05 \text{ rad/s}$ . États du système en fonction du temps. Les petites billes apparaissent en sombre.

Alors que la forme caractéristique en moustache apparaît visuellement dès les premières minutes de l'expérience, son état évolue pendant longtemps, notamment à proximité de l'axe de rotation, où les vitesses sont les plus lentes.

### Géométrie Couette

La figure 4.4 donne à la fois les profils de vitesse et la répartition des petites et des grosses billes obtenue après cisaillement en Couette du mélange bimodal  $\Phi_P^s = 16\%$ ,  $\Phi_G^s = 84\%$ , et pour différentes vitesses de rotation. Le temps de cisaillement est variable d'une expérience à l'autre.

L'état initial, non présenté sur cette figure, consiste comme en plan-plan en un sédiment homogène de grosses et de petites particules surmonté d'une couche mince ( $\simeq 1 \text{ mm}$ ) de petites particules. Dans cette géométrie, l'état initial est préparé en faisant tourner à grande vitesse le cylindre intérieur ( $\Omega = 10 \text{ rad/s}$ ) pendant 1 h, puis en laissant sédimenter  $3/4$  d'heure. On reprepare cet état initial avant chaque nouvelle expérience. Comme en plan-plan, pour  $\Omega$  suffisamment faible, la figure de ségrégation des petites billes est très contrastée : elles ont toutes quitté la région supérieure de l'échantillon pour venir à nou-

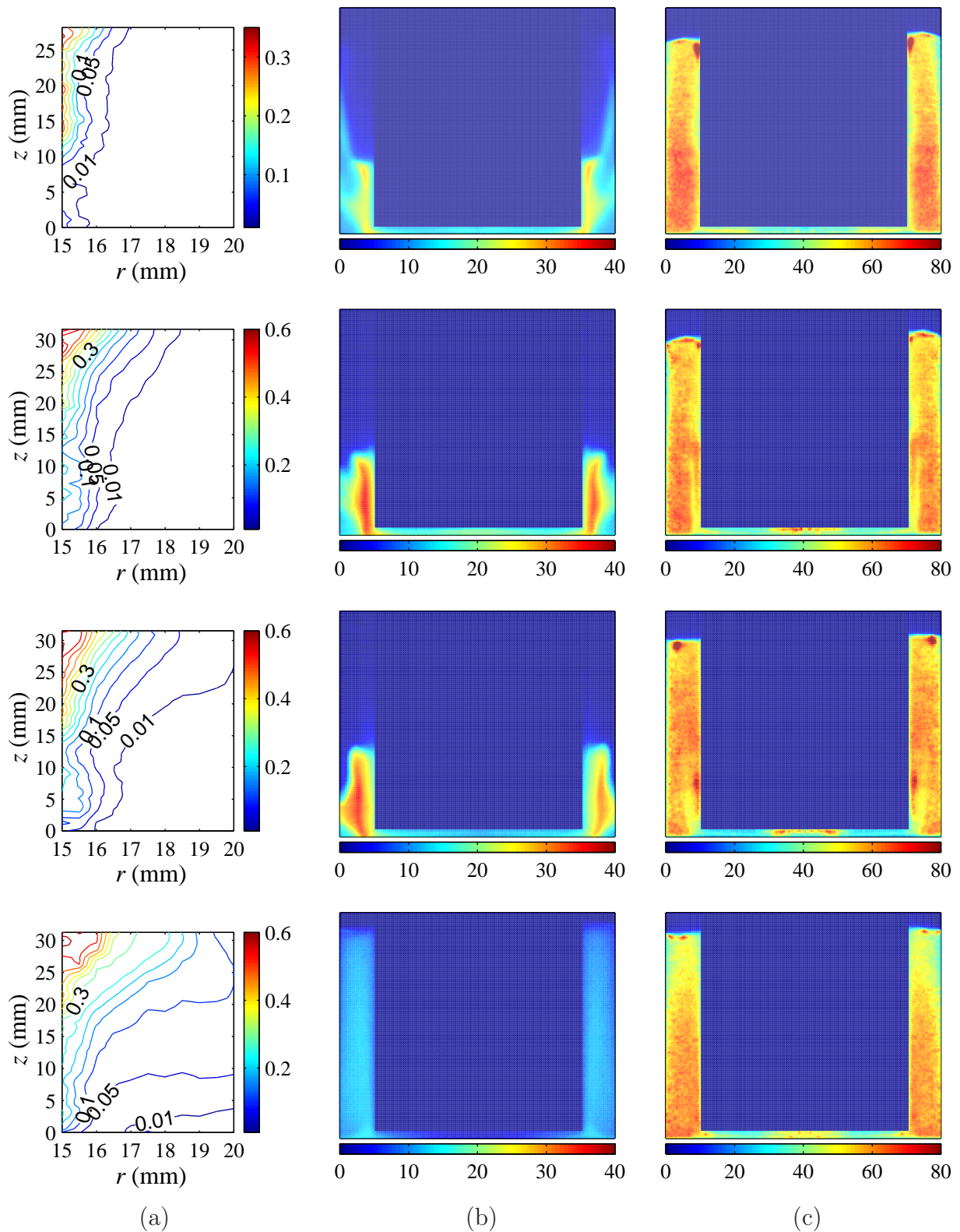


FIG. 4.4 — Profils de vitesse —colonne (a)— et cartes de concentration —colonnes (b) et (c)— obtenus lors du cisaillement en géométrie Couette de la pâte bimodale de référence. (a) : les lignes iso-vitesse sont normées par la vitesse  $\Omega R_1$  du rotor.  $\Phi_P$  est donnée dans la colonne (b),  $\Phi_G$  est donnée dans la colonne (c). Les échelles de couleur sont graduées en %. De haut en bas,  $\Omega = 0,052$ ;  $0,31$ ;  $0,52$  et  $1,05$  rad/s.

veau s'accumuler le long d'une ligne dont la forme est cette fois celle d'une cloche inversée. La fraction volumique  $\Phi_P$  le long de cette ligne est proche de 30%. À cause des effets de diffusion mentionnés dans la partie 2.2.3,  $\Phi_P$  est surestimée entre la cloche et le rotor, mais il est difficile de savoir dans quelles proportions.

Les grosses billes étant en moyenne très majoritaires par rapport aux petites, leur répartition reste plus homogène sous cisaillement, sauf le long de la cloche où l'on observe un déficit de concentration. Les petites billes sont trop concentrées dans cette région pour pouvoir occuper seulement le volume des pores entre les grosses billes ; elles ont donc chassé une partie des grosses billes. La surconcentration ( $\Phi_G > 80\%$ ) observée sur le dessus du granulaire peut être imputée comme en plan-plan à un effet d'agrégation des marqueurs ou bien à la sensibilité de la figure de ségrégation aux faibles différences de taille.

La mise en regard des profils de vitesse avec les profils de concentration montre que dans la partie basse du Couette, la cloche coïncide avec la portée du champ des vitesses. À faible  $\Omega$ , la portée des écoulements est faible, et la cloche est contre le rotor. Quand  $\Omega$  augmente, la portée augmente, et la cloche s'éloigne du rotor. À forte vitesse (ici  $\Omega = 1,05 \text{ rad/s}$ ), tout l'échantillon est mis en mouvement par le cylindre en rotation et la cloche disparaît. Les fractions volumiques calculées sont alors à peu près homogènes.

À  $\Omega = 0,052$  et  $0,31 \text{ rad/s}$ , les profils de vitesse indiquent que la portée du champ de vitesse est partout inférieure à l'entrefer, c'est-à-dire qu'une région solide existe donc sur toute la hauteur de l'échantillon. Pourtant, à  $\Omega = 0,31 \text{ rad/s}$  on constate que la partie supérieure de de sédiment, pourtant initialement occupée par des petites billes, n'en contient plus à la fin de l'expérience ; celles-ci ont migré vers le fond de l'échantillon. Ce mouvement vertical des petites particules est bien visible sur la figure 4.5, qui montre l'évolution temporelle de l'échantillon sous cisaillement. Cette observation montre que même dans les régions où les grosses billes sont immobiles d'après la PIV, les petites billes peuvent encore se déplacer. L'approche que nous présentons ici, qui consiste à ne décrire l'écoulement que par le champ de vitesse des particules majoritaires, montre ici ses limites : dans une région immobile du point de vue des grosses particules les mouvements des petites particules ne sont pas nuls — aux temps longs.

Remarque : toutes les images sont obtenues en faisant tourner en bloc les deux cylindres (pour moyenniser les niveaux de gris). Par conséquent la pâte n'est plus cisailée, et les échantillons qui s'étaient dilatés à  $\Omega \neq 0$  peuvent sédimenter. C'est le cas pour le dernier couple d'images. Pour cette vitesse de rotation, la hauteur d'échantillon est plus grande pour les petites billes que pour les grosses billes, car l'image des grosses billes a été prise en dernier, la sédimentation étant alors plus avancée.



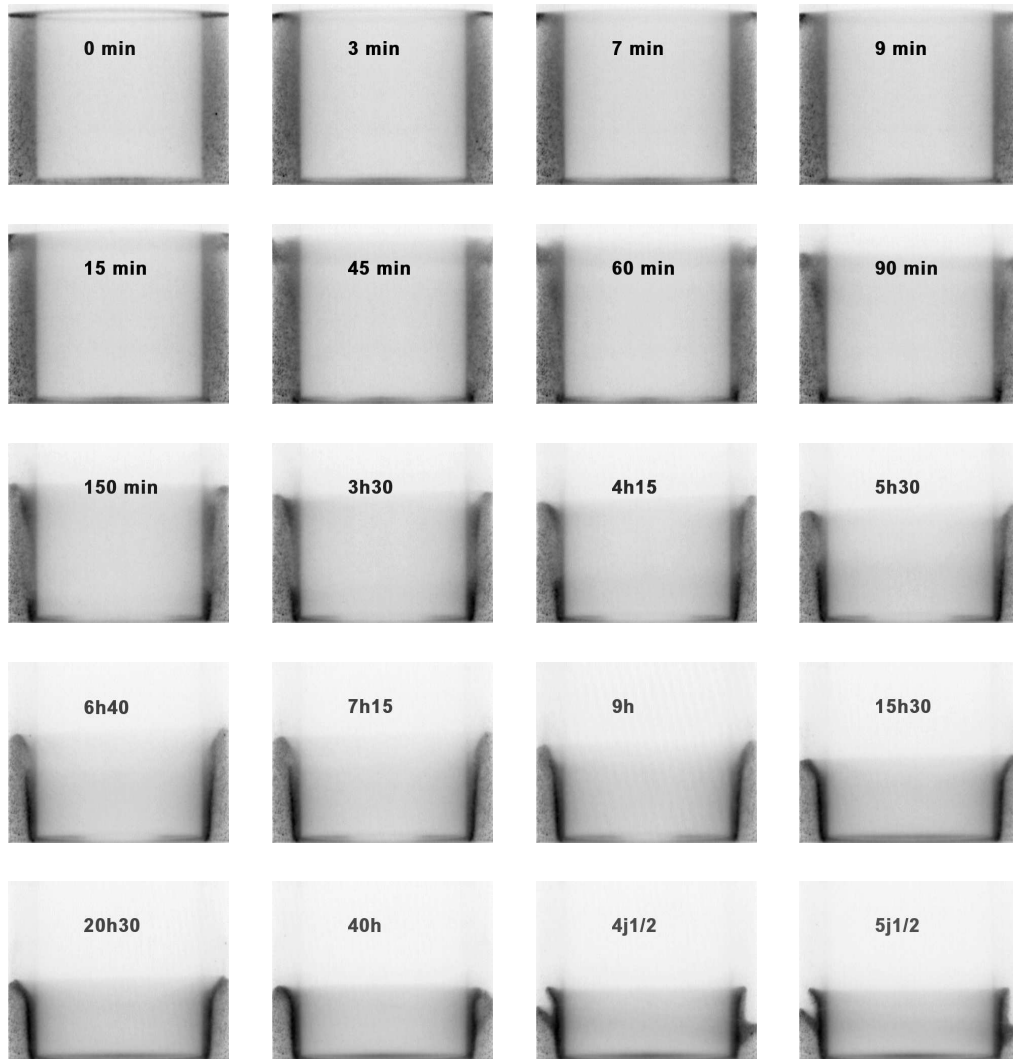


FIG. 4.5 – Étapes de la ségrégation à  $\Omega = 0,31 \text{ rad/s}$ . Les petites billes apparaissent en sombre.

### Conclusion : figures de ségrégation

Ce paragraphe nous a permis de détailler l'allure des figures de ségrégation, en Couette et en plan-plan. Dans les deux cas, on observe à faible vitesse une accumulation des petites billes le long d'une fine ligne, dont la position est fonction de la vitesse de rotation. Cette ligne correspond à la frontière entre la zone cisailée et la zone non cisailée de l'échantillon. Lorsque la vitesse de la plaque mobile est suffisamment forte pour entraîner toute la pâte, cette frontière disparaît, ainsi que la figure de ségrégation contrastée.

Nous allons maintenant étudier la vitesse de formation des figures de ségrégation.

#### 4.2.2 Cinétique

En principe, le mélange au départ de l'expérience est homogène. L'image correspondante est uniforme. La ségrégation se traduit naturellement par une non uniformité du niveau de gris dans l'image. Nous mesurons cette non uniformité par la quantité  $S$ , qui est le rapport entre la déviation standard du niveau de gris et le niveau de gris moyen.  $S$  est nul au départ, puis augmente et atteint une valeur plateau correspondant au régime stationnaire du système en écoulement.

Dans la suite, nous convenons de représenter la cinétique de ségrégation par l'évolution temporelle de  $S$ . D'autres choix sont possibles ; on pourrait par exemple chercher un signal en forme de moustache ou de cloche par corrélation d'images, en prenant le maximum de corrélation comme une mesure de la ségrégation. Le choix que nous faisons avec la quantité  $S$  définie plus haut a le mérite de la simplicité. Il est probable que les différentes représentations possibles conduisent à des cinétiques équivalentes qualitativement.

Afin de mesurer un temps caractéristique de ségrégation  $T_s$ , les données expérimentales sont ajustées par la loi  $S(t) = S_0 + (S_\infty - S_0) \exp(-t/T_s)$ , où  $S_0$  et  $S_\infty$  désignent respectivement l'intensité de la ségrégation au début et à la fin de l'expérience. Nous ne traçons ces courbes que dans le cas où la figure de ségrégation est très contrastée (écoulement localisé).

Pour faciliter la comparaison des différentes courbes  $S(t)$ , nous leur avons ajouté un trait horizontal épais dont la longueur correspond à 5 h de cisaillement.

La figure 4.6 montre les cinétiques de ségrégation de l'échantillon de référence en plan-plan et en Couette. Les temps caractéristiques mesurés dans le cas de la géométrie Couette sont toujours plus longs que dans le cas de la géométrie plan-plan. Mais dans les deux cas,  $T_s$  est assez peu dépendant de  $\Omega$ . En plan-plan nous mesurons  $T_s = 66 \pm 4$  et  $79 \pm 4$  min, alors que la vitesse a été multipliée par 3. En Couette, nous mesurons  $T_s = 549 \pm 25$ ;  $348 \pm 12$  et  $336 \pm 9$  min alors que  $\Omega$  est passée de 0,052 à 0,52 rad/s.

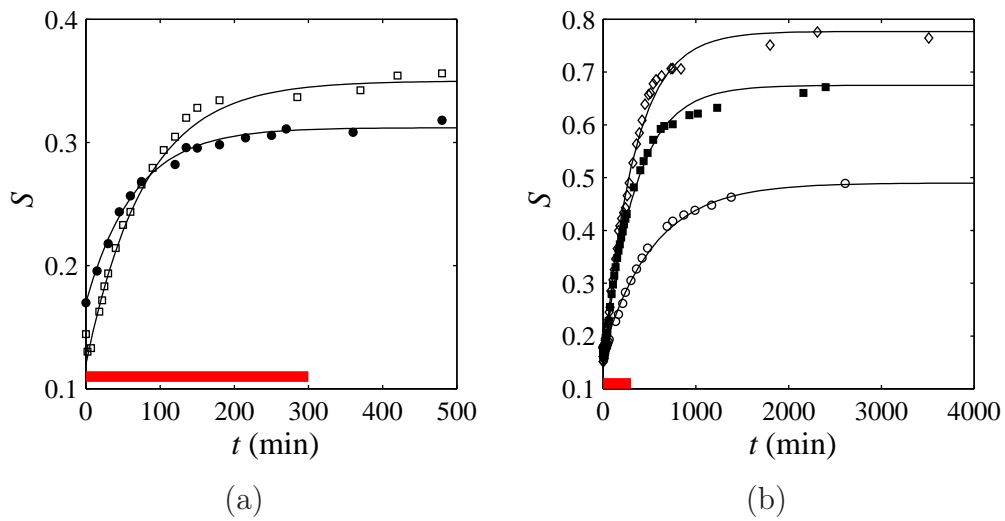


FIG. 4.6 – Composition de référence :  $\Phi_P^s = 16\%$  et  $\Phi_G^s = 84\%$ . Cinétiques de ségrégation en plan-plan (a) et en Couette (b) pour différentes vitesses de cisaillement. (a) :  $\bullet$ ,  $\Omega = 0,52$  rad/s et  $\square$  :  $1,57$  rad/s. (b) :  $\circ$ ,  $\Omega = 0,052$  rad/s ;  $\blacksquare$  :  $0,31$  rad/s et  $\diamond$  :  $0,52$  rad/s.

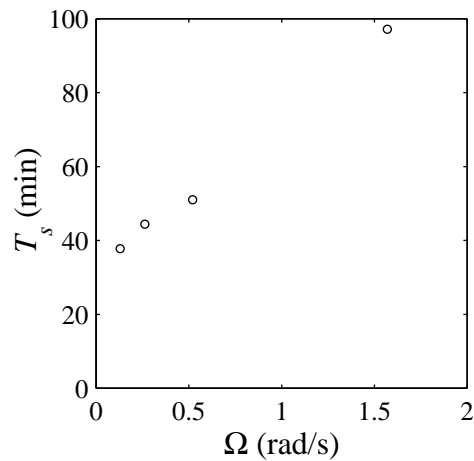


FIG. 4.7 – Temps caractéristique de ségrégation en fonction de la vitesse de rotation ( $\Phi_P = 1\%$ ). Géométrie plan-plan.

D'après ces valeurs, la vitesse de ségrégation en Couette est une fonction croissante de  $\Omega$ . En plan-plan, c'est au contraire une fonction décroissante de  $\Omega$ . Ceci est confirmé par la figure 4.7. Celle-ci a été obtenue avec une composition différente de la composition de référence (1% de petites billes seulement), mais le motif de ségrégation est semblable à celui du système de référence (la moustache). La figure montre la variation de  $T_s$  en fonction de  $\Omega$ , en plan-plan. On remarque que  $T_s$  augmente avec  $\Omega$ , mais assez faiblement : alors que  $\Omega$  a été multiplié par un facteur  $\sim 10$ ,  $T_s$  n'a été augmenté que d'un facteur  $\sim 2$ . Le fait que  $T_s$  soit une fonction croissante de  $\Omega$  pourrait être le signe d'une compétition entre mélange et ségrégation, ou bien la conséquence de ce qu'à forte vitesse, la moustache se forme plus loin de la plaque mobile, et que par conséquent, les petites billes ont en moyenne un chemin plus long à parcourir avant de s'accumuler le long de la limite de l'écoulement.

### 4.2.3 Signature rhéologique

En pratique, les propergols ne sont pas des matériaux transparents, et il est difficile d'y faire des mesures de concentration en particules, en distinguant les particules en fonction de leur taille.

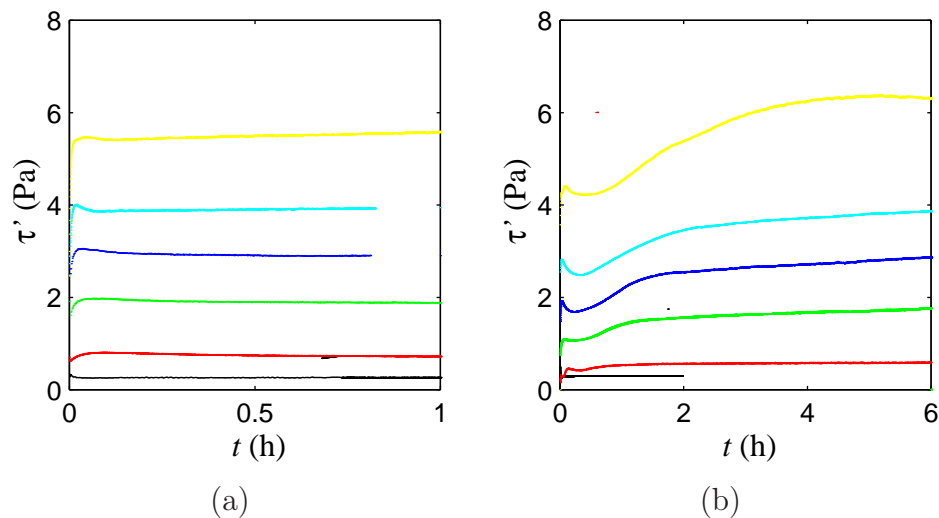


FIG. 4.8 – Évolution de la contrainte de cisaillement en fonction du temps après l'application d'une marche de  $\Omega$ . (a) : échantillon monodisperse de grosses billes. (b) : échantillon de référence. De bas en haut :  $\Omega = 0,52 ; 1,05 ; 1,60 ; 2,10$  et  $3,14 \text{ rad/s}$ . Pour chacune des vitesses de rotation étudiées, l'écoulement est localisé près du disque supérieur.

La rhéologie fournit un moyen indirect de mettre en évidence les phénomènes de ségrégation. Nous avons donc cisailé en géométrie plan-plan des pâtes granulaires monodis-

perse et bidisperse (composition de référence), puis comparé les réponses temporelles de ces échantillons à une marche de  $\Omega$ . Les différentes courbes sont données sur la figure 4.8

Après un bref régime transitoire de quelques minutes, les réponses  $\tau'(t)$  de l'échantillon monodisperse se stabilisent autour d'une valeur constante. En revanche, pour l'échantillon bidisperse, le temps d'établissement du régime stationnaire est beaucoup plus lent. Aux temps courts ( $t < 30$  min)  $\tau'$  est décroissante en fonction du temps, puis augmente, d'abord rapidement, et enfin plus lentement. Dans le temps des expériences, on n'a pas réussi à atteindre un état stationnaire. Cette remarque est d'ailleurs vraie aussi pour la cinétique de ségrégation : la variation de  $S$  est rapide au début, et quand la moustache est formée,  $S$  continue d'augmenter lentement, à cause de réorganisations lentes de la répartition des petites billes.

Pour interpréter les courbes de la figure 4.8, nous nous appuyons sur les études sur la viscosité des suspensions bidisperses [18, 29], qui montrent qu'à fraction volumique donnée, une suspension bidisperse bien mélangée a une viscosité apparente plus faible que la même suspension dans laquelle les espèces ne sont pas mélangées. La variation de  $\tau'(t)$  s'interprète donc en disant que :

- la phase décroissante de  $\tau'(t)$  correspond à l'incorporation de la crème dans le volume de l'échantillon (i.e. mélange des grosses et des petites particules),
- la phase de croissance correspond à la formation de la moustache.

### 4.3 Influence de la distribution granulométrique

Dans ce paragraphe, nous étudions l'influence de la composition de la pâte sur la figure de ségrégation et son évolution dans le temps.

#### 4.3.1 Proportions inversées : figures de ségrégation

Les résultats présentés jusqu'à maintenant ont été obtenus sur des échantillons dans lesquels les petites billes sont minoritaires.

Pour une première étude de l'influence de la proportion de petites billes, nous avons travaillé avec des échantillons de composition inversée par rapport à la composition de référence. Autrement dit, dans ce paragraphe, les échantillons sont tels que  $\Phi_P^s = 84\%$  et  $\Phi_G^s = 16\%$ . La masse totale de particules introduites est 12 g. Le fluide utilisé est toujours le mélange C16S150.

## Écoulement

Nous commençons par une observation sur le champ de vitesse, en plan-plan uniquement. D'après la figure 4.9, nous vérifions que les écoulements avec les deux compositions, référence et inverse, sont à peu près les mêmes. Autrement dit, l'écoulement semble peu dépendant de la composition, résultat qui avait déjà été observé par Barentin et al. [7]. Remarquons d'ailleurs que le modèle d'écoulement décrit au paragraphe 3.3 est indépendant de la taille des billes (quand le mélange est monodisperse).

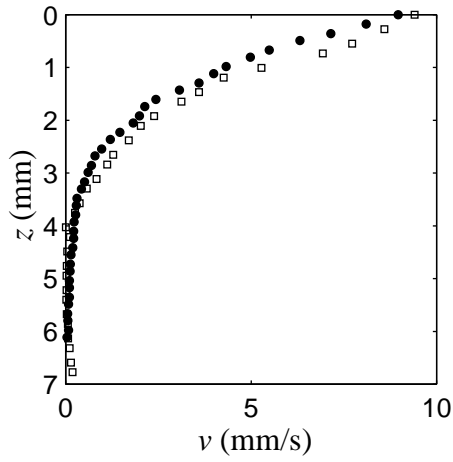


FIG. 4.9 – Profils de vitesse obtenus en  $r = 14$  mm lors du cisaillement en plan-plan de la pâte de référence (●) et de la pâte de composition inverse (□).

Nous n'avons pas étudié l'écoulement sur une large gamme de compositions, et il se pourrait donc que la similitude ne puisse être observée que lorsque les proportions de petites et de grosses particules sont suffisamment différentes pour que tout se passe, du point de vue de l'écoulement, comme dans un mélange monodisperse.

## Ségrégation

En géométrie plan-plan, la figure 4.10 donne les cartes de fraction volumique en petites et grosses billes, pour deux vitesses de cisaillement. La première conduit à un écoulement localisé, la seconde conduit à un écoulement non localisé.

Les cartes de concentration obtenues montrent que cette fois, c'est la répartition des grosses billes qui est la plus contrastée. En plan-plan, lorsque l'écoulement est localisé, on retrouve la forme caractéristique en moustache, cependant moins pentue au centre que dans le cas de la composition de référence. Les petites billes de la région cisailée se sont

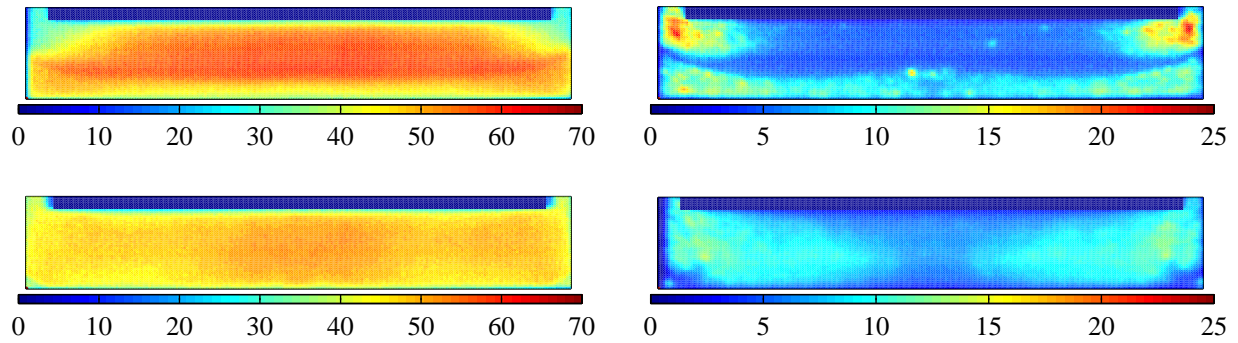


FIG. 4.10 – Géométrie plan-plan : cartes de concentration en petites (à gauche) et en grosses particules (à droite). L'échelle de couleur sous chaque vignette est graduée en %. Haut :  $\Omega = 1,05$  rad/s (écoulement localisé). Bas :  $\Omega = 4,19$  rad/s (resuspension complète).  $\Phi_P^s = 84\%$ ,  $\Phi_G^s = 16\%$ .

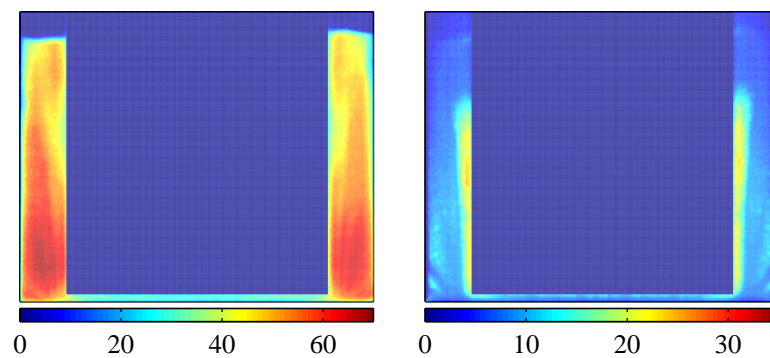


FIG. 4.11 – Géométrie de Couette : cartes de concentration en petites (à gauche) et en grosses particules (à droite). L'échelle de couleur sous chaque vignette est graduée en %.  $\Omega = 0,31$  rad/s.  $\Phi_P^s = 84\%$ ,  $\Phi_G^s = 16\%$ .

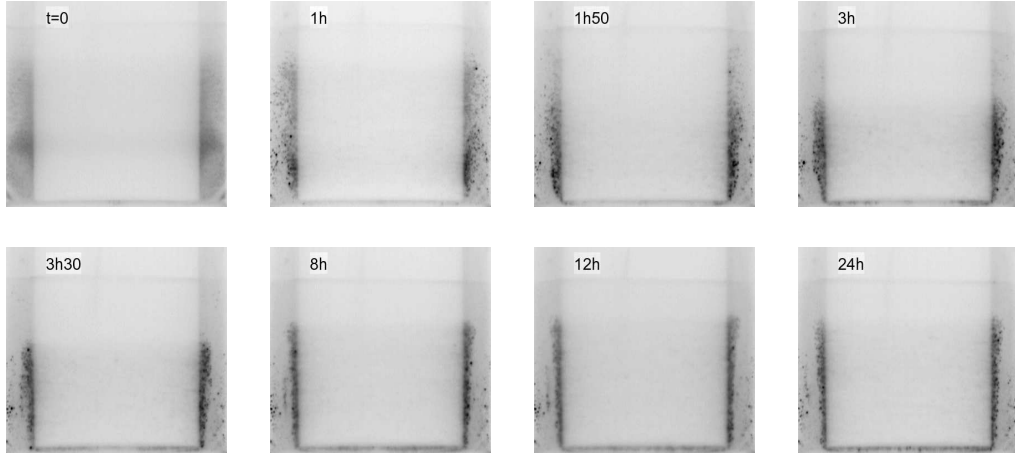


FIG. 4.12 – Étapes de la ségrégation à  $\Omega = 0,31 \text{ rad/s}$ ,  $\Phi_P^s = 84\%$ ,  $\Phi_G^s = 16\%$ . Les grosses billes apparaissent en sombre.

concentrées vers le centre et à proximité de la limite d'écoulement, excluant les grosses billes dans un anneau situé contre le disque supérieur et vers les grands rayons. Quand  $\Omega$  est assez grande pour que tout l'échantillon soit mis en écoulement, on retrouve une figure de ségrégation essentiellement bi-dimensionnelle, avec les petites billes plus nombreuses à proximité de l'axe, et les grosses billes vers l'extérieur, ce qui est conforme aux résultats rapportés dans [7] sur un système similaire.

Nous avons mené la même expérience en géométrie Couette. Les répartitions en petites et grosses billes sont données sur la figure 4.11. Alors que la répartition des grosses billes était initialement à peu près homogène, on constate qu'après 24 heures de cisaillement (état stationnaire atteint), les grosses billes sont concentrées le long du rotor. Encore une fois, les petites billes sont exclues (au moins partiellement) de la zone cisailée. D'après la carte de répartition des petites billes, il existe un gradient vertical de  $\Phi_P$ . Il est cependant difficile de mesurer son amplitude, car la nappe laser est atténuée et diffusée au cours de la traversée de l'échantillon, ce qui est une source parasite de variation du niveau de gris.

Lorsqu'on suit au cours du temps la construction de la figure de ségrégation (figure 4.12), l'impression visuelle est que la cloche de grosses billes monte progressivement le long du rotor, c'est-à-dire à contresens de l'écoulement secondaire décrit dans le paragraphe 3.7. L'impression visuelle n'est peut-être en fait que le signe que les grosses billes s'accumulent plus vite contre le rotor dans la partie basse que dans la partie haute.



### 4.3.2 Cinétique en fonction de la composition

Nous avons étudié en plan-plan la vitesse d'apparition de la figure de ségrégation, en fonction de  $\Phi_P^s$  dans le mélange initial. La courbe  $T_s$  en fonction de  $\Phi_P^s$  est donnée sur la figure 4.13.

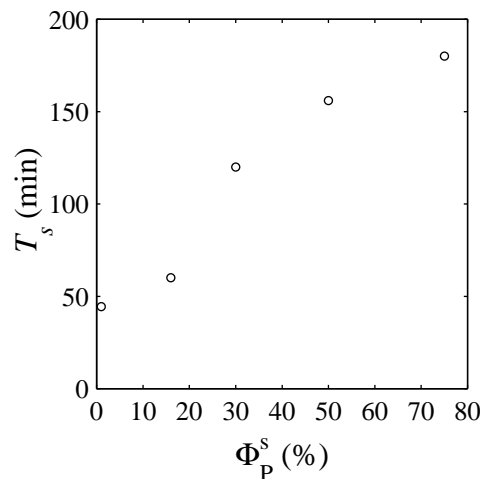


FIG. 4.13 – Temps caractéristique de ségrégation en fonction de la proportion de petites billes ( $\Omega = 0,26$  rad/s). Géométrie plan-plan.

$T_s$  augmente de manière monotone avec la fraction volumique de petites billes, et il ne semble pas exister de composition optimale du mélange de petites et de grosses particules qui ralentisse efficacement la ségrégation.

### 4.3.3 Ségrégation dans une pâte « monodisperse »

Une expérience involontaire nous a permis de tester la sensibilité du processus de ségrégation à de faibles différences de taille. Dans cette expérience, les marqueurs colorés et les billes blanches ne proviennent pas du même lot de tamisage. Sur des clichés des billes issues de chacun des lots, nous avons pointé un à un les diamètres des particules, et un programme écrit sous Matlab par Sébastien Manneville, nous a permis de remonter à la répartition granulométrique des deux espèces (figure 4.14).

Les distributions granulométriques des deux espèces sont différentes. Celle des marqueurs est plus étroite que celle des billes blanches, et les diamètres moyens ne sont pas les mêmes : pour les billes blanches,  $2a = 168 \pm 20 \mu\text{m}$ , alors que pour les marqueurs,  $2a = 183 \pm 12 \mu\text{m}$ . Bien que la différence de taille soit faible (8 % d'écart par rapport à la

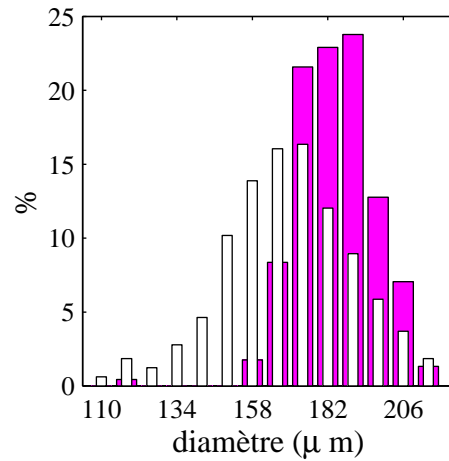


FIG. 4.14 – Histogramme des tailles de billes de l'échantillon *presque* monodisperse. Barres colorées : traceurs, barres blanches : billes vierges.

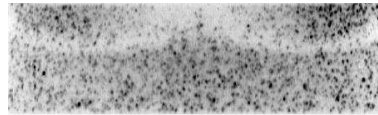


FIG. 4.15 – Figure de ségrégation d'une pâte *presque* monodisperse cisailée en plan-plan. Les traceurs apparaissent en sombre.

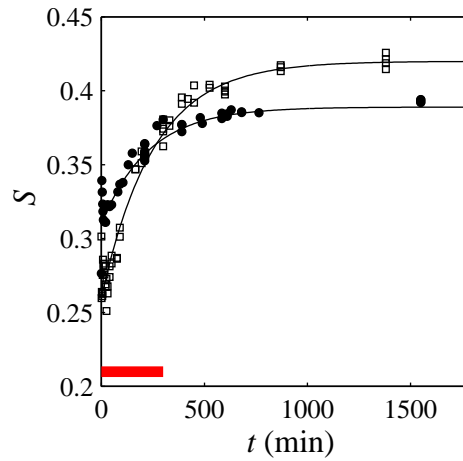


FIG. 4.16 – Cinétique de ségrégation de la pâte « monodisperse ». ●,  $\Omega = 0,52$  rad/s et □ : 1,57 rad/s.

taille moyenne des marqueurs), nous observons une ségrégation significative des marqueurs et des billes blanches, comme le montre le cliché 4.15, réalisé à  $\Omega = 0,52$  rad/s. Sur cette photographie, pourtant obtenue sans moyenniser les niveaux de gris, on reconnaît immédiatement la figure de ségrégation habituelle en plan-plan : les billes blanches, en moyenne plus petites que les marqueurs dessinent une moustache claire. Nous avons mesuré la cinétique d'apparition du motif, pour deux valeurs de  $\Omega$ . Les courbes  $S(t)$  sont données sur la figure 4.16.

Les points sont plus bruités sur cette figure que sur les figures précédentes, simplement parce que les marqueurs sont suffisamment gros pour être visualisés un par un sur l'image, et que nous n'avons pas utilisé la méthode de la moyenne en mode bloc. Nous mesurons deux temps caractéristiques  $T_s = 231 \pm 30$  et  $254 \pm 19$  min à respectivement 0,52 et 1,57 rad/s. Ces temps sont allongés par rapport à ce qu'ils étaient dans le mélange de référence (voir figure 4.6a), mais restent tout à fait accessibles dans le temps des expériences. En particulier, cet échantillon ségrège suffisamment vite pour qu'on ne puisse pas considérer, même aux temps courts, que les traceurs sont représentatifs des billes non marquées.

Nous avons pu néanmoins obtenir des champs de concentration raisonnables en prenant soin de tamiser ensemble les billes marquées et non marquées. C'est ainsi qu'ont pu être obtenus les profils de la figure 3.4.

#### 4.3.4 Ségrégation dans une pâte trimodale

Certains propegols ont une composition plutôt « tri » que « bi »-modale. Pour cette raison, il est intéressant d'étudier une pâte contenant 3 catégories de particules : les petites, les moyennes et les grosses. Les proportions de chaque espèce de particules sont choisies pour s'approcher de la composition d'un exemple réel :  $\Phi_P^s = 22\%$ ,  $\Phi_M^s = 13\%$  et  $\Phi_G^s = 65\%$ . Les billes moyennes sont issues du tamisage des particules Acryperl 520 entre 100 et 140  $\mu\text{m}$ . Les petites billes et les grosses billes sont identiques à celles utilisées dans les mélanges bidisperses (20 et 190  $\mu\text{m}$  de diamètre moyen).

Pour les expériences en trimodal, nous avons dû faire à chaque vitesse de rotation deux expériences. Dans la première, les petites billes et les grosses billes sont colorées avec la DOCI et la SRB, comme dans les expériences en bimodal. Pour avoir le champ de concentration en particules de taille moyenne, nous avons coloré 8% de celles-ci avec la SRB et mené une seconde expérience dans laquelle seule cette catégorie de particules est colorée.

Nous avons pris soin de mener les expériences dans des conditions expérimentales identiques (masse de particules, position du rotor sur le sédiment, réglage de la verticalité du

rotor, préparation de l'état initial. . .), et nous supposons que les champs de concentrations de chaque espèce de particule sont les mêmes d'une expérience à l'autre.

Les expériences ne sont qu'exploratoires.

### plan-plan

La figure 4.17 montre les cartes de fraction volumique obtenues en plan-plan à  $\Omega = 1,57$  rad/s. La masse de solide introduite dans les échantillons est 12 g.

En plan-plan, on retrouve le motif de ségrégation en moustache, dessiné à la fois par les petites et les moyennes billes. Le contraste de la figure des petites billes est cependant plus accentué que celui des billes moyennes. Le maximum d'intensité de fluorescence est situé à la même altitude pour les deux types de particules. On trouve une surconcentration non physique de grosses particules contre le rotor, que nous attribuons une nouvelle fois à la différence de tamisage entre les marqueurs et les billes non marquées. Le passage à la composition trimodale ne semble donc pas atténuer la ségrégation.

Lors de l'expérience billes-moyennes-colorées, nous avons enregistré sur un film l'évolution de la répartition de cette espèce en fonction du temps, et pour deux vitesses de cisaillement.  $S(t)$  est mesurée à partir des images de ces films (courbe 4.18).

Contrairement au cas bimodal, l'intensité de ségrégation de la composition trimodale ne varie pas de manière monotone dans le temps. Dans un premier temps, les billes moyennes se rassemblent le long de la moustache, ce qui contribue à augmenter  $S$ . Dans un second temps, les billes quittent en partie la moustache pour se rassembler à proximité de l'axe de rotation, ce qui correspond à la phase de diminution de  $S$ .

Dans le cas bimodal  $\Phi_P + \Phi_G \simeq \text{cte}$ , ce qui nous permet de supposer que les cinétiques de ségrégation mesurées à partir des petites et des grosses billes sont les mêmes. En revanche, dans le cas trimodal, la mesure de  $S$  sur les billes moyennes ne suffit pas pour connaître la cinétique de ségrégation des autres espèces, et il est donc probable que nous aurions observé une évolution différente de  $S$  si nous avions plutôt suivi la répartition des petites billes en fonction du temps. La cinétique de ségrégation d'un mélange trimodal est en fait certainement le résultat d'un mélange des  $T_s$  des mélanges grosses-petites, moyennes-grosses et petites-moyennes.

### Couette

La figure 4.19 donne les répartitions des billes après le cisaillement en géométrie de Couette à  $\Omega = 0,31$  rad/s.

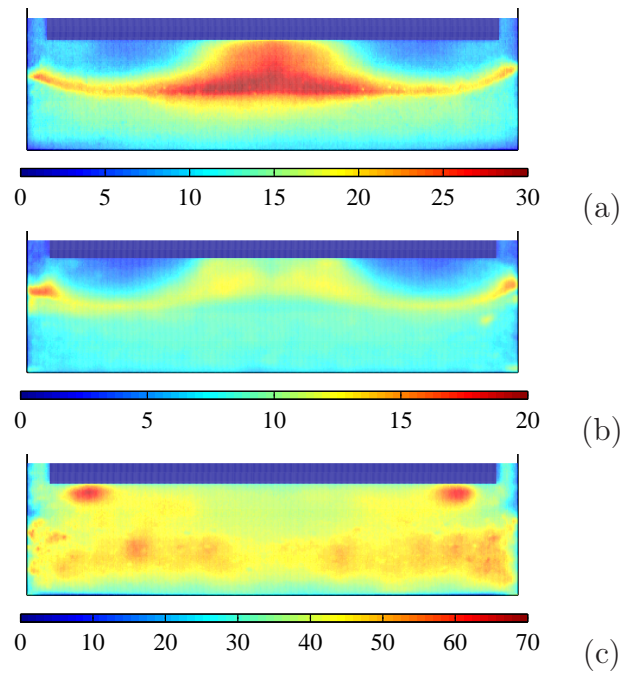


FIG. 4.17 – Cartes de concentration obtenues après cisaillement entre deux disques d'un mélange trimodal de particules. (a) :  $\Phi_P$ . (b) :  $\Phi_M$ . (c) :  $\Phi_G$ .

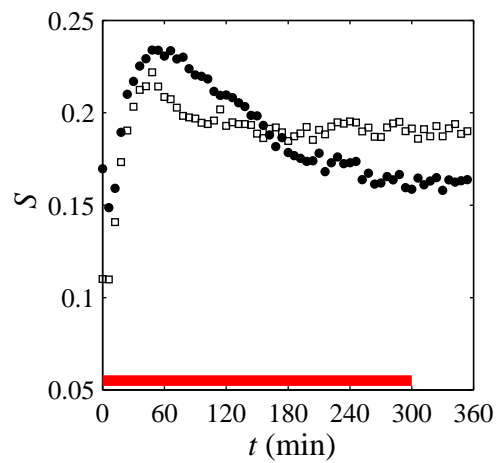


FIG. 4.18 – Cinétique de ségrégation des billes moyennes dans la pâte trimodale. ●,  $\Omega = 0,52$  rad/s et □ : 1,57 rad/s

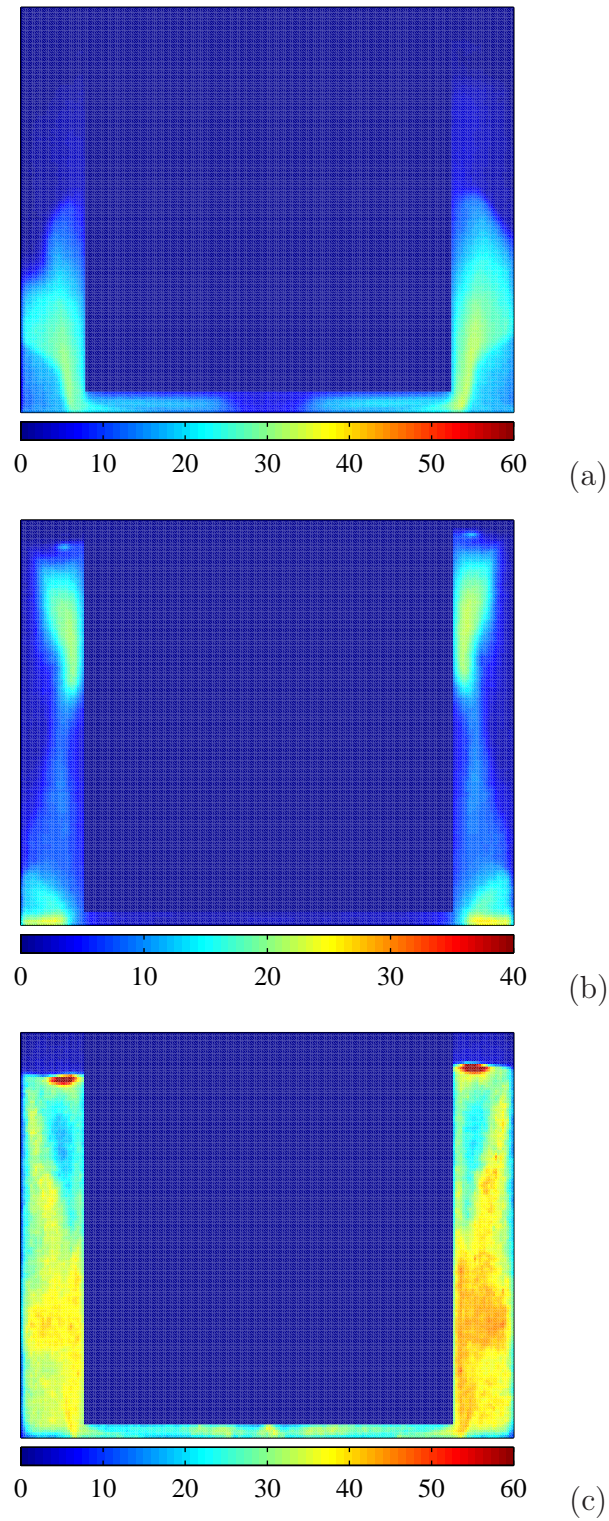


FIG. 4.19 – Cartes de concentration obtenues après 20 h cisaillement entre deux cylindres d'un mélange trimodal de particules.  $\Omega = 0,31$  rad/s (a) :  $\Phi_P$ . (b) :  $\Phi_M$ . (c) :  $\Phi_G$ .

Les photos correspondant aux répartitions des grosses billes et des billes moyennes sont complémentaires. Pour les petites billes, on retrouve la forte accumulation le long de la cloche, conformément aux observations en bimodal.

Nous avons à nouveau mesuré la cinétique de ségrégation des billes moyennes en fonction du temps, mais aucun temps caractéristique n'a pu être déduit du film, car la répartition des billes moyennes, si elle change au cours du temps, ne se traduit pas par un changement du contraste des images. On voit ici en quoi une méthode fondée sur la corrélation d'images aurait été supérieure.

## 4.4 Rôle de la densité du fluide suspendant

Dans ce paragraphe, les fractions volumiques en petites et grosses billes sont celles du mélange de référence (i.e.  $\Phi_P^s = 16\%$  et  $\Phi_G^s = 84\%$ ) mais le fluide suspendant est différent. Nous avons testé deux fluides. La densité du premier est à peine inférieure à celle des billes, la densité du second est supérieure à celle des billes.

Nous avons cherché quelle était l'influence du paramètre  $\Delta\rho$  sur les figures de ségrégation. Ayant mis en évidence la correspondance forte entre forme de l'écoulement et figure de ségrégation, nous commençons par vérifier l'influence du paramètre  $\Delta\rho$  sur l'écoulement d'échantillons monodisperses.

### 4.4.1 Fluide *presque* adapté en densité : $\Delta\rho'=0,05\text{ g/cm}^3$

Ce fluide, dit AB, a une viscosité équivalente à celle du fluide habituel, soit  $\eta'_0 = 25\text{ cp}$ . Par rapport au fluide C16S150, seule la densité est différente.

#### Écoulement en plan-plan

Nous donnons sur la figure 4.20a des exemples de profils de vitesse obtenus à rayon fixé et pour différentes vitesses de rotation de la plaque supérieure. On retrouve sur cette figure les caractéristiques de l'écoulement en plan-plan : glissement à la paroi supérieure et localisation de la vitesse près de la plaque mobile. La figure 4.20b, comparée à la figure 3.1 met en évidence la même dépendance de l'accrochage avec la vitesse de la plaque supérieure. Les différences les plus significatives sont observées sur la courbe 4.20c. D'après cette figure, il est beaucoup plus facile de remettre en écoulement la pâte granulaire avec le fluide AB qu'avec le fluide de référence C16S150. Ce résultat est en accord qualitatif avec la prédiction du modèle :  $\zeta^2 \propto V_0/\lambda$  (où  $\lambda = \Delta\rho g\Phi^*$ ). Le meilleur ajustement des données

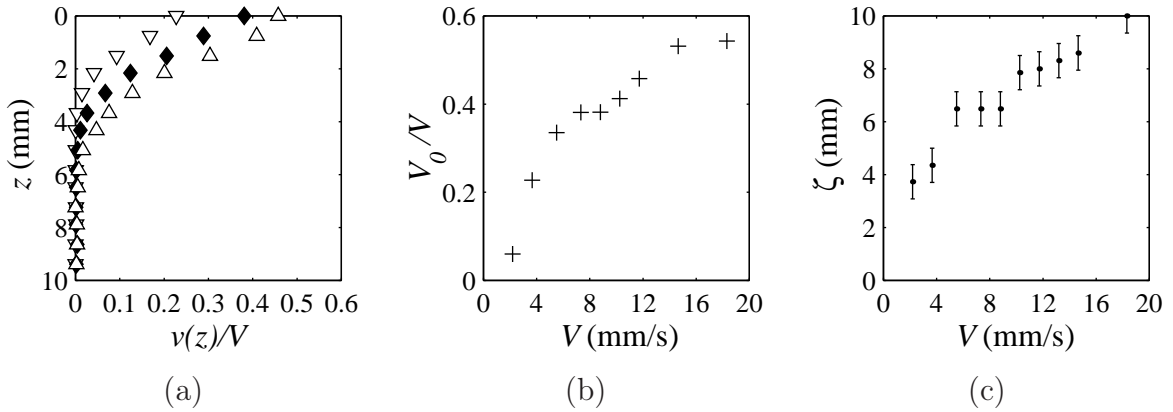


FIG. 4.20 – (a) : profils de vitesse en  $r=14$  mm et normalisés par la vitesse de plaque  $V = \Omega r$ .  $\Omega = 0,26$  ( $\nabla$ );  $0,52$  ( $\blacklozenge$ );  $0,84$  ( $\triangle$ ) et  $1,31$  rad/s ( $\bullet$ ). (b) : glissement à la paroi supérieure. (c) : portée du champ de vitesse en fonction de la vitesse de plaque. Mesures en  $r=14$  mm et à vitesse de plaque variable.

expérimentales  $\zeta^2 = f(V_0)$  donne une pente  $11,0 \pm 0,7$  mm.s dans le cas du fluide AB et  $2,67 \pm 0,09$  mm.s dans le cas du fluide C16S150. Si on admet que  $\Psi_0$  a la même valeur pour les deux fluides considérés (ce qui est plausible puisque les viscosités  $\eta_0$  sont à peu près les mêmes), alors  $(\zeta^2/V_0)|_{C16S150}/(\zeta^2/V_0)|_{AB}$  devrait être égal au rapport des deux densités,  $\Delta\rho_{AB}/\Delta\rho_{C16S150}$ . Nous trouvons respectivement  $4,1 \pm 0,1$  et  $6$  pour ces deux quantités. L'égalité n'est pas réalisée strictement, mais les ordres de grandeurs sont compatibles.

### Écoulement en Couette

En Couette, la technique du speckle nous donne à nouveau la variation de la portée du champ des vitesses. La figure 4.21 est à comparer avec la figure 3.20 obtenue aux mêmes vitesses de rotation. On retrouve que l'écoulement est localisé à faible vitesse de rotation, mais à  $\Omega$  donnée, la zone mise en écoulement est plus large avec le fluide AB qu'avec le fluide C16S150. La meilleure mise en écoulement n'a pas pour origine un meilleur accrochage des billes à la paroi, puisque celui-ci est équivalent à celui observé sur le fluide C16S150, comme le montre la figure 4.22.

L'échange du fluide C16S150 par le fluide AB a donc pour principal effet de faciliter la mise en écoulement de la pâte granulaire. À vitesse de rotation donnée, la région cisailée a donc une extension plus grande si le fluide suspendant a une densité proche de celles des billes. Dans le paragraphe suivant, nous allons voir ce que devient le phénomène de ségrégation.



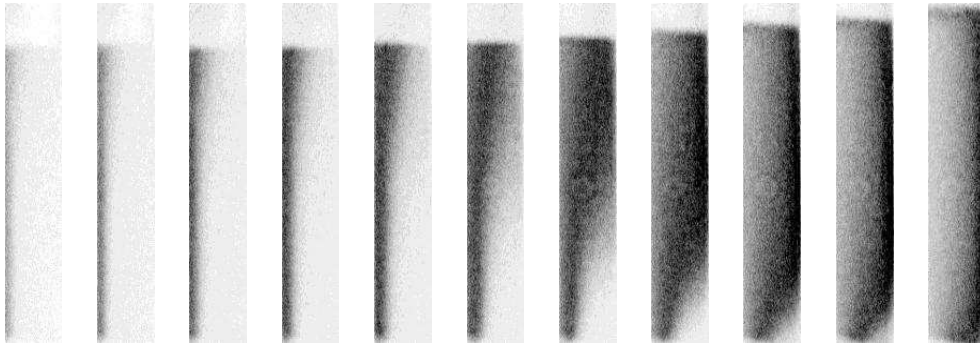


FIG. 4.21 – Portée des écoulements en géométrie Couette, pour  $\rho_{\text{bille}} - \rho_{\text{fluide}} = 0,05 \text{ g/cm}^3$ . Séquence d'images de speckle après traitement par le filtre de renouveau. On ne représente que la branche droite du Couette, c'est-à-dire que le rotor est confondu avec le bord gauche de chaque image. De gauche à droite,  $\Omega$  (rad/s) =  $5,2 \cdot 10^{-3}$ ;  $1,0 \cdot 10^{-2}$ ;  $2,6 \cdot 10^{-2}$ ;  $5,2 \cdot 10^{-2}$ ;  $1,0 \cdot 10^{-1}$ ;  $2,1 \cdot 10^{-1}$ ;  $3,7 \cdot 10^{-1}$ ;  $5,2 \cdot 10^{-1}$ ;  $7,9 \cdot 10^{-1}$ ; 1,0 et 2,1.

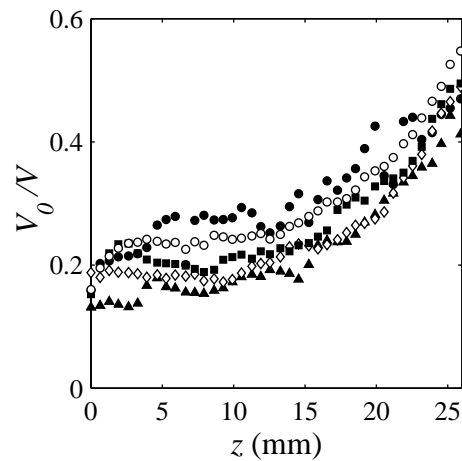


FIG. 4.22 – Glissement à la paroi du rotor en géométrie de Couette, avec le fluide AB.  $\Omega = 1,0 \cdot 10^{-2}$  (●),  $2,6 \cdot 10^{-2}$  (▲),  $5,2 \cdot 10^{-2}$  (◇),  $1,0 \cdot 10^{-1}$  (■) et  $2,1 \cdot 10^{-1}$  rad/s (○).

### Figures de ségrégation

Le protocole de préparation des échantillons est le même que précédemment : au mélange de billes ( $\Phi_p^s = 16\%$ ,  $\Phi_G^s = 84\%$ ) est ajouté un excès d'huile. On agite à la spatule la suspension ainsi préparée, et on la laisse sédimenter. La différence de densité entre les billes et le fluide est plus faible, ce qui augmente considérablement le temps de sédimentation, et en particulier la durée de l'étape de sédimentation de la crème de petites billes. Une fois cette étape terminée, le cisaillement est imposé.

En plan-plan et en Couette, les vitesses de cisaillement sont choisies de manière à ce que la frontière de l'écoulement soit comprise dans l'échantillon. Des figures de ségrégation typiques sont données sur la figure 4.23.

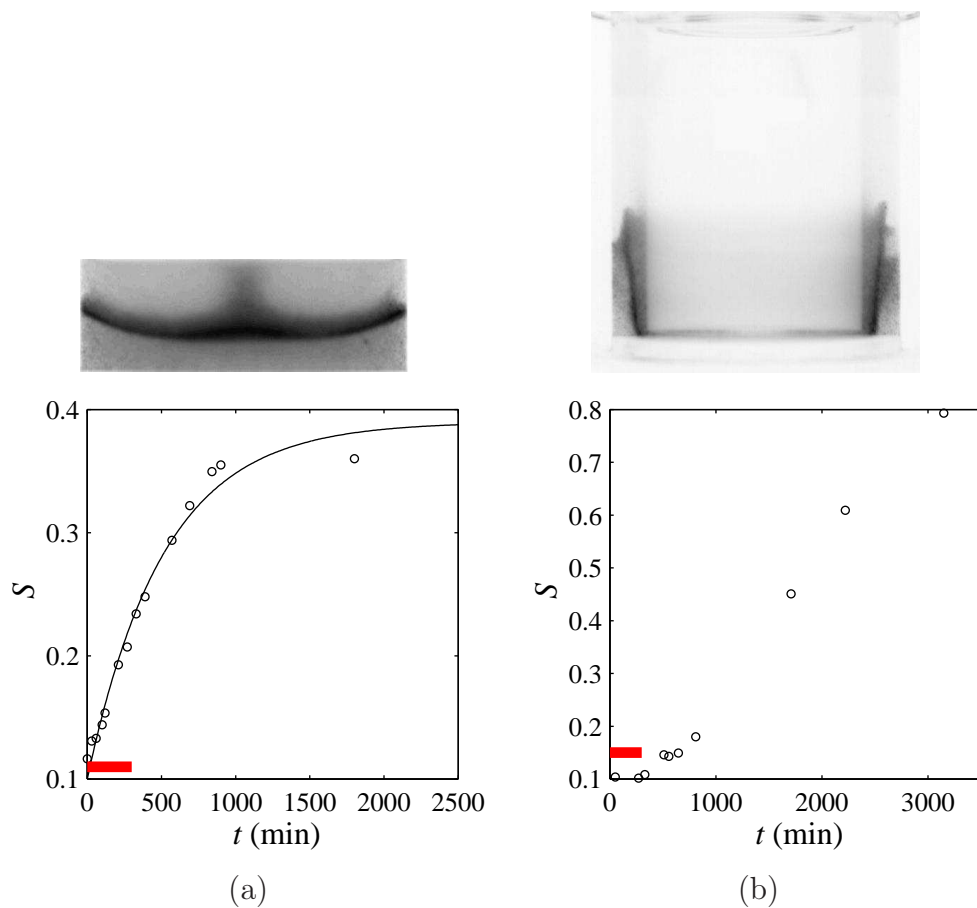


FIG. 4.23 – Effet du paramètre  $\Delta\rho$  sur les figures de ségrégation et les cinétiques. (a) : géométrie plan-plan,  $\Omega=0,73$  rad/s. (b) : Couette,  $\Omega=0,10$  rad/s.

On retrouve les motifs connus de la ségrégation : la moustache en plan-plan, et la cloche en Couette. Le fluide suspendant ne semble donc jouer aucun rôle dans la figure de ségrégation. Cependant, si on s'intéresse à la cinétique de formation des motifs, on s'aperçoit que les temps caractéristiques sont très fortement allongés. En plan-plan, le temps caractéristique vaut maintenant  $516 \pm 63$  min, soit 6,5 à 8 fois plus grand que ce qu'on avait pu mesurer sur la figure 4.6a. En Couette, après plus de 50 heures de cisaillement, l'état stationnaire n'est pas atteint, alors que nous avons mesuré des temps caractéristiques de l'ordre de 5 heures sur la figure 4.6b.

La vitesse de construction du motif de ségrégation est donc très sensible à la valeur du paramètre  $\Delta\rho$ .  $T_s$ , le temps caractéristique de ségrégation, est une fonction décroissante de  $\Delta\rho$  (au moins dans la limite  $\Delta\rho > 0$ ).

#### 4.4.2 Fluide lourd : $\Delta\rho'' = -0,24 \text{ g/cm}^3$

Ce fluide sera noté AC. Il est plus dense que les billes, et sa viscosité  $\eta_0'' = 42$  cp est supérieure à celle du fluide de référence. Il faudra donc garder à l'esprit cette source de différence de comportement. Nous avons étudié le cas de la composition de référence, à la fois en plan-plan et en Couette. Les échantillons sont à nouveau préparés en mélangeant les billes avec un excès de fluide, puis en laissant sédimenter, ou plutôt crémier, les billes. Cette opération laisse une couche de fluide pur entre les billes et le fond du cylindre externe. L'échantillon est bidisperse, avec la composition de référence.

#### Profils de vitesse

Nous avons commencé par rechercher les profils de vitesse, dans les deux géométries.

En plan-plan, les profils de vitesse bidimensionnels sont construits à partir des profils de vitesse  $v(r)$  obtenus dans des couches horizontales de l'échantillon. Les modes d'éclairage et d'observation correspondent donc à la figure 2.7b.

La figure 4.24 montre quelques exemples de profil de vitesse. Contrairement aux cas des fluides C16S150 et AB, nous n'observons pas de région immobile. De plus, alors qu'on s'attendait à observer un profil de vitesse inversé par rapport aux cas  $\Delta\rho > 0$ , on observe en fait que le cisaillement est localisé dans une bande située à une altitude intermédiaire. De part et d'autre de cette région cisailée, c'est-à-dire à proximité du disque supérieur et du bas de l'échantillon, l'écoulement est bouchon.

Il se pourrait que les différences entre le profil attendu et le profil expérimental soient liées à la présence de la paroi verticale cylindrique immobile. Pour se placer dans la situation symétrique de la situation habituelle ( $\Delta\rho > 0$ ), il aurait fallu que cette paroi soit solidaire

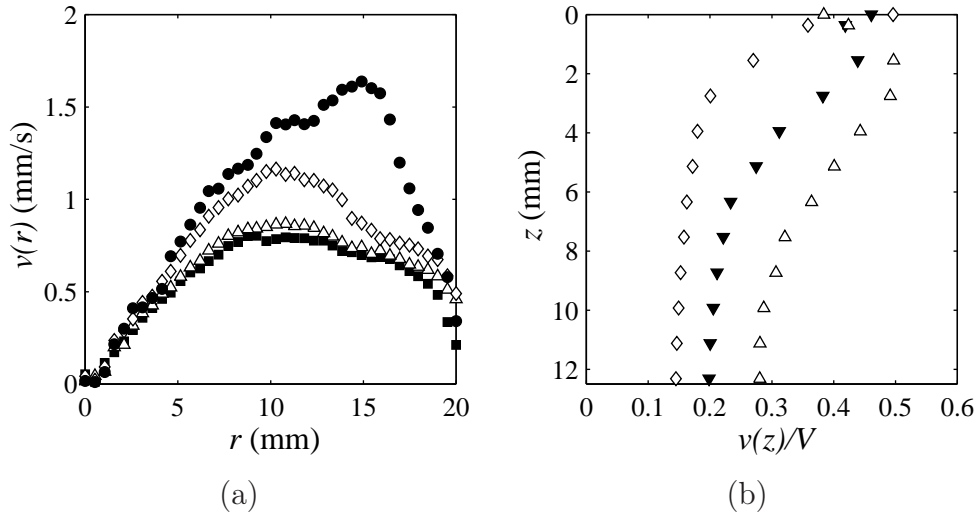


FIG. 4.24 – Profils de vitesse en géométrie plan-plan.  $\Omega = 0,26$  rad/s, état stationnaire. (a) :  $z$  constant et  $r$  variable (« vue de dessus ») ■ :  $z = 12,3$  mm (contre la couche de fluide pur);  $\triangle$  :  $z = 8,7$  mm;  $\diamond$  :  $z = 5,1$  mm;  $\bullet$  :  $z = 1,6$  mm. L'épaisseur de l'échantillon est  $d = 12,3$  mm. (b) :  $r$  constant et  $z$  variable (« vue de côté »).  $\diamond$  :  $r = 17$  mm;  $\blacktriangledown$  :  $r = 13,9$  mm et  $\triangle$  :  $r = 10,8$  mm.

du rotor, et non pas du stator, ce qui n'est pas le cas. Pour minimiser l'influence de cette paroi sur l'écoulement, nous avons travaillé avec un stator à parois lisses, mais cela n'a pas permis de modifier significativement le profil de vitesse ni la figure de ségrégation.

En Couette les profils de vitesse sont obtenus avec la nappe laser en configuration verticale. Les figures 4.25 et 4.26 montrent des profils de vitesse normalisés, pour deux vitesses de rotation. L'altitude  $z = 0$  correspond à la première couche de particules en partant du bas.

Dans le cas  $\Omega = 0,10$  rad/s, nous devons distinguer le profil obtenu aux temps courts du profil obtenu aux temps longs. Aux temps courts, tout l'échantillon est mis en mouvement par le cylindre interne, mais la pâte n'est cisailée que dans sa moitié inférieure. Au dessus, l'écoulement est essentiellement *bouchon* : les profils de vitesse aux différents rayons sont superposés, et on observe donc du glissement aux parois du rotor et du stator. Aux temps longs, le glissement au stator s'annule, et l'écoulement est localisé dans la partie basse du Couette. Dans la partie supérieure, le taux de glissement à la paroi mobile est de  $\sim 100\%$ .

À  $\Omega = 0,52$  rad/s, l'écoulement n'évolue pas de manière significative dans le temps, on ne donne donc que le profil de vitesse dans l'état stationnaire. Celui-ci est très semblable à celui décrit aux temps courts à  $\Omega = 0,10$  rad/s : la pâte est très cisailée en bas, elle l'est de

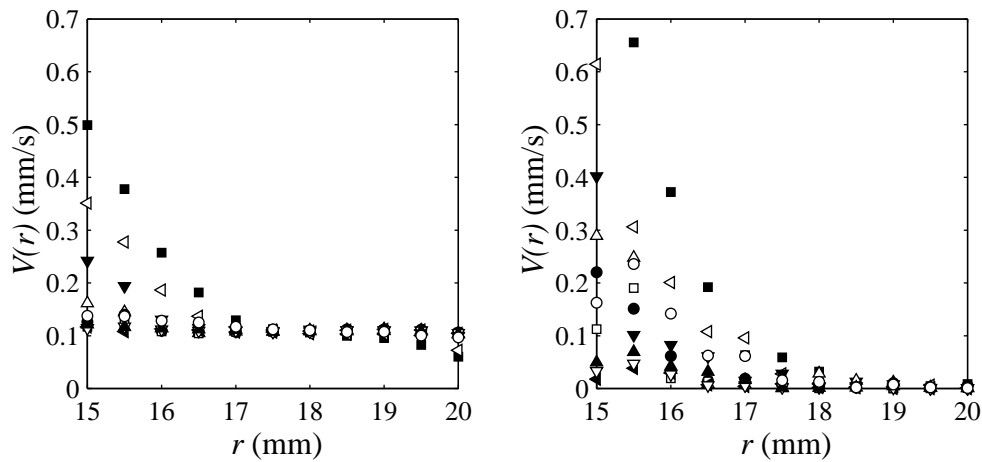


FIG. 4.25 –  $\Delta\rho < 0$ . Profils de vitesse en géométrie de Couette à  $z$  constant et  $r$  variable.  $\Omega = 0,10$  rad/s. À gauche : début de l'expérience (moins d'une demi-heure après le début du cisaillement) ; à droite : fin de l'expérience. Symboles :  $z$  (mm) = ■ : 1,6 ; ◁ : 4,8 ; ▼ : 8,1 ; △ : 11,4 ; ● : 14,6 ; □ : 17,9 ; ◀ : 21,2 ; ▽ : 24,4 ; ▲ : 27,6 ; ○ : 40,0.

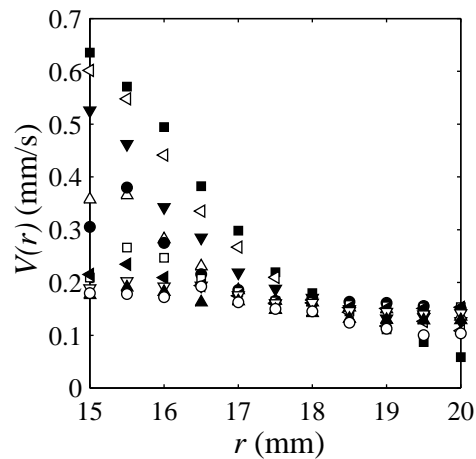


FIG. 4.26 –  $\Delta\rho < 0$ . Profil de vitesse en géométrie de Couette à  $z$  constant et  $r$  variable, état stationnaire à  $\Omega = 0,52$  rad/s. Symboles : voir figure 4.25

moins en moins quand  $z$  augmente. Il y a du glissement aux deux parois, dont l'amplitude dépend de  $z$ .

L'écoulement se localise plus difficilement avec les échantillons AC qu'avec les échantillons C16S150 et AB. L'explication semble liée à l'existence de la couche de fluide pur sous la pâte. À cause de cette couche de fluide, la condition à la limite  $z = 0$  n'est donc plus  $v(r) = 0$ , mais  $v(r) = v_{\text{fluide}} \neq 0$ . En d'autres termes, cette couche de fluide « isole » le granulaire du coin formé par le cylindre extérieur et le fond de l'appareil, qui lorsque  $\Delta\rho$  est positif est difficilement remis en suspension. Avec le fluide AC, la situation est donc plus symétrique que les situations étudiées jusqu'à maintenant, et est donc plus proche de la géométrie Couette infini. Il reste une cause de brisure de symétrie entre le haut et le bas de l'échantillon : celle liée à la différence de densité entre les billes et le fluide. L'action de la gravité ayant changé de sens, les échantillons AC sont plus contraints en haut qu'en bas, ce qui explique pourquoi les régions basses sont celles qui sont préférentiellement cisailées.

### Figures de ségrégation

Nous donnons maintenant les figures de ségrégation correspondant aux profils de vitesse décrits ci-dessus. Les échantillons contiennent 10,9 g de grosses billes et 2,1 g de petites billes, et seules les petites billes sont marquées. Les profils de vitesse sont donc obtenus en utilisant la lumière diffusée élastiquement par les billes (pas de filtre entre l'échantillon et la caméra).

En plan-plan, les petites billes tendent à quitter la région basse de l'échantillon pour occuper un volume en forme de cône tronqué ou de dôme, dont la base coïncide avec le disque supérieur (figure 4.27). À l'intérieur du cône — ou du dôme —, la concentration en petites billes n'est pas homogène. Le maximum de  $\Phi_P$  est observé au voisinage de l'axe de rotation et du disque supérieur. En dessous, il existe une zone pauvre en particules dont la forme, en champignon, est liée à l'écoulement secondaire toroïdal. Sans avoir recours au montage de poursuite de particules, nous avons pu en effet mettre en évidence cet écoulement, en observant comment la crème de petites billes <sup>1</sup> était engouffrée dans le volume de la pâte (figure 4.28). On remarque que le sens de rotation de l'écoulement secondaire est identique à celui qu'on a pu mettre en évidence à l'aide du montage de poursuite de particules, c'est-à-dire ascendant près de l'axe de rotation et des parois extérieures verticales, et descendant autour de  $r = 10$  mm.

Le déficit de particules le long de l'axe pourrait être dû à cet écoulement ascendant, qui, dans les premiers temps de l'expérience, « aspire » la crème de petites billes, et qui,

---

<sup>1</sup>comme  $\Delta\rho < 0$ , la crème est en dessous du reste de l'échantillon

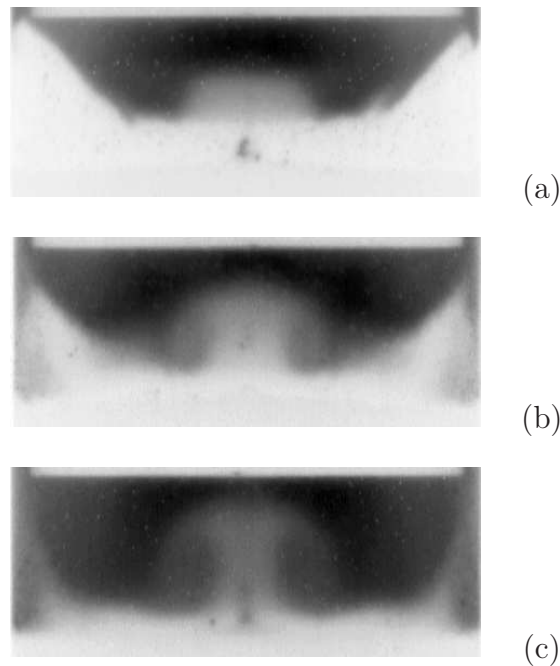


FIG. 4.27 –  $\Delta\rho < 0$ . Figures de ségrégation après cisaillement aux vitesses 0,052 (a), 0,26 (b) et 0,52 rad/s (c). Les petites billes apparaissent en noir. Dans la partie supérieure des photos, on distingue le bas du cylindre intérieur.

dans un second temps, « aspirerait » du fluide pur. La même interprétation s'applique pour expliquer l'existence de régions pauvres en particules vers l'extérieur de l'échantillon.

En Couette, à faible vitesse (écoulement localisé), les petites particules quittent la région inférieure de l'échantillon pour se rassembler dans la moitié supérieure (figure 4.29). Dans cette moitié, la concentration en petites billes n'est pas homogène : on peut distinguer une ligne courbe sur laquelle la concentration en petites billes est plus élevée. À plus forte vitesse, quand l'écoulement ne se localise plus près du cylindre interne, la répartition des petites billes n'est plus aussi contrastée que précédemment, mais on continue d'observer des inhomogénéités de niveau de gris dans l'entrefer.

Quelques points communs peuvent être mis en évidence entre les expériences en géométrie Couette à  $\Delta\rho < 0$  et  $> 0$ . Dans un cas comme dans l'autre, nous avons observé que si l'écoulement n'est pas localisé, alors  $\Phi_P$  et  $\Phi_G$  restent à peu près homogènes dans tout l'échantillon. Si au contraire l'écoulement est localisé, on observe que les petites billes migrent dans le sens de  $\Delta\rho g$ . Une moitié de l'échantillon se trouve alors vide de particules. Dans l'autre moitié, la concentration n'est pas homogène. Dans le cas  $\Delta\rho > 0$ , les billes

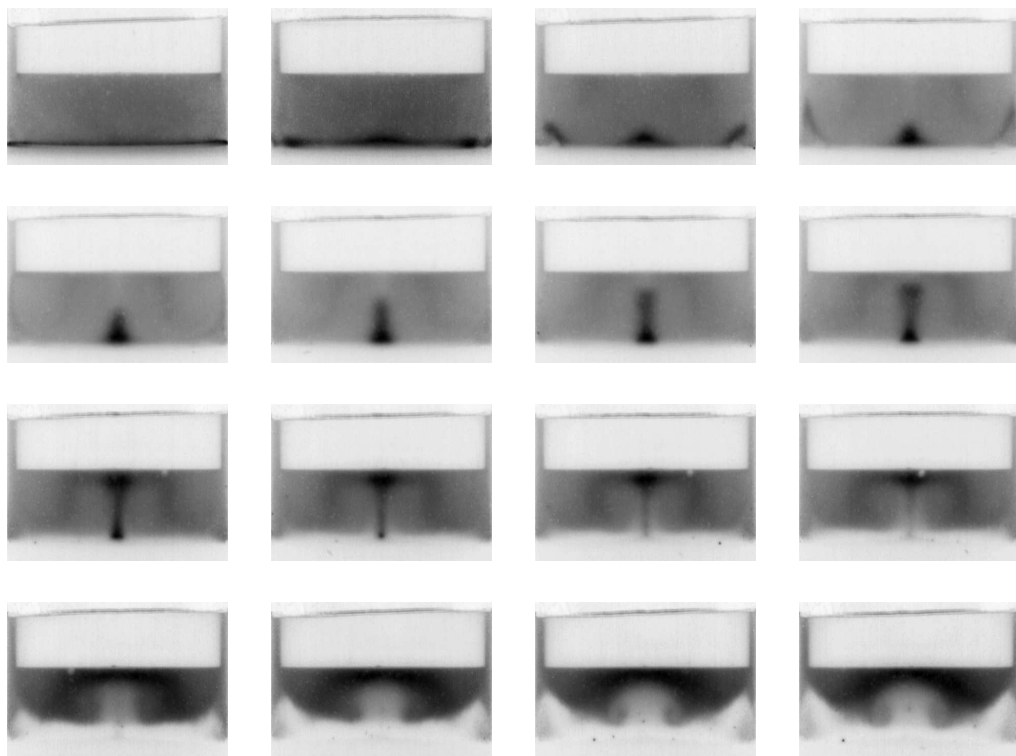


FIG. 4.28 – Étapes de la ségrégation à  $\Omega = 0,26$  rad/s.  $\Delta\rho < 0$ ,  $\Phi_P^s = 16\%$ ,  $\Phi_G^s = 84\%$ . Les petites billes apparaissent en sombre. Première ligne :  $t = 0, 8, 16$  et  $24$  min. Deuxième ligne :  $t = 32, 40, 48$  et  $56$  min. Troisième ligne :  $t = 76, 96, 116$  et  $136$  min. Quatrième ligne :  $t = 236, 336, 436$  et  $536$  min.



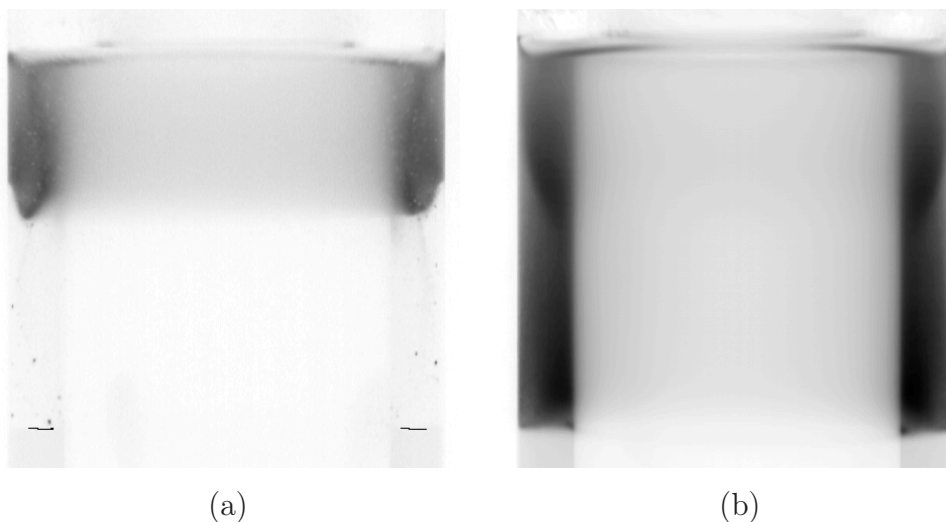


FIG. 4.29 – Figures de ségrégation après cisaillement aux vitesses 0,10 (a) et 0,52 rad/s (b). Les petites billes apparaissent en noir. Sur la figure (a), les deux traits noirs marquent la limite inférieure de l'échantillon.

s'accumulent le long de la frontière de l'écoulement, dans le cas  $\Delta\rho < 0$ , la ligne sur laquelle les petites billes se concentrent n'est pas couplée aussi clairement avec l'écoulement.

En plan-plan, la comparaison est plus difficile, car les écoulements ne sont pas les mêmes, et en particulier, nous n'avons pas réussi à garder un sédiment immobile. Les seuls points communs semblent être la migration des petites particules dans le sens de  $\Delta\rho\mathbf{g}$  (mais il n'y a pas d'accumulation franche des particules quand  $\Delta\rho < 0$ ), et le sens de l'écoulement secondaire.

## 4.5 Résumé et conclusion

Dans ce chapitre, nous avons montré qu'un mélange polydisperse de particules ne garde pas une composition homogène sous cisaillement.

Dans le cas où les écoulements sont localisés, et où les petites billes sont minoritaires, la figure de ségrégation est très contrastée. Si  $\Delta\rho > 0$ , elle consiste en une accumulation des petites particules le long de la frontière de l'écoulement. Aux artefacts près, et vue la sensibilité de notre montage,  $\Phi_G$  reste à peu près homogène, sauf là où les petites billes sont accumulées : à cet endroit,  $\Phi_P$  peut atteindre 25-30 %, ce qui est une fraction volumique trop élevée pour que les petites billes occupent seulement les espaces vides entre les grosses particules.

Nous avons vu que le temps caractéristique d'apparition des figures de ségrégation est une fonction décroissante de  $\Delta\rho$ , la différence de densité entre les billes et le fluide (dans la limite  $\Delta\rho > 0$ ). L'importance de ce paramètre pour rendre compte à la fois de la localisation des écoulements et de la cinétique de ségrégation nous a conduit à étudier le cas  $\Delta\rho < 0$ . Ces expériences, difficilement comparables au cas  $\Delta\rho > 0$  à cause d'effets de bord gênants, semblent néanmoins indiquer que la figure de ségrégation pourrait résulter de la migration des petites billes dans le sens de  $\Delta\rho\mathbf{g}$ .

Lorsque l'écoulement n'est plus localisé, la figure de ségrégation est moins contrastée que dans le cas précédent. En particulier en géométrie de Couette, où  $\Phi_P$  et  $\Phi_G$  restent homogènes. En plan-plan, la ségrégation devient bidimensionnelle. Le gradient de concentration des petites billes est dirigé vers l'extérieur, celui des grosses billes vers l'axe de rotation. Cette situation ne peut plus être décrite comme une migration dans le sens de  $\Delta\rho\mathbf{g}$ , et d'autres effets doivent être pris en compte.

Nous avons étudié l'influence de la composition des échantillons sur la figure de ségrégation. Les motifs de ségrégation obtenus quand les petites billes sont majoritaires et les grosses billes minoritaires peuvent être décrits de la même manière que lorsque les petites billes sont minoritaires. En effet, on observe dans les deux situations que les petites billes tendent à être exclues de la zone cisailée.

Le cas des compositions trimodales a également été abordé. En plan-plan, on observe que les moyennes et les petites billes se rassemblent sur le même motif en moustache. En Couette, le motif de ségrégation des petites billes n'est pas significativement modifié par la présence des particules moyennes. Celles-ci se retrouvent préférentiellement en haut et en bas de l'échantillon, mais il n'y a pas d'accumulation franche. À la différence du cas bimodal de référence, la répartition des grosses billes dans le cas trimodal est moins homogène. Il apparaît un creux de concentration aux rayons intermédiaires, dans la partie supérieure du Couette, occupé par les billes moyennes.

Enfin, nous avons montré que la ségrégation était très sensible même aux petites différences de taille. Ce phénomène permet donc de trier les particules en fonction de leur taille, quelle que soit la granulométrie du mélange (bimodal, trimodal, « presque » monodisperse). Un effet secondaire gênant est donc que les mesures de concentration en monodisperse sont très délicates, car elles peuvent être faussées par de petites différences de taille entre marqueurs et billes vierges. À cause de ce problème, seules les fortes différences de concentration peuvent être avérées.



# Chapitre 5

## Discussion sur l'origine de la ségrégation

L'objectif de ce chapitre est de discuter les résultats expérimentaux sur les granulaires bidisperses pour essayer d'en tirer quelques idées raisonnables sur les mécanismes qui conduisent à la ségrégation.

Nous commencerons par rappeler les faits expérimentaux et tenterons d'en dégager quelques caractères généraux. Nous verrons également quels sont les points communs et différences entre nos observations et celles présentées dans le chapitre 1. Nous évoquerons ensuite les différents mécanismes possibles qui peuvent rendre compte des observations.

### 5.1 Rappel des faits expérimentaux

Les expériences de cisaillement de la pâte granulaire modèle concernent deux géométries : le plan-plan et le Couette.

**Dans le cas du mélange de référence** (petites billes minoritaires et billes plus lourdes que le fluide), lorsque les écoulements sont localisés et que coexistent un sédiment et une région cisailée, nous avons observé que la figure de ségrégation s'appuie sur la frontière de l'écoulement :

- en plan-plan, les petites billes initialement contenues dans la région cisailée s'accumulent sur une fine ligne dont la forme est celle d'une moustache.
- en Couette, la ségrégation a deux composantes. La première est verticale : les petites billes quittent la moitié supérieure de l'échantillon pour n'occuper que la moitié inférieure. Dans cette région, la ségrégation est radiale ; les petites billes sont rassemblées le long de la frontière de l'écoulement, dont la forme rappelle celle d'une cloche inversée.

À l'extérieur de la région cisailée, la composition de l'échantillon n'est pas modifiée, sauf en Couette : aux temps très longs ( $>20$  h) on observe que les petites billes de la région  $\vec{v}(r, z) = 0$  le long du stator subissent un tassement (voir figure 4.5).

**Les temps caractéristiques de ségrégation** sont très différents dans les deux géométries. En plan-plan,  $T_s$  est de l'ordre de l'heure, alors qu'en Couette, ce temps est plutôt de l'ordre de la dizaine d'heures. Nous avons par ailleurs mis en évidence l'importance du paramètre  $\Delta\rho$  vis-à-vis de  $T_s$  : à  $\Delta\rho > 0$ , la vitesse d'apparition du motif de ségrégation est d'autant plus rapide que les billes sont plus lourdes que le fluide, et ceci dans les deux géométries considérées. Il semble donc que la gravité est au moins un facteur accentuant la ségrégation.

**Dans les expériences menées sur une composition inverse**, les petites billes sont majoritaires et donc trop nombreuses pour n'occuper que la surface correspondant à la limite de l'écoulement. La figure de ségrégation reste néanmoins cohérente avec celle *de référence* car les petites billes continuent de se rassembler dans les régions les moins cisailées, alors que les grosses billes se trouvent au contraire dans les régions très cisailées (contre le rotor, figures 4.10 et 4.11).

**À grande vitesse de rotation**, l'écoulement n'est plus localisé : la moustache et la cloche disparaissent.

En Couette, le mélange des grosses et des petites billes est très homogène : à la précision près de notre méthode de mesure de  $\Phi$  on ne détecte pas de variations verticale ou radiale des fractions de l'une ou l'autre des espèces.

En plan-plan, on continue d'observer de la ségrégation entre les particules, mais le motif est beaucoup moins contrasté par rapport au cas où la vitesse est localisée : les petites billes sont trouvées préférentiellement près de l'axe de rotation, et les plus grosses vers l'extérieur.

Nous n'avons pas mené d'étude sur la transition du régime basse vitesse vers le régime haute vitesse, mais en plan-plan, il semble que l'on passe continûment de la figure *moustache* à la figure unidimensionnelle : dans les deux cas, les petites billes se rassemblent dans les régions les moins cisailées. En Couette, le scénario qui permet de faire disparaître la figure *cloche renversée* quand  $\Omega$  augmente est moins évident.

Le phénomène de ségrégation semble donc provoquer systématiquement la migration des grosses billes vers les régions les plus cisailées, et celle des petites vers les régions les moins cisailées.

Cette règle empirique s'applique aux deux géométries : Couette et plan-plan. Curieusement, les résultats de la littérature, correspondant à la limite  $\Delta\rho = 0$ , montrent que les tendances s'inversent quand on passe d'une géométrie à l'autre.

Ce que nous trouvons peut être pris comme une généralisation à  $\Delta\rho > 0$  de ce qui est connu en plan-plan, à  $\Delta\rho = 0$  : les grosses particules migrent vers les régions fortement cisillées, et inversement pour les petites. Sans surprise, nous observons une figure de ségrégation purement radiale à grande vitesse. Dans cette limite, on s'attend à ce que la gravité ne joue qu'un rôle mineur et donc à un schéma se rapprochant du cas  $\Delta\rho = 0$ . C'est bien ce que nous observons, les petites particules se rassemblant près de l'axe. À vitesse faible, la figure devient bi-dimensionnelle, avec la moustache caractéristique, mais la « préférence » des petites particules pour les zones de cisaillement faible reste vraie.

En Couette, au contraire, ce que nous observons avec notre mélange ( $\Delta\rho = 0,3 \text{ g/cm}^3$ ), est à l'opposé de ce qui est répertorié dans les rares travaux publiés sur ce sujet (chapitre 1), qui, toujours pour  $\Delta\rho = 0$ , indiquent une « préférence » des grosses particules pour les zones de faible cisaillement. Nous observons le contraire, et ce, quelle que soit la proportion petites/grosses.

**Les expériences à  $\Delta\rho < 0$  ne suivent pas ce schéma.**

En Couette, quand l'écoulement est localisé, la composante verticale de la ségrégation est conservée (petites particules qui n'occupent qu'une moitié de l'échantillon), mais la composante radiale n'est plus observée aussi clairement. Il subsiste bien une ligne d'accumulation des petites billes, mais elle n'est pas associée à une région déplétée le long du rotor et ne peut pas être confondue avec la limite de l'écoulement. Quand l'écoulement n'est pas localisé, le mélange des grosses et des petites billes reste inhomogène, et les petites billes semblent plus nombreuses au rotor qu'au stator. Dans ce cas, la tendance est conforme à celle répertoriée pour la limite  $\Delta\rho = 0$  (chapitre 1).

Dans ces deux géométries, l'écoulement principal n'est pas déductible de celui mesuré à  $\Delta\rho > 0$  par un simple renversement du sens de l'axe  $z$ , car les conditions aux limites pour la vitesse aux parois ne subissent pas ce renversement. Ceci est particulièrement vrai en plan-plan : les profils de vitesse à  $\Delta\rho < 0$  et  $> 0$  sont difficilement comparables.

Dans cette géométrie, la figure de ségrégation ne présente d'ailleurs aucun des deux motifs habituellement observés (petites billes près de l'axe ou dans la moustache) ; et elle est plus immédiatement corrélée à la forme de l'écoulement secondaire du fluide qu'aux variations de cisaillement dues à l'écoulement principal. Cette remarque confirme l'importance que semblent avoir les écoulements secondaires pour expliquer les phénomènes de ségrégation.

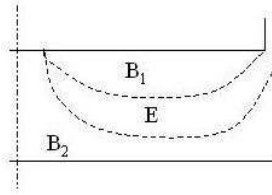


FIG. 5.1 – Schéma des régions en écoulement bouchon (B1 et B2) et cisailée (E) dans les échantillons fabriqués avec le fluide AC.

L'examen attentif des profils de vitesse permet de retrouver une corrélation entre figure de ségrégation et écoulement : schématiquement (figure 5.1), l'écoulement peut être décrit comme deux écoulements bouchons (contre les disques) séparés par une région cisailée. Si on compare ce schéma aux figures de ségrégation 4.27, il semble que les petites particules soient cette fois dans les régions de plus fort  $\dot{\gamma}$ .

Tous les résultats expérimentaux sont rassemblés dans le tableau 5.1.

		Plan-plan	Couette	Conclusions empiriques
Nos observations				
$\Delta\rho > 0$	$\Omega < \Omega^*$	moustache : ség. 2D	cloche : ség. 2D	grosses $\rightarrow$ fort $\dot{\gamma}$ . La figure de ség. 2D s'appuie sur la limite de l'écoulement
	$\Omega > \Omega^*$	ség. 1D	pas de ség.	
$\Delta\rho < 0$	$\Omega < \Omega^*$	ség. 2D	ség. 2D	plan-plan : petites $\rightarrow$ fort $\dot{\gamma}$ ? Couette : grosses $\rightarrow$ fort $\dot{\gamma}$ . Pas de relation simple ség.-localisation
	$\Omega > \Omega^*$	pas de données	ség. 2D	
Travaux antérieurs				
$\Delta\rho = 0$	ség. 1D $\forall \Omega$			plan-plan : grosses $\rightarrow$ fort $\dot{\gamma}$ . Couette : grosses $\rightarrow$ faible $\dot{\gamma}$ . Pas de localisation

TAB. 5.1 – Synthèse des observations sur la ségrégation (« ség. ») en fonction du signe de  $\Delta\rho$  et de la géométrie.  $\Omega^*$  désigne la vitesse de rotation à partir de laquelle il n'y a plus de sédiment immobile dans l'échantillon. Le symbole «  $\rightarrow$  » se lit « vont vers. »

Dans la suite de ce chapitre, nous allons nous attacher à essayer de comprendre plus particulièrement les résultats obtenus lorsque  $\Delta\rho > 0$ , qui sont les plus nombreux et les

mieux établis. Rien n'indique *a priori* que le mécanisme de la ségrégation soit le même dans les deux géométries étudiées. Cependant, les observations expérimentales peuvent se résumer par la même conclusion :

**« lorsqu'il y a ségrégation entre petites et grosses particules, les petites billes s'accumulent dans les régions les moins cisailées et les plus grosses dans les régions les plus cisailées »**

Il est donc tentant de rechercher une explication commune aux deux géométries. Nous présentons ici quelques pistes de réflexion.

## 5.2 Le rôle des écoulements secondaires

Nous avons rappelé dans le chapitre 1 l'importance des écoulements secondaires pour comprendre la ségrégation dans les tambours tournants et l'effet des noix du Brésil.

Dans nos expériences à  $\Delta\rho < 0$ , nous avons rappelé que la figure de ségrégation en plan était très corrélée à la circulation du fluide dans l'empilement granulaire, et dans le chapitre 3, nous avons montré qu'il existait une composante non azimutale des trajectoires des particules.

Il est donc naturel d'imaginer que les écoulements secondaires sont, dans nos expériences aussi, à l'origine de la ségrégation, ou au moins fortement impliqués. L'expression *écoulements secondaires* est volontairement au pluriel ; il faut distinguer :

- la composante non azimutale, commune aux grosses et aux petites particules ;
- l'écoulement différentiel entre les grosses et les petites particules ;
- l'écoulement différentiel du fluide par rapport aux particules.

Les résultats expérimentaux sur l'écoulement secondaire présentés jusqu'ici ne concernent que la composante non azimutale du profil de vitesse des grosses billes, dans le cas d'une pâte monodisperse. Or pour qu'il y ait ségrégation dans un mélange bidisperse, il faut que les petites et les grosses particules se comportent différemment. Nous avons cherché de telles différences à l'aide du montage de poursuite de particules.

### 5.2.1 Expérience complémentaire : poursuite de petites particules

L'expérience consiste à ensemer une pâte monodisperse de grosses particules avec un très petit nombre de petites billes fluorescentes ( $< 0,001$  g pour 10 g de grosses particules). Nous suivons alors le comportement de l'une de ces billes sous cisaillement.



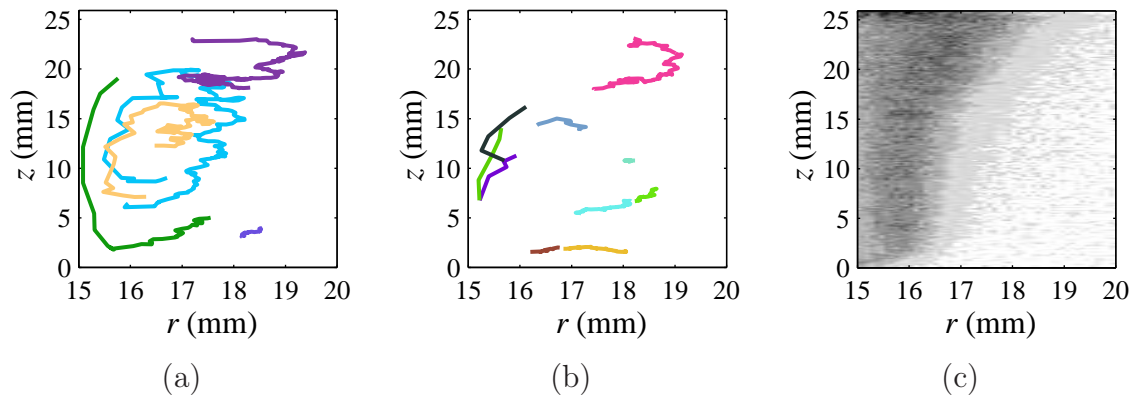


FIG. 5.2 –  $\Omega = 0,31$  rad/s. Quelques uns des relevés de trajectoires non azimutales des grosses (a) et des petites billes (b). Dans l'expérience correspondant à la figure (b), les petites billes sont ultra-minoritaires par rapport aux grosses billes. (c) : frontière de l'écoulement déterminée par le speckle. Les zones sombres sont en mouvement, les zones claires sont immobiles. Le même rhéomètre est utilisé pour les trois expériences, pour que les conditions aux limites (rugosité des parois en particulier) soient identiques.

Le suivi des petites particules sous cisaillement est beaucoup plus difficile que celui des grosses. En effet, la mise au point sur une petite bille est quasiment impossible à réaliser, parce que la transparence du matériau n'est qu'approximative : l'adaptation d'indice entre fluide et particules est imparfaite, et varie localement à cause des défauts et de la dispersion d'indice d'une particule à l'autre. De plus, sous cisaillement, les particules sont en mouvement, ce qui induit des fluctuations temporelles de l'indice de réfraction.

Le critère de mise au point est donc remplacé ici par un critère d'intensité de la tâche lumineuse : plus la tâche est brillante, plus il est probable que la particule se trouve au milieu du pinceau laser. La poursuite reste malgré tout difficile. L'intensité de l'image du traceur fluctue beaucoup, parce que la transparence locale du matériau elle-même fluctue sous écoulement. Par ailleurs, la particule se déplace très vite dans les zones de fort cisaillement, au point qu'elle s'échappe souvent de l'image vidéo. En résumé, les poursuites de grosses ou petites particules sont des exercices semblables en principe, mais dans la pratique, poursuivre un petit traceur est beaucoup plus difficile.

Pour cette raison, les résultats que nous présentons ne concernent qu'une seule vitesse de rotation, et en géométrie de Couette uniquement. La figure 5.2 montre côte-à-côte les trajectoires des petites et des grosses billes relevées pour la même vitesse de rotation (0,31 rad/s).

À première vue, les trajectoires des petites et des grosses particules dans le plan  $(r, z)$  sont identiques : les petites billes décrivent les mêmes rouleaux superposés que les grosses billes.

Pour avoir des informations un peu plus quantitatives, nous utilisons les relevés de positions des particules pour calculer les vitesses moyennes selon  $r$  et  $z$ . Chaque trajectoire est divisée en intervalles de durée 3 min environ. Pour chaque morceau de trajectoire on calcule la position moyenne de la particule  $(\bar{r}, \bar{z})$ . Tous les morceaux de trajectoire tels que  $\bar{z} > 10$  mm sont éliminés, afin de ne considérer que les altitudes où on observe la ségrégation radiale (cloche). On calcule alors les vitesses moyennes verticales et horizontales :  $v_z^{(2)}$  et  $v_r^{(2)}$  de chaque morceau de trajectoire, et on trace ces valeurs en fonction de  $\bar{r}$ .

Nous avons répété cette opération pour toutes les trajectoires des petites et des grosses particules, et superposé sur la figure 5.3 les nuages de points obtenus.

La vitesse de la plaque mobile  $V = \Omega r = 4,65 \cdot 10^3 \mu\text{m/s}$  est la vitesse caractéristique naturelle; on constate que l'amplitude de l'écoulement secondaire est de deux ordres de grandeur plus faible que la vitesse d'entraînement.

Les points de la figure du haut correspondent à la vitesse horizontale de l'écoulement secondaire. On constate que la plupart des points sont au dessus de l'axe  $v_r^{(2)} = 0$ , ce qui indique que l'écoulement moyen, dans la partie basse du Couette, est centrifuge.

On peut se demander s'il existe une différence systématique des amplitudes des vitesses radiales entre les deux catégories de traceurs, ce qui serait la preuve d'un écoulement différentiel des petites par rapport aux grosses. Malheureusement, l'expérience de poursuite de particule ne permet pas de répondre à cette question dans l'état actuel. On voit bien, d'après la figure 5.3 qu'il faudrait augmenter énormément le nombre de mesures pour détecter une différence statistiquement significative.

Les nuages de point correspondant à  $v_z^{(2)}$  sont répartis de façon nettement asymétrique par rapport à l'axe  $v_z^{(2)} = 0$ . Entre  $r = 15$  et 16 mm, les vitesses sont négatives, ce qui montre que le rouleau est descendant près du rotor. On ne discerne pas de différence entre les nuages de points des grosses et des petites billes. Au delà de 16 mm,  $v_z^{(2)}$  redevient positive en moyenne, et une légère différence de comportement entre grosses et petites billes apparaît : les vitesses des grosses billes sont en moyenne supérieures à celles des petites billes.

La figure 4.4, 2<sup>e</sup> ligne, donne l'écoulement primaire correspondant à la figure 5.3. La figure 5.2c donne également une idée de la position de la frontière de l'écoulement : dans la partie basse du Couette, la région cisailée —  $v^{(1)} \neq 0$  — ne dépasse pas  $r = 17$  mm, pourtant, au delà de ce rayon, l'écoulement secondaire, quoique faible, est non nul.

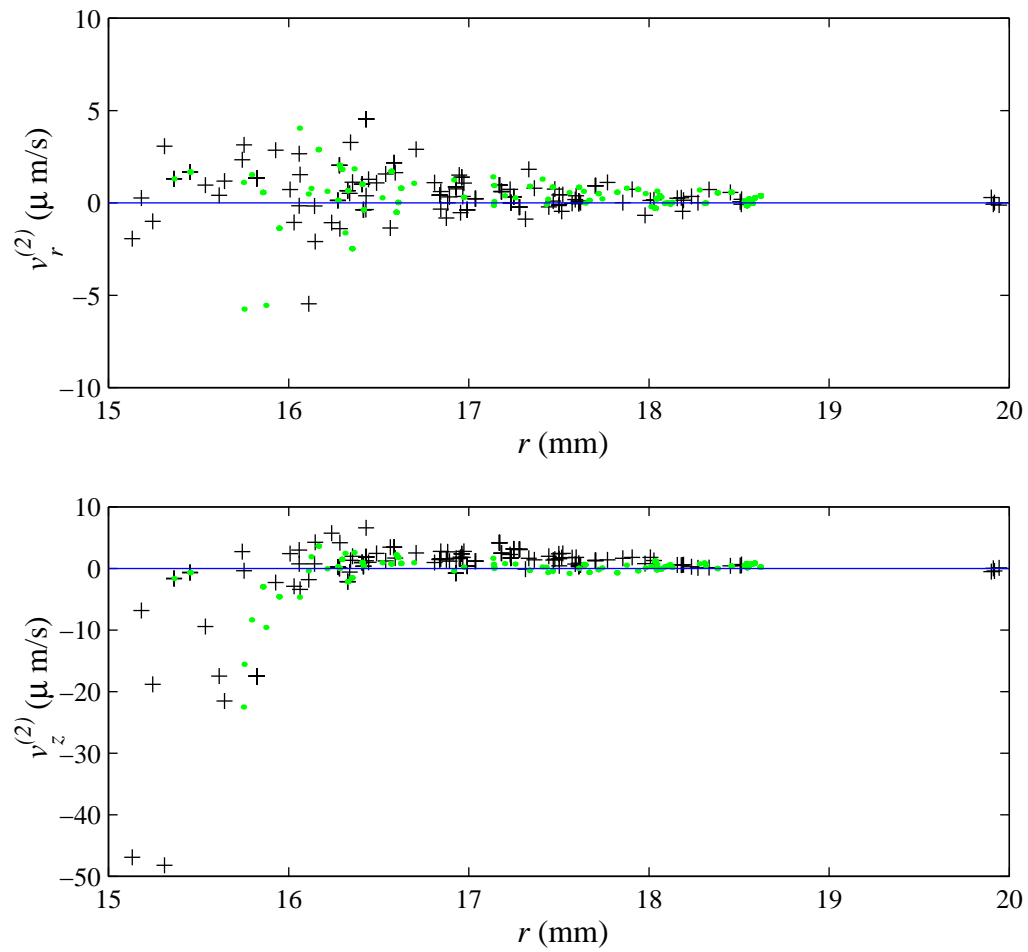


FIG. 5.3 – Vitesses moyennes horizontale et verticale dans le rouleau inférieur mesurées à partir des relevés de trajectoire des grosses (croix) et des petites billes (points).  $\Omega = 0,31$  rad/s. Chaque point correspond à une moyenne sur 3 min de poursuite.

Ce paradoxe s'explique par les temps d'expériences, très différents dans le cas de la détermination du champ de vitesse principal (de l'ordre de la minute) et dans le cas de la poursuite de particule (plusieurs dizaines de minutes). Dans ce dernier cas, l'offset permet de calculer la vitesse principale : dans les régions considérées comme immobiles, l'amplitude de l'écoulement principal est du même ordre de grandeur que celle de l'écoulement secondaire.

En résumé, l'écoulement secondaire dans la partie inférieure du Couette a en moyenne la forme d'un rouleau descendant le long du rotor. Cet écoulement entraîne de façons similaires les grosses et les petites particules, à une nuance près : la partie montante du rouleau, à l'écart du rotor et près de la limite d'écoulement primaire (cloche) entraîne les grosses particules plus que les petites.

Il est tentant de rapprocher cette observation de celle de la ségrégation verticale à faible  $\Omega$  : comme nous l'avons montré, une épaisse couche est formée dans la moitié supérieure du Couette, qui ne contient que des grosses particules. La purification en grosses dans cette zone peut venir de ce que le rouleau inférieur ne transporte pas de petites particules vers le haut.

La taille de la zone occupée par les petites billes dépend de la quantité de celles-ci. Dans les expériences à  $\Phi_p^s = 16\%$ , cette couche occupe entre un tiers et une moitié de la hauteur de l'échantillon, alors que dans les expériences de poursuite de particules, où les petites particules sont très minoritaires, cette couche est très fine, limitée à une épaisseur de petites particules contre le fond du Couette (après quelques heures d'expérience).

Le paragraphe suivant propose une explication pour l'origine de l'écoulement secondaire, qui n'est pas fondée sur le caractère non newtonien de la pâte, mais sur la présence du fluide interstitiel.

## 5.3 L'hypothèse de la pression interstitielle : écoulements secondaires et ségrégation

### 5.3.1 Le scénario imaginé

Notre raisonnement est le suivant. Dans la région *sédiment*, les grains forment un réseau solide qui s'appuie sur les parois du récipient. En première approximation, la vitesse du fluide entre les grains dans cette zone est nulle. En conséquence, le gradient de pression du fluide interstitiel dans le sédiment est simplement égal au gradient hydrostatique  $\rho_0 g$ .

En revanche, dans la région cisailée le fluide est en écoulement : à grande échelle, il suit les lignes de l'écoulement primaire que nous avons décrit, et, à petite échelle, il suit

un parcours extrêmement complexe et instationnaire entre les grains. Sa pression locale est donc certainement différente de celle donnée par le gradient hydrostatique. On peut penser que cette différence subsiste, même si on effectue une moyenne dans le temps et dans l'espace, et que son signe est positif :  $\bar{P}_{\text{suspension}} > P_{\text{sédiment}}$ .

La coexistence d'une zone de haute pression et d'une zone de basse pression est instable. Pour rétablir l'équilibre des pressions, une circulation de fluide se déclenche. On peut imaginer que les billes soient entraînées par le fluide, et que c'est donc là l'origine des écoulements secondaires. *A priori*, les petites billes, du fait de leur taille, sont plus facilement entraînées par le fluide que les grosses billes : les petites billes et les grosses billes ont bien là un comportement différent, ce qui peut donc provoquer la ségrégation des particules.

### 5.3.2 Origine du gradient de pression ?

#### Pression dynamique

Deux origines sont plausibles pour la surpression. La première est dynamique : le fluide entre les grains est sans cesse cisailé par les mouvements des grains les uns par rapport aux autres. Le fluide est parfois aspiré entre deux grains qui s'éloignent, ou chassé par deux grains qui s'approchent.

S'il n'y a que deux particules sphériques lisses en présence, et si l'inertie est négligeable, les écoulements sont symétriques lors de l'approche ou de la séparation des grains [33]. En revanche, le problème à  $N$  particules n'est pas résolu exactement, mais présente un caractère chaotique du fait de la non linéarité des interactions hydrodynamiques. En conséquence, l'évolution du système est pratiquement irréversible [71]. La ségrégation est un aspect de cette irréversibilité, puisque, bien entendu, elle ne s'efface pas si on change le signe de la vitesse du rotor.

Dans cette hypothèse, le signe de la variation de pression est indépendant de l'écart de densité entre billes et fluide.

#### Analogie sédimentation-resuspension

On peut proposer une image intuitive de la surpression, en établissant un parallèle entre la mise en suspension sous cisaillement et la sédimentation.

Une idée simple [87] est que la pression moyenne dans une suspension qui sédimente est donnée par le gradient de pression hydrostatique du fluide moyen :

$$\frac{\partial P}{\partial z} = \bar{\rho}g \quad \text{avec :} \quad \bar{\rho} = \Phi\rho_s + (1 - \Phi)\rho_0 = \rho_0 + \Phi\Delta\rho \quad (5.1)$$

Cette loi est, semble-t-il, vérifiée expérimentalement tant que les interactions entre particules sont purement hydrodynamiques [69]. Les expériences disponibles ne concernent que le cas  $\Delta\rho > 0$  (sédimentation classique).

En principe, la différence  $\Delta P_{horiz} = P_{suspension} - P_{sédiment}$  a le signe de  $\Delta\rho$ . Il est positif si les particules sédimentent, et négatif si les particules « crèment ».

Dans la suspension cisailée, toutes les particules ne sont plus en permanence en contact les unes avec les autres, et certaines reposent momentanément sur le fluide, comme dans le cas de la sédimentation. De ce point de vue, et bien que les mouvements des billes ne soient pas orientés dans la même direction, les expériences de sédimentation (mouvement selon  $z$ ) et de cisaillement (mouvement selon  $\theta$ ) sont comparables. Faute de mieux, il est tentant d'appliquer la loi 5.1 à la phase suspension du système suspension-sédiment dans la cellule de cisaillement. On prévoit ainsi deux cas :

- Si  $\Delta\rho > 0$ , le fluide va des régions très cisailées aux régions peu cisailées, en entraînant plus facilement les petites billes. On peut comprendre ainsi la formation de la moustache et de la cloche inversée. On comprend aussi que lorsque les billes et le fluide sont presque adaptés en densité, le mécanisme soit moins efficace et la ségrégation moins rapide.
- Si  $\Delta\rho < 0$  la circulation de fluide est au contraire orientée des zones *sédiment* vers les zones *suspension*. On peut alors en partie comprendre pourquoi les résultats avec le fluide AC sont si différents de ceux obtenus avec les fluides AB et C16S150. En plan-plan on ne retrouve pas la moustache, et en Couette, les petites billes sont plutôt à proximité du rotor.

### 5.3.3 Gradient de pression et ségrégation

Des expériences complémentaires de sédimentation ont été réalisées par Patrick Snabre, afin d'étayer l'argument ci-dessus.

Elles consistent à faire sédimenter une suspension de grosses particules dans un récipient à deux compartiments. La séparation est réalisée par une paroi étanche ou par une grille perméable au fluide (le fluide C16S150 utilisé dans les expériences de ségrégation). La maille de la grille est carrée, de côté  $125\ \mu\text{m}$ . Les trous sont donc suffisamment petits pour bloquer les grosses particules.

On fait sédimenter la suspension dans le premier compartiment. Le deuxième compartiment contient soit du fluide pur, soit un sédiment de grosses particules.

On mesure d'abord la vitesse de sédimentation dans le cas de la paroi séparatrice étanche : elle est bien celle prévue par la loi de Richardson et Zaki [80].

Ensuite, on utilise la paroi perméable. Dans la première expérience, le deuxième compartiment est rempli de fluide pur. Dans cette situation, la vitesse de sédimentation de la suspension est multipliée par un facteur 5, ce qui est le signe de l'effet Boycott [4].

À altitude  $z$  fixée, il existe entre les deux compartiments une différence de pression  $\Phi\Delta\rho gz$ . La force résultante sur le fluide crée donc un écoulement du compartiment *suspension* vers le compartiment *fluide pur*. Au lieu de remonter à travers les billes, le fluide remonte par l'autre compartiment, où il ne gêne plus la sédimentation des particules.

Dans la deuxième expérience, toujours en présence de la grille perméable, le deuxième compartiment est rempli d'un milieu poreux (un sédiment de grosses billes), et on fait à nouveau sédimenter la suspension. La vitesse mesurée est à nouveau supérieure à la vitesse de référence obtenue avec la paroi étanche. Autrement dit, la différence de pression dans les deux compartiments est suffisante pour engendrer un flux significatif de fluide, malgré la résistance à l'écoulement dans le milieu poreux.

Dans la dernière expérience, la suspension est bidisperse ; la paroi est perméable et le deuxième compartiment est rempli de fluide pur. On montre sur la figure 5.4 l'image du sédiment bidisperse qui se forme.

À la fin du processus de sédimentation, on retrouve la crème de petites billes, habituelle pour les expériences de sédimentation, mais surtout, on observe une forte accumulation de petites particules le long de la paroi perméable. Elles ont été entraînées par le flux de fluide, mais n'ont pas pu traverser la grille (colmatage ?) et se sont donc accumulées à cet endroit.

Cette figure rappelle fortement la cloche observée en Couette. Cette expérience soutient l'hypothèse qu'une différence de pression pourrait être à l'origine d'un flux de fluide entre les régions cisillées et non cisillées, et que ce flux peut transporter efficacement les petites billes si celles-ci appartiennent aux régions cisillées. Dans les régions peu cisillées, la mobilité des petites particules chute, ce qui provoque leur accumulation à la frontière sédiment-suspension.

Dans l'expérience de sédimentation de la suspension bidisperse, les conditions sont très favorables, car le deuxième compartiment ne contient pas de particules, donc le flux de fluide est intense. Quand le milieu poreux occupe le deuxième compartiment, le flux est moins intense et on ne voit plus d'accumulation des petites billes. Cette remarque ne ruine pas le raisonnement ci-dessus, car le temps d'une expérience de sédimentation est très court par rapport à la durée des expériences de cisaillement. Si le flux de fluide est peu intense, il est normal qu'il ne provoque pas dans le temps de la sédimentation une accumulation visible des particules.

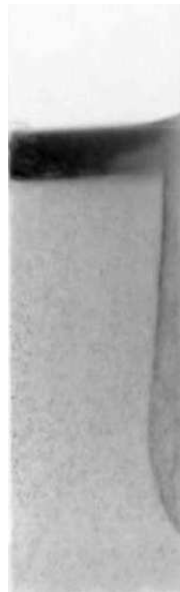


FIG. 5.4 – État final après sédimentation d'une suspension bidisperse dans un récipient à deux compartiments. La photo, sur laquelle les petites billes apparaissent en sombre, ne montre que le compartiment *suspension*; l'autre compartiment ne contient que du fluide. La paroi perméable qui sépare les deux compartiments coïncide avec la limite droite de l'image. Composition initiale de la suspension :  $\bar{\Phi}_P = 8\%$  et  $\bar{\Phi}_G = 32\%$ . Échelle horizontale : 15 mm.



### 5.3.4 Temps caractéristiques de ségrégation

Avec l'hypothèse des gradients de pression, on s'attend à ce que le processus de ségrégation soit plus efficace en géométrie de Couette, car la frontière entre le sédiment et la région cisailée est verticale (en effet,  $\Delta P_{horiz} = 0$  si à  $z$  donné, on ne trouve pas à la fois une région *suspension* et une région *sédiment*). Pourtant c'est en plan-plan que les temps caractéristiques  $T_s$  sont les plus courts.

En plan-plan et en Couette, les variations de  $T_s$  en fonction de  $\Omega$  sont opposées.

Ce paradoxe peut s'expliquer simplement si on observe que la distance caractéristique  $L$  que les particules ont à parcourir dans les deux situations sont très différentes. En plan-plan,  $L$  est de l'ordre de  $\zeta$ , qui est inférieure ou égale à  $d$ , soit quelques millimètres tout au plus. En Couette, la ségrégation verticale concerne toute la hauteur de l'échantillon, environ 25 mm.

Par ailleurs,  $T_s$  en plan-plan augmente avec  $\Omega$ , ce qui semble logique puisque  $\zeta$  est elle-même une fonction croissante de  $\Omega$ . En Couette,  $T_s$  diminue avec  $\Omega$ , ce qui est logique aussi puisque le processus est à  $L$  constant.

## 5.4 Agrégation des particules

### 5.4.1 Expériences de rhéologie

Des expériences de rhéologie ont été réalisées récemment par Patrick Snabre sur des suspensions de petites particules à  $\Phi = 10, 30$  et  $50\%$ , dans les fluides AB et C16S150. Les courbes donnant la viscosité relative en fonction de  $\Omega$  sont données sur la figure 5.5. Pour les deux fluides,  $\Delta\rho > 0$ ; les rampes de contrainte doivent donc être suffisamment courtes pour que la sédimentation soit négligeable dans le temps de la mesure. C'est particulièrement important pour les suspensions réalisées avec le fluide C16S150.

Ces courbes révèlent un comportement non newtonien de nos suspensions : à faible  $\Omega$ , les suspensions sont rhéofluidifiantes, à fort  $\Omega$ , leur comportement devient newtonien. À forte vitesse — régime newtonien —, la viscosité relative atteinte est indépendante du fluide suspendant, conformément aux prédictions des équations de la page 20.

La vitesse angulaire  $\Omega_{r-n}$  à laquelle apparaît la transition rhéofluidifiant-newtonien ne semble pas dépendre de  $\Phi$ , ni de la durée  $\Delta T$  des rampes de  $\Omega$  ou du sens de parcours de celles-ci. En revanche,  $\Omega_{r-n}$  dépend du fluide utilisé (particulièrement visible à  $\Phi = 30$  et  $50\%$ ). On mesure  $\Omega_{r-n} \sim 1$  rad/s dans le fluide C16S150 et  $0,1$  rad/s dans le fluide AB.

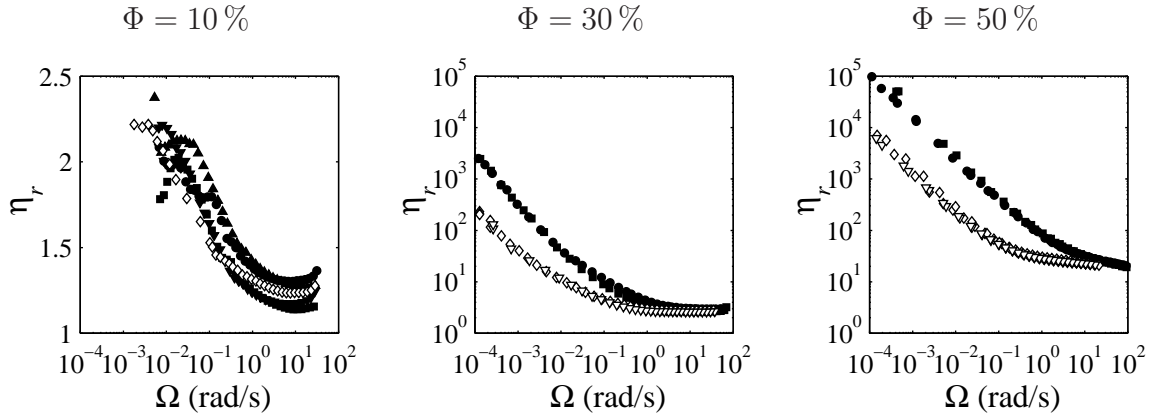


FIG. 5.5 – Mesure de viscosité relative en géométrie de Couette ( $e = 5$  mm) en fonction de  $\Omega$  et pour des suspensions de petites billes à 10, 30 et 50 %. Deux fluides suspendants ont été étudiés : le fluide AB (symboles vides) et le fluide C15S150 (symboles pleins). Les différents symboles correspondent à des rampes montantes et descendantes de la contrainte, et à plusieurs durées de rampes ( $\Delta T$ ).  $\Phi = 10\%$ ; C16S10 :  $\Delta T = 2$  et 5 min, AB :  $\Delta T = 1$  min.  $\Phi = 30\%$ ; C16S150 :  $\Delta T = 1$  min, AB :  $\Delta T = 15$  min.  $\Phi = 50\%$ ; C16S150 :  $\Delta T = 1$  et 2 min, AB :  $\Delta T = 10$  et 15 min.

Dans la limite des bas nombres de Reynolds, et pour des suspensions non concentrées, ( $\Phi < 50\%$ ) on attend en général un comportement newtonien des suspensions[88], sauf si l'organisation spatiale des particules dépend du cisaillement.

Nous pensons que dans notre cas, le comportement non newtonien observé a une autre origine que l'organisation des grains. En effet, même les suspensions diluées ( $\Phi = 10$  et  $30\%$ ) sont non newtoniennes. De plus, on s'attend à ce que l'organisation des grains, si elle a lieu, ne soit pas un phénomène instantané [96]. Or les courbes  $\eta_r(\Omega)$  sont indépendantes de  $\Delta T$ .

L'hypothèse du glissement aux parois peut également être écartée, car les concentrations sont suffisamment faibles [8] pour que l'effet mesuré soit bien représentatif du comportement en volume, et non pas de ce qui se passe aux parois.

Nous pensons que la réponse rhéologique enregistrée est due à l'existence d'une interaction attractive entre les particules [53]. À fort cisaillement, l'interaction attractive est trop faible par rapport à la contrainte visqueuse, et les particules sont séparées. À faible cisaillement, les particules peuvent agréger pour former une particule équivalente plus grosse. Le rayon hydrodynamique de l'agrégat conduit à un volume effectif plus grand que la somme des volumes des particules de l'agrégat. En conséquence, la fraction volumique apparente augmente, et partant, la viscosité de la suspension.

La dépendance de  $\Omega_{r-n}$  avec le fluide (surtout visible à  $\Phi = 30$  et  $50\%$ ) montre que l'interaction attractive dépend du couple fluide-particule. Nous ne connaissons pas sa nature exacte (chaînes de polymère pendantes à la surface des billes ? interactions de Van der Waals ?), mais le fait que  $\Omega_{r-n}$  soit plus faible dans le cas des suspensions AB montre que les interactions sont moins fortes dans ce fluide.

Les mêmes expériences ont été menées sur des suspensions de grosses particules : il existe là aussi un comportement non newtonien, mais l'augmentation de viscosité associée est d'amplitude beaucoup plus faible.

### 5.4.2 Conséquences sur la ségrégation

À la réticulation près, les petites et les grosses billes ont la même nature chimique, donc on peut légitimement imaginer que les petites billes et les grosses billes peuvent agréger ensemble. On peut alors comprendre les figures de ségrégation à l'aide du phénomène d'agrégation.

Les petites billes convectées par l'écoulement secondaire, explorent des régions de fort et de faible cisaillement. Dans les régions où  $\dot{\gamma}$  s'annule, l'interaction attractive provoque le « collage » des petites particules entre elles, mais aussi sur les grosses particules du sédiment. Les petites billes sont alors ancrées sur les grosses billes immobiles, dans une région où le cisaillement est trop faible pour casser les agrégats : les petites billes finissent par s'accumuler dans les régions les moins cisailées.

Cette hypothèse est séduisante, car elle permet de comprendre pourquoi, en géométrie de Couette, nos observations sont contradictoires avec les expériences de la littérature : celles-ci concernent des particules dont les auteurs affirment qu'elles sont sans interaction autre que *sphères dures*. Dans ce cas, le moteur de la ségrégation est purement hydrodynamique. Dans notre cas, puisqu'on change la nature de l'interaction, on change aussi le moteur de la ségrégation et il n'est plus étonnant d'observer des résultats différents. Cette hypothèse fournit également une interprétation pour la variation des temps caractéristiques de ségrégation en fonction du fluide utilisé. Intuitivement, on comprend que plus l'interaction est faible entre les particules, plus les temps de ségrégation seront allongés, ce qui est bien le comportement observé entre les fluides AB et C16S150. Dans cette hypothèse, la variation de  $T_s$  avec  $\Delta\rho$  ne serait que fortuite.

Pour vérifier l'influence du phénomène d'agrégation des billes sur la ségrégation, il faudrait pouvoir travailler avec des billes sans interaction, et vérifier ce que devient le phénomène de ségrégation. Nous ne disposons pas à l'heure actuelle d'un couple bille-fluide qui réponde à ce critère.

## 5.5 Conclusion : vers une théorie de la ségrégation ?

Nous abordons dans ce paragraphe la question pratique centrale qui se pose pour l'application industrielle : peut-on prévoir et même calculer la répartition des espèces dans une géométrie donnée d'écoulement ?

Nous avons évoqué les quelques outils analytiques proposés jusqu'à maintenant dans la littérature : essentiellement le modèle de Phillips [76], qui est un prolongement du modèle de diffusion particulaire induite par le cisaillement, et la théorie dite « équilibre des forces normales » (Brady [14] et Morris [68]). Ces deux théories ont été appliquées à des problèmes standard de migration, en unimodal, et en général pour des suspensions vraies ( $\Delta\rho = 0$ ). Dans cette série d'exercices, nous avons nous-mêmes apporté une contribution en résolvant le problème du plan-plan avec gravité (chapitre 3), et en mettant la théorie à l'épreuve des observations.

Les modèles de Phillips et Brady-Morris diffèrent dans l'énoncé des principes physiques de base, mais on peut vérifier, au moins sur la version la plus simple du problème de la resuspension visqueuse, qu'elles conduisent à des formes équivalentes de l'équation du profil de concentration. Avec l'une et l'autre théorie, on peut, moyennant des relations particulières entre coefficients, expliquer certaines caractéristiques remarquables de la migration dans les géométries Couette et plan-plan. Il est difficile à l'heure actuelle de faire objectivement une hiérarchie entre les deux approches ; il nous semble que la formulation de Brady-Morris est plus naturelle physiquement, les équations de base décrivant les composantes de la réponse mécanique du matériau sous cisaillement. Ce sont ces composantes qu'une expérience de rhéométrie mesure.

Comme nous l'avons expliqué dans le chapitre 1, le traitement théorique du problème bi- ou multi-modal est une affaire encore plus compliquée, pour laquelle nous n'avons trouvé que deux contributions (dont une seule publiée dans la littérature internationale [84]), toujours dans la limite à gravité nulle ( $\Delta\rho = 0$ ).

À notre connaissance, les traitements publiés des problèmes uni- et bi-modal, ne prennent en compte que la forme la plus simple de l'écoulement, celle que nous avons appelée *écoulement primaire*, soit  $v^{(1)}(r, z)$ . Et encore, on se contente dans le cas du plan-plan de la limite *grande vitesse* de  $v^{(1)}$ , qui est linéaire en  $z$ . Il est vrai que cette simplification est légitime en gravité nulle, ce qui est l'hypothèse généralement adoptée, parce qu'elle correspond à la plupart des expériences de laboratoire. Elle ne correspond pas à la situation réelle dans les applications (bétons et propergols), et nous savons que l'écoulement est non linéaire quand  $\Delta\rho$  est non nul.

Nos observations, qu'il faut rapprocher de quelques autres sur les tambours tournants et l'effet de noix du Brésil (chapitre 1), ont montré l'existence d'écoulements secondaires ( $v^{(2)}$ ), en même temps que leur importance dans l'élaboration des figures de ségrégation. Cette constatation à elle seule nous fait dire qu'une théorie (Philips ou Brady-Morris) ne prenant en compte que l'écoulement primaire passe à côté de l'essentiel, et ne peut donc pas prédire le phénomène efficacement.

Il nous semble donc qu'un progrès de principe est indispensable, qui consiste à comprendre l'origine des écoulements secondaires. Autrement dit, il faudrait étudier la stabilité de l'écoulement primaire.

Cette étape, qui est probablement difficile, est nécessaire, mais pas suffisante. Il faut aussi comprendre comment se fait l'entraînement des particules par l'écoulement secondaire et comment il conduit à la ségrégation. Sur cet aspect du problème, nous avons présenté quelques pistes, naïves et simplement qualitatives. Quelques observations annexes (sédimentation et ségrégation en présence d'une grille) montrent bien l'importance des écoulements différentiels, c'est-à-dire le fait que le fluide d'immersion et les différentes catégories de particules suivent des champs de vitesse différents.

Ici se pose la question de principe de ce qu'est le champ de vitesse d'une suspension en général (Morris-Boulay). L'habitude, en même temps que le schéma le plus simple, est de n'envisager qu'un seul champ (aussi compliqué soit-il, incluant les composantes primaire et secondaire). L'expérience met en défaut cette simplification au moins sur un point, qui est le glissement aux parois. Le fluide ne glisse pas, alors que le dérapage de la première couche de particules est considérable, jusqu'à 100 %. Le raccordement à une paroi est donc une source importante d'écoulement différentiel, entre fluide et particules, et entre particules de propriétés différentes. Le phénomène, corrélativement, peut être une source majeure de ségrégation.

Le dernier aspect de notre réflexion concerne les interactions physico-chimiques entre particules. Il semble que les petites particules ont tendance à former des agrégats fragiles, qui ne subsistent que sous très faible cisaillement. Cette caractéristique peut suffire pour accumuler les petites particules contre une grille poreuse, ou de façon équivalente, contre le poreux constitué par le sédiment dans une structure diphasique suspension-sédiment. Nous ne savons pas encore si ces interactions entre particules sont nécessaires pour que se construisent les figures de ségrégation très intenses que nous avons décrites. Autrement dit, le phénomène est-il beaucoup plus faible, voire absent, avec des vraies sphères dures ? Il faudra plusieurs autres études pour le savoir. Si la réponse était positive, la question générale de la ségrégation prendrait un autre chemin : les questions d'hydrodynamique

(écoulements secondaires, différentiels. . .) pourraient n'être qu'annexes, le phénomène étant dominé par les interactions.



# Conclusion générale

Nous avons exposé dans ce mémoire une série de travaux sur un modèle de *pâte granulaire*, qui est une version extrêmement simplifiée de ce que sont les propergols solides ou les bétons. Il se peut, naturellement, que la simplification élimine certains phénomènes importants dans le comportement des matériaux industriels. En tout cas, il est indispensable de comprendre ce qui se passe dans le matériau simplifié pour élaborer les outils de calcul qu'on pourra par la suite extrapoler au cas du système réel.

Nos observations montrent de façon détaillée ce qu'est le phénomène de ségrégation sous écoulement. À notre connaissance, la plupart de nos résultats, en plan-plan et en Couette, sont originaux : en particulier, l'influence considérable de la gravité et des écoulements secondaires sur la ségrégation n'avait pas été appréciée avant ce travail. L'existence de ces effets, très visibles expérimentalement, remet sérieusement en question les quelques tentatives de modélisation du phénomène basées sur les seuls écoulements primaires (modèles de Phillips et Brady-Morris). Deux autres questions que nous avons évoquées concernent les écoulements différentiels et les interactions physico-chimiques entre particules, avec l'effet d'agrégation induit. Ces deux pistes nous semblent prometteuses dans la suite des travaux à conduire.

Ces pistes ne concernent que la partie académique du sujet, c'est-à-dire la compréhension des principes sur lesquels, au bout du compte, on peut espérer construire une théorie. Cette ligne de recherche est certainement très longue. Nous avons vu, en rassemblant les résultats de la littérature et les nôtres, que des règles simples comme « les grosses particules préfèrent les zones de haut cisaillement, » et inversement pour les petites, ne constituent que des énoncés naïfs, qui sont invalidés si on change la géométrie de l'écoulement ou l'écart de densité entre fluide et solide. Dans l'état actuel de nos connaissances, la voie qui nous paraît sage est de continuer d'examiner le problème expérimentalement, en multipliant les observations. D'autres expériences sont en cours au laboratoire pour étudier l'influence des états de surface et formes des particules, et on sait déjà que ces paramètres influencent très sensiblement la ségrégation. Quelques observations très récentes montrent aussi que l'oxyde



de fer, un composant du propergol dont les particules sont extrêmement petites ( $< 1\mu\text{m}$ ), migre très intensément en géométrie plan-plan. Ce cas particulier est par ailleurs remarquable par le fait que les grains d'oxyde ont nettement tendance à agréger, ce qui donne du poids à l'hypothèse que nous avons proposée à propos des interactions physico-chimiques.

La plupart de nos résultats concernent le régime stationnaire de ségrégation. Nous avons tout de même abordé la description des cinétiques de ségrégation dans quelques exemples en fonction du taux de cisaillement, et nos résultats ont montré des tendances parfois inverses quand on change de géométrie. La cinétique de la ségrégation est subtile et complexe, autant que les états stationnaires. Dans l'application industrielle (propergols ou bétons), les cisaillements ne sont ni simples ni stationnaires. Il est donc très important aussi d'arriver, toujours sur la base des observations, à quelques règles empiriques en fonction des paramètres temps et viscosité du fluide d'immersion.

Une des règles qui se dégage de nos résultats, est la tendance des petites particules à se rassembler dans les zones de faible cisaillement. Par ailleurs, on sait que les propergols riches en petites particules brûlent plus vite que les autres. Une première façon de comparer la pertinence de nos résultats sur le propergol « académique » vis-à-vis du propergol réel consisterait donc à identifier les régions faiblement cisillées lors de la coulée, et voir si elles correspondent aux régions qui présentent des augmentations de la vitesse de combustion.

# Annexe A

## Recettes de fluides iso-indice

Nous donnons ici les autres recettes de fluide adaptées en indice que l'on peut trouver dans la littérature.

Une recette assez souvent rencontrée [52, 15, 93] consiste à mélanger de l'**eau déminéralisée**, du **chlorure de zinc** et du **Triton X100** (Sigma Aldrich) en proportions massiques environ 77,4 ; 13,4 ; et 9,2 % (les proportions exactes varient légèrement d'un auteur à l'autre). La viscosité du mélange est proche de 3400 cp, et le mélange est adapté en densité avec le PMMA.

Pour nous, l'inconvénient d'un tel mélange est lié à la présence d'eau, qui pourrait dissoudre le colorant en surface des particules, et qui peut s'évaporer au cours des expériences. De plus, le Triton X100 est un tensio-actif puissant qui conduit facilement à la formation d'une mousse et complique la manipulation des échantillons.

Une autre recette, proposée par Abbott et al. [2] est un mélange de **1,1,2,2 tétrabromoéthane**, de **polyéthylène glycol** et de **Triton X100**. Les proportions massiques sont respectivement 14,07 ; 35,66 ; et 50,27. La viscosité du mélange est de 4500 cp, la densité et l'indice du PMMA sont adaptées. Pour éviter la décomposition du tétrabromoéthane lors de son exposition à du fer ou à un rayonnement UV, 0,1 % en masse de Tinuvin 328 est dissout dans ce composé [32]. Ce fluide est aussi adapté en densité avec le PMMA, mais la présence d'un solvant halogéné dans sa composition le rend dangereux et donc compliqué à manipuler.

Une autre recette est également souvent employée dans l'étude de suspensions colloïdales de PMMA. Il s'agit d'un mélange de **décane** et de **tétraline** (indices de réfraction  $n=1,48$  et  $1,54$  respectivement), dont la densité est inférieure à celle du PMMA. Le défaut de ces solvants est qu'ils sont toxiques, et nécessitent donc des précautions lors de leur manipulation.



## Annexe B

# Logiciels de calcul de concentration et de PIV

Deux logiciels ont été écrits sous JAVA par Patrick Snabre, et intégrés au programme de traitement d'image *ImageJ*.

### B.1 FLUO : construction des cartes de concentration

Le premier logiciel, FLUO, permet, à partir des images codées en niveau de gris, de remonter à la fraction volumique locale.

Si les dispositifs d'éclairage et de collection de la lumière par la caméra étaient parfaits, la relation entre le niveau de gris  $NG$  et  $\Phi$  serait simplement linéaire (ignorons la possible ségrégation des marqueurs par rapport aux billes vierges). En réalité, la nappe laser n'éclaire pas uniformément l'échantillon, et l'image formée par la caméra d'un plan uniformément éclairé n'est de toute façon pas uniforme. Pour corriger l'image des particules des inhomogénéités de  $NG$  qui ne sont pas dues aux variations de  $\Phi$ , on utilise une image de référence. Le principe consiste à remplir une cuve transparente avec une solution diluée de rhodamine et d'eau. Cette cuve est placée sur le trajet de la nappe laser, à la place de l'échantillon. La nappe laser fait fluorescer le colorant, et on fait l'image par la caméra du plan qui fluoresce. Cette image constitue la référence  $I_{ref}$ .

On peut ensuite remplacer la cuve d'eau par la cellule de cisaillement, et mener l'expérience, en prenant soin de ne pas déplacer la caméra par rapport à sa position pour l'image de référence. On obtient l'image  $I_{exp}$ .

Pour limiter la zone dans laquelle calculer point à point la correspondance  $NG - \Phi$ , on utilise l'outil « ligne brisée » *ImageJ* pour dessiner les contours de l'échantillon sur  $I_{exp}$ .

Ensuite, le logiciel FLUO procède par étapes pour construire le champ de concentration. Une boîte de dialogue permet d'abord de donner au logiciel les informations sur l'échelle spatiale et  $\bar{\Phi}$  dans le contour de l'échantillon. Si le niveau de gris dans le noir n'est pas nul, on soustrait à  $I_{exp}$  et  $I_{ref}$  la valeur constante correspondante, et on procède enfin à la normalisation de  $I_{exp}$  par  $I_{ref}$ . Le niveau de gris de l'image corrigée est alors bien partout proportionnel à  $\Phi$ , et il suffit de normaliser l'image corrigée par le facteur  $\bar{\Phi}/\bar{NG}$  pour avoir  $\Phi$  pixel par pixel.

## B.2 PIV (particle image velocimetry) : construction des profils de vitesse

Les profils de vitesse sont obtenus en analysant des séquences vidéo obtenues grâce à la caméra CCD interfacée avec *Scion Image*. Les films sont ensuite traités sous *ImageJ* grâce au plugins PIV. Chaque image du film est découpée en autant de sous-fenêtres que de points sur lesquels on souhaite calculer le profil de vitesse. Le déplacement moyen des traceurs d'une image à l'autre est calculé à l'aide de la corrélation de chaque sous-fenêtre avec la sous-fenêtre correspondante dans l'image suivante. La position du maximum de corrélation coïncide avec le déplacement le plus probable des marqueurs de la sous-fenêtre. On peut atteindre par cette méthode une précision inférieure au pixel, en utilisant une interpolation gaussienne du pic de corrélation dans les directions  $x$  et  $y$ . Si la norme du vecteur déplacement est supérieure à la valeur maximum autorisée par l'utilisateur, le vecteur est rejeté. Le logiciel a été testé sur des images générées artificiellement et sur la pâte granulaire en mode bloc afin de vérifier son fonctionnement.

# Annexe C

## Passage de la géométrie idéale plan-plan à la géométrie « fond de Couette »

Cette annexe a pour objet de discuter les précautions à prendre avant d'utiliser le modèle d'écoulement, établi pour le cisaillement entre deux plaques infinies en translation, pour décrire nos expériences en fond de Couette.

### C.1 Composantes du tenseur des contraintes

Si on suppose seulement que le profil de vitesse est orienté selon  $\vec{u}_\theta$ , le tenseur des contraintes s'écrit :

$$\bar{\bar{\Pi}} = \bar{\bar{\tau}} + P\bar{\bar{\Pi}} = \begin{vmatrix} \Pi_{\theta\theta} & \tau_{\theta z} & \tau_{\theta r} \\ \tau_{\theta z} & \Pi_{zz} & 0 \\ \tau_{\theta r} & 0 & \Pi_{rr} \end{vmatrix} \quad (\text{C.1})$$

Où  $p$  est la pression. La nullité de la composante  $\tau_{zr}$  vient du fait qu'il n'y a pas de mouvement relatif vertical entre deux anneaux de fluide en  $r$  et  $r + dr$ , dans l'hypothèse d'un écoulement laminaire. Les autres termes sont discutés ci-dessous.

#### C.1.1 Contrainte tangentielle $\tau_{z\theta}$

Nous gardons la même expression de la contrainte tangentielle  $\Pi_{z\theta} = \eta\dot{\gamma}$ , avec la même expression pour la viscosité  $\eta$  en fonction du cisaillement :

$$\eta = \eta_0 p (1 - \phi)^{-\alpha} \quad (\text{C.2})$$

### C.1.2 Composante $\tau_{\theta r}$

Ce terme est en général pris égal à 0, car on suppose qu'un disque horizontal de fluide d'épaisseur  $dz$  est en rotation solide entre les plaques, et qu'il n'y a donc pas de cisaillement dans le plan horizontal (c'est l'hypothèse de l'écoulement « rampant »).

Dans le cas de nos expériences sur des pâtes granulaires, cette hypothèse n'est pas vérifiée puisqu'un plan horizontal à l'altitude  $z$  traverse à la fois des régions non cisillées et des régions cisillées. Autrement dit, on ne peut pas définir de vitesse angulaire unique pour le disque à l'altitude  $z$ , ce qui rend le terme  $\tau_{\theta r}$  non nul. Estimons son importance en comparant l'amplitude du cisaillement vertical et celle du cisaillement horizontal.

Pour cela, nous utilisons l'expression du champ de vitesse établie en plan-plan infini (égalités 3.7 et 3.4), et nous supposons que le glissement ne dépend pas de  $r$ , autrement dit, que  $V_0 = \Omega_0 r$ . Alors :

$$v(r, z) \simeq \Omega_0 r \left(1 - \frac{z}{\zeta(r)}\right)^2 \quad \text{avec} \quad \zeta(r) \simeq \left(\frac{6\Psi_0\Omega_0 r}{\lambda}\right)^{1/2}$$

D'où nous déduisons les deux composantes du cisaillement :

$$\begin{aligned} \dot{\gamma}_r &= r \frac{d}{dr} \frac{v}{r} = \Omega_0 \frac{z}{\zeta} \left(1 - \frac{z}{\zeta(r)}\right) \\ &\text{et} \\ \dot{\gamma}_z &= \frac{dv}{dz} = -\Omega_0 \frac{2r}{\zeta} \left(1 - \frac{z}{\zeta}\right) \end{aligned} \tag{C.3}$$

Le rapport de ces deux cisaillements vaut donc, en valeur absolue :

$$\frac{\dot{\gamma}_r}{\dot{\gamma}_z} = \frac{z}{2r} \quad (\text{avec } z < \zeta)$$

A proximité de l'axe de rotation et de la limite d'écoulement, on ne devrait pas pouvoir négliger le terme  $\tau_{\theta r}$ . Nous continuerons pourtant de considérer cette composante nulle, et dans la suite,  $\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_z$ . La description du plan-plan circulaire par notre modèle sera a priori moins performante à proximité de la limite d'écoulement et de l'axe de rotation que loin de ces régions.

### C.1.3 Contraintes normales $\Pi_{\theta\theta}$ , $\Pi_{zz}$ et $\Pi_{rr}$

Les contraintes normales sont les termes qui apparaissent sur la diagonale de  $\bar{\Pi}$ . Quand le fluide est newtonien, les trois termes sont égaux, et représentent la pression dynamique  $p$ . Quand le fluide est non-newtonien, les termes de la diagonale ne sont pas nécessairement

égaux. Les expériences de rhéologie ne permettent jamais de mesurer ces trois composantes, mais seulement deux combinaisons linéaires d'entre eux :  $N_1$  et  $N_2$ , la première et la deuxième différence des forces normales :

$$N_1 = \Pi_{\theta\theta} - \Pi_{zz}$$

$$N_2 = \Pi_{zz} - \Pi_{rr}$$

A l'aide de ces deux quantités, on peut ré-écrire  $\bar{\bar{\Pi}}$  (avec de plus l'hypothèse  $\tau_{\theta r} = 0$ ) :

$$\bar{\bar{\Pi}} = \begin{vmatrix} N_1 + N_2 & \tau_{\theta z} & 0 \\ \tau_{\theta z} & N_2 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{vmatrix} + \Pi_{rr} \bar{\bar{\Pi}}$$

Par identification avec l'expression C.1,  $\Pi_{rr} = P$  et

$$\bar{\bar{\tau}} = \begin{vmatrix} N_1 + N_2 & \tau_{\theta z} & 0 \\ \tau_{\theta z} & N_2 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{vmatrix}$$

On postule les lois suivantes pour  $N_1$  et  $N_2$  :

$$N_1 = \Psi_1 \dot{\gamma}$$

$$N_2 = \Psi_2 \dot{\gamma}$$

Cette écriture laisse penser que la force normale est une fonction impaire du cisaillement, ce qui ne serait pas physiquement acceptable. C'est donc la valeur absolue du cisaillement qui est sous entendue ici. Ces expressions de  $N_1$  et  $N_2$  ne peuvent donc pas être un développement analytique de la force normale en fonction du cisaillement, ce qui est surprenant. Cependant, les expériences et les simulations numériques [] conduisent à ce résultat, que nous utilisons donc aussi pour notre système. Nous gardons pour  $\Psi_1$  et  $\Psi_2$  (3 dimensions) la même forme d'équation constitutive que celle obtenue pour  $\Psi$  (2 dimensions), c'est-à-dire :

$$\Psi_i = \Psi_{i,0} \phi^3 (1 - \phi)^{-1} \quad (\text{C.4})$$

## C.2 Résolution de l'équation de Stokes à trois dimensions

Pour comparer les résultats de notre modèle aux résultats expérimentaux, il faut trouver comment sont reliées les grandeurs calculées à deux dimensions aux grandeurs théoriques à trois dimensions. Pour cela, nous écrivons l'équation de Stokes en coordonnées



cylindriques, puis nous la résolvons en nous appuyant sur les résultats trouvés dans le cas bidimensionnel. Enfin, nous intégrons les résultats entre 0 et  $R_1$  pour les comparer aux résultats expérimentaux.

L'équation de Stokes

$$\mathbf{div}[\Pi] = \Delta\rho\Phi\mathbf{g} \quad (\text{C.5})$$

projetée sur les axes  $\theta$ ,  $z$  et  $r$  conduit à :

$$\frac{\partial(\eta\dot{\gamma})}{\partial z} = 0 \quad (\text{C.6})$$

$$\frac{\partial(\Psi_2\dot{\gamma} + P)}{\partial z} = \lambda\phi \quad (\text{C.7})$$

$$\frac{\partial P}{\partial r} = \frac{(\Psi_1 + \Psi_2)\dot{\gamma}}{r} \quad (\text{C.8})$$

En théorie, nous avons écrit 3 équations pour les 3 inconnues  $P$ ,  $\phi$  et  $\dot{\gamma}$  (ou  $v$ ), et le système est déterminé. Pour simplifier les calculs, nous adoptons le point de vue de Morris et Boulay [68] et nous imposons une équation supplémentaire :  $P = \Psi_3\dot{\gamma}$ . C.8 devient :

$$\frac{\partial\Psi_3\dot{\gamma}}{\partial r} = \frac{(\Psi_1 + \Psi_2)\dot{\gamma}}{r}$$

Dans la limite grande vitesse,  $\dot{\gamma} = k\Omega r/d$  ( $k=1$  si la pâte ne glisse pas). Si on suppose que la fraction volumique est constante dans l'échantillon cisailé à grande vitesse, alors on peut écrire  $\Psi_3 = \Psi_1 + \Psi_2$ . Nous supposons cette égalité vérifiée même à plus faible  $\Omega$ , et on peut ré-écrire C.7 sous la forme :

$$\frac{\partial((\Psi_1 + 2\Psi_2)\dot{\gamma})}{\partial z} = \lambda\phi$$

En l'intégrant sur  $z$  :

$$(\Psi_1 + 2\Psi_2)\dot{\gamma} = \int_0^z \lambda\phi dz' + N(r)$$

Cette expression est identique à l'expression 3.2, si on remplace  $\Psi$  par  $\Psi_1 + 2\Psi_2$ .

## C.3 Lien avec les expériences de rhéologie

### C.3.1 Force normale sur le disque supérieur

Pour passer du modèle plaques parallèles en translation au modèle disques parallèles en rotation, il suffit donc de remplacer la force normale  $\Psi$  par la somme  $\Psi_1 + 2\Psi_2$  puis d'intégrer l'égalité.

$$N(r) = [(\Psi_1 + 2\Psi_2)\dot{\gamma}]_{z=0}$$

entre 0 et  $R_1$ .

Entre deux plaques parallèles, nous avons montré que  $[\Psi\dot{\gamma}]_{z=0} = \frac{\Psi_0 V_0}{\delta}$ . Donc si par ailleurs on suppose qu'il n'y a pas de migration radiale des particules, alors  $\bar{\phi}$ , et donc  $\delta$ , ne dépendent pas de  $r$ . Dans la limite asymptotique, le coefficient  $k = V_0/V$  ne dépend plus de  $r$ , et il vient :

$$\mathcal{N} = \int_0^{R_1} 2\pi r N(r) dr = \frac{2}{3}(\Psi_{10} + 2\Psi_{20}) \frac{k\Omega R_1}{\delta} \pi R_1^2$$

Le rhéomètre donne en fait non pas  $\mathcal{N}$ , mais la contrainte normale  $\tau_N$ . Ces deux grandeurs sont reliées par :

$$\tau_N = \frac{2}{\pi R_1^2} \mathcal{N}$$

Nous calculons donc d'après cette formule la contrainte normale théorique ressentie par la plaque supérieure, et nous la comparons à la contrainte donnée par le rhéomètre.

### C.3.2 Contrainte tangentielle : effets de taille finie

Pour calculer la contrainte tangentielle théorique à 3 dimensions, la simple intégration des résultats du modèle bidimensionnel entre 0 et  $R_1$  suffit :

$$\begin{aligned} \mathcal{M}_{pp} &= \int_0^{R_1} ([\eta\dot{\gamma}]_{z=0} r) 2\pi r dr \\ &= \eta_0 \frac{k\Omega R_1^2}{2\delta} \pi R_1^2 \end{aligned}$$

Mais contrairement au cas des contraintes normales, on ne peut pas comparer directement cette expression aux résultats expérimentaux.

En effet, une complication liée à la géométrie utilisée apparaît. Du point de vue des forces exercées par la plaque supérieure sur la pâte, la géométrie fond de Couette (rappelée sur la figure C.1) n'est pas tout à fait équivalente à la géométrie plan-plan idéale. Le couple  $\mathcal{M}$  nécessaire pour mettre le disque supérieur en mouvement peut schématiquement se décomposer de la manière suivante :

- la contribution principale  $\mathcal{M}_{pp}$ , identique au couple mesuré en géométrie idéale, est due au cisaillement entre les deux disques de rayon  $R_1$  distants de  $d$ ,
- une contribution  $\mathcal{M}_{va}$  est due au cisaillement dans le volume annulaire d'épaisseur  $R_2 - R_1 = e$  et de hauteur  $h$ ,
- une contribution  $\mathcal{M}_c$  est due à la paroi verticale immobile du cylindre extérieur.

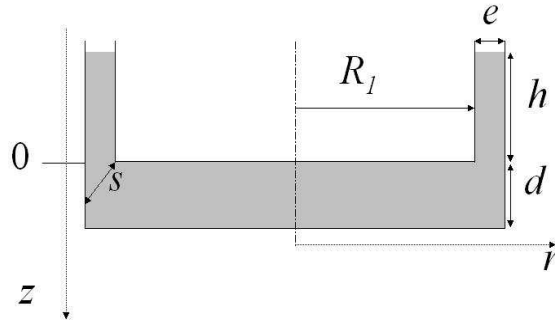


FIG. C.1 – Schéma du fond de Couette.

Calculons séparément chacune de ces contributions, dans le cas d'un fluide de viscosité constante  $\eta_0$ .

$$\begin{aligned} \mathcal{M}_{pp} &= \int_0^{R_1} \tau_{pp} r 2\pi r \, dr && \text{où } \tau_{pp} = \eta_0 \Omega r / d \\ \mathcal{M}_{va} &= \int_0^h \tau_{va} R_1 2\pi R_1 \, dz && \text{où } \tau_{va} = \eta_0 \Omega R_1 / e \\ \mathcal{M}_c &= \int_0^d \tau_c R_1 2\pi R_1 \, dz && \text{où } \tau_c = \eta_0 \Omega R_1 / s, \text{ et } s^2 = z^2 + e^2 \end{aligned}$$

Soit

$$\begin{aligned} \mathcal{M}_{pp} &= 2\pi\eta_0\Omega \frac{R_1^4}{4d} \\ \mathcal{M}_{va} &= 2\pi\eta_0\Omega \frac{R_1^3 h}{e} \\ \mathcal{M}_c &= 2\pi\eta_0\Omega R_1^3 \ln \left( \frac{d}{e} + \sqrt{1 + \frac{d^2}{e^2}} \right) \simeq 2\pi\eta_0\Omega R_1^3 \ln \left( \frac{2d}{e} \right) \end{aligned}$$

dans l'hypothèse où  $d \gg e$ . Le couple total expérimentalement mesuré en géométrie fond de Couette s'écrit donc :

$$\mathcal{M}_{exp} = \mathcal{M}_{pp} \left( 1 + \frac{4hd}{eR_1} + \frac{4d}{R_1} \ln \left( \frac{2d}{e} \right) \right)$$

et il surestime le couple qui aurait été mesuré en géométrie plan-plan circulaire idéal.

Le couple  $\mathcal{M}_{exp}$  mesuré et la contrainte  $\tau_{exp}$  donnée par le logiciel du rhéomètre sont reliées par :

$$\mathcal{M}_{exp} = \tau_{exp} \frac{\pi R_1^3}{2}$$

donc il vient

$$\begin{aligned} \tau_{exp} &= \tau_{pp} \left( 1 + \frac{4hd}{eR_1} + \frac{4d}{R_1} \ln \left( \frac{2d}{e} \right) \right) \\ &= \frac{\eta_0 \Omega R_1}{d} \left( 1 + \frac{4hd}{eR_1} + \frac{4d}{R_1} \ln \left( \frac{2d}{e} \right) \right) \end{aligned} \quad (\text{C.9})$$

Nous avons vérifié cette formule grâce à une expérience de cisaillement menée sur du fluide pur. Le fluide occupe l'espace entre les disques, et « déborde » dans le volume annulaire sur une hauteur  $h$  variable. Nous mesurons la contrainte exercée par le disque supérieur en fonction de  $\Omega$ , pour différentes hauteur  $h$ . Les résultats sont portés sur la figure C.2, en même temps que les prévisions de la formule C.9 ( $\eta_0=22$  cP,  $e=1,5$  mm,  $d=5$  mm,  $R_1=18,5$  mm).

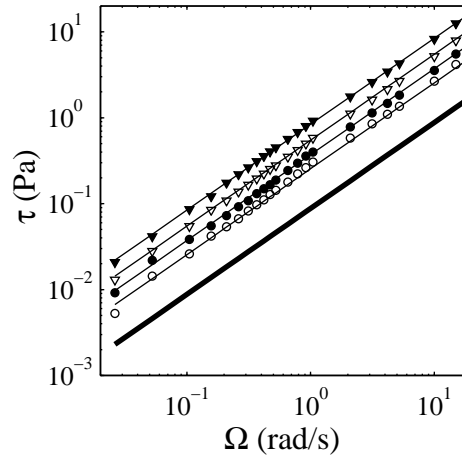


FIG. C.2 – Contrainte tangentielle mesurée en plan-plan pour différentes hauteurs de fluide dans le volume annulaire entre les cylindres :  $\blacktriangledown$  :  $h=10$  mm,  $\nabla$  :  $h=5$  mm,  $\bullet$  :  $h=2$  mm,  $\circ$  :  $h=0$ . Les lignes en trait plein sont les prévisions de l'équation C.9 pour ces valeurs de  $h$  et  $\eta_0=22$  cP,  $e=1,5$  mm,  $d=5$  mm,  $R_1=18,5$  mm. La ligne en trait gras est la prédiction en géométrie plan-plan idéale, i.e. sans paroi verticale.

Il y a un très bon accord entre les points expérimentaux et théoriques, ce qui valide le calcul ci-dessus.

Malheureusement, la formule C.9 ne s'applique que dans le cas d'un fluide newtonien. Dans le cas de nos pâtes granulaires, nous ne savons pas estimer la correction due aux

parois verticales, car il y a du glissement à ces parois et car la hauteur cisailée dépend de  $\Omega$ . Cependant, si l'expérience est préparée de manière à ce que le milieu granulaire soit exactement compris entre les plans  $z = 0$  et  $z = d$ , et que seul le fluide pur en excès occupe le volume annulaire, on peut encore soustraire la contribution  $\tau_{va}$ , et l'écart entre contrainte « idéale » et contrainte mesurée n'est plus dû qu'à l'effet des parois verticales. Nous avons supposé que dans le cas des granulaires, que la correction des parois verticales gardait la même expression. Autrement dit, nous supposons vraie l'égalité suivante :

$$\tau_{exp} - \tau_{va}^{fluide\ pur} = \tau_{pp} \left( 1 + \frac{4d}{R_1} \ln \left( \frac{2d}{e} \right) \right) \quad (\text{C.10})$$

dont nous déduisons  $\tau_{pp}$ . Dans ce manuscrit, toutes les mesures rhéologiques obtenues sont d'abord corrigées de la contribution du fluide dans le volume annulaire, puis divisées par le coefficient  $(1 + (4d/R_1) \ln(2d/e))$ . Nous obtenons ainsi une estimation de la contrainte qui serait mesurée en plan-plan idéal, et nous la comparons à la contrainte calculée par le modèle.

Nous distinguons ainsi  $\tau$  : contrainte donnée par le modèle entre 2 plaques parallèles infinies, et  $\tau'$  : contrainte calculée entre 2 disques plans, ou corrigée d'après les mesures expérimentales.

**Remarque : pertinence de la correction C.10** Nous avons vu que la formule C.10 reproduit bien les données expérimentales pour un fluide newtonien. Cependant, nous reconnaissons que sa validité est contestable dans le cas des pâtes granulaires, à cause de la dépendance en  $d$  du facteur correctif. En effet, expérimentalement, nous nous attendons à ce qu'à vitesse  $\Omega$  donnée, les mesures de contraintes fournies par le rhéomètre ne dépendent pas de l'épaisseur de l'échantillon, à partir du moment où  $d > \zeta_{max}$ .

L'idée la plus naturelle, pour améliorer l'expression C.10, serait d'y remplacer  $d$  par  $\zeta$ , ou bien, comme  $\zeta$  dépend de  $r$  par la valeur maximum de  $\zeta$  à chaque vitesse  $\Omega$ . Cette solution n'est pas non plus adéquate, car le facteur correctif deviendrait ainsi une fonction non linéaire de  $\Omega$ , et l'appliquer aux données brutes changerait le comportement rhéologique apparent de la pâte...

Faute d'une meilleure correction, nous conservons donc l'expression C.10. Les résultats de rhéométrie que nous donnons dans ce manuscrit ne sont donc pas quantitatifs, mais fournissent néanmoins des ordres de grandeur tout à fait raisonnables.

# Bibliographie

- [1] « <http://www.ica1.uni-stuttgart.de/images/packing.mpg> ». Résultats de simulations numériques sous forme d'animations.
- [2] J. R. ABBOTT, A. L. GRAHAM, L.A. MONDY, et H. BRENNER. « Dispersion of a ball settling through a quiescent neutrally buoyant suspension ». *J. Fluid Mech.*, 361 : 309–331, 1998.
- [3] J. R. ABBOTT, N. TETLOW, A. L. GRAHAM, S. A. ALTOBELLI, E. FUKUSHIMA, L. A. MONDY, et T. S. STEPHENS. « Experimental observations of particle migration in concentrated suspensions : Couette flow ». *J. Rheol.*, 35(5) : 773–795, 1991.
- [4] A. ACRIVOS et E. HERBOLZHEIMER. « Enhanced sedimentation in settling tanks with inclined walls ». *J. Fluid Mech.*, 92(3) : 435–457, 1978.
- [5] C. ANCEY. « Rhéophysique des suspensions concentrées. Application à la géophysique alpine ». Habilitation à Diriger des Recherches, Cemagref, 2002.
- [6] C. D. ANDERECK, S. S. LIU, et H. L. SWINNEY. « Flow regimes in a circular Couette system with independently rotating cylinders ». *J. Fluid Mech.*, 164 : 155–183, 1986.
- [7] C. BARENTIN, E. AZANZA, et B. POULIGNY. « Flow and segregation in sheared granular slurries ». *Europhys. Lett.*, 66 : 139, 2004.
- [8] H. A. BARNES. « A review of the slip (wall depletion) of polymer solutions, emulsions and particle suspensions in viscometers : its cause, character and cure ». *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, 56 : 221–251, 1995.
- [9] G. K. BATCHELOR et J. T. GREEN. « A mechanism for non-Newtonian flow in suspensions of rigid spheres ». *J. Fluid Mech.*, 56 : 401, 1972.
- [10] G. K. BATCHELOR et R. W. Janse van RENSBURG. « Structure formation in bidisperse sedimentation ». *J. Fluid Mech.*, 166 : 379 – 407, 1986.
- [11] R. B. BIRD, R. C. ARMSTRONG, et O. HASSAGER. *Dynamics of polymeric liquids. Vol. 1 Fluid Mechanics*. John Wiley and Sons (New-York), 1987.

- [12] L. BOCQUET, W. LOSERT, D. SCHALK, T. C. LUBENSKY, et J. P. GOLLUB. « Granular shear flow dynamics and forces : experiment and continuum theory ». *Phys. Rev. E*, 65 : 011307, 2001.
- [13] D. BONAMY, F. DAVIAUD, L. LAURENT, M. BONETTI, et J. P. BOUCHAUD. « Multiscale clustering in granular surface flows ». *Phys. Rev. Lett.*, 89(3) : 034301, 2002.
- [14] J. F. BRADY. « The rheological behavior of concentrated colloidal dispersions ». *J. Chem. Phys.*, 99(1) : 567–581, 1993.
- [15] V. BREEDVELD, D. van den ENDE, M. BOSSCHER, R. J. J. JONGSCHAAP, et J. MELLEMA. « Measurement of the full shear-induced self-diffusion tensor of noncolloidal suspensions ». *J. Chem. Phys.*, 116(23) : 10529–10535, 2002.
- [16] F. BROCHARD et P.G. de GENNES. « Shear-dependent slippage at a polymer/solid interface ». *Langmuir*, 8 : 3033, 1992.
- [17] D. BRONE et F. J. MUZZIO. « Size segregation in vibrated granular systems : a reversible process ». *Phys. Rev. E*, 56(1) : 1059–1063, 1997.
- [18] C. CHANG et R. L. POWELL. « The rheology of bimodal hard-sphere dispersions ». *Phys. Fluids*, 6 : 1628–1636, 1994.
- [19] S. L. CONWAY, T. SHINBROT, et B. J. GLASSER. « A Taylor vortex analogy in granular flows ». *Nature*, 431 : 433–437, 2004.
- [20] C. COSTE. « Shearing of a confined granular layer : Tangential stress and dilatancy ». *Phys. Rev. E*, 70 : 051302, 2004.
- [21] P. COUSSOT et C. ANCEY. « Rheophysical classification of concentrated suspensions and granular pastes ». *Phys. Rev. E*, 59(4) : 4445–4457, 1999.
- [22] P. COUSSOT et C. ANCEY. *Rhéophysique des pâtes et des suspensions*. EDP Sciences (Paris), 1999.
- [23] F. Da CRUZ. « *Ecoulements de grains secs : frottement et blocage* ». Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 2004.
- [24] A. EINSTEIN. *Investigations on the theory of the Brownian movement*. Dover publications, 1956. Traduction de A. D. Cowper.
- [25] T. ELPERIN et A. VIKHANSKY. « Mechanism of the onset of axial segregation in a rotating cylindrical drum filled with binary granular mixtures ». *Phys. Rev. E*, 60(2) : 1946–1950, 1999.
- [26] Y. FORTERRE et O. POULIQUEN. « Longitudinal vortices in granular flows ». *Phys. Rev. Lett.*, 86(26) : 5886–5889, 2001.

- [27] Y. FORTERRE et O. POULIQUEN. « Stability analysis of rapid granular chute flows : formation of longitudinal vortices ». *J. Fluid Mech.*, 467 : 361–387, 2002.
- [28] N. A. FRANKEL et A. ACRIVOS. « On the Viscosity of a Concentrated Suspension of Solid Spheres ». *Chem. Eng. Sci.*, 22 : 847–853, 1967.
- [29] P. GONDRET et L. PETIT. « Dynamic viscosity of macroscopic suspensions of bimodal sized solid spheres ». *Trans. Soc. Rheol.*, 41(6) : 1261, 1997.
- [30] R. GOVINDARAJAN, P. R. NOTT, et S. RAMASWAMY. « Theory of suspension segregation in partially filled horizontal rotating cylinders ». *Phys. Fluids*, 13(12) : 3517–3520, 2001.
- [31] F. GOZALBÈS. « Rapport : synthèse de traceurs optiques et réalisation d’une pâte granulaire ». ENSCPB-CNRS-SNPE, 2000.
- [32] A. L. GRAHAM, S. A. ALTOBELLI, E. FUKUSHIMA, L. A. MONDY, et T. S. STEPHENS. « Note : NMR imaging of shear-induced diffusion and structure in concentrated suspensions undergoing Couette flow ». *J. Rheol.*, 35(1) : 191–201, 1991.
- [33] E. GUYON, J.-P. HULIN, et L. PETIT. *Hydrodynamique physique*. InterEditions-Éditions du CNRS, 1991.
- [34] H. HERVET et L. LÉGER. « Flow with slip at the wall : from simple to complex fluids ». *C. R. Physique* 4, 2003.
- [35] L. HEYMANN, S. PEUKERT, et N. AKSEL. « On the solid-liquid transition of concentrated suspensions in transient shear flow ». *Rheol. Acta*, 41 : 307–315, 2002.
- [36] K. M. HILL, A. CAPRIHAN, et J. KAKALIOS. « Bulk segregation in rotated granular material measured by magnetic resonance imaging ». *Phys. Rev. Lett.*, 78(1) : 50–53, 1997.
- [37] D. HOWELL. [http://www.phy.duke.edu/~dhowell/stress\\_disk.qt](http://www.phy.duke.edu/~dhowell/stress_disk.qt).
- [38] D. HOWELL, R. P. BEHRINGER, et C. VEJE. « Stress fluctuations in a 2D granular Couette experiment : a continuous transition ». *Phys. Rev. Lett.*, 82 : 5241–5244, 1999.
- [39] S.-S. HSIAU, P.-C. WANG, et C.-H. TAI. « Convection cells and segregation in a vibrated granular bed ». *AIChE Journal*, 48(7) : 1430–1438, 2002.
- [40] N. HUANG, G. OVARLEZ, F. BERTRAND, S. RODTS, P. COUSSOT, et D. BONN. « Flow of wet granular materials ». *Phys. Rev. Lett.*, 94, 2005.
- [41] D. A. HUERTA et J. C. RUIZ-SUÁREZ. « Vibration induced segregation : a phenomenon driven by three mechanisms ». *Phys. Rev. Lett.*, 92(11) : 114301, 2004. **idid.** *Phys. Rev. Lett.* 93(6)-069901.



- [42] D. M. HUSBAND et L. A. MONDY. « Direct measurements of shear-induced particle migration in suspensions of bimodal spheres ». *Rheol. Acta*, 33 : 185–192, 1994.
- [43] H. M. JAEGER et S. R. NAGEL. « Granular solids, liquids and gases ». *Rev. Mod. Phys.*, 68(4) : 1259–1273, 1996.
- [44] N. JAIN, D. V. KHAKHAR, R. M. LUEPTOW, et J. M. OTTINO. « Self-Organization in granular slurries ». *Phys. Rev. Lett.*, 86(17) : 3771–3774, 2001.
- [45] B. JIN et A. ACRIVOS. « Rimming flows with an axially varying viscosity ». *Phys. Fluids*, 16(3) : 633–640, 2004.
- [46] B. JIN et A. ACRIVOS. « Theory of particle segregation in rimming flows of suspensions containing neutrally buoyant particles ». *Phys. Fluids*, 16(3) : 641–651, 2004.
- [47] H. JORQUERA et J. S. DAHLER. « A kinetic theory of suspensions. III. Hard spheres and lubrication dynamics ». *J. Chem. Phys.*, 102(15) : 6180–6188, 1995.
- [48] R. KHOSROPOUR, J. ZIRINSKI, H.K. PAK, et R.P. BEHRINGER. « Convection and size segregation in a Couette flow of granular material ». *Phys. Rev. E*, 56(4) : 4467–4473, 1997.
- [49] J. B. KNIGHT, H. M. JAEGER, et S. R. NAGEL. « Vibration induced size-separation in granular media : the convection connection ». *Phys. Rev. Lett.*, 74(24) : 3728–3731, 1993.
- [50] L. KONDIC et R. P. BEHRINGER. « Elastic energy, fluctuations and temperature for granular materials ». *Europhys. Lett.*, 67(2) : 205–211, 2004.
- [51] I. M. KRIEGER et T. J. DOUGHERTY. « A mechanism for non-Newtonian flow in suspensions of rigid spheres ». *J. Rheol.*, 3 : 137–152, 1959.
- [52] G. P. KRISHNAN, S. BEIMFOHR, et D. T. LEIGHTON. « Shear-induced radial segregation in bidisperse suspensions ». *J. Fluid Mech.*, 321 : 371–393, 1996.
- [53] R. G. LARSON. *The structure and rheology of complex fluids*. Oxford University Press, Inc, 1999.
- [54] J. LEE et A. J. C. LADD. « Axial segregation of a settling suspension in a rotating cylinder ». *Phys. Rev. Lett.*, 95 : 048001, 2005.
- [55] L. LEE et A. LADD. « Axial segregation in a cylindrical centrifuge ». *Phys. Rev. Lett.*, 89(10) : 104301, 2002.
- [56] D. LEIGHTON et A. ACRIVOS. « The shear-induced migration of particles in concentrated suspensions ». *J. Fluid Mech.*, 181 : 415, 1987.

- [57] M. LENOBLE, P. SNABRE, et B. POULIGNY. « The flow of a very concentrated slurry in a parallel-plate device : influence of gravity ». *Phys. Fluids*, 17 : 073303, 2005.
- [58] S. G. LIPSON et G. SEIDEN. « Particle banding in rotating fluids : a new pattern-forming system ». *Physica A*, 314 : 272–277, 2002.
- [59] W. LOSERT, L. BOCQUET, T. C. LUBENSKY, et J. P. GOLLUB. « Particle dynamics in sheared granular matter ». *Phys. Rev. Lett.*, 85(7) : 1428–1431, 2000.
- [60] M. K. LYON et L. G. LEAL. « An experimental study of the motion of concentrated suspensions in two-dimensional channel Flow. Part 1. Monodisperse systems ». *J. Fluid Mech.*, 363 : 25–56, 1998.
- [61] W. R. MATSON, B. J. ACKERSON, et P. TONG. « Pattern formation in a rotating suspension of non-Brownian settling particles ». *Phys. Rev. E*, 67 : 050301, 2003.
- [62] M. E. MÖBIUS, B. E. LAUDERDALE, S. R. NAGEL, et H. M. JAEGER. « Size separation of granular particles ». *Nature*, 414 : 270, 2001.
- [63] S. MEEKER, R. BONNECAZE, et M. CLOÏTRE. « Slip and flow in soft particle pastes ». *Phys. Rev. Lett.*, 92(19), 2004.
- [64] D. MEHRI. « *Migration et ségrégation des particules dans les suspensions concentrées : étude expérimentale et modélisation* ». Thèse de doctorat, Université de Nice Sophia-Antipolis, 2001.
- [65] GDR MIDI. « On dense granular flows ». *Eur. Phys. J. E*, 14 : 341–365, 2004.
- [66] B. MILLER, C. O’HERN, et R. P. BEHRINGER. « Stress fluctuations for continuously sheared granular materials ». *Phys. Rev. Lett.*, 77(15) : 3110–3113, 1996.
- [67] P. MILLS et P. SNABRE. « Rheology and structure of concentrated suspensions of spheres. Shear induced particle migration ». *J. Phys. II France*, 5 : 1597–1608, 1995.
- [68] J. F. MORRIS et F. BOULAY. « Curvilinear flow of noncolloidal suspensions : the role of normal stresses ». *J. Rheol.*, 43 : 1213, 1999.
- [69] C. MÉTAYER. Expériences en cours.
- [70] M. NEWEY, J. OZIK, S. M. Van der MEER, E. OTT, et W. LOSERT. « Band in band segregation of multidisperse granular mixtures ». *Europhys. Lett.* preprint.
- [71] P. R. NOTT et J. F. BRADY. « Pressure-driven flow of suspensions : simulations and theory ». *J. Fluid Mech.*, 275 : 157–199, 1994.
- [72] G. Y. ONODA et E. G. LINIGER. « Random loose packings of uniform spheres and the dilatancy onset ». *Phys. Rev. Lett.*, 64(22) : 2727–2730, 1990.

- [73] P. PAKDEL et G. H. MCKINLEY. « Elastic instability and curved streamlines ». *Phys. Rev. Lett.*, 77(12) : 2459, 1996.
- [74] R. PESCHÉ. « *Etude par simulation numérique de la ségrégation de particules dans une suspensions bidisperse* ». Thèse de doctorat, Université de Nice Sophia-Antipolis, 1998.
- [75] P. PHILIPPE et D. BIDEAU. « Compaction dynamics of a granular medium under vertical tapping ». *Europhys. Lett.*, 60(5) : 677–683, 2002.
- [76] R. J. PHILLIPS, R. C. ARMSTRONG, R. A. BROWN, A. L. GRAHAM, et J. R. ABBOTT. « A constitutive equation that accounts for shear-induced particle migration ». *Phys. Fluids A*, 4 : 30, 1992.
- [77] B. POULIGNY. En cours.
- [78] T. PÖSCHEL et H. J. HERRMANN. « Size segregation and convection ». *Europhys. Lett.*, 29(2) : 123–129, 1995.
- [79] D. C. RAPAPORT. « Simulational studies of axial granular segregation in a rotating cylinder ». *Phys. Rev. E*, 65 : 061306, 2002.
- [80] J. F. RICHARDSON et W. N. ZAKI. « The sedimentation of uniform spheres under conditions of viscous flow ». *Chem. Eng. Sci.*, 3 : 65–73, 1954.
- [81] A. ROSATO, K. J. STRANDBURG, et F. PRINZ. « Why the Brazil nuts are on top : size segregation of particulate matter by shaking ». *Phys. Rev. Lett.*, 58(10) : 1038–1040, 1987.
- [82] A. SANTOMASO, M. OLIVI, et P. CANU. « Mechanisms of mixing of granular materials in drum mixers under rolling regime ». *Chem. Eng. Sci.*, 59 : 3269–3280, 2004.
- [83] E. S. G. SHAQFEH. « Purely elastic instabilities in viscometric flows ». *Annu. Rev. Fluid Mech.*, 28 : 129, 1996.
- [84] A. SHAULY, A. WACHS, et A. NIR. « Shear induced particle migration in a polydisperse concentrated suspension ». *J. Rheol.*, 42(6) : 1329–1348, 1998.
- [85] T. SHINBROT et F. J. MUZZIO. « Reverse buoyancy in shaken granular beds ».
- [86] P. SNABRE. Discussions privées.
- [87] P. SNABRE et P. MILLS. « Settling and fluidization of non Brownian hard spheres in a viscous liquid ». *Eur. Phys. J. E*, 1 : 105–114, 1999.
- [88] J. J. STICHEL et R. L. POWELL. « Fluid mechanics and rheology of dense suspensions ». *Annu. Rev. Fluid Mech.*, 37 : 129–149, 2005.

- [89] N. TABERLET, W. LOSERT, et P. RICHARD. « Understanding the dynamics of segregation bands of simulated granular material in a rotating drum ». *Europhys. Lett.*, 68(4) : 522–528, 2004.
- [90] N. TETLOW et A. L. GRAHAM. « Particle migration in a Couette apparatus : experiment and modeling ». *J. Rheol.*, 42(2) : 307–327, 1998.
- [91] P. A. THOMPSON et G. S. GREST. « Granular flow : Friction and the dilatancy transition ». *Phys. Rev. Lett.*, 67(13) : 1751–1754, 1991.
- [92] H. J. TILLEMANS et H. J. HERRMANN. « Simulating deformations of granular solids under shear ». *Physica A*, 217 : 261–288, 1995.
- [93] B. D. TIMBERLAKE et J. F. MORRIS. « Concentration band dynamics in free-surface Couette flow of a suspension ». *Phys. Fluids*, 14(5) : 1580–1589, 2002.
- [94] M. TIRUMKUDULU, A. MILEO, et A. ACRIVOS. « Particle segregation in monodisperse sheared suspensions in a partially filled rotating horizontal cylinder ». *Phys. Fluids*, 12(6) : 1615–1618, 2000.
- [95] J.-C. TSAI et J. P. GOLLUB. « Slowly sheared dense granular flows : crystallization and nonunique final states ». *Phys. Rev. E*, 70 : 031303, 2004.
- [96] J.-C. TSAI, G. A. VOTH, et J. P. GOLLUB. « Internal granular dynamics, shear-induced crystallization, and compaction steps ». *Phys. Rev. Lett.*, 91(6) : 064301, 2003.
- [97] C. VÖLTZ, M. NITSCHKE, L. HEYMANN, et I. REHBERG. « Thixotropy in macroscopic suspensions of spheres ». *Phys. Rev. E*, 65 : 051402, 2002.
- [98] I. E. ZARRAGA, D. A. HILL, et D. T. LEIGHTON. « The characterization of the total stress of concentrated suspensions of noncolloidal spheres in Newtonian fluids ». *J. Rheol.*, 44 : 185, 2000.