



HAL
open science

Rhéologie des pâtes granulaires

Guillaume Ovarlez

► **To cite this version:**

Guillaume Ovarlez. Rhéologie des pâtes granulaires. Dynamique des Fluides [physics.flu-dyn]. Université Paris-Est, 2011. tel-00631615

HAL Id: tel-00631615

<https://theses.hal.science/tel-00631615v1>

Submitted on 12 Oct 2011

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.

UNIVERSITÉ PARIS EST

Mémoire présenté pour l'obtention de
L'HABILITATION A DIRIGER DES RECHERCHES

par

Guillaume Ovarlez

Rhéologie des pâtes granulaires

Soutenue le 26 mai 2011 devant la commission d'examen composée de :

M. Lydéric Bocquet	<i>examineur</i>
M. Philippe Coussot	<i>examineur</i>
M. Reinhard Höhler	<i>rapporteur</i>
M. Mathieu Joanicot	<i>examineur</i>
M. Olivier Pouliquen	<i>rapporteur</i>
M. Jan Vermant	<i>rapporteur</i>

Table des matières

Introduction	3
I Rhéologie macroscopique et comportement local	5
1 Rhéométrie des pâtes granulaires	5
2 Rhéologie par IRM	7
2.a Dispositif et principe des mesures	7
2.b Mesures locales en géométrie de Couette	8
II Suspensions de particules non-colloïdales dans des fluides newtoniens	9
1 Matériaux	11
2 Seuil et viscosité	11
2.a Comportement macroscopique/comportement local	11
2.b Seuil et bandes de cisaillement	14
2.c Viscosité locale	17
3 Effets inertiels et rhéoépaississement	21
3.a Comportement stationnaire	22
3.b Migration	23
3.c Rhéoépaississement macroscopique	25
3.d Autres résultats sur le rhéoépaississement	26
<i>Collaborations</i>	27
III Fluides à seuil	29
1 Bandes de cisaillement	29
2 Comportement des fluides à seuil simples	34
2.a Hétérogénéités	34
2.b Comportement local	35
2.c Au-delà du cisaillement simple	38
3 Fluides à seuil thixotropes	44
3.a Transition liquide-solide	45
3.b Thixotropie des matériaux cimentaires	52
3.c Coulage d'un matériau thixotrope dans un coffrage	55
<i>Collaborations</i>	58
IV Suspensions de particules et bulles dans des fluides à seuil	59
1 Suspensions de particules rigides	60
1.a Prédictions théoriques	60

1.b	Suspensions modèles, monodisperses et isotropes	61
1.c	Suspensions bidisperses	66
1.d	Application aux matériaux cimentaires	71
2	Suspensions de bulles	74
2.a	Aspects théoriques	75
2.b	Formulation d'un matériau modèle	76
2.c	Premiers résultats expérimentaux	77
2.d	Application aux matériaux du génie civil	79
3	Hétérogénéités	80
3.a	Migration	80
3.b	Glissement avec un outil "vane"	81
3.c	Sédimentation induite par le cisaillement	84
	<i>Collaborations</i>	89
	Bibliographie	91
	Annexe CV et liste de publications	99
1	Curriculum Vitæ	101
2	Liste de publications	104

Introduction

Dans ce mémoire, je synthétise les résultats des recherches que j'ai menées sur les propriétés rhéologiques des pâtes granulaires au sein du Laboratoire des Matériaux et Structures du Génie Civil (puis Laboratoire Navier) depuis mon intégration au CNRS en octobre 2003.

Le parcours qui m'a mené à ces travaux n'a pas été linéaire. Après une formation de base en physique et mécanique, je me suis en effet tout d'abord spécialisé en physique quantique, plus spécifiquement en physique des particules élémentaires, et ai effectué une première année de travaux doctoraux en théorie des cordes. Je me suis ensuite réorienté en physique expérimentale dans un domaine beaucoup plus macroscopique, celui des matériaux granulaires. Au cours de ma thèse, j'ai étudié les propriétés statiques et dynamiques des matériaux granulaires confinés, et leur lien avec la loi de comportement de ces matériaux en régime solide et leurs propriétés de frottement aux parois. Ces travaux ont donné lieu à quatre publications [Ovarlez *et al.* (2001, 2003); Ovarlez & Clément (2003, 2005)]; ils ne sont pas traités dans ce manuscrit.

A l'issue de cette thèse, après une courte année de transition à m'initier à la mécanique des fluides, j'ai intégré le CNRS (section 9) au LMSGC avec pour projet initial d'étudier les comportements des suspensions concentrées de particules non-colloïdales, et plus spécifiquement les problèmes de localisation du cisaillement et de migration dans ces matériaux. La position originale du LMSGC, unité mixte du CNRS et de l'ENPC avec le Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC), m'a ouvert aux problèmes posés par la mise en œuvre des matériaux du génie civil, ce qui m'a amené à m'intéresser plus généralement au comportement des pâtes granulaires.

Les pâtes granulaires, telles les laves torrentielles, la terre crue, les pâtes alimentaires, les bétons frais et les mousses de plâtre, sont des suspensions concentrées de particules très polydisperses (du nm au cm), qui impliquent une grande diversité d'interactions physiques entre particules (colloïdales, hydrodynamiques, contacts). Ce sont généralement des matériaux à seuil, qui ne s'écoulent que sous l'effet d'une contrainte de cisaillement suffisamment forte. Cette caractéristique joue un rôle particulièrement important dans la mise en œuvre des matériaux du génie civil. Le comportement des pâtes granulaires dépend par ailleurs généralement de leur histoire d'écoulement, à travers des phénomènes réversibles comme la thixotropie (qui se traduit par leur vieillissement en régime solide, et leur fluidification lorsqu'ils sont cisailés) et des phénomènes irréversibles comme le développement d'hétérogénéités de concentration sous cisaillement.

Au cours de mes recherches, je me suis appliqué à isoler les phénomènes observés dans les pâtes granulaires et à identifier leur origine microscopique, puis à modéliser le comportement macroscopique de ces matériaux. J'ai choisi pour cela d'effectuer des

études expérimentales détaillées sur des matériaux à caractère modèle. J'ai notamment cherché à prédire les conditions de blocage de leurs écoulements, à déterminer l'évolution de leurs propriétés rhéologiques en fonction de la concentration en particules, et à mieux comprendre les conditions de développement d'hétérogénéités. Je me suis par ailleurs attaché à valoriser mes travaux dans les domaines de la rhéologie et de la mise en œuvre des bétons frais, par des collaborations avec le LCPC et à travers une activité contractuelle importante (voir CV p.99).

Je me suis tout d'abord intéressé aux suspensions de particules non-colloïdales (chapitre II) dans le cas où le fluide suspendant est newtonien. Les problèmes posés par les bétons frais dans lesquels les particules non-colloïdales (les granulats) sont plongées dans une matrice à seuil thixotrope (la pâte de ciment) m'ont amené naturellement, dans une démarche de changement d'échelle, à étudier les suspensions de particules en interaction à travers un fluide à seuil (chapitre IV) et à m'intéresser aux propriétés des matériaux à seuil simples et thixotropes (chapitre III), en me concentrant sur leur transition liquide/solide.

Dans la suite, je synthétise les résultats des recherches que j'ai menées dans les trois axes évoqués ci-dessus (chapitres II à IV), en m'appuyant sur les principales publications dans lesquelles ces travaux ont été publiés. Le mémoire est complété par mon curriculum viatæ et par la liste complète des mes publications (annexe). Les travaux présentés ici ont bénéficié de nombreuses collaborations ; la liste des personnes impliquées dans chaque étude figure à la fin des chapitres II à IV.

Dans ce manuscrit, afin de rester synthétique, j'ai choisi de mettre en avant la démarche suivie pour étudier les divers problèmes abordés sans présenter d'études bibliographiques détaillées ; celles-ci peuvent être trouvées dans les publications. De même, les systèmes étudiés sont décrits de façon succincte : on trouvera tous les détails dans les publications.

Avant de rentrer dans le détail de mes recherches, j'introduis dans le chapitre suivant l'intérêt de l'obtention d'informations locales lors des écoulements de pâtes granulaires, et je présente brièvement le dispositif de rhéométrie par IRM qu'on retrouvera à de nombreuses reprises dans ce manuscrit.

Chapitre I

Rhéologie macroscopique et comportement local

1 Rhéométrie des pâtes granulaires

La caractérisation rhéologique des pâtes granulaires pose problème [Coussot (2005)]. Ceci est illustré par les mesures de Ferraris & Brower (2001), effectuées en parallèle sur les mêmes gâchées de béton frais à l'aide de cinq rhéomètres différents (Fig. I.1). On observe en effet que les valeurs de viscosité plastique données par ces différents rhéomètres peuvent différer d'un facteur 5 à 10 sur un même matériau. On remarque cependant que les valeurs relevées par les rhéomètres suivent globalement la même évolution lorsqu'on change le matériau étudié; il semble donc que les différences quantitatives soient dues à des artefacts systématiques.

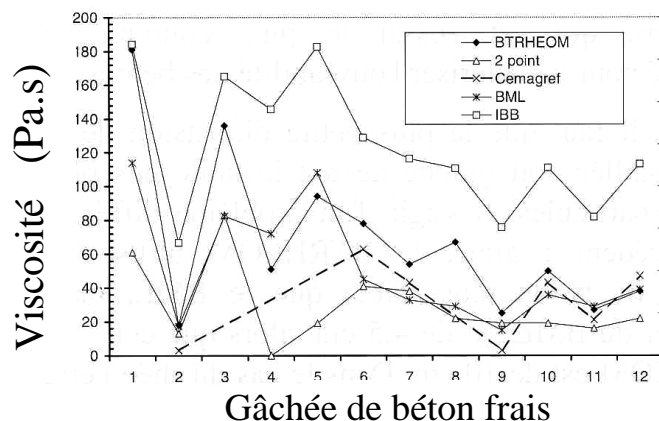


FIGURE I.1 – Viscosités plastiques mesurées en parallèle avec 5 rhéomètres différents sur 12 gâchées de béton frais (figure extraite de Ferraris & Brower (2001).)

Pour comprendre ces observations, il faut revenir à la base de la rhéométrie. Afin de mesurer les propriétés rhéologiques de pâtes granulaires comme les bétons frais, dont les plus grosses particules peuvent atteindre le centimètre, on utilise généralement une géométrie de Couette cylindrique à entrefer large. Dans cette géométrie, le matériau est

placé entre deux cylindres concentriques. Le cylindre externe reste fixe et le cylindre interne (souvent remplacé par un croisillon) est emmené en rotation à une vitesse Ω pour cisailer le matériau. La résistance à l'écoulement se caractérise alors par le couple $T(\Omega)$ appliqué sur le cylindre interne. Le problème de la rhéométrie est de convertir les données macroscopiques (le couple T en fonction de la vitesse de rotation Ω) en données caractéristiques du comportement du matériau (la contrainte de cisaillement τ en fonction du taux de cisaillement $\dot{\gamma}$).

Le cisaillement en géométrie de Couette à entrefer large est fortement hétérogène : la contrainte de cisaillement τ décroît en effet comme $1/r^2$, où r est la position radiale dans l'entrefer. Les pâtes granulaires étant des matériaux à seuil, la contrainte de cisaillement locale $\tau(r)$ peut ainsi être inférieure au seuil du matériau τ_y dans une portion non négligeable de l'entrefer de la géométrie ; dans ces conditions, le matériau ne s'écoule que dans une zone à proximité du cylindre interne (on parle de localisation du cisaillement). La difficulté principale à laquelle on est alors confronté est d'évaluer un taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ caractéristique du cisaillement auquel est soumis le matériau. S'il existe des formules exactes permettant de calculer le taux de cisaillement au niveau du cylindre interne¹, ces formules impliquent de connaître la dérivée $dT/d\Omega$ du couple par rapport à la vitesse de rotation, ce qui ne peut donner qu'une valeur très approximative de $\dot{\gamma}$ avec la précision et la quantité des mesures de $T(\Omega)$ qu'on peut obtenir sur de tels matériaux. Ce problème de prise en compte de la localisation du cisaillement, qui sera traité dans la section III.2.b, peut déjà expliquer partiellement les différences observées sur la Fig. I.1.

Par ailleurs, une mesure rhéométrique n'a de sens que si le matériau caractérisé est homogène. Dans le cas des pâtes granulaires, cette homogénéité peut être mise en défaut par deux mécanismes. Tout d'abord, même si les plus grosses particules sont stabilisées par le seuil du matériau au repos, elles peuvent sédimenter en écoulement dans le matériau fluidifié par le cisaillement ; nous étudierons ce phénomène en détail dans la section IV.3.c. De plus, il a été observé que des particules non-colloïdales tendent à migrer sous cisaillement [Leighton & Acrivos (1987b)] vers les zones de faible cisaillement (vers le cylindre externe en géométrie de Couette) ; nous verrons en section II.3 que cette migration est parfois si rapide qu'elle en devient inévitable. Les observations de la Fig. I.1 montrent que ces deux phénomènes, encore mal connus, surviennent très probablement lors des mesures rhéométriques sur bétons frais. La concentration en particules ayant tendance à diminuer près du cylindre interne, leur impact est alors de conduire à une sous-estimation de la valeur des propriétés rhéologiques des matériaux étudiés.

Face à ces problèmes, des méthodes de mesures locales ont été développées ces dernières années [Coussot (2005); Manneville (2008)] dans l'objectif mieux caractériser le comportement de ces matériaux. Elles permettent d'obtenir les champs de vitesse et de fraction volumique (ou de structure [Cappelaere *et al.* (1997)]) dans les matériaux en écoulement, et de remonter à leur loi de comportement. Ci-dessous, je présente plus en détail les possibilités offertes par la rhéométrie de Couette en IRM.

1. Nous y reviendrons dans la section III.2.b.

2 Rhéologie par IRM

2.a Dispositif et principe des mesures

Lors de mes travaux, j'ai utilisé l'Imageur à Résonance Magnétique du Laboratoire Navier. Cet appareil est particulièrement adapté à la caractérisation des pâtes granulaires. En effet, il est réglé pour être sensible aux propriétés de résonance magnétique [Callaghan (1991)] de l'atome d'hydrogène, ce qui permet l'étude de toute suspension. De plus, la zone imageable est de 20 cm de côté : on peut donc étudier des suspensions de grains de grande taille. La contrepartie de cette caractéristique est que la résolution spatiale de mesure est au mieux de $100 \mu\text{m}$, ce qui ne permet pas par exemple d'obtenir des informations fines à proximité des parois (comme les propriétés de glissement). Par ailleurs, les mesures par RMN sont non-intrusives, et permettent d'étudier à peu près tout matériau sans préparation particulière (contrairement à des méthodes optiques ou acoustiques qui nécessitent des adaptations d'indice, des traceurs, etc.).

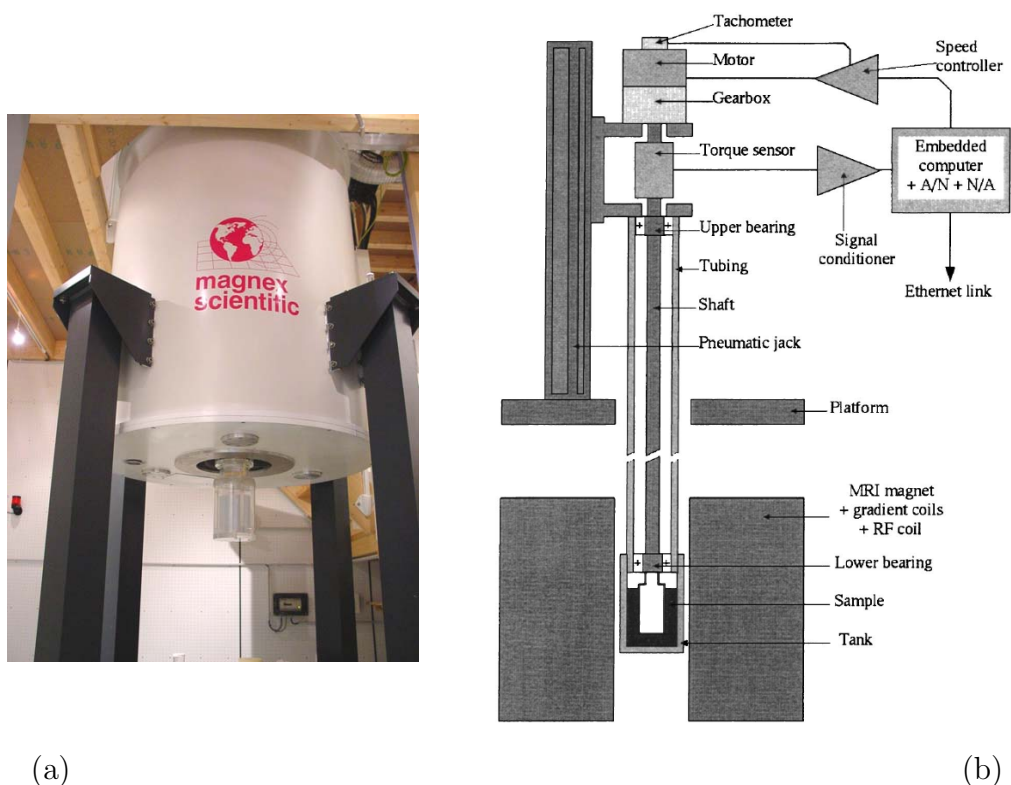


FIGURE I.2 – (a) Photo de l'IRM du Laboratoire Navier. (b) Représentation schématique du rhéomètre inséré dans l'IRM. Figure extraite de Raynaud *et al.* (2002).

Le champ de vitesse dans un matériau en écoulement peut être obtenu à l'aide de méthodes détaillées dans [Raynaud *et al.* (2002)] et [Rodts *et al.* (2004)]. Ces méthodes ne se basent pas sur des techniques de corrélation d'images, qui donnent des résultats peu précis. La séquence de mesure met à profit la dépendance de la fréquence de précession des spins avec l'intensité du champ magnétique ; lorsqu'un gradient de champ magnétique

est appliqué dans la direction de l'écoulement, la phase du signal de relaxation dépend alors de la vitesse du matériau, qu'on obtient au final par la mesure de cette phase.

On peut de plus mesurer aisément la concentration locale $\phi(\vec{r})$ en particules solides dans un fluide. Les propriétés de notre imageur sont en effet telles que les matériaux solides ne donnent pas de signal de RMN mesurable. L'intensité du signal de RMN local est alors directement proportionnelle à $1 - \phi(\vec{r})$.

2.b Mesures locales en géométrie de Couette

Il n'y a pas d'autre restriction sur la géométrie d'écoulement que de pouvoir l'insérer dans le tunnel de l'IRM. Les expériences que je présente dans la suite ont toutes été effectuées en géométrie de Couette à entrefer large, de rayon interne $R_i = 4.1$ cm et de rayon externe $R_e = 6$ cm ; la hauteur du cylindre interne est $H = 11$ cm. Ce choix est lié à plusieurs facteurs. Tout d'abord, nous avons étudié des suspensions de particules de taille relativement grande (jusqu'à $500 \mu\text{m}$ de diamètre) ; pour assurer la représentativité du matériau, on souhaite alors avoir un nombre élevé de particules dans l'entrefer de la géométrie. Ensuite, l'utilisation d'une géométrie de Couette assure la connaissance de la contrainte de cisaillement $\tau(r) \equiv \tau_{r\theta}(r)$ en tout point r de l'entrefer, ce qui permet d'effectuer une analyse locale du comportement des matériaux. Les équations d'équilibre donnent en effet

$$\tau(r) = \frac{T}{2\pi r^2 H} \quad (\text{I.1})$$

où T est le couple appliqué sur le cylindre interne et r la position radiale dans l'entrefer. Pour un écoulement laminaire, on peut déduire le taux de cisaillement local $\dot{\gamma}(r)$ de la mesure de vitesse locale $V_\theta(r)$:

$$\dot{\gamma}(r) = \frac{V_\theta}{r} - \frac{dV_\theta}{dr} \quad (\text{I.2})$$

Si le matériau est homogène, l'ensemble des données locales $(\tau(r, \Omega), \dot{\gamma}(r, \Omega))$ collectées en tous points de l'entrefer pour diverses vitesses de rotation Ω du cylindre interne permet au final de remonter à la loi de comportement locale $\tau(\dot{\gamma})$ du matériau. Si le matériau est hétérogène, il faut pouvoir mesurer sa composition locale en chaque point r de l'entrefer pour savoir quel matériau est caractérisé par un couple $(\tau(r, \Omega), \dot{\gamma}(r, \Omega))$ de données. Nous reviendrons en détail sur ce point crucial dans les sections II.2.c et II.3.

Dans toutes les expériences effectuées ici, les surfaces des cylindres interne et externe de la géométrie sont couvertes de papier de verre afin d'éviter le glissement du matériau. Les profils de vitesses mesurés sur l'ensemble des matériaux étudiés montrent qu'aucun glissement significatif n'est observable. Nous ne pouvons pas être plus précis sur ce point car il n'a pas fait l'objet d'études détaillées. On notera cependant que les résultats obtenus par une analyse locale ne sont pas affectés par la présence de glissement, quelle que soit son amplitude, puisque cela ne modifie pas les équations I.1 et I.2. Nous ne reviendrons pas sur ce point.

Chapitre II

Suspensions de particules non-colloïdales dans des fluides newtoniens

Les suspensions concentrées de particules non-colloïdales se caractérisent par des comportements non-newtoniens (seuil, rhéoépaississement, contraintes normales) qui sont encore mal connus [Stickel & Powell (2005)]. Leur lien avec les interactions de contacts directs entre grains, qui peuvent *a priori* jouer un rôle important à forte fraction volumique en particules, est peu compris et est loin de faire l'objet d'un consensus à ce jour [Brady & Morris (1997); Morris (2009); Lhuillier (2009); Lemaître *et al.* (2009); Mills & Snabre (2009)].

Il a parfois été observé que ces matériaux ont un seuil d'écoulement [Husband *et al.* (1993)]. Par ailleurs, à bas taux de cisaillement $\dot{\gamma}$, il a été montré que la contrainte de cisaillement τ à appliquer lors de leurs écoulements en géométrie de Couette est constante sur une large gamme de $\dot{\gamma}$ et qu'elle est proportionnelle à la contrainte normale au cisaillement [Prasad & Kytömaa (1995); Ancy & Coussot (1999)] : ils semblent donc se comporter comme des matériaux granulaires secs [GDR Midi (2004)]. Ce régime d'écoulement, appelé régime frictionnel, est suivi d'un régime visqueux à plus haut taux de cisaillement où τ est proportionnel à $\dot{\gamma}$ et à la viscosité du fluide interstitiel [Bagnold (1954); Prasad & Kytömaa (1995); Ancy & Coussot (1999)]. Ce comportement a été interprété à l'échelle microscopique comme résultant d'une transition entre des contacts frictionnels entre grains à basses vitesses de cisaillement et des contacts lubrifiés à plus haute vitesse.

La dépendance de la viscosité $\eta(\phi)$ de ces matériaux en régime visqueux avec la fraction volumique ϕ en particules a été largement étudiée. Si la valeur de $\eta(\phi)$ est bien connue en régime dilué et pour des concentrations modérées [Larson (1999)], son évolution à proximité de la fraction volumique de blocage ϕ_{div} est moins claire. Il semble que les diverses données de la littérature puissent être bien représentées par une loi asymptotique de Krieger-Dougherty divergeant en ϕ_{div} : $\eta(\phi) = \eta_0(1 - \phi/\phi_{\text{div}})^{-n}$, dont les paramètres exacts (ϕ_{div} , n) restent cependant sujet à débat [Stickel & Powell (2005); Mills & Snabre (2009)].

Ce régime visqueux n'est pas simplement newtonien : des différences de contraintes normales, proportionnelles au taux de cisaillement appliqué, y sont en effet observées [Zarraga *et al.* (2000); Morris (2009)]. De telles différences de contraintes normales ne

peuvent se développer qu'en présence d'une microstructure anisotrope [Brady & Morris (1997); Morris (2009)]. Une anisotropie a été observée expérimentalement [Parsi & Gadala-Maria (1987)] et ne semble pouvoir être obtenue qu'en présence d'interactions directes entre grains [Brady & Morris (1997)]. Le débat reste ouvert sur la contribution à ces contraintes des interactions hydrodynamiques et des interactions directes entre particules [Boyer *et al.* (2011)].

A plus haut taux de cisaillement, on observe parfois un rhéoépaississement. Si on peut prédire l'existence d'un régime où l'inertie des grains doit jouer un rôle majeur et où les contraintes doivent être proportionnelles à $\dot{\gamma}^2$ [Lemaître *et al.* (2009)], les observations de la littérature ne semblent pas en accord avec ce schéma : dans les systèmes où un rhéoépaississement a été observé, il se caractérise par une augmentation abrupte des contraintes (ou un blocage des écoulements) aux plus fortes concentrations [Bertrand *et al.* (2002), Brown & Jaeger (2009)], comme par exemple dans les suspensions de fécule de maïs. Par analogie avec les observations effectuées dans les suspensions colloïdales, ce phénomène a parfois été attribué à la formation d'un réseau percolé de clusters hydrodynamiques [Farr *et al.* (1997)], ce qui est loin de faire l'objet d'un consensus en l'absence d'observations expérimentales de ces objets. Le rhéoépaississement des suspensions non-colloïdales reste au final particulièrement mal compris car il n'est pas observé de façon systématique.

Tous les résultats expérimentaux évoqués ci-dessus proviennent d'observations macroscopiques, dont on a vu dans le chapitre précédent les problèmes qu'elles posent. Le problème majeur avec des particules non-colloïdales est le développement d'hétérogénéités sous cisaillement, par migration des particules. Ce phénomène a été observé dans la plupart des géométries d'écoulement [Acivos (1995)]. On peut l'expliquer à partir des propriétés de diffusion sous cisaillement des particules [Leighton & Acivos (1987a)], qui impliquent l'existence de flux de particules en présence d'un gradient de taux de cisaillement [Leighton & Acivos (1987b); Phillips *et al.* (1992)], comme en géométrie de Couette. D'autres modèles s'appuient sur une description diphasique des suspensions [Morris & Boulay (1999); Lhuillier (2009)] où des changements de densité sont induits par les gradients des contraintes normales (en présence de gradients de taux de cisaillement) exercées sur la phase particulaire. Les observations de la littérature montrent qu'il s'agit d'un phénomène relativement lent (voir Ovarlez *et al.* (2006) pour une revue détaillée) : il est donc le plus souvent considéré comme négligeable dans les études de suspensions.

Afin de mieux caractériser le comportement des suspensions concentrées, nous avons choisi d'effectuer une étude expérimentale de leurs écoulements en géométrie de Couette par IRM.

Des mesures de profils de fraction volumique doivent permettre de lever les doutes concernant l'homogénéité du matériau, et de tenir compte de l'hétérogénéité si nécessaire pour analyser le comportement local. Nous nous sommes par ailleurs attachés à mieux comprendre les propriétés de migration sous cisaillement (section II.3). Nous verrons dans la suite qu'on ne peut probablement pas dissocier la question de la migration de la question du comportement.

Notre objectif principal a été de déterminer la loi de comportement locale du matériau dans les différents régimes d'écoulements évoqués ci-dessus. Nous avons tout particulièrement cherché à tester l'analogie entre les écoulements lents de suspensions et les écoulements quasistatiques de matériaux granulaires secs (section II.2). Nous nous sommes

également intéressés à la détermination des propriétés de divergence de la viscosité à l’approche de ϕ_{div} (section II.2.c). Enfin, nous avons cherché à mieux caractériser le comportement de ces matériaux en régime rhéoépaississant (section II.3).

Autant que possible, nous avons cherché à discuter le rôle potentiel des contacts directs entre grains dans les comportements observés.

1 Matériaux

Pour effectuer cette étude, nous avons utilisé principalement deux systèmes. Un premier système [Huang *et al.* (2005); Ovarlez *et al.* (2006)] est constitué de billes de polystyrène de $300\ \mu\text{m}$ de diamètre (polydispersité 5%) et de densité 1.05 plongées dans une huile silicone (Rhodorsil 47V20) de viscosité 20 mPa.s à $25\ ^\circ\text{C}$ et de densité 0.95. La différence de densité entre les billes et le fluide est suffisamment petite pour que le matériau en écoulement reste homogène dans la direction verticale, comme nous avons pu le vérifier par IRM. Nous verrons cependant dans la suite que cette différence de densité, même faible, joue un rôle important sur les propriétés rhéologiques de ces matériaux.

Un deuxième système [Fall *et al.* (2009, 2010)] est constitué de billes de polystyrène de $40\ \mu\text{m}$ de diamètre (polydispersité 5%) et de densité 1.05 plongées dans une solution saline de NaI (viscosité 1 mPa.s) dont on fait varier la concentration en sel afin de changer la densité du fluide entre 1 et 1.35.

Nos premières expériences ont été effectuées avec le premier système. Le deuxième système nous a permis d’une part de faire varier la densité du fluide interstitiel pour comprendre le rôle de la gravité, d’autre part de limiter les efforts visqueux pour mettre en évidence l’émergence d’un régime où l’inertie des grains joue un rôle.

2 Seuil et viscosité

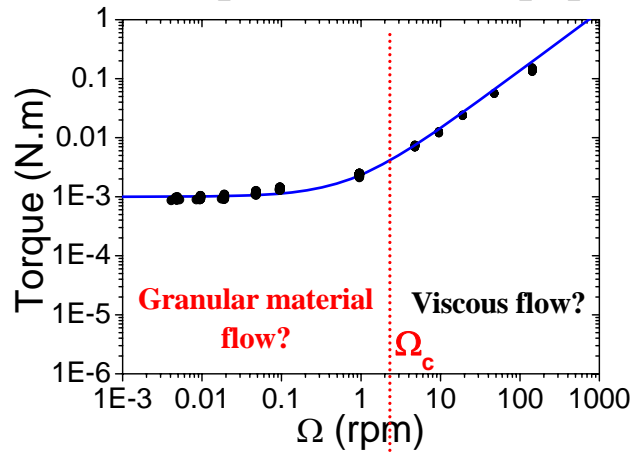
Dans un premier temps, nous avons cherché à mieux caractériser et comprendre le comportement des suspensions concentrées lorsqu’on observe sur la réponse macroscopique de ces matériaux ce qu’on interprète comme une transition entre un régime frictionnel et un régime visqueux.

2.a Comportement macroscopique/comportement local

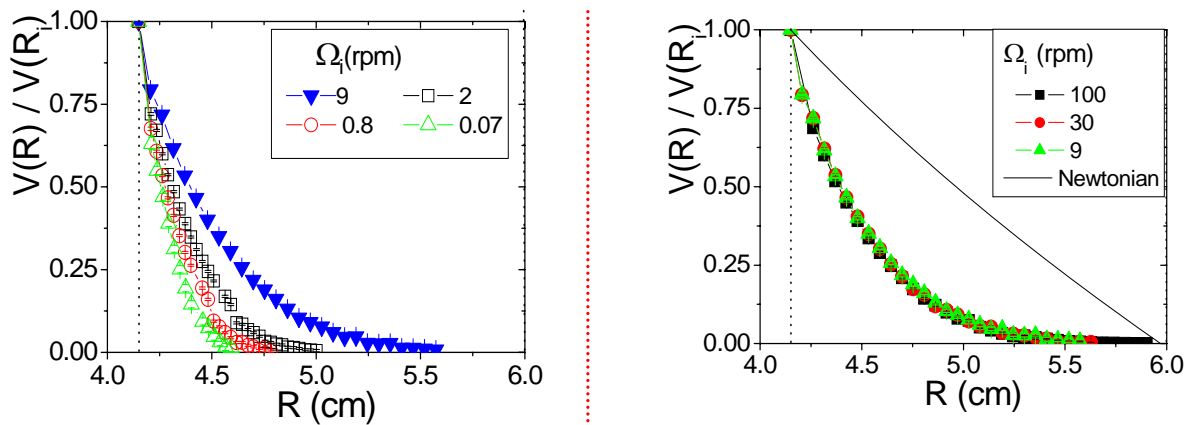
Mesures macroscopiques

Le comportement macroscopique stationnaire d’une suspension de 58% de particules de $300\ \mu\text{m}$ est représenté Fig. II.1. Afin d’éviter toute interprétation hâtive des données en termes de comportement intrinsèque, nous représentons ici les résultats bruts, c’est-à-dire le couple stationnaire en fonction de la vitesse de rotation Ω appliquée au cylindre interne (une vitesse de 1 tour/min correspond à un taux de cisaillement macroscopique de $0.2\ \text{s}^{-1}$). On observe ici deux régimes bien distincts. A basse vitesse de rotation, le couple tend vers une valeur constante. Au-delà d’une vitesse critique Ω_c (ici de l’ordre de quelques tours/min), le couple devient proportionnel à la vitesse de rotation.

Réponse macroscopique



Profils de vitesse



Profils de concentration

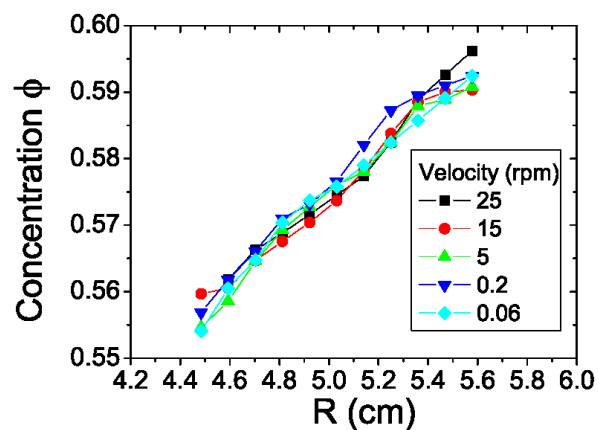


FIGURE II.1 – Caractérisation en régime stationnaire d’une suspension de 58% de billes de polystyrène de $300 \mu\text{m}$ de diamètre dans une huile silicone ($\eta = 20 \text{ mPa}\cdot\text{s}$) cisailée en géométrie de Couette : réponse macroscopique, profils de vitesse adimensionnés, et profils de concentration. Figures extraites de Ovarlez *et al.* (2006).

Ces observations sont similaires à celles déjà présentées dans la littérature, qui ont conduit à qualifier cette transition de comportement de “transition frictionnel/visqueux”. Un plateau à bas taux de cisaillement macroscopique est en effet également observé dans les écoulements quasistatiques de matériaux granulaires denses. Comme dans les matériaux granulaires secs, ce plateau s’accompagne par ailleurs de contraintes normales proportionnelles aux contraintes tangentielles (ce que nous avons pu vérifier en géométrie à plans parallèles [Huang *et al.* (2005)]). Avant d’aller plus loin, on peut déjà noter deux problèmes avec cette analogie. Le plateau observé dans les matériaux granulaires secs caractérise un matériau s’écoulant à pression imposée (par la gravité) ; le plateau de contrainte résulte alors d’un couplage subtil entre l’écoulement et les variations de fraction volumique avec le taux de cisaillement (dilatance). Suspendre des grains dans un fluide impose *a priori* une condition de fraction volumique imposée. A fraction volumique imposée, comme nous le discuterons plus loin (section II.3), les contraintes dans un granulaire cisailé sont proportionnelles à $\dot{\gamma}^2$ [Lemaître (2002)], autrement dit elles doivent tendre vers 0 à bas taux de cisaillement. L’interprétation d’un plateau en termes d’écoulement granulaire contient donc implicitement l’hypothèse que la fraction volumique en grains évolue librement, par exemple qu’il y a sédimentation. L’autre problème que pose une telle interprétation concerne les contraintes normales : des contraintes normales proportionnelles au taux de cisaillement, donc aux contraintes tangentielles, sont en effet observées à des fractions volumiques aussi basses que 30% dans les suspensions [Zarraga *et al.* (2000); Boyer *et al.* (2011)] : on peut difficilement parler de comportement granulaire dans un tel cas.

Pour mieux comprendre ces observations, nous avons effectué des mesures de profils de vitesse et de profils de concentration dans ces mêmes régimes d’écoulements stationnaires (Fig. II.1).

Profils de vitesse

On remarque tout d’abord que les profils de vitesse mesurés dans le régime dit “visqueux” sont très différents de ceux attendus pour un fluide newtonien. Cependant, on observe que les profils de vitesse adimensionnés mesurés à plusieurs vitesses de rotation $\Omega > \Omega_c$ se superposent, ce qui reste compatible avec la linéarité du comportement. Nous reviendrons sur ce paradoxe apparent plus bas. Dans le régime dit “frictionnel”, les écoulements sont localisés à proximité du cylindre interne : le matériau ne coule que sur une épaisseur inférieure à la taille de l’entrefer, qui diminue lorsque la vitesse de rotation diminue. Si une telle localisation est la signature d’un seuil d’écoulement [Coussot (2005)], qui ne peut être que d’origine frictionnelle dans le matériau étudié, les caractéristiques de cette localisation sont cependant différentes de celle observée dans les matériaux granulaires denses [GDR Midi (2004)] où l’épaisseur cisailée est constante – de l’ordre de quelques diamètres de grains – en régime d’écoulement quasistatique (il est cependant probable que cette épaisseur devienne constante dans nos suspensions à de très basses vitesses, inférieures à 0.01 tours/min, non explorées ici).

Profils de concentration

Les profils de concentration montrent quant à eux que le matériau est hétérogène. Si une telle hétérogénéité était attendue, son caractère surprenant est ici sa cinétique très rapide : nous avons échoué à caractériser le matériau homogène dans la mesure où

l'hétérogénéité se met en place pour une déformation macroscopique inférieure à 250 (ce qui est petit quand on cherche à caractériser un matériau à des taux de cisaillement de l'ordre de 10 s^{-1}). Cette hétérogénéité semble donc inévitable. Une des hypothèses de base de la rhéométrie est que le système caractérisé macroscopiquement est homogène. Toute analyse quantitative du comportement sur la base des données macroscopiques seules semble donc interdite dans les suspensions concentrées ; nous verrons par la suite que même l'interprétation qualitative du comportement est erronée.

Cette observation est en contradiction avec la littérature de la migration dans les suspensions visqueuses : on attendait plutôt ici une déformation caractéristique de l'ordre de 10000 (voir Ovarlez *et al.* (2006) pour une étude bibliographique détaillée), ce qui explique pourquoi la migration est généralement négligée. Nous reviendrons plus tard sur ce point, en étudiant en détail la cinétique de migration et l'évolution du comportement du matériau avant/après migration. A ce stade, le point important est que tous les résultats de la littérature des suspensions concentrées, basés uniquement sur des mesures macroscopiques, peuvent potentiellement être mis en doute. Il est donc nécessaire d'aller plus loin dans l'analyse locale du comportement.

Une deuxième observation importante pour la suite est que, une fois mise en place, l'hétérogénéité ne dépend plus ensuite de l'histoire d'écoulement (pour les histoires d'écoulement que nous avons imposées) : toutes les mesures macroscopiques caractérisent une même structure hétérogène stationnaire. On comprend déjà ici que cette hétérogénéité est à l'origine du paradoxe évoqué plus haut en régime visqueux, c'est-à-dire l'observation d'un comportement linéaire et de profils de vitesse différents des profils prédits pour un fluide newtonien homogène. Avant d'analyser quantitativement ce comportement en régime visqueux, nous nous attachons dans la suite à mieux comprendre l'origine du régime "frictionnel".

2.b Seuil et bandes de cisaillement

Pour bien comprendre le comportement du matériau à basse vitesse de cisaillement, il faut notamment comprendre ce qui génère la localisation de l'écoulement. Dans cet objectif, nous avons tout d'abord cherché à caractériser la dynamique de localisation. Les expériences que nous avons effectuées sont des expériences de sauts de vitesse, inspirées d'expériences classiquement effectuées sur matériaux thixotropes [Dullaert & Mewis (2005)]. Nous avons préparé le matériau en le cisillant à une vitesse de rotation Ω_1 élevée, en régime dit "visqueux" où tout le matériau est cisillé, et nous avons effectué un changement brusque de la vitesse Ω_1 vers une vitesse Ω_2 faible, où l'écoulement est localisé en régime stationnaire.

Nos observations montrent que l'écoulement observé juste après le changement de vitesse est similaire à celui observé juste avant (les profils de vitesse adimensionnés se superposent [Ovarlez *et al.* (2006)]). La localisation est un phénomène relativement lent, qui semble se mettre en place pour une déformation caractéristique toujours identique, de l'ordre de 1. Les valeurs de couple relevées juste après le saut de vitesse (Fig. II.2) se placent toutes sur une même droite $T \propto \Omega$ sur 4 décades de vitesse de rotation : ces observations montrent que la structure préparée en régime visqueux a un comportement intrinsèque de fluide visqueux sans seuil. Cela lui permet notamment de couler de façon transitoire sous une contrainte de cisaillement 100 fois moins importante qu'en régime

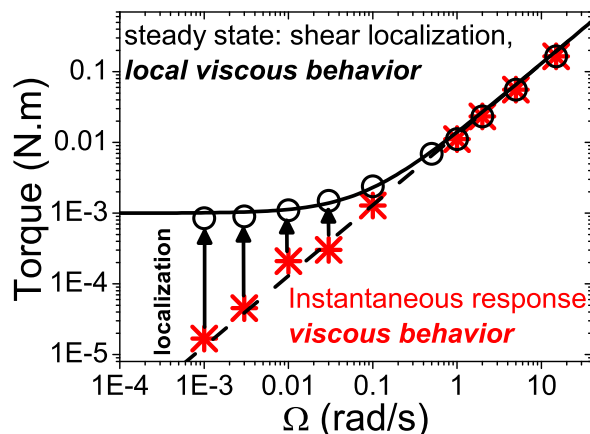


FIGURE II.2 – Caractérisation d’une suspension de 58% de billes de polystyrène dans une huile silicone en géométrie de Couette : réponse instantanée à un saut de vitesse $\Omega_1 \rightarrow \Omega_2$ (croix) où $\Omega_1 = 15$ rad/s et réponse stationnaire (cercles). Figure adaptée de Ovarlez *et al.* (2006).

stationnaire. L’observation $T \propto \Omega$ (qui implique que la contrainte locale est $\propto \Omega$) couplée au fait que les profils de vitesse adimensionnés juste avant et après le saut de vitesse sont superposés (qui implique que le taux de cisaillement local est $\propto \Omega$) montre que le comportement local est purement visqueux. Ce comportement est cependant instable : l’écoulement se localise progressivement, et en parallèle le couple augmente pour atteindre sa valeur stationnaire (plateau). Les mêmes expériences (sauts de vitesse) effectuées en partant d’un matériau préparé sur le plateau de couple permettent par ailleurs de montrer que la portion du matériau qui est en écoulement a également un comportement instantané de fluide visqueux sans seuil.

L’observation d’une localisation progressive au cours du temps pose problème : les interactions entre grains ne permettent pas d’introduire d’échelle de temps. La seule échelle de temps semble être introduite par les phénomènes gravitaires (sédimentation). Par ailleurs, la formation d’une zone statique dans le matériau implique que cette zone possède un seuil, qui ne semble pouvoir être dû qu’à un comportement frictionnel de l’assemblée au repos. Il faut cependant que cette zone soit soumise à une pression de confinement non nulle, ce qui semble impliquer de nouveau une certaine importance des phénomènes gravitaires. Si nous avons négligé la faible différence de densité entre les particules et les grains dans un premier temps, c’est parce que la sédimentation semblait être négligeable, ce qui a été confirmé par des mesures de profils de fraction volumique verticaux : aucune variation observable de cette fraction volumique n’a été mise en évidence. Afin d’étudier plus en détail l’importance des phénomènes gravitaires, nous avons étudié le comportement d’une suspension pour laquelle nous avons fait varier $\Delta\rho$ en changeant la densité du fluide interstitiel.

Les profils de vitesse observés à basse vitesse dans une suspension isodense et une suspension non isodense sont représentés Fig. II.3. On remarque que le phénomène de localisation disparaît lorsque la suspension est isodense : elle a désormais un comportement

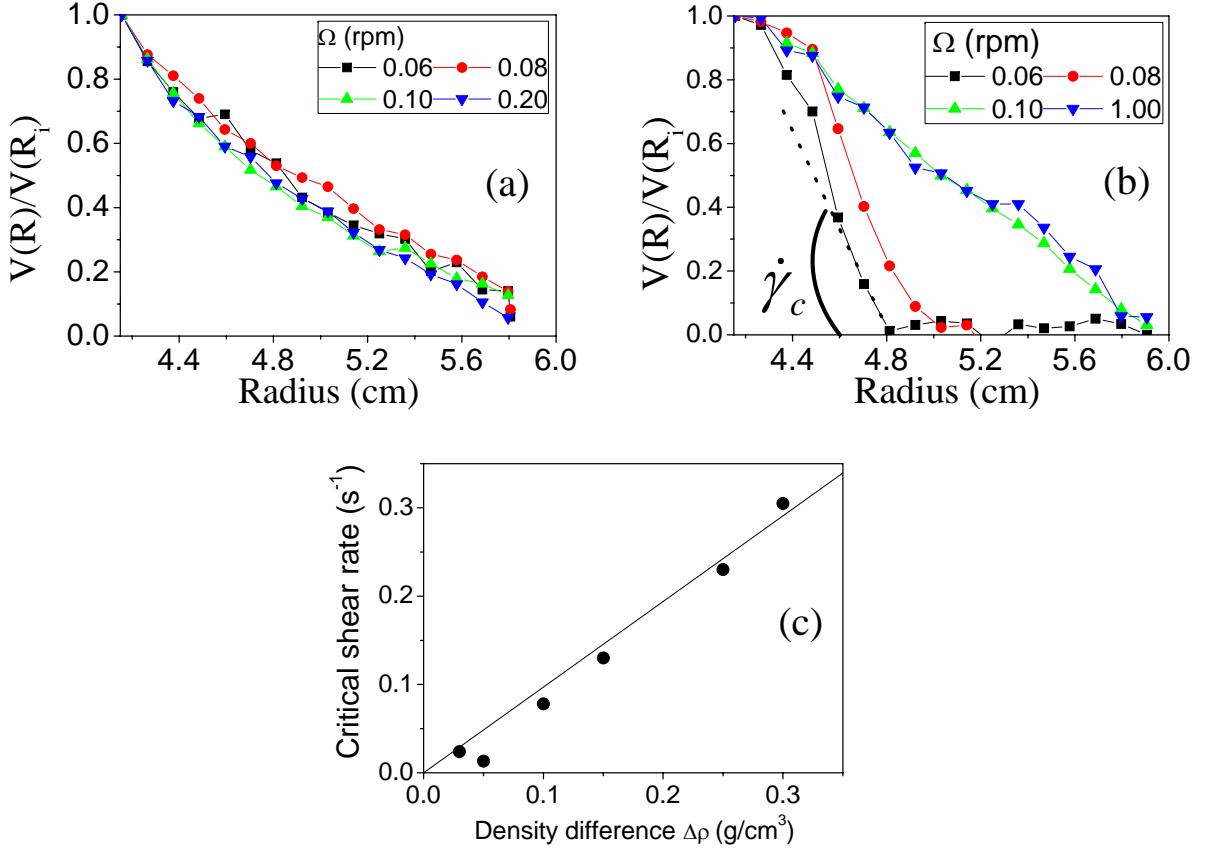


FIGURE II.3 – Profils de vitesse mesurés à différentes vitesses de rotation Ω du cylindre interne dans une suspension de 59% de billes de polystyrène dans une solution de NaI pour différent $\Delta\rho$: (a) $\Delta\rho = 0$; (b) $\Delta\rho=0.15$. (c) Taux de cisaillement critique $\dot{\gamma}_c$ mesuré dans des expériences de bifurcation de viscosité en fonction de $\Delta\rho$. Figures extraites de Fall *et al.* (2009).

visqueux sans seuil¹. La gravité semble donc bien être le moteur de la localisation du cisaillement. Une observation plus détaillée des profils de vitesse mesurés sur la suspension non-isodense montre par ailleurs que l'arrêt de l'écoulement s'effectue de façon abrupte : le taux de cisaillement à l'interface entre la zone en écoulement et la zone au repos est égal à un taux de cisaillement critique $\dot{\gamma}_c$. Il s'agit d'un comportement proche du phénomène de bandes de cisaillement observé dans les fluides à seuil thixotropes (nous discuterons ce point en détail dans la section III.1). On retrouve donc ici une échelle de temps $1/\dot{\gamma}_c$ associée au phénomène de localisation. On peut émettre l'hypothèse que la localisation résulte d'une compétition entre le cisaillement, qui tend à resuspendre les grains [Acrivos *et al.* (1993)], et la sédimentation. Dans ce cadre, les phénomènes gravitaires l'emportent lorsque $\Delta\rho gR \simeq \eta\dot{\gamma}$ ce qui conduit à $\dot{\gamma}_c \simeq \Delta\rho gR/\eta$. Nous avons vérifié cette hypothèse en faisant varier $\Delta\rho$ et η : nous avons montré effectivement que $\dot{\gamma}_c \propto \Delta\rho$ (Fig. II.3) et $\dot{\gamma}_c \propto 1/\eta$ [Huang *et al.* (2005)].

1. Ces profils sont qualitativement différents de ceux de la Fig. II.1 : les profils sont en effet mesurés ici sur le matériau homogène, ce qui a été possible car nous n'avons pas cisailé le matériau à haute vitesse.

Loi de comportement locale et transition frictionnel/visqueux

Au final, nous proposons de revisiter la transition frictionnel/visqueux (Fig. II.4). Le comportement local stationnaire est un comportement purement visqueux $\tau = \eta(\phi)\dot{\gamma}$ pour $\dot{\gamma} \geq \dot{\gamma}_c$, tronqué sous un taux de cisaillement critique $\dot{\gamma}_c \simeq \Delta\rho g R/\eta$. C'est à l'échelle macroscopique que la structure présente une transition visqueux/frictionnel : lorsque le taux de cisaillement macroscopique est plus faible que $\dot{\gamma}_c$, le matériau se sépare entre une zone en écoulement visqueux à $\dot{\gamma}_c$ et une zone au repos, stabilisée par des efforts gravitaires dans un squelette granulaire. Il faut noter que si on n'observe pas par IRM de changement de fraction volumique associé à cette transition, cela est probablement dû à la limite de résolution de l'appareil : la suspension étant très concentrée, un tassement infinitésimal suffit pour que des contacts lubrifiés se transforment en contacts directs. Finalement, dans un tel schéma, lorsque le taux de cisaillement macroscopique est très faible, l'épaisseur de la zone où l'écoulement est localisé doit se stabiliser à une valeur l'ordre de quelques tailles de grains, indépendante de la vitesse de cisaillement ; le taux de cisaillement local doit alors devenir plus faible que $\dot{\gamma}_c$ et on peut s'attendre à ce que le matériau devienne une assemblée frottante en écoulement.

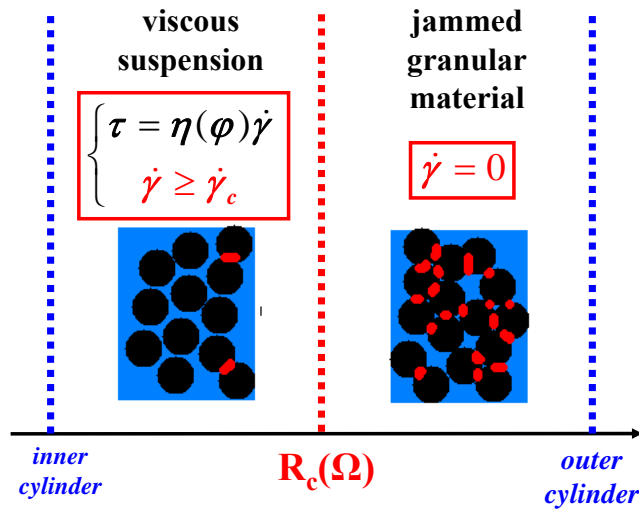


FIGURE II.4 – Vision schématique de la suspension lorsque l'écoulement est localisé.

2.c Viscosité locale

La forme de la loi de comportement ayant été clarifiée, on peut maintenant s'intéresser à la valeur des propriétés rhéologiques du matériau. Dans ces expériences, les contraintes normales n'étant pas étudiées, seule la viscosité reste à déterminer en fonction de la fraction volumique ϕ en particules. Comme nous l'avons remarqué plus haut, une telle détermination n'est pas possible à partir des données macroscopiques seules puisque le matériau est hétérogène. En revanche, une analyse locale est possible. Un point important est que le profil de fraction volumique hétérogène est stationnaire : une fois établi il ne dépend plus de l'histoire de cisaillement. Cela implique qu'en une position radiale R

donnée dans l'entrefer, la fraction volumique $\phi(R)$ est toujours la même, notamment quelle que soit la vitesse de rotation Ω appliquée au cylindre interne de la cellule de Couette. Les mesures de couple $T(\Omega)$ déterminent la valeur locale de la contrainte de cisaillement $\tau(R, \Omega) = T(\Omega)/[2\pi R^2 H]$ en R ; les profils de vitesse $V(R, \Omega)$ donnent la valeur locale du taux de cisaillement : $\dot{\gamma}(R, \Omega) = V/R - dV/dR$. Le comportement étant localement visqueux, une série de données $\eta[\phi(R)] = \tau(R, \Omega)/\dot{\gamma}(R, \Omega)$ peut-être obtenue à partir des données relevées à toutes les positions R de l'entrefer. Les données obtenues sur le matériau de fraction volumique moyenne égale à 58% permettent donc d'obtenir la valeur de la viscosité $\eta(\phi)$ pour ϕ variant entre 56% (valeur près du cylindre interne) et 59% (valeur près du cylindre externe). Les résultats de cette analyse sont représentés en Fig. II.5.

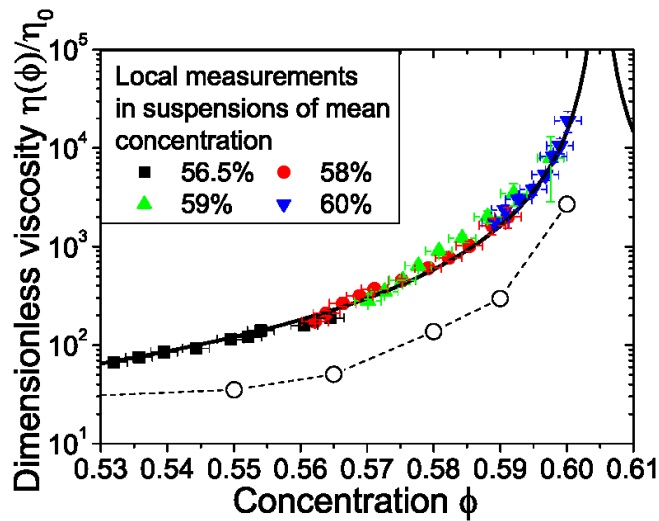


FIGURE II.5 – Viscosité mesurée localement en géométrie de Couette en fonction de la fraction volumique locale pour des suspensions de billes de polystyrène dans une huile silicone. Les symboles de couleurs différentes correspondent à des suspensions de fractions volumiques moyennes différentes (voir légende). Les symboles creux sont obtenus à partir des mesures macroscopiques seules, en présupposant que la suspension est homogène. Figure extraite de Ovarlez *et al.* (2006).

La même expérience a été réalisée sur des systèmes de fractions volumiques moyennes différentes (de 55 à 60%). On remarque tout d'abord que les points mesurés sur ces divers systèmes se recouvrent, ce qui est cohérent avec l'existence d'une loi de comportement simple. L'ensemble de ces données fournit une détermination précise de la viscosité, dans des domaines où des données reproductibles sont difficiles à obtenir, à l'approche de la fraction volumique de divergence de la viscosité, qu'on notera ϕ_{div} par la suite pour éviter la confusion avec la fraction maximale d'empilement ϕ_{max} des granulaires secs. On obtient ainsi des valeurs de référence, obtenues localement. Elles peuvent être notamment utilisées pour valider des méthodes de mesure; cela a par exemple permis de valider l'hypothèse d'homogénéité du matériau à la base de l'analyse du comportement sur plan incliné [Bonnoit *et al.* (2010a)] (dans ce dernier cas, les mesures sont effectuées sur des déformations de l'ordre de 10, ce qui assure l'homogénéité du matériau).

Comme on pouvait l’attendre, les valeurs de viscosité mesurées localement sont très différentes de celles qu’on aurait obtenues dans des expériences de rhéométrie “à l’aveugle” (Fig. II.5), en supposant le matériau homogène : ici les valeurs locales peuvent être 6 fois plus importantes que les valeurs “macroscopiques”². On voit donc que l’erreur induite par la migration, qui semble ici inévitable, est loin d’être négligeable, et que la plupart des données de la littérature présentant des mesure de $\eta(\phi)$ à l’approche de ϕ_{div} sont probablement erronées.

Au final, la viscosité semble diverger en suivant une loi

$$\eta(\phi) = \eta_0(1 - \phi/\phi_{\text{div}})^{-n} \quad (\text{II.1})$$

avec $\phi_{\text{div}} = 0.605$ et $n = 2$. D’autres formes analytiques (comme la loi de Zarraga [Bonnoit *et al.* (2010a)]) semblent également compatibles avec ces observations.

Jamming

Ici, seul n est un paramètre libre puisque ϕ_{div} peut être déterminé localement. En effet, lorsqu’on cisaille un matériau très fortement concentré (fraction volumique moyenne égale à 60%), on observe, contrairement au matériau à 58% de la Fig. II.1, que l’écoulement reste localisé en régime “visqueux”, à haute vitesse (Fig. II.6a). A la différence du régime de localisation du cisaillement observé à basse vitesse, l’épaisseur cisailée est alors constante, ce qui montre qu’il existe une zone près du cylindre externe qu’on ne peut jamais cisailer. L’existence de cette zone peut-être expliquée en regardant de plus près les profils de concentration : on observe sur la Fig. II.6b que la migration a généré une structure hétérogène où la fraction volumique évolue entre 59% près du cylindre interne et plus de 61% près du cylindre externe. L’endroit où l’écoulement s’arrête quelle que soit la vitesse imposée est caractérisé par une fraction volumique de 60.5%. Par définition, cette fraction volumique est donc ϕ_{div} , la fraction volumique de blocage (ou ‘jamming’) où la viscosité diverge. Nous avons effectué la même expérience sur deux autres systèmes et avons obtenu la même valeur locale de ϕ_{div} .

On note qu’il y a de nouveau une transition frictionnel/visqueux dans la structure, générée ici par la migration : le matériau près de cylindre interne, de fraction volumique $\phi < \phi_{\text{div}}$ est caractérisé par un comportement purement visqueux, tandis que le matériau près de cylindre externe, de fraction volumique $\phi > \phi_{\text{div}}$, est caractérisé par un seuil d’écoulement, qui ne peut être que d’origine frictionnelle.

Cette valeur de $\phi_{\text{div}} = 60.5\%$ n’est pas celle rencontrée habituellement dans les suspensions [Stickel & Powell (2005)]. Il faut cependant noter que nous présentons ici la seule valeur localement mesurée de cette quantité à notre connaissance ; la plupart des données proviennent d’ajustement de données de viscosité macroscopique par des lois empiriques, sur des données probablement obtenues sur matériaux hétérogènes. On note au passage que dans le schéma observé ici, il semble possible de faire couler macroscopiquement une suspension de fraction volumique moyenne supérieure à ϕ_{div} si la migration génère une zone où $\phi < \phi_{\text{div}}$ près du cylindre interne ; il est donc possible que certaines mesures de la littérature soient effectuées sur de tels matériaux et que des valeurs de viscosité à des $\phi > \phi_{\text{div}}$ soient donc rapportées.

2. Ce facteur 6 n’est bien sûr pas à prendre comme une valeur de référence : il dépend *a priori* du système, et surtout des caractéristiques de la géométrie.

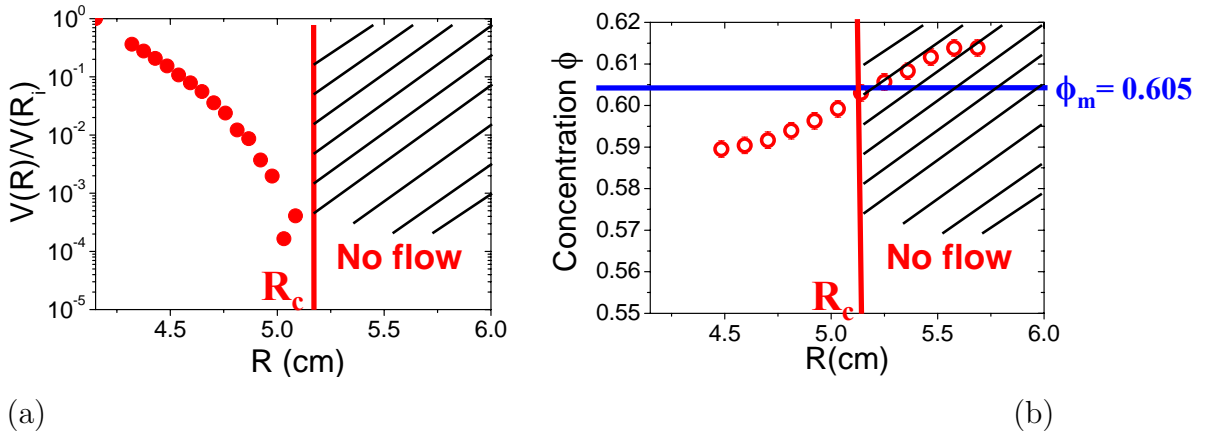


FIGURE II.6 – Profil de vitesse (a) et profil de concentration (b) mesurés dans une suspension de 60% de billes de polystyrène dans une huile silicone en géométrie de Couette. La zone morte est symbolisée par des hachures et se caractérise par une fraction volumique locale supérieure à $\phi_{\text{div}} = 0.605$. Figure adaptée de Ovarlez *et al.* (2006).

On peut attendre que la valeur de ϕ_{div} corresponde à la valeur de fraction volumique de l'état critique ϕ_{crit} de la mécanique des sols. En effet, pour des valeurs de fraction volumique ϕ supérieures à ϕ_{crit} , le squelette granulaire a besoin de se dilater pour s'écouler, ce qui est impossible à cause du confinement imposé par le fluide interstitiel. Dans ce cadre, une valeur de 60.5% n'est pas absurde, mais on manque de données pour conclure ; des mesures directes de ϕ_{crit} nécessiteraient des observations locales dans les dispositifs classiques de mécanique des sols ou de pouvoir mener des expériences d'écoulement sur plan incliné à très faible vitesse [GDR Midi (2004)].

Rôle du frottement

La détermination de l'exposant n de divergence de la viscosité à partir des données locales est au final assez robuste dans la mesure où ϕ_{div} est déterminé indépendamment. Dans le cadre d'interactions purement visqueuses entre grains, en l'absence de toute effet de contacts directs ou de mouvement brownien résiduel à l'échelle des contacts, on attend un exposant $n = 1$ [Brady (1993); Mills & Snabre (2009)]. Une valeur de $n = 2$ semble être une signature du rôle important des contacts directs dans les propriétés de dissipation du matériau [Mills & Snabre (2009)]. Notons ici qu'un comportement macroscopique visqueux est compatible avec une dissipation en partie frictionnelle : en effet, si les seuls efforts sont frictionnels et visqueux à l'échelle des grains, les forces frictionnelles se mettent simplement à l'échelle des forces visqueuses (et sont donc proportionnelles au taux de cisaillement appliqué $\dot{\gamma}$) en gardant constant le rapport force tangentielle sur force normale à tout $\dot{\gamma}$; il en résulte une réponse macroscopique purement visqueuse, de laquelle on ne peut dissocier les contributions microscopiques visqueuses et frictionnelles. On retrouve le même résultat avec un raisonnement à pression imposée, en utilisant le nombre inertiel [Cassar *et al.* (2005)].

Il y a trop peu de données fiables dans la littérature pour commenter plus en détail cette valeur de n . Notons cependant l'existence de données locales récentes qui montrent

un divergence avec un exposant $n = 1$ dans un état proche de l'état isotrope et une divergence avec un exposant $n = 2$ dans l'état anisotrope imposé par le cisaillement [Blanc *et al.* (2011)]. Il sera donc intéressant dans le futur de regarder plus en détail la dépendance de n avec le frottement entre grains, l'anisotropie, etc.

3 Effets inertiels et rhéoépaississement

Dans un second temps, nous nous sommes intéressés au comportement rhéoépaississant parfois observé dans les suspensions concentrées. Les suspensions de fécule de maïs sont un exemple particulièrement spectaculaire de suspension non-brownienne rhéoépaississante. Nous avons cherché à mieux comprendre ce phénomène à travers l'étude d'un système modèle de caractéristiques proches de ces dernières suspensions (même taille de particules, même viscosité du fluide interstitiel), constitué de particules de polystyrène sphériques monodisperses de $40 \mu\text{m}$ de diamètre en suspension dans une solution aqueuse ajustée en densité.

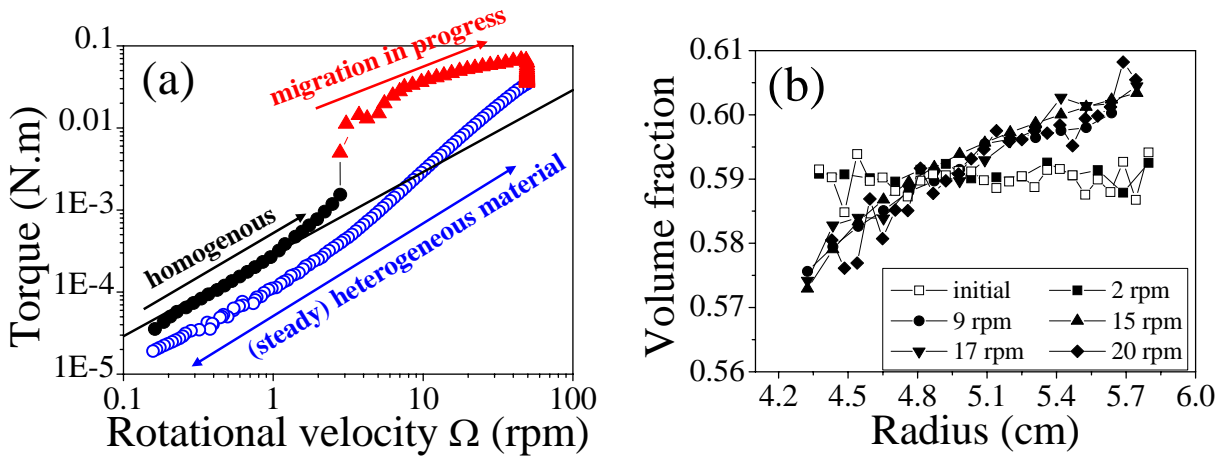


FIGURE II.7 – (a) Couple en fonction de la vitesse de rotation, mesuré lors de l'application de rampes de vitesses croissantes/décroissantes successives sur un état initialement homogène du matériau. Symboles pleins : rampe croissante initiale ; symboles creux : état stationnaire. Les différentes observations effectuées en parallèle sur les profils de concentration (état homogène, migration en cours, état hétérogène stationnaire) sont indiquées sur la figure. (b) Profils de concentration mesurés par IRM lors de la rampe croissante de vitesse de rotation. Figures extraites de Fall *et al.* (2010).

Observons tout d'abord le comportement macroscopique lorsqu'on cisaille une telle suspension initialement homogène (Fig. II.7a). Lorsqu'on augmente progressivement la vitesse de rotation appliquée au système, on observe une augmentation linéaire du couple avec la vitesse de rotation, suivie d'une brusque augmentation du couple (d'un facteur 20) autour d'une vitesse de rotation de 3 tours/min, correspondant à un taux de cisaillement macroscopique faible, inférieur à 1 s^{-1} : il s'agit d'un comportement fortement rhéoépaississant. Lorsqu'on poursuit la rampe croissante de taux de cisaillement, le couple continue à augmenter légèrement avec la vitesse de rotation. Ce comportement fortement

rhéoépaississant est cependant irréversible. L'état stationnaire (réversible) se caractérise par un comportement linéaire à faible vitesse, et faiblement rhéoépaississant à quelques tours/min (Fig. II.7a). Dans la suite, nous nous concentrons tout d'abord sur la caractérisation de l'état stationnaire.

3.a Comportement stationnaire

Comme observé avec le précédent système, le matériau en régime stationnaire est hétérogène, et se caractérise par un profil de fraction volumique $\phi(R)$ indépendant de la vitesse de rotation appliquée (Fig. II.7b). Il est donc possible d'appliquer la même méthode que dans la section II.2.c pour déterminer le comportement local de la suspension à partir des mesures de couple et de profils de vitesse. Il faut désormais tenir compte du fait que le comportement n'est pas simplement linéaire. On détermine donc des lois locales $\tau(\dot{\gamma}, \phi)$ en combinant en chaque point R de l'entrefer (de fraction volumique locale $\phi(R)$) les valeurs locales de $\tau(R, \Omega)$ et $\dot{\gamma}(R, \Omega)$ mesurées pour diverses vitesses de rotation Ω imposées au système. Ces lois locales sont représentées sur la Fig. II.8a.

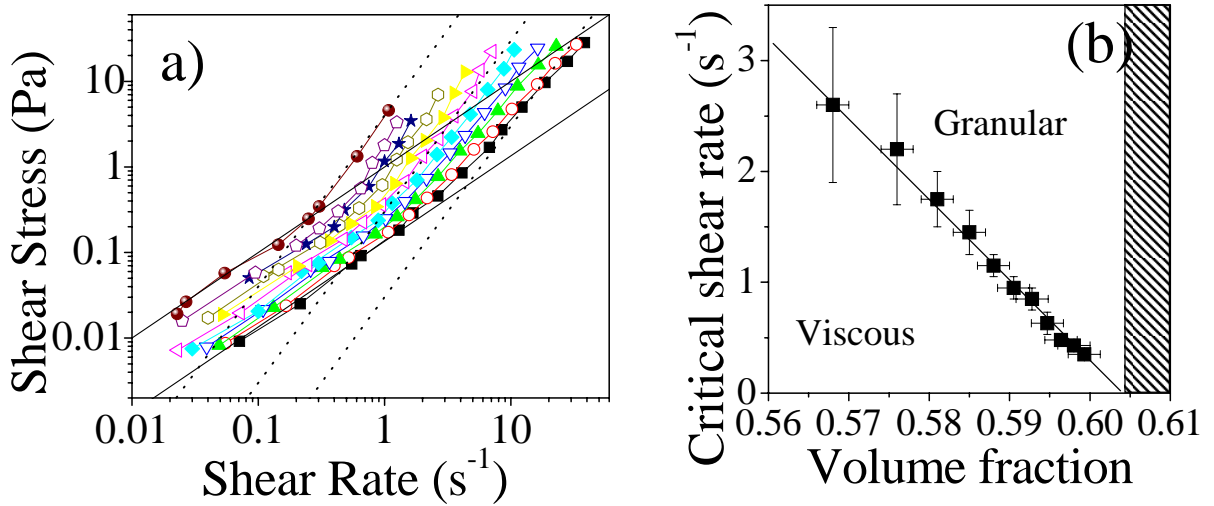


FIGURE II.8 – (a) Lois de comportement locales mesurées dans des suspensions de particules de polystyrène de $40 \mu\text{m}$ de diamètre dans une solution aqueuse, pour diverses fractions volumiques locales. (b) Taux de cisaillement critique $\dot{\gamma}_c(\phi)$ de transition du régime $\tau \propto \dot{\gamma}$ au régime $\tau \propto \dot{\gamma}^2$, en fonction de la fraction volumique ϕ mesurée localement. Figures extraites de Fall *et al.* (2010).

On observe que la loi de comportement intrinsèque de ces suspensions, mesurée localement, se caractérise simplement à toute fraction volumique ϕ par deux régimes d'écoulement : un régime d'écoulement visqueux $\tau \propto \dot{\gamma}$ sous un taux de cisaillement critique $\dot{\gamma}_c(\phi)$, et un régime d'écoulement $\tau \propto \dot{\gamma}^2$ au-dessus de $\dot{\gamma}_c(\phi)$. Des contraintes $\propto \dot{\gamma}^2$ sont caractéristiques des écoulements de matériaux granulaires denses à fraction volumique imposée [Lemaître (2002); Lois *et al.* (2005)]; ce régime semble donc être le régime inertiel prédit par des lois d'échelle [Lemaître *et al.* (2009)], où la dynamique des grains est dominée par leur inertie et leurs interactions de contacts, les interactions visqueuses

devenant négligeables. Les valeurs de taux de cisaillement de transition $\dot{\gamma}_c$ sont cependant remarquablement faibles, ce qui n'est pas intuitivement attendu dans un régime où l'inertie des grains doit jouer un rôle. Par ailleurs, on observe que $\dot{\gamma}_c(\phi)$ semble tendre linéairement vers 0 à l'approche d'une valeur $\phi_c = 0.605$ (Fig. II.8b). On remarque ici que ϕ_c a la même valeur que ϕ_{div} , qui est la fraction volumique (mesurée localement) au-delà de laquelle le matériau ne coule plus.

Analyse

On peut comprendre ces observations en analysant plus en détail cette transition de comportement dans un schéma visqueux/inertiel [Lemaître *et al.* (2009)]. En régime visqueux, la contrainte de cisaillement s'écrit $\tau \propto \eta(\phi)\dot{\gamma}$; en régime inertiel, on a $\tau \propto \beta(\phi)\dot{\gamma}^2$. La transition de comportement a lieu quand $\eta(\phi)\dot{\gamma} \simeq \beta(\phi)\dot{\gamma}^2$, ce qui conduit à $\dot{\gamma}_c \propto \eta(\phi)/\beta(\phi)$. En écrivant $\eta(\phi) \propto (1 - \phi/\phi_{\text{div}})^{-n_v}$ et $\beta(\phi) \propto (1 - \phi/\phi_{\text{div}})^{-n_i}$, on en déduit finalement

$$\dot{\gamma}_c \propto (1 - \phi/\phi_{\text{div}})^{n_i - n_v} \quad (\text{II.2})$$

Il a été présupposé ici que la fraction volumique de blocage ϕ_{div} est la même en régimes inertiel et visqueux, ce qui n'a rien d'évident. On retrouve cependant ce résultat dans [Peyneau (2009)]; nos observations sont par ailleurs compatibles avec cette hypothèse. L'équation II.2 permet finalement de comprendre la décroissance linéaire de $\dot{\gamma}_c$ à l'approche de ϕ_{div} , à l'aide de $n_i = 2$ (qui est l'exposant mesuré par simulations dans la littérature des matériaux granulaires [da Cruz *et al.* (2005)]) et $n_v = 1$ (qui est l'exposant prédit pour un matériau essentiellement visqueux [Brady (1993); Mills & Snabre (2009)]), en accord avec le comportement de notre suspension.

La conclusion de cette approche macroscopique est que l'observation d'un telle transition visqueux/inertiel à bas taux de cisaillement est la conséquence des propriétés de divergence des contraintes à l'approche de ϕ_{div} dans les deux régimes. On note au passage que l'exposant $n_v = 1$ mesuré ici est différent de celui mesuré sur le système précédent ($n_v = 2$), ce qui montre que certains aspects microscopiques restent ici incompris et donc non maîtrisés dans la formulation du système. Dans un système où $n_v = 2$, on s'attend à ne pas observer le comportement inertiel à bas taux de cisaillement, ce qui explique l'observation d'un comportement local essentiellement linéaire sur le système précédent.

3.b Migration

L'observation de cette transition visqueux/inertiel nous permet maintenant de mieux comprendre pourquoi l'hétérogénéité du matériau se met en place aussi rapidement. Pour une suspension purement visqueuse, on s'attend à ce que la migration se mette en place lentement (il s'agit d'un phénomène diffusif), et que l'échelle de déformation associée au processus soit

$$\text{Strain}_{\text{migr}} \propto L^2/a^2 \quad (\text{II.3})$$

qui est indépendante du taux de cisaillement appliqué au système, où L est la taille de l'entrefer et a la taille des particules [Acrivos (1995)]. Pour le système étudié on attendrait

donc $\text{Strain}_{\text{migr}} \simeq 10000$ à 100000 , soit 1000 fois plus qu’observé lors de la rampe de vitesse. Cette évaluation n’est cependant valable que pour un système visqueux ; il nous faut maintenant tenir compte du régime d’écoulement inertiel. La théorie diffusive classique ne permet pas d’en tenir compte. En revanche, les théories de migration basées sur des approches diphasiques [Morris & Boulay (1999); Lhuillier (2009)], où la migration est induite par des différences de contraintes normales, le permet. Dans ce cadre, la migration est induite notamment par le gradient des contraintes particulières (ce sont les contraintes résultant des interactions directes entre grains uniquement [Lhuillier (2009)]). Dans un régime inertiel, ces contraintes sont toutes $\propto \dot{\gamma}^2$. Il faut noter que nous n’avons mesuré que la contrainte de cisaillement car nous n’avons pas de mesure locale de contraintes normales (et face aux problèmes d’hétérogénéité mis ici en évidence, on peut difficilement croire des mesures faites en géométrie à plans parallèles). Cependant, on peut raisonnablement penser que celles-ci sont également $\propto \dot{\gamma}^2$, comme prédit théoriquement [Lemaître *et al.* (2009)]. Dans les modèles diphasiques, les gradients de contraintes normales $\nabla\tau_N$ sont contrebalancés par les efforts visqueux exercés par le flux de liquide à vitesse U travers le squelette granulaire, soit $\nabla\tau_N \propto U$, qui intervient ensuite dans l’équation de conservation de la masse $\partial\phi = -\nabla(\phi U)$ pour déterminer la cinétique de migration. On voit donc que l’échelle de temps t_{migr} associée aux variations de ϕ est celle de ∇U . D’après $U \propto \nabla\tau_N$, on distingue donc deux cas. En régime visqueux où $\tau_N \propto \dot{\gamma}$, on a $t_{\text{migr}} \propto 1/\dot{\gamma}$ donc $\text{Strain}_{\text{migr}} \simeq \text{constant}$, comme prédit par la théorie diffusive pour un système visqueux. En régime inertiel où $\tau_N \propto \dot{\gamma}^2$, on attend $t_{\text{migr}} \propto 1/\dot{\gamma}^2$ donc

$$\text{Strain}_{\text{migr}} \propto 1/\dot{\gamma} \tag{II.4}$$

On prédit donc que la migration est accélérée en régime inertiel, et d’autant plus accélérée lorsqu’on augmente le taux de cisaillement, ce qui semble expliquer nos observations.

Pour confirmer cette interprétation, nous avons effectué des expériences où nous avons mesuré la déformation $\text{Strain}_{\text{migr}}$ à appliquer à notre suspension, initialement homogène à 59%, pour atteindre un état hétérogène stationnaire (à l’incertitude expérimentale locale de 0.2% près) lorsqu’on impose une vitesse de rotation Ω constante au cylindre interne. Les valeurs de $\text{Strain}_{\text{migr}}(\Omega)$ mesurées pour divers Ω sont reportées sur la Fig. II.9. On remarque que $\text{Strain}_{\text{migr}}$ décroît fortement lorsqu’on augmente Ω . La loi de comportement stationnaire mesurée pour une fraction volumique de 59% est également représentée sur la Fig. II.9, où on a fait correspondre en abscisse des deux graphiques le taux de cisaillement macroscopique imposé dans l’expérience de mesure de cinétique de migration et le taux de cisaillement localement observé lors de la mesure de loi de comportement locale. On trouve bien qu’une cinétique lente est observée en régime visqueux et que la cinétique s’accélère fortement en régime inertiel. Nous n’avons malheureusement pas pu confirmer que la déformation caractéristique est constante en régime visqueux, faute de pouvoir effectuer des expériences à plus faibles vitesses de rotation. La cinétique observée est qualitativement en accord avec la loi d’échelle $1/\dot{\gamma}$; il est difficile d’être plus quantitatif à ce stade car l’ensemble du processus est très complexe : au cours de la migration, le comportement local évolue au gré des évolutions de fraction volumique locale (le matériau peut par exemple passer localement d’un comportement inertiel à un comportement visqueux) et affecte en retour le processus de migration.

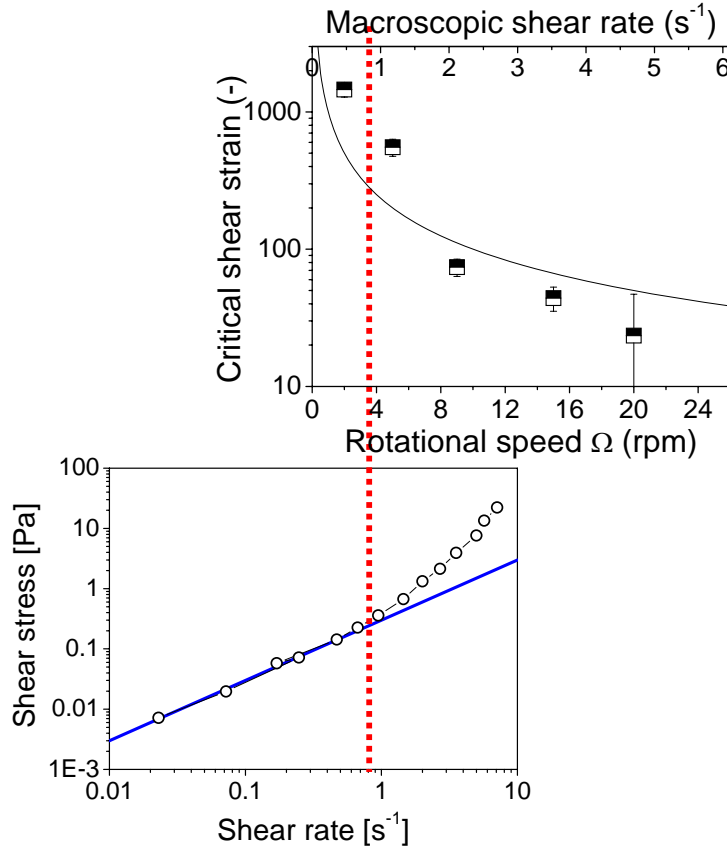


FIGURE II.9 – (a) Déformation $\text{Strain}_{\text{migr}}(\Omega)$ à appliquer une suspension de 59% de particules initialement homogène pour atteindre un état hétérogène stationnaire, en fonction de la vitesse de rotation Ω imposée au cylindre interne. La ligne est une loi $\propto 1/\Omega$. (b) Loi de comportement mesurée localement sur un système de fraction volumique locale égale à 59%. Figure adaptée de Fall *et al.* (2010).

3.c Rhéoépaississement macroscopique

Revenons maintenant sur la réponse macroscopique (Fig. II.7a) observée lorsqu'on cisaille le matériau initialement homogène. Lors de la montée de vitesse de rotation, la réponse macroscopique est initialement linéaire : le comportement local est visqueux et le matériau est homogène à l'échelle de temps de l'expérience. Lorsque le taux de cisaillement macroscopique est de l'ordre du taux de cisaillement de transition visqueux/inertiel du système homogène, la réponse macroscopique devient non-linéaire et la migration s'accélère fortement (Fig. II.7b). Les observations locales montrent que le saut brusque de couple correspond au moment où les variations temporelles de la fraction volumique sont les plus fortes. Si la corrélation est indéniable, l'effet reste inexpliqué. Les efforts appliqués au système pour induire la migration semblent impliquer une composante de contrainte tangentielle élevée qui pourrait s'expliquer par une percolation du système (de type chaînes de forces, ou cluster hydrodynamique), ce qui mérite des observations complémentaires.

En résumé, nous avons montré que le comportement local se caractérise par une transi-

tion visqueux/inertiel à faible taux de cisaillement, qui est une signature du rôle important des contacts directs sur les propriétés rhéologiques du matériau. A l'échelle macroscopique, ce comportement conduit à une migration qui s'accélère fortement avec le taux de cisaillement, ce qui constitue une autre signature du rôle important des contacts directs entre grains. En retour, cette migration génère un rhéoépaississement abrupt (sinon discontinu) sur la réponse transitoire du système ; il ne s'agit donc pas là d'une propriété intrinsèque du matériau, mais ses conséquences n'en sont pas moins importantes : au-delà de l'artefact induit sur la mesure rhéométrique, on peut s'attendre à observer un tel comportement dans tout écoulement de ces suspensions (par exemple lors des écoulements en conduite). On peut se demander par ailleurs si ce comportement ne se retrouve pas sur d'autres systèmes : dans le cas de suspensions browniennes où un rhéoépaississement discontinu réversible est observé, il n'est pas exclu que ce rhéoépaississement soit généré par la migration du système ; on peut s'attendre en effet à ce que la migration dans un tel système soit réversible (et que le matériau redevienne homogène à bas taux de cisaillement ou au repos, lorsque les effets browniens l'emportent).

3.d Autres résultats sur le rhéoépaississement

Nous avons également étudié le rhéoépaississement spectaculaire observé dans les suspensions de fécule de maïs [Fall *et al.* (2008)]. Dans ces systèmes, une étude extensive par IRM n'est pas possible car le couple en régime rhéoépaississant devient trop important pour permettre la rotation du moteur que nous utilisons. On peut cependant noter que lorsque l'écoulement se bloque (lors du rhéoépaississement), le système reste homogène : aucune signature d'un début de migration n'est observable, contrairement au cas de la suspension modèle étudiée plus haut.

On observe néanmoins certaines caractéristiques en accord avec un mécanisme de transition visqueux/inertiel à l'échelle locale. Tout d'abord, nous avons observé que le taux de cisaillement critique de transition vers le rhéoépaississement décroît linéairement avec la fraction volumique en particules. Par ailleurs, les expériences macroscopiques que nous avons menées pour tenter de mieux caractériser ce rhéoépaississement font apparaître des effets de confinement et semblent à relier à la dilatance sous cisaillement des matériaux granulaires secs, en accord avec l'origine inertielle du comportement postulée ci-dessus (voir. Fall *et al.* (2008) pour plus de détails). Nous avons notamment montré que :

- lorsqu'une force normale nulle est imposée au système en géométrie à plans parallèles, le rhéoépaississement disparaît et l'entrefer tend à augmenter.
- le taux de cisaillement de transition vers le rhéoépaississement augmente avec la taille de l'entrefer de la géométrie, laissant apparaître des effets de taille finie pour une taille de l'ordre de 40 grains (qui sont peut-être à rapprocher de résultats récents [Bonnoit *et al.* (2010b)]).
- si on laisse le matériau cisailé en contact avec du matériau au repos au bord de la géométrie à plans parallèles (Fig.3 de Fall *et al.* (2008)), le taux de cisaillement de transition augmente (et devient indépendant de la taille de l'entrefer) : le matériau semble alors disposer d'un "réservoir de dilatance" sur les bords de la zone cisailée qui lui permet de couler à un taux de cisaillement auquel le matériau confiné se bloque.

Pour aller plus loin, et mieux comprendre les différences entre ce système et la sus-

pension modèle, il faudrait maintenant réussir à caractériser le comportement local en régime rhéoépaississant pour voir si le rhéoépaississement discontinu se retrouve ou non à l'échelle locale.

Collaborations

Les travaux présentés dans ce chapitre ont été en bonne partie réalisés en collaboration avec Daniel Bonn (Laboratoire de Physique Statistique) dans le cadre de la thèse d'Abdoulaye Fall, que nous avons co-encadrée. Ces travaux ont également bénéficié de l'apport de Stéphane Rodts et François Bertrand (Laboratoire Navier) pour les aspects IRM. Les effets inertiels (section II.3) ont été étudiés en collaboration avec Anaël Lemaître (Laboratoire Navier).

Chapitre III

Fluides à seuil

Mes travaux sur les fluides à seuil sont motivés par plusieurs questions. Tout d'abord, afin de pouvoir aborder le comportement des suspensions de particules dans des fluides à seuil, il m'a paru essentiel de caractériser au mieux le comportement macroscopique de ces derniers. Cela m'a permis en particulier de choisir les systèmes modèles les plus simples possibles. Mes observations sur les suspensions concentrées m'ont particulièrement incité à m'interroger sur leur comportement local en écoulement : ce sont en effet généralement des matériaux multiphasiques dont la taille des éléments constitutifs peut être grande. On peut alors attendre des phénomènes similaires à ceux observés dans les suspensions (développement d'hétérogénéités sous cisaillement).

Par ailleurs, les matériaux cimentaires utilisés dans le domaine du génie civil sont fortement thixotropes (leur comportement dépend de leur histoire d'écoulement). Afin d'apporter des pistes de modélisation du comportement de tels matériaux lors de leur mise en œuvre, je me suis intéressé à la transition liquide/solide dans des matériaux thixotropes modèles et dans les pâtes cimentaires, avec une application à la mise en œuvre des bétons frais dans des coffrages.

Dans ce chapitre, afin de ne pas présenter un catalogue de résultats, j'ai choisi de mettre en avant les travaux qui me semblent les plus significatifs et qui présentent une certaine cohérence.

1 Bandes de cisaillement

Lors d'un écoulement de fluide à seuil, il est parfois observé que certaines zones du matériau ne sont pas cisailées [Coussot (2005)]. Ce phénomène se manifeste sous la forme de zones mortes, comme dans les coins des géométries d'extrusion, ou d'écoulements bouchon, par exemple lors d'un pompage en conduite cylindrique.

Lorsque le champ de contrainte dans une géométrie est hétérogène, il s'agit d'un phénomène trivial : le taux de cisaillement est nul dans les zones où la contrainte de cisaillement τ est inférieure au seuil d'écoulement τ_y . C'est le cas dans les écoulements en conduite cylindrique où la contrainte de cisaillement est proportionnelle au rayon : le matériau n'est cisailé qu'à proximité des parois et la partie centrale du matériau (où $\tau < \tau_y$) est transportée à vitesse constante. On parle alors de *localisation du cisaillement*.

Lorsque le champ de contrainte est homogène, ce qui n'est strictement possible qu'en simulations mais quasiment réalisé en géométrie cône plan ou en géométrie de Couette

à entrefer mince, on n’attend pas de localisation du cisaillement dans un fluide à seuil modélisé par une loi de comportement classique. En effet, en régime stationnaire, on écrit généralement $\tau = f(\dot{\gamma})$ où f est une fonction monotone croissante telle que $f(\dot{\gamma}) \rightarrow \tau_y$ quand $\dot{\gamma} \rightarrow 0$, qui sous-entend que le taux de cisaillement $\dot{\gamma} = f^{-1}(\tau)$ tend continûment vers 0 quand $\tau \rightarrow \tau_y$. A toute contrainte τ (resp. taux de cisaillement $\dot{\gamma}$) appliquée correspond alors un écoulement stable à un taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ (resp. contrainte de cisaillement τ) unique. Pourtant, une localisation du cisaillement en géométrie de cisaillement simple homogène a été observée dans certains matériaux expérimentalement [Pignon *et al.* (1996); Coussot *et al.* (2002b)] et en simulations [Varnik *et al.* (2003)] lorsque la vitesse de l’outil imposant le cisaillement est contrôlée. On parle alors de *bandes de cisaillement* : ce terme est réservé ici à l’observation de deux états distincts d’un matériau pour une même valeur de contrainte (ici, la contrainte seuil τ_y). Les deux bandes sont ici caractérisées par un taux de cisaillement critique $\dot{\gamma}_c$ bien défini dans la zone en écoulement, et $\dot{\gamma} = 0$ dans la zone au repos, la contrainte de cisaillement associée étant $\tau \approx \tau_y$. La taille relative des deux bandes s’ajuste en fonction de la vitesse imposée à l’outil : on n’observe donc ce phénomène que lorsqu’on cherche à imposer un taux de cisaillement macroscopique inférieur à $\dot{\gamma}_c$.

Ces observations ont amené à revisiter le comportement de ces matériaux, qui ne sont plus caractérisés par leur seul seuil d’écoulement mais également par un taux de cisaillement critique $\dot{\gamma}_c$ sous lequel aucun écoulement n’est stable. On voit alors apparaître un temps caractéristique $1/\dot{\gamma}_c$ qui doit se retrouver à l’échelle microscopique. Un progrès substantiel dans la modélisation des fluides à seuil passe donc par une meilleure caractérisation de leur comportement local en écoulement, pour déterminer quels matériaux donnent lieu à des bandes de cisaillement [Dennin (2008); Ovarlez *et al.* (2009); Schall & van Hecke (2010)] et pouvoir mettre évidence les propriétés microscopiques à l’origine de ce phénomène.

Les premières observations expérimentales de bandes de cisaillement dans les fluides à seuil ont été effectuées sur fluides thixotropes [Pignon *et al.* (1996); Coussot *et al.* (2002b)]; par ailleurs, un modèle de thixotropie [Coussot *et al.* (2002a)] permet de faire naturellement apparaître un taux de cisaillement critique $\dot{\gamma}_c$ sous lequel les écoulements sont instables, en lien avec un temps caractéristique de structuration de ces systèmes. Cependant, certaines expériences ont également mis en évidence des bandes de cisaillement dans des fluides à seuil simples (dont le comportement ne dépend pas - ou peu - de l’histoire d’écoulement), mousses [da Cruz *et al.* (2002); Rodts *et al.* (2005)] et émulsions [Bécu *et al.* (2006)], où aucune échelle de temps caractéristique de structuration ne semble apparaître par ailleurs.

Cas des mousses et émulsions concentrées

Afin de mieux comprendre ce phénomène, nous avons mené une série d’expériences sur diverses mousses et émulsions, en faisant varier les caractéristiques physico-chimiques des matériaux (interfaces mobiles et rigides dans le cas des mousses, interactions répulsives et attractives dans le cas des émulsions), et la fraction volumique et la taille des éléments dispersés (bulles et gouttes). Les détails sur la composition des matériaux peuvent être trouvés dans [Ovarlez *et al.* (2008, 2010b)]. Nous nous sommes par ailleurs attachés à refaire des mesures sur les matériaux utilisés par da Cruz *et al.* (2002) (mousse), Rodts

et al. (2005) (mousse), et Bécu *et al.* (2006) (émulsion), où des bandes de cisaillement avaient été observées.

Les expériences en géométrie cône-plan par IRM sont particulièrement délicates : le signal mesuré y est très faible car il y a peu de matériau à une position radiale donnée. Il est en particulier impossible d'y mesurer des champs de vitesse dans des mousses, l'air ne contribuant pas au signal. Pour contourner ce problème, nous avons choisi d'effectuer des mesures de profils de vitesse en géométrie de Couette à entrefer large. Dans une telle géométrie, le champ de contrainte est hétérogène : la contrainte de cisaillement s'écrit $\tau(R) = \tau(R_i) R_i^2/R^2$ où R_i est le rayon interne de la géométrie de Couette, et R la position radiale dans l'entrefer. Lorsque la contrainte appliquée au niveau du cylindre interne est proche du seuil du matériau τ_y , l'écoulement s'arrête à une position R_c dans l'entrefer où la contrainte de cisaillement est égale à τ_y (*i.e.* $R_c = R_i \sqrt{\tau(R_i)/\tau_y}$). Cette localisation du cisaillement n'est alors due qu'au seuil du matériau, et ne dit rien sur l'apparition ou non de bandes de cisaillement pour l'application d'un cisaillement homogène. Cette dernière information peut néanmoins être obtenue en observant de plus près les profils de vitesse localisés. En effet, l'existence de bandes de cisaillement implique que le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ doit tendre vers $\dot{\gamma}_c$ lorsque la contrainte de cisaillement tend vers τ_y ; à l'inverse un fluide à seuil classique se caractérise par $\dot{\gamma} \rightarrow 0$ quand $\tau \rightarrow \tau_y$. Lorsque l'écoulement est localisé en géométrie de Couette, cela implique que le taux de cisaillement local $\dot{\gamma}(R)$ doit tendre vers $\dot{\gamma}_c \neq 0$ lorsque R tend vers R_c (*i.e.* $\tau(R) \rightarrow \tau_y$). Comme $\dot{\gamma}(R) = V/R - dV/dR$, on doit alors observer que la vitesse locale tend vers zero en R_c avec une pente $|dV/dR| = \dot{\gamma}_c$, indépendante de la vitesse du cylindre interne. Le phénomène de bande de cisaillement en géométrie de Couette est alors un phénomène de localisation classique qui s'accompagne d'une discontinuité de la pente du profil de vitesse à l'interface entre les zones cisailée et non cisailée, comme dans un champ de contrainte homogène. A l'inverse, si le matériau ne donne pas lieu à des bandes de cisaillement, $dV/dR = 0$ à l'interface entre la zone cisailée et la zone non cisailée : la localisation du cisaillement s'effectue sans discontinuité de pente du profil de vitesse.

Dans les expériences que nous avons effectuées, nous avons imposé la vitesse de rotation Ω du cylindre interne. Nous nous sommes placés pour chaque matériau dans des conditions où les profils de vitesses sont localisés. Des profils de vitesses mesurés sur l'ensemble des mousses que nous avons étudiées sont représentés sur la Fig. III.1a, où nous avons également représenté un profil de vitesse mesuré par Rodts *et al.* (2005). Pour permettre une comparaison directe des systèmes, nous avons choisi de ne montrer ici que des profils où la vitesse s'annule en un même point de l'entrefer ($R_c \simeq 5.4$ cm) pour tous les matériaux.

On observe tout d'abord ici qu'il y a une rupture de pente sur les profils de vitesse mesurés par Rodts *et al.* (2005) : la pente à l'interface entre la zone cisailée et la zone non cisailée est de 5 s^{-1} , ce qui semble faire de ce matériau un matériau à bandes de cisaillement. Les profils de vitesse que nous avons mesurés, y compris sur le même matériau que Rodts *et al.*, ne font quant à eux pas apparaître de discontinuité de pente. Les mousses étudiées semblent donc être des fluides à seuil simples, ne donnant pas lieu à des bandes de cisaillement. Les profils de vitesse ne permettent en toute rigueur que de donner des bornes supérieures sur les valeurs admissibles de $\dot{\gamma}_c$: on trouve des bornes comprises entre 0.03 s^{-1} et 0.3 s^{-1} suivant les matériaux (la différence entre les bornes ne dépend que du rapport signal/bruit lors des mesures par IRM, qui dépend du matériau). Nos mesures

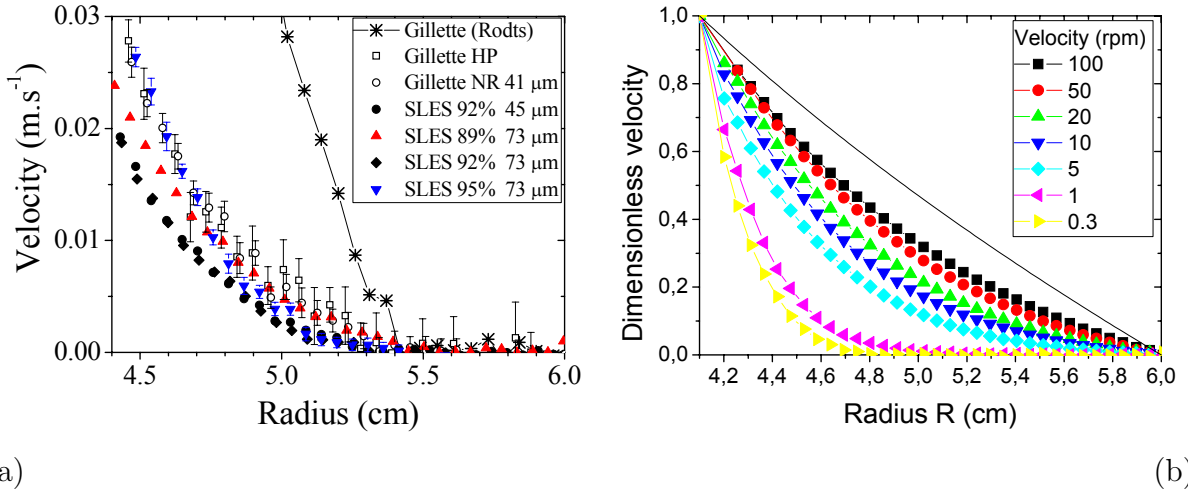


FIGURE III.1 – (a) Profils de vitesse mesurés dans les mousses que nous avons étudiées et profils mesurés par Rodts *et al.* (2005) (*); la fraction volumique ϕ et le diamètre moyen $\langle d \rangle$ des bulles sont donnés en légende. Figure extraite de Ovarlez *et al.* (2010b). (b) Profils de vitesse adimensionnés $V(R)/V(R_i)$ mesurés pour diverses vitesses de rotation Ω du cylindre interne (voir légende) dans une émulsion concentrée de 75% de gouttelettes adhésives de $6.5 \mu\text{m}$ de diamètre. Figure extraite de Ovarlez *et al.* (2008).

sont par ailleurs cohérentes avec des mesures macroscopiques à contrainte imposée en géométrie cône plan : lorsqu'on impose une contrainte proche du seuil d'écoulement du matériau, on observe un écoulement stable à un taux de cisaillement faible $\simeq 0.1 \text{ s}^{-1}$.

Ces bornes sont en désaccord avec l'unique prédiction théorique de bandes de cisaillement dans les mousses [Denkov *et al.* (2009a)], ce qui montre que ce modèle n'est pas adapté aux mousses que nous avons étudiées (il se peut qu'il soit valable pour d'autres formulations, notamment avec de fortes forces attractives entre les films). Nos résultats sont en désaccord avec les expériences de da Cruz *et al.* (2002) ; nous avons pu expliquer ce désaccord par des problèmes de mise en place dans la procédure employée dans ces travaux. Le désaccord avec les résultats de Rodts *et al.* (2005) est plus troublant. Une explication serait la présence d'impuretés dans la mousse utilisée par Rodts *et al.* (par exemple des résidus d'argile, qui ont été étudiées avec le même système) : en effet, il a été montré que des faibles quantités de particules colloïdales dispersées dans la phase continue d'une émulsion concentrée peuvent donner lieu à des phénomènes de structuration par pontage des gouttelettes, ce qui conduit à l'observation de bandes de cisaillement [Ragouilliaux *et al.* (2007)] ; il est possible que les mêmes phénomènes surviennent avec des mousses. Quoiqu'il en soit, on remarque essentiellement ici que nous avons obtenu ici un ensemble de résultats cohérents sur cinq matériaux, par deux techniques (IRM et mesures de fluage), qui rend nos observations particulièrement robustes : la conclusion est l'absence de bandes de cisaillement observables dans les mousses.

Nous avons mené un travail similaire sur des émulsions concentrées. Les écoulements de l'ensemble de ces émulsions en géométrie de Couette donnent lieu à une localisation du cisaillement sans signature de bandes de cisaillement (Fig. III.1b). On trouve ici une borne supérieure sur $\dot{\gamma}_c$ comprise entre 0.1 et 0.01 s^{-1} selon les matériaux. De nouveau, ces

résultats sont en contradiction avec des résultats précédents sur un même système [Bécu *et al.* (2006)]. Dans ce dernier cas, la différence semble être due à la procédure. Dans nos expériences, la vitesse du cylindre interne est progressivement diminuée pour donner lieu à la localisation du cisaillement aux basses vitesses. On observe alors tout de suite un écoulement stationnaire caractérisé par un profil de vitesse sans rupture de pente. Bécu *et al.* (2006) ont quant à eux imposé directement une vitesse faible au cylindre interne sur un matériau initialement au repos, et observent alors une localisation du cisaillement avec une rupture de pente. Des expériences récentes sur gels Carbopol [Divoux *et al.* (2010)] ont montré qu’avec cette procédure (application directe d’une vitesse de cisaillement faible sur un matériau au repos), des bandes de cisaillement transitoires peuvent apparaître avant la mise en place d’un écoulement permanent homogène ; à proximité du seuil ces phénomènes transitoires tendent à devenir infiniment longs. Ils ne sont observés que lorsqu’on part du repos (et non lorsqu’on part d’un matériau cisailé) : ils caractérisent une dynamique de fluidification. Il est donc probable que les bandes de cisaillement observées par Bécu *et al.* soient de telles bandes transitoires. Au final, à l’instar des mousses, les émulsions concentrées semblent s’écouler sans donner lieu à des bandes de cisaillement, comme le montre un ensemble robuste de résultats sur cinq émulsions différentes.

Des observations effectuées sur un dernier fluide à seuil simple, le gel Carbopol [Coussot *et al.* (2009)], conduisent à la même conclusion avec une borne supérieure sur $\dot{\gamma}_c$ de l’ordre de 0.01 s^{-1} .

En conclusion, il semble que les écoulements de fluides à seuils simples (mousses, émulsions, gels Carbopol), dont le comportement ne dépend pas – ou peu – de l’histoire de cisaillement (à l’exception des phénomènes encore peu compris récemment mis en évidence par Divoux *et al.* (2010)), soient exempts de bandes de cisaillement stationnaires.

Bandes de cisaillement et thixotropie

A l’inverse, les écoulements de matériaux thixotropes donnent lieu à des bandes de cisaillement. Il semble donc qu’un phénomène structurant soit nécessaire pour les voir apparaître, ce qui est cohérent avec l’idée que $1/\dot{\gamma}_c$ fait apparaître une échelle de temps dans le système. Ceci est illustré par nos observations sur les suspensions de particules non-colloïdales plongées dans des fluides newtoniens (Fig. II.3) qui ont permis de montrer qu’en l’absence d’effet structurant lié à la gravité, ces matériaux sont des fluides simples : les bandes de cisaillement n’apparaissent que comme conséquence d’une compétition entre resuspension visqueuse et sédimentation [Fall *et al.* (2009)]. Une autre illustration a été fournie dans le cadre de la thèse d’Alexandre Ragouilliaux [Ragouilliaux *et al.* (2007)] : il a en effet été montré qu’une émulsion concentrée, qui est un fluide à seuil simple ne donnant pas de bandes de cisaillement, peut être transformée en un fluide thixotrope (qui se structure au repos et se destructure sous cisaillement) donnant lieu à des bandes de cisaillement par l’ajout de particules colloïdales dans la phase continue. Ces particules viennent s’adsorber aux interfaces des gouttelettes avec une certaine cinétique et peuvent générer par pontage un effort attractif entre gouttelettes. On voit ici clairement l’importance de l’existence d’un phénomène de structuration à l’échelle microscopique pour faire apparaître les bandes de cisaillement. Nous avons récemment formalisé cette idée dans un modèle simple qui suggère que les bandes de cisaillement apparaissent lorsque que l’échelle de temps liée à la structuration du matériau est plus grande que l’échelle de temps liée

aux phénomènes de relaxation viscoélastique. Dans ces conditions, la contrainte de cisaillement tend alors tout d’abord à diminuer rapidement (par destructuration) lorsqu’on augmente le taux de cisaillement appliqué sur le matériau avant de croître par effets visqueux : on obtient donc une loi de comportement “à minimum”, instable en-dessous d’un taux de cisaillement critique $\dot{\gamma}_c$. Ce modèle schématique et ses prédictions ne seront pas détaillés ici ; ils peuvent être trouvés dans [Coussot & Ovarlez (2010)].

2 Comportement des fluides à seuil simples

Les matériaux étudiés ci-dessus (mousses, émulsions, gels Carbopol) semblent au final avoir un comportement de fluide à seuil simple. L’absence de bandes de cisaillement laisse en particulier penser que les caractérisations macroscopiques classiques rendent bien compte de leur comportement. Pour confirmer cette hypothèse, nous avons choisi d’effectuer une étude locale de leurs écoulements par IRM.

2.a Hétérogénéités

Une première étape importante dans la détermination du comportement local de ces matériaux est de vérifier leur homogénéité sous cisaillement. Nous avons vu en effet lors de nos travaux sur suspensions concentrées que ces hétérogénéités peuvent se mettre en place très rapidement.

Nous avons choisi d’étudier plus en détail le cas des émulsions concentrées, qui sont des suspensions denses de gouttelettes. Pour cette étude, une séquence IRM spécifique a été développée par Stéphane Rodts. Cette séquence met à profit la différence de temps de relaxation entre les liquides composant les phases dispersée et continue pour mesurer séparément les fractions relatives de chaque liquide et déterminer la concentration locale en gouttelettes (on trouvera les détails dans [Ovarlez *et al.* (2008)]).

Nous avons effectué des études sur des émulsions concentrées (fraction volumique en gouttelettes ϕ entre 70 et 88%) monodisperses dont le diamètre des gouttes était compris entre 0.3 et 40 μm ; par ailleurs, des concentrations différentes en tensioactif ont été utilisées pour générer des interactions répulsives ou attractives entre gouttelettes. Toutes les émulsions ont été cisailées sur de longs temps à vitesse de rotation du cylindre interne fixe, pour atteindre des déformations allant jusqu’à 100000. Les profils de concentration mesurés sur deux émulsions sont représentés sur la Fig. III.2.

Aucune hétérogénéité n’a pu être mise en évidence sur ces systèmes : la concentration en gouttelettes reste constante dans l’entrefer. Outre son importance pratique, ce résultat fournit une information importante pour la modélisation du phénomène de migration car il est en opposition à ce qui se passe dans les suspensions de particules rigides. En particulier, une suspension de billes de 40 μm peut devenir hétérogène pour une déformation appliquée $\simeq 10$ [Fall *et al.* (2010)], tandis qu’une émulsion de gouttelettes de même taille reste homogène pour une déformation appliquée $\simeq 20000$. Cela semble corroborer l’hypothèse selon laquelle que les propriétés de contacts directs entre particules jouent un rôle majeur dans le phénomène de migration [Lhuillier (2009)].

On notera finalement que la même observation (absence de migration) a été effectuée sur une mousse.

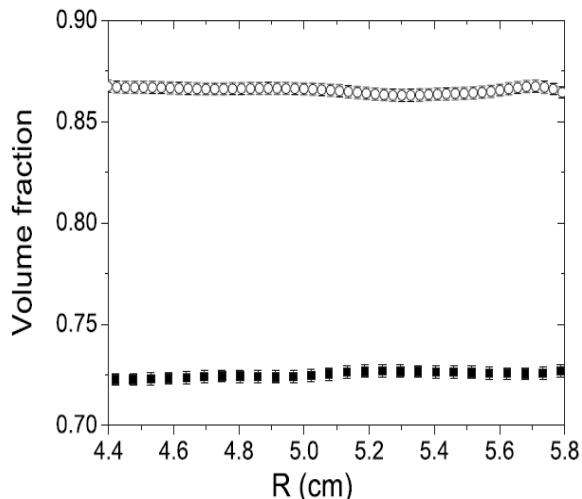


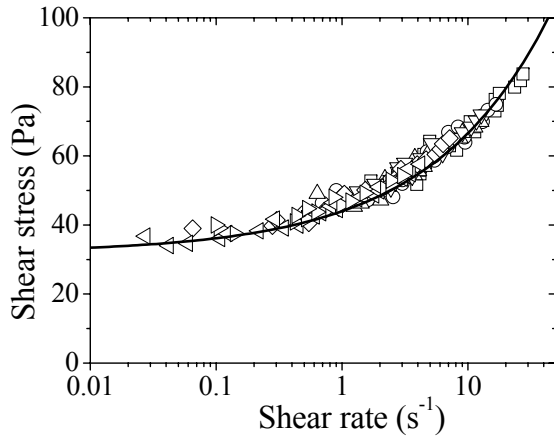
FIGURE III.2 – Profils de concentration en gouttelettes mesurés dans l’entrefer d’une géométrie de Couette après cisaillement d’une émulsion de 73% de gouttelettes adhésives de diamètre $0.3 \mu\text{m}$ (carrés, déformation appliquée $\simeq 20000$), et une émulsion de 88% de gouttes non-adhésives de diamètre $40 \mu\text{m}$ (cercles, déformation appliquée $\simeq 40000$). Figure extraite de Ovarlez *et al.* (2008).

2.b Comportement local

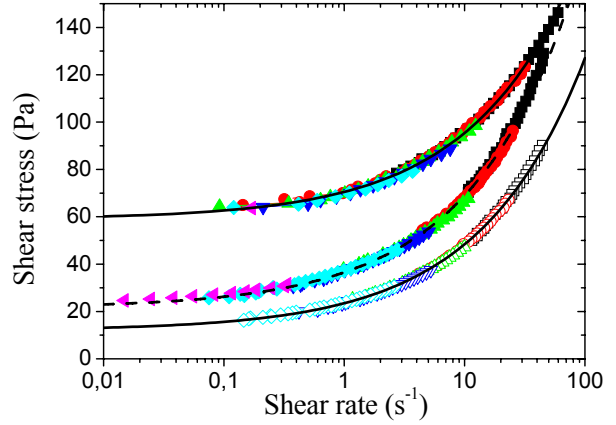
Les matériaux étudiés étant homogènes, il est aisé de déterminer leur comportement local à l’aide de mesures de profils de vitesse par IRM (voir section I.2.b), tels ceux présentés sur la Fig. III.1. Pour une vitesse de rotation du cylindre interne Ω imposée, le taux de cisaillement local $\dot{\gamma}(R, \Omega)$ et la contrainte locale $\tau(R, \Omega)$ dans l’entrefer sont obtenues à l’aide des équations I.1 et I.2, grâce à la donnée des profils de vitesse $V(R, \Omega)$ et du couple $T(\Omega)$. L’ensemble des données locales $(\tau(R, \Omega), \dot{\gamma}(R, \Omega))$ collectées en tout point de l’entrefer R pour diverses vitesses de rotation Ω donne la loi de comportement compatible avec les observations locales et les mesures de couple. Il est important de noter que la seule hypothèse derrière cette reconstruction de la loi de comportement est l’homogénéité du matériau, que nous avons vérifiée plus haut.

Les lois de comportement ainsi obtenues sur plusieurs émulsions sont représentées sur la Fig. III.3. On observe que, pour chaque matériau, l’ensemble des mesures est compatible avec une loi de comportement $\tau(\dot{\gamma})$ unique. Les contraintes locales mesurées à un même taux de cisaillement local pour des vitesses de rotation différentes (donc à une position de l’entrefer R différente) sont bien identiques, ce qui montre qu’il n’y a pas de variable structurelle cachée dépendant de la position et des conditions aux limites : on a bien ici des matériaux homogènes en concentration et en structure, caractérisés par des lois de comportement locales. Ces lois de comportement sont compatibles avec des lois de Herschel-Bulkley $\tau = \tau_y + \eta_{HB} \dot{\gamma}^n$ avec $n = 0.5$ pour tous les matériaux (les paramètres mesurés sont donnés dans la légende de la Fig. III.3). Un exposant $n = 0.5$ est cohérent avec de précédentes observations [Mason *et al.* (1996)] et semble modélisable dans le cadre d’interactions elasto-hydrodynamiques entre gouttelettes [Bonnecaze & Cloitre (2010)].

La même analyse effectuée sur des mousses conduit aux mêmes conclusions : l’ensemble



(a)



(b)

FIGURE III.3 – (a) Loi de comportement $\tau(\dot{\gamma})$ mesurée localement dans l'entrefer d'une géométrie de Couette lors des écoulements d'une mousse (interfaces mobiles, fraction volumique en gaz 92%, diamètre des bulles $45 \mu\text{m}$). La ligne est une loi de Herschel-Bulkley $\tau = \tau_y + \eta_{HB} \dot{\gamma}^n$, avec $\tau_y = 32\text{Pa}$, $\eta_{HB} = 12\text{Pa}\cdot\text{s}^n$, $n = 0.46$. Figure extraite de Ovarlez *et al.* (2010b). (b) Loi de comportement $\tau(\dot{\gamma})$ mesurée localement dans l'entrefer d'une géométrie de Couette lors des écoulements d'émulsions (de haut en bas) de 75% de gouttes non-adhésives de $1 \mu\text{m}$ de diamètre, de 75% de gouttes adhésives de $6.5 \mu\text{m}$ de diamètre, et de 75% de gouttes non-adhésives de $6.5 \mu\text{m}$ de diamètre. Les lignes sont des lois de Herschel-Bulkley $\tau = \tau_y + \eta_{HB} \dot{\gamma}^n$, avec $n = 0.5$ pour tous les matériaux et (de haut en bas) $\tau_y = 59\text{Pa}$ et $\eta_{HB} = 11.5\text{Pa}\cdot\text{s}^n$, $\tau_y = 21.5\text{Pa}$ et $\eta_{HB} = 15\text{Pa}\cdot\text{s}^n$, et $\tau_y = 12\text{Pa}$ et $\eta_{HB} = 11.5\text{Pa}\cdot\text{s}^n$. Des symboles de même forme correspondent à des mesures effectuées à une même vitesse de rotation Ω du cylindre interne. Figure extraite de Ovarlez *et al.* (2008).

des profils de vitesses observés en géométrie de Couette est compatible avec une unique loi de comportement de fluide à seuil simple de Herschel-Bulkley $\tau = \tau_y + \eta_{HB} \dot{\gamma}^n$, où les exposants n mesurés sont en accord avec la théorie de Denkov *et al.* (2009b) ($n=0.27$ pour des interfaces rigides et $n=0.46$ pour des interfaces mobiles).

La même conclusion s'applique aux gels Carbopol [Coussot *et al.* (2009)].

Effets de taille finie

Ces résultats sont en contradiction avec ce qu'on observe en géométrie confinée : Goyon *et al.* (2008) ont en effet montré que les écoulements d'émulsions concentrées en microcanaux (d'épaisseur comprise entre 10 et 50 diamètres de gouttelettes) observés pour divers gradients de pression imposés ne sont pas compatibles avec une loi de comportement $\tau(\dot{\gamma})$ unique (voir Fig. III.4b), ce qui ne peut s'expliquer par des hétérogénéités de concentration. Plus récemment, la même observation a été faite dans des mousses 2D (radeaux de bulles) en géométrie de Couette, pour des épaisseurs cisillées de 10 à 20 bulles [Katgert *et al.* (2010)].

Nous avons effectué des mesures de loi de comportement locale en géométrie à entrefer

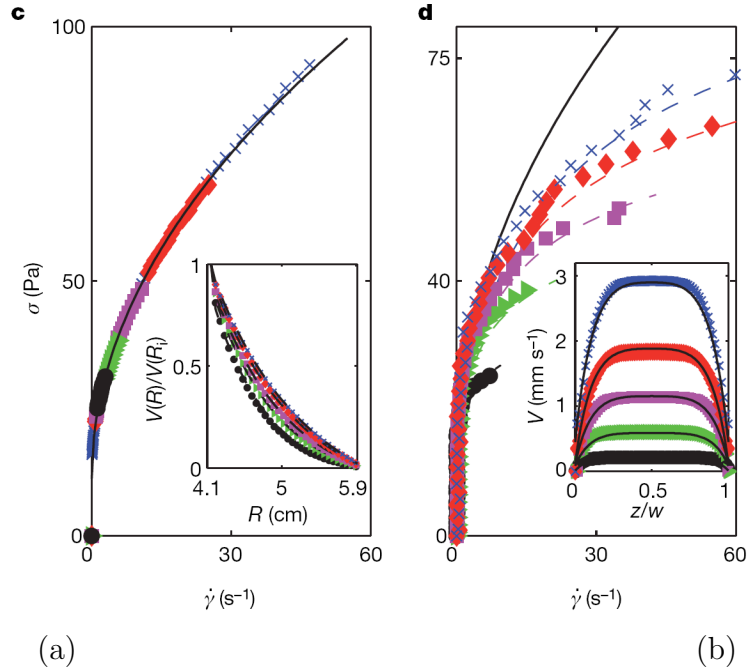


FIGURE III.4 – Lois de comportement mesurées localement dans l’entrefer d’une géométrie de Couette de 1.8 cm d’entrefer (a) et dans un microcanal de 250 μm de large (b), lors des écoulements d’une émulsion concentrée de 75% de gouttes non-adhésives de 6.5 μm de diamètre. Des symboles de même forme correspondent à des mesures effectuées à une même vitesse de rotation Ω du cylindre interne (a) ou à un même gradient de pression imposé (b); les profils de vitesse correspondant sont représentés en inserts. La ligne est une loi de Herschel-Bulkley $\tau = \tau_y + \eta_{HB} \dot{\gamma}^n$, avec $n = 0.5$, $\tau_y = 11.6\text{Pa}$ et $\eta_{HB} = 11.2\text{Pa}\cdot\text{s}^n$. Figure extraite de Goyon *et al.* (2008).

large sur une des émulsions étudiées en microcanal (Fig. III.4a) : on observe cette fois qu’une loi de comportement unique (locale) permet de modéliser tous les écoulements. Les effets observés en microcanal sont donc des effets de taille finie. Pour un même niveau de contrainte, l’émulsion semble plus fluide lors des écoulements en microcanal qu’en géométrie de Couette à entrefer large; l’analyse montre que l’écart à la loi observée en entrefer large est d’autant plus grand que le canal est petit et que le matériau est proche du seuil. Il a été montré par Goyon *et al.* (2008) et Bocquet *et al.* (2009) que ces effets peuvent être rationalisés en prenant en compte la fluidification du matériau générée par les parois (parois lisse et parois rugueuses ne donnent pas les mêmes résultats) et par le bruit interne lié aux réarrangements dans le matériau; ceci se formalise dans une équation de diffusion, par nature non-locale, qui permet de reproduire les résultats observés en microcanaux [Goyon *et al.* (2008)], et est cohérente avec la loi mesurée en Couette à entrefer large.

L’absence d’effets observables dans nos expériences en géométrie de Couette à entrefer large s’explique par le fait qu’on mesure des vitesses moyennées sur des voxels de 250 μm d’épaisseur dans la direction radiale; c’est au plus à l’échelle de 1 mm à proximité du cylindre interne qu’on s’attendrait à observer des effets non-locaux pour les matériaux étudiés.

Comparaison avec le comportement macroscopique

Un comportement local simple ayant été observé, ce comportement doit *a priori* pouvoir être retrouvé par de seules mesures macroscopiques : les hypothèses à la base des analyses rhéométriques sont en effet alors vérifiées. Pour comparer comportement déduit des mesures macroscopiques et comportement observé localement, il nous faut analyser les mesures de couple $T(\Omega)$ en tenant compte de la localisation du cisaillement, ce qui interdit l'utilisation de formules simplifiées reliant directement vitesse de rotation Ω et taux de cisaillement $\dot{\gamma}$. En géométrie de Couette, on peut montrer que quelle que soit la loi de comportement du matériau,

$$2Td\Omega/dT = \dot{\gamma}(\tau(R_i)) - \dot{\gamma}(\tau(R_e)) \quad (\text{III.1})$$

où R_i et R_e sont les rayons des cylindres interne et externe. On retrouvera la démonstration de ces formules par exemple dans [Coussot (2005)]; les hypothèses à la base de cette analyse sont l'existence d'une loi constitutive locale et l'absence de glissement à la paroi. La contrainte au niveau du cylindre interne $\tau(R_i) = T/(2\pi R_i^2 H)$ étant connue, on cherche alors à obtenir $\dot{\gamma}(\tau(R_i))$, ce qui s'effectue par sommation de termes $2Td\Omega/dT$ pour une série de couples T décroissants (différant successivement d'un facteur R_i^2/R_e^2). Une telle sommation assure d'après l'équation III.1 que le taux de cisaillement au cylindre externe est éliminé à chaque étape, jusqu'à ce que ce dernier soit nul (*i.e.* quand la contrainte au cylindre externe à une étape de la sommation est inférieure au seuil τ_y). Pour un fluide simple, cette analyse est lourde car elle nécessite en principe une sommation infinie. Pour un fluide à seuil, une ou deux étapes sont suffisantes pour reconstruire la loi de comportement $(\tau(R_i), \dot{\gamma}(R_i))$. Les résultats de cette analyse pour les écoulements d'une émulsion concentrée sont reportés sur la Fig. III.5. On observe que la loi obtenue par l'analyse macroscopique est en parfait accord avec la loi de comportement mesurée localement.

Au final, il semble que dès lors qu'on considère des écoulements sur des épaisseurs supérieures à $\simeq 500$ éléments constitutifs (gouttelettes ou bulles), ce qui est le cas dans toutes nos expériences, les mousses et émulsions concentrées peuvent être modélisées par des lois de comportement locales de fluides à seuil simples. A cette échelle, d'éventuels effets non locaux à proximité des parois ne semblent pas avoir d'impact sur les mesures macroscopiques qui sont parfaitement compatibles avec les mesures locales.

2.c Au-delà du cisaillement simple

Le comportement macroscopique de fluides à seuil simples semble donc désormais bien établi en cisaillement simple. Pour permettre de modéliser leurs écoulements dans des situations plus complexes comme les géométries d'extrusion, il faut établir des lois de comportement tensorielles. C'est pourquoi il est important de pouvoir étudier leur comportement dans des situations modèles qui aillent au-delà du cisaillement simple.

Un exemple d'écoulement complexe modèle est l'expérience d'écoulement dans un canal incliné développée par Jop *et al.* (2006) pour tester les lois de comportement de matériaux granulaires denses. Dans cette expérience, en notant x la direction de l'écoulement, z la direction perpendiculaire à la base du canal, et y la direction perpendiculaire aux parois latérales du canal, l'écoulement se caractérise par deux composantes non nulles du tenseur des taux de déformation d_{xz} et d_{xy} .

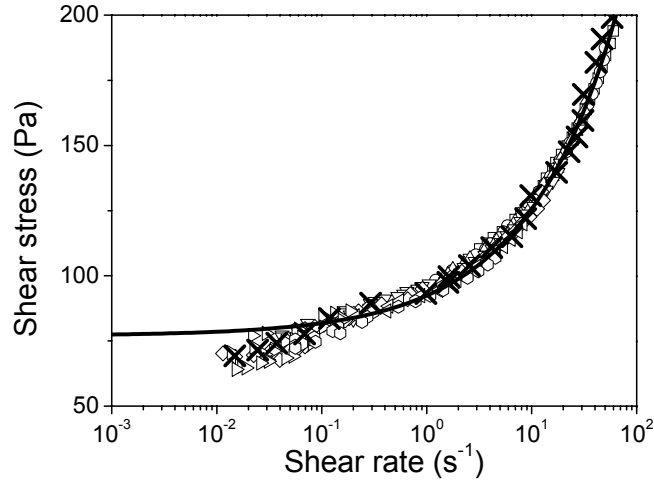


FIGURE III.5 – Loi de comportement $\tau(\dot{\gamma})$ mesurée localement dans l’entrefer d’une géométrie de Couette lors des écoulements d’une émulsion de 73% de gouttes adhésives de $0.3 \mu\text{m}$ de diamètre (symboles creux). La ligne est une loi de Herschel-Bulkley $\tau = \tau_y + \eta_{HB}\dot{\gamma}^n$, avec $n = 0.5$, $\tau_y = 77\text{Pa}$, et $\eta_{HB} = 15.4\text{Pa}\cdot\text{s}$. Les croix sont les données $\tau(\dot{\gamma})$ extraites de l’analyse des mesures macroscopiques $T(\Omega)$ à l’aide de l’Eq. III.1. Figure extraite de Ovarlez *et al.* (2008).

Nous avons cherché à développer une expérience moins lourde à mettre en œuvre, plus proche des expériences rhéométriques standards. Notre idée, proche de celle de Jop *et al.* (2006), a été de superposer deux écoulements de cisaillement dans des directions orthogonales. Ce principe a déjà été mis en œuvre en géométrie de Couette [Vermant *et al.* (1997)], où des oscillations verticales du cylindre interne peuvent être superposées à sa rotation, ce qui ajoute une perturbation d_{rz} à l’écoulement principal caractérisé par $d_{r\theta}$; on obtient alors une caractérisation des propriétés viscoélastiques du matériau dans une direction perpendiculaire à celle de l’écoulement de cisaillement simple. Cependant, dans cette configuration, il n’est pas possible d’imposer un écoulement permanent à grande déformation dans la direction verticale.

Pour aller plus loin, notre idée a été d’exploiter la configuration à plans parallèles, qui permet à la fois d’effectuer des expériences de cisaillement simple par la rotation du plan supérieur à une vitesse de rotation Ω (qui impose la valeur $d_{\theta z}$ du tenseur des taux de déformation) et des expériences de cisaillement simple par la translation verticale du plan supérieur à une vitesse V (qui, dans l’hypothèse de lubrification, impose la valeur d_{rz} du tenseur des taux de déformation); les propriétés de résistance à ces écoulements sont caractérisées par le couple T et la force verticale F appliqués. En superposant les deux écoulements, on peut ainsi maîtriser simultanément et indépendamment 2 composantes du tenseur des taux de déformation (voir Fig. III.6) en grandes déformations. On obtient alors un écoulement “3D” hétérogène.

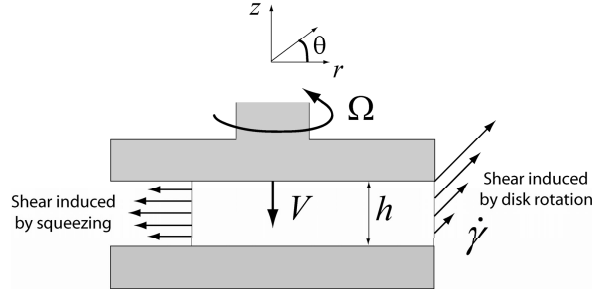


FIGURE III.6 – Schéma de l'expérience de combinaison de rotation et d'écrasement.

Théorie

Dans cette expérience, le rapprochement des plans parallèles tend à expulser le matériau hors de la géométrie. Pour réussir à imposer de grandes déformations dans les deux directions d'écoulement, il est donc nécessaire de démarrer l'expérience avec un petit volume ω_0 qui ne remplit pas complètement l'entrefer dans la direction radiale. Il faut alors tenir compte de la géométrie instantanée du matériau pour convertir les grandeurs macroscopiques en grandeurs locales lorsque les plateaux se rapprochent. En notant h_0 la taille initiale de l'entrefer, lorsque les plateaux se rapprochent à vitesse V , on calcule la taille d'entrefer instantanée $h(t) = h_0 - Vt$ et le rayon instantané $R(t) = \sqrt{\omega_0 / [\pi(h_0 - Vt)]}$. Ces valeurs de $(R(t), h(t))$ sont utilisées dans les formules de conversion de (F, V) en (τ_{rz}, d_{rz}) et de (T, Ω) en $(\tau_{\theta z}, d_{\theta z})$.

La théorie de ces écoulements peut difficilement être écrite dans le cas général. Pour un matériau linéaire, la théorie des deux écoulements de cisaillement simple est connue, et on peut appliquer un principe de superposition. On montre alors que, dans des coordonnées cylindriques (r, θ, z) , le tenseur des taux de déformations s'écrit :

$$\underline{\underline{D}} = \frac{r}{2h(t)} \cdot \begin{pmatrix} 0 & 0 & \frac{3V}{h(t)^2} \cdot [2z - h(t)] \\ 0 & 0 & \Omega \\ \frac{3V}{h(t)^2} \cdot [2z - h(t)] & \Omega & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{III.2})$$

La composante due à l'écoulement de rotation est ici $d_{\theta z}(r) = \frac{\Omega r}{2h(t)}$, qui est hétérogène en r . La composante due à l'écrasement est $d_{rz}(r, z) = \frac{3Vr}{2h(t)^3} \cdot [2z - h(t)]$, obtenue dans l'hypothèse dite de *lubrification* dans laquelle le rayon R du cylindre de fluide est très grand devant son épaisseur h ce qui permet de négliger V_z devant V_r ainsi que toutes les dérivées des vitesses devant $\partial_z V_r$. Il faut donc s'assurer que $(\pi h_0^3)/10 \lesssim \omega_0$ au début de l'expérience.

Par ailleurs, on peut montrer que le couple et la force normale exercés sur le plan supérieur s'écrivent de façon générale

$$T = 2\pi \int_{r=0}^{R(t)} \tau_{\theta\theta} r^2 dr \quad \text{et} \quad F = \pi \partial_z \left[\int_0^{R(t)} \tau_{rz}(r, z) r^2 dr \right] \Bigg|_{z=h(t)} \quad (\text{III.3})$$

et donnent donc accès aux valeurs de

$$\tau_{z\theta}(r) = \frac{4Tr}{2\pi R(t)^4} \quad (\text{III.4})$$

$$\tau_{rz}(r, z = h(t)) = \frac{4Fr h(t)}{2\pi R(t)^4} \quad (\text{III.5})$$

pour un matériau linéaire. Pour comprendre comment un effort normal permet de déduire une contrainte de cisaillement (τ_{rz}), il faut se rappeler que l'équation d'équilibre projetée sur r s'écrit $\partial_r \tau_{rr} + \partial_z \tau_{rz} = 0$.

Lorsqu'un matériau à seuil est cisailé en régime plastique, à très faible taux de cisaillement, on sait que l'écoulement est localisé à proximité du plan supérieur pour les deux sollicitations et que la contrainte de cisaillement ($\tau_{z\theta}$ ou τ_{rz}) y est alors constante. On peut supposer qu'il en est de même pour toute combinaison de sollicitations et on déduit aisément des équations III.3 ci-dessus que les contraintes $\tau_{z\theta}$ et τ_{rz} au seuil du matériau peuvent être extraites des valeurs de force normale et de couple par $\tau_{z\theta} = \frac{3T}{2\pi R^3}$ et $\tau_{rz} = \frac{3hF}{2\pi R^3}$.

Finalement, si on extrait les contraintes de cisaillement τ_{rz} et $\tau_{\theta z}$ à partir des mesures d'effort suivant :

$$\begin{cases} \tau_{rz} = \frac{3hF}{2\pi R^3} \\ \tau_{\theta z} = \frac{3T}{2\pi R^3} \end{cases} \quad (\text{III.6})$$

et les composantes d_{rz} et $d_{r\theta}$ à partir des vitesses de sollicitation V et Ω suivant :

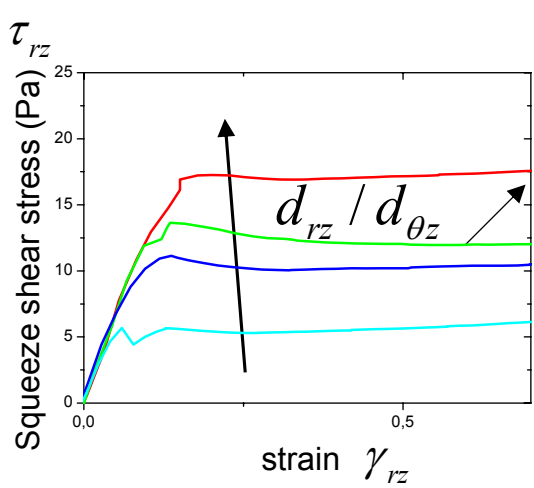
$$\begin{cases} 2d_{rz} = \frac{9RV}{4h^2} \\ 2d_{\theta z} = \frac{3R\Omega}{4h} \end{cases} \quad (\text{III.7})$$

on obtient des mesures quantitativement correctes à la fois des propriétés des matériaux linéaires (viscosité, module élastique) et du seuil des matériaux plastiques. Dans le cas des matériaux linéaires, on remarque que cela revient à calculer les valeurs de $d_{\theta z}$ et d_{rz} en ($r = \frac{3}{4}R, z = h$). On supposera dans la suite que les formules III.6 et III.7 permettent d'obtenir une bonne approximation des caractéristiques rhéologiques des matériaux non linéaires en écoulement à partir des grandeurs macroscopiques (T, Ω, F, V). Une analyse théorique plus poussée est bien sûr possible ; celle-ci ne sera pas développée dans ce manuscrit.

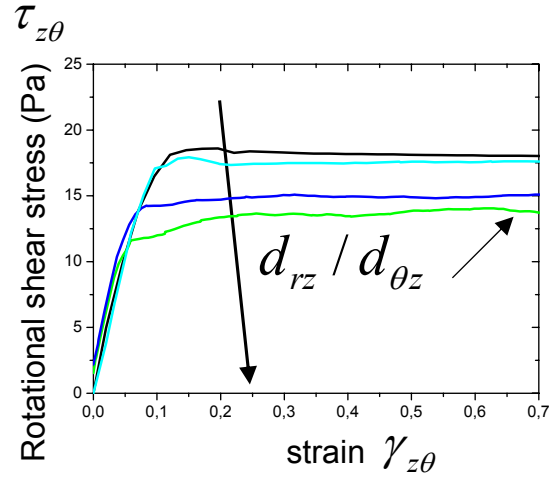
On peut illustrer l'intérêt de ce dispositif pour l'analyse du comportement des matériaux à seuil. Nous avons effectué principalement deux études : une étude du comportement au seuil, et une étude du comportement en écoulement.

Mesures de seuil

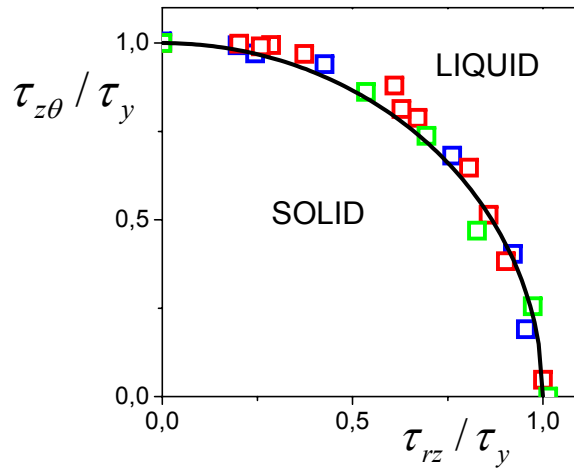
Afin de mesurer le seuil d'un matériau pour diverses combinaisons de rotation et d'écrasement, il est tout d'abord nécessaire de se fixer un protocole bien défini. Nous avons choisi d'effectuer les mesures de seuil en sollicitant le matériau initialement au repos à faible taux de cisaillement constant. Ce taux de cisaillement est défini par $\dot{\gamma} = \sqrt{2d_{ij}d_{ij}}$ soit $\dot{\gamma} = \sqrt{4d_{rz}^2 + 4d_{z\theta}^2}$ pour l'écoulement décrit ci-dessus. Lorsqu'on combine deux écoulements, on applique donc simultanément la rotation et l'écrasement en s'assurant que Ω et V sont tels que $\dot{\gamma} = \sqrt{(\frac{9V R(t)}{4h(t)^2})^2 + (\frac{3\Omega R(t)}{4h(t)})^2}$ est constant à chaque instant.



(a)



(b)



(c)

FIGURE III.7 – Contrainte de cisaillement τ_{rz} en fonction de la déformation γ_{rz} induite par l'écrasement (a) et contrainte de cisaillement $\tau_{z\theta}$ en fonction de la déformation $\gamma_{z\theta}$ induite par la rotation (b), lorsqu'un taux de cisaillement $\dot{\gamma} = \sqrt{4d_{rz}^2 + 4d_{z\theta}^2} = 0.05 \text{ s}^{-1}$ est appliqué sur une émulsion concentrée initialement au repos, pour divers rapports $d_{rz}/d_{z\theta}$. (c) Valeurs de contraintes seuil ($\tau_{rz}, \tau_{r\theta}$) mesurées en rotation et écrasement, adimensionnées par la contrainte seuil τ_y mesurée en cisaillement simple, pour diverses combinaisons d'écrasement et de rotation. La ligne est une loi isotrope $\sqrt{\tau_{rz}^2 + \tau_{z\theta}^2} = \tau_y$. Les symboles de couleurs différentes correspondent à des matériaux (émulsions, gel Carbopol) différents. Figure extraite de Ovarlez *et al.* (2010a).

Nous avons réalisé diverses expériences, caractérisées par des rapports $d_{rz}/d_{z\theta} = 3V/(\Omega h)$ différents pour un même $\dot{\gamma}$. Les contraintes τ_{rz} et $\tau_{z\theta}$ mesurées en fonction des déformations de cisaillement γ_{rz} et $\gamma_{z\theta}$ dans ces expériences sont représentées sur la Fig. III.7.

On observe pour chaque mesure que le matériau a un comportement élastoplastique, caractérisé par une relation linéaire entre contrainte de cisaillement et déformation sous le seuil d'écoulement, puis par un plateau plastique. Une analyse plus poussée montre que les modules élastiques en écrasement et en rotation sont les mêmes, et ne dépendent pas du protocole de préparation pour les matériaux étudiés : ce comportement est compatible avec un comportement élastique de matériau isotrope. On voit par ailleurs que le comportement élastique mesuré dans une direction n'est pas modifié lorsqu'on applique simultanément une sollicitation au matériau dans une autre direction : la pente de la relation contrainte/déformation reste la même. Les plateaux mesurés en écrasement pur et en rotation pure sont identiques, ce qui est de nouveau compatible avec un comportement isotrope, indépendant du protocole de préparation. Lorsqu'on applique simultanément les deux écoulements, on observe que la position du plateau plastique évolue : pour une contribution croissante de l'écrasement au cisaillement, on voit le plateau plastique en rotation diminuer, et le plateau plastique en écrasement augmenter.

Pour mieux caractériser les contraintes mesurées en régime plastique, nous avons tracé les couples de valeurs de $(\tau_{rz}, \tau_{z\theta})$ mesurées aux plateaux pour chaque combinaison de rotation et d'écrasement et les avons reportés dans un diagramme $\tau_{z\theta}$ vs. τ_{rz} (Fig. III.7c). On observe sur cette figure que l'ensemble des points se place sur un quart de cercle $\sqrt{\tau_{rz}^2 + \tau_{z\theta}^2} = \tau_y$, qui est compatible avec un critère de Von Mises et de Tresca. Il s'agit du seul invariant du tenseur des contraintes non nul dans cette configuration : on montre donc ici essentiellement que le matériau a un comportement isotrope.

Comportement de matériaux à seuil en écoulement

Dans un deuxième temps, nous avons étudié le comportement de fluides à seuil en écoulement pour diverses combinaisons de rotation et d'écrasement. Nous nous sommes concentrés sur des expériences où on impose un taux de déformation constant dans une direction, et où on applique une rampe de taux de déformation dans l'autre direction. Le comportement observé lors d'une rampe de vitesse de rotation lorsqu'on impose simultanément une valeur de $\dot{\Gamma}_{sq} \equiv 2d_{rz}$ constante est représenté sur la Fig. III.8 ; on montre ici uniquement la résistance à la rotation, soit $\tau_{z\theta}$ en fonction de $\dot{\gamma}_{rot} \equiv 2d_{z\theta}$. On observe deux régimes bien distincts : lorsque l'écoulement de rotation est dominant ($\dot{\gamma}_{rot} \gg \dot{\Gamma}_{sq}$), le comportement est identique à celui observé en l'absence d'écrasement. Lorsque l'écoulement d'écrasement est dominant ($\dot{\gamma}_{rot} \ll \dot{\Gamma}_{sq}$), la résistance à l'écoulement de rotation devient linéaire sans seuil : on a un comportement effectif de fluide visqueux. L'absence de seuil est logique : le critère de seuil 3D a été dépassé en imposant l'écoulement principal, il n'y a donc pas de résistance seuil à l'écoulement secondaire. Le comportement visqueux observé ici à l'échelle macroscopique se retrouve à l'échelle microscopique : il a été observé par Besseling *et al.* (2007) que les particules colloïdales d'un verre colloïdal cisailé diffusent comme dans un fluide visqueux de viscosité η_{eff} diminuant avec le taux de cisaillement imposé ($\eta_{eff} \propto \dot{\gamma}^{-0.8}$).

Pour mieux caractériser ce régime visqueux, nous avons tracé la viscosité effective de l'écoulement secondaire en fonction du taux de cisaillement appliqué (qui peut être

identifié au gradient de vitesse de l'écoulement principal $\dot{\Gamma}_{sq}$). A proximité du seuil d'écoulement, on observe que la viscosité décroît comme $1/\dot{\Gamma}_{sq}$. Autrement dit, la viscosité effective de l'écoulement secondaire $\tau_{z\theta}/\dot{\gamma}_{rot}$ semble être égale à la viscosité apparente $\tau_{rz}(\dot{\Gamma}_{sq})/\dot{\Gamma}_{sq} \simeq \tau_y/\dot{\Gamma}_{sq}$ de l'écoulement principal.

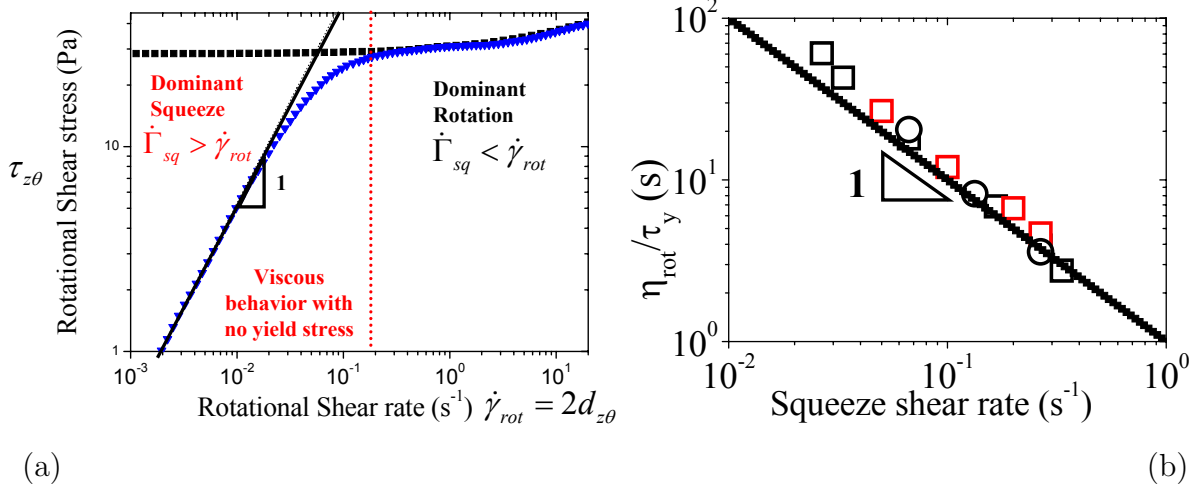


FIGURE III.8 – (a) Comportement $\tau_{z\theta} = f(\dot{\gamma}_{rot})$ mesuré en rotation lors de l'application d'une rampe de taux de déformation $\dot{\gamma}_{rot} \equiv 2d_{z\theta}$ en l'absence d'écrasement (carrés noirs) et lorsqu'un écoulement d'écrasement à taux de déformation $\dot{\Gamma}_{sq} \equiv 2d_{rz}$ constant est imposé simultanément (triangles bleus). La ligne est une droite $\tau_{z\theta} \propto \dot{\gamma}_{rot}$. (b) Viscosité effective $\eta_{rot} = \tau_{z\theta}/\dot{\gamma}_{rot}$ mesurée en rotation en fonction de $\dot{\Gamma}_{sq}$ lorsque l'écoulement d'écrasement est dominant ($\dot{\gamma}_{rot} \ll \dot{\Gamma}_{sq}$); on représente η_{rot}/τ_y . Les symboles différents correspondent à des matériaux de seuils τ_y différents (émulsions, suspension de bentonite). La ligne est une droite $\eta_{rot} \propto \tau_y/\dot{\Gamma}_{sq}$. Figure extraite de Ovarlez *et al.* (2010a).

Cette observation est compatible avec une loi de Herschel-Bulkley isotrope. En écrivant $\tau_{ij} = 2[(\tau_y + \eta_{HB}\dot{\gamma}^n)/\dot{\gamma}]d_{ij}$ avec $\dot{\gamma} = \sqrt{2d_{ij}d_{ij}}$, si on considère que l'écoulement principal est induit par l'écrasement, soit $\dot{\gamma} \simeq 2d_{rz}$, on en déduit que $\tau_{z\theta} \simeq 2[(\tau_y + \eta_{HB}\dot{\gamma}^n)/\dot{\gamma}]d_{z\theta}$: l'écoulement secondaire se caractérise alors par un comportement effectif visqueux de viscosité $[(\tau_y + \eta_{HB}\dot{\gamma}^n)/\dot{\gamma}]$, comme observé expérimentalement.

On retrouvera cette caractéristique dans les propriétés de sédimentation induite par cisaillement dans un fluide à seuil (Sec. IV.3.c) : en géométrie de Couette, l'écoulement de sédimentation peut être vu comme un écoulement secondaire dans un fluide visqueux effectif [Ovarlez *et al.* (2010a)]. La mesure par IRM de la vitesse de sédimentation de particules dans un fluide à seuil cisailé permet de remonter à une force de traînée. Nous verrons que les vitesses de sédimentation mesurées en fonction des caractéristiques de l'écoulement donnent des informations cohérentes avec celles obtenues lorsqu'on superpose les deux écoulements dans le test décrit ci-dessus.

3 Fluides à seuil thixotropes

Certains matériaux à seuil sont thixotropes : leur comportement dépend de leur histoire d'écoulement. C'est le cas par exemple des pâtes de ciment utilisées dans la formulation

des bétons autoplaçants. Il s'agit dans ce cas d'une propriété particulièrement utile. Après malaxage, le béton frais cisailé est dans un état de fluide déstructuré, caractérisé par un seuil d'écoulement faible voire nul, ce qui garantit une mise en œuvre aisée et permet notamment de remplir rapidement des coffrages complexes et de grande hauteur sans qu'il soit nécessaire de vibrer les coffrages. Une fois mis en place, le matériau au repos se structure très rapidement et passe en régime solide (Fig. III.9a) ; son seuil d'écoulement augmente alors fortement au cours du temps passé au repos, ce qui permet de stabiliser les granulats face à une éventuelle sédimentation [Roussel (2007)]. Cette caractéristique pose cependant parfois problème : par exemple, si le matériau se structure trop rapidement lors de sa mise en œuvre dans un coffrage, le remplissage par le matériau peut être incomplet (voir Fig. III.9b).

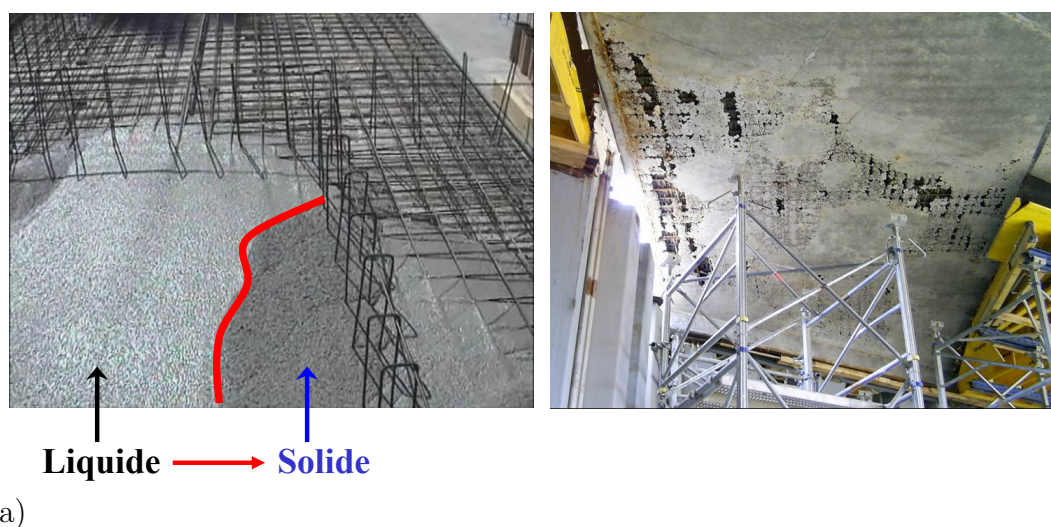


FIGURE III.9 – (a) Coulage d'une dalle par un béton autoplaçant. (b) Défauts de remplissage d'un coffrage de tablier de pont. Photographies fournies par Nicolas Roussel.

Afin d'apporter des pistes de modélisation du comportement de tels matériaux lors de leur mise en œuvre, nous nous sommes intéressés à la transition liquide/solide dans des matériaux thixotropes modèles, en nous concentrant sur le rôle de l'histoire de cisaillement sur leur comportement en régime solide (en particulier leur seuil de remise en écoulement).

3.a Transition liquide-solide

Afin de pouvoir suivre le comportement de matériaux thixotropes lors de leur transition liquide/solide, nous avons eu l'idée de superposer des petites oscillations à une contrainte constante. Cette technique a été employée dans la littérature [Macdonald (1973)] pour sonder la structure – par l'application d'oscillations non perturbatives – de matériaux en écoulement (essentiellement des solutions de polymère). L'application de cette technique pour étudier la transition liquide/solide dans des matériaux à seuil est ici originale : on s'intéresse principalement au cas où une contrainte τ_0 inférieure au seuil d'arrêt de l'écoulement τ_{yd} est appliquée directement après un pré-cisaillement en régime liquide.

Dans cette expérience, on impose

$$\tau(t) = \tau_0 + \delta\tau_0 \sin(\omega t) \quad (\text{III.8})$$

et on mesure la réponse

$$\gamma(t) = \gamma_0(t) + \delta\gamma_0(t) \sin(\omega t - \phi(t)) \quad (\text{III.9})$$

(en supposant que la réponse à la perturbation $\delta\tau_0$ est linéaire). On peut alors définir une viscosité apparente du matériau $\eta(t) = \tau_0/\dot{\gamma}_0(t)$. La réponse à la sollicitation oscillatoire permet par ailleurs de définir un module élastique $G'(t) = [\delta\tau_0/\delta\gamma_0(t)] \cos(\phi(t))$ et un module visqueux $G''(t) = [\delta\tau_0/\delta\gamma_0(t)] \sin(\phi(t))$.

La réponse d'une suspension de bentonite à une telle sollicitation est représentée sur la Fig. III.10, pour une contrainte permanente appliquée τ_0 proche de τ_{y_d} . On trace ici $G'(t)$, $G''(t)$ et $\eta(t)/\omega$, ainsi que la déformation $\gamma_0(t)$; on rappelle que le matériau est initialement cisailé à une contrainte $\tau_{\text{précis.}} > \tau_{y_d}$ en régime liquide.

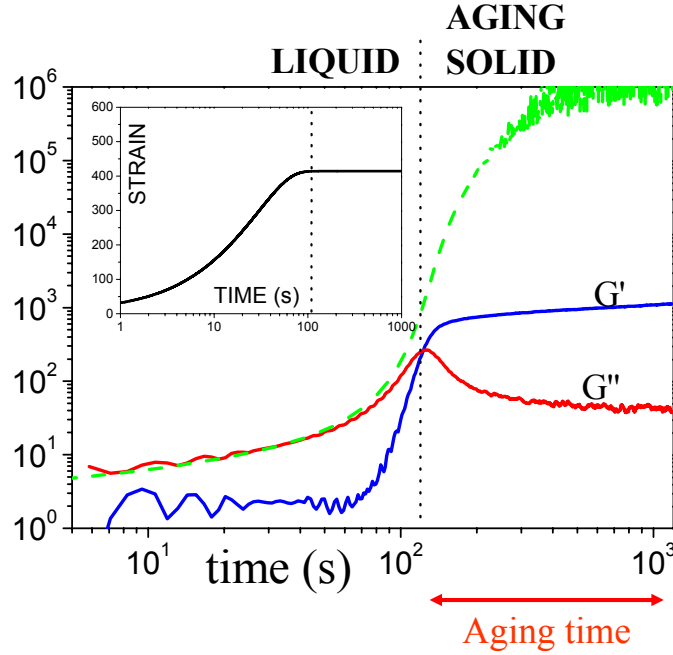


FIGURE III.10 – Module élastique $G'(t)$ et module visqueux $G''(t)$ d'une suspension de bentonite en fonction du temps t lorsqu'on applique une contrainte de cisaillement $\tau(t) = \tau_0 + \delta\tau_0 \sin(\omega t)$ suite à un précisaillement en régime liquide. La courbe discontinue est $\eta(t)/(3.5\omega)$ où $\eta(t)$ est la viscosité apparente observée au cours du temps en réponse à la contrainte appliquée τ_0 . L'insert montre la déformation observée en fonction du temps. La contrainte seuil dynamique du matériau est $\tau_{y_d} = 46$ Pa ; les paramètres de la sollicitation sont $\tau_0 = 40$ Pa, $\delta\tau_0 = 1$ Pa, $\omega = 6.28$ rad/s. Figure extraite de Ovarlez & Coussot (2007).

La mesure de déformation montre que, après le précisaillement, le matériau continue à s'écouler pendant un temps relativement long, jusqu'à un instant $t_0 \approx 100$ s où $\gamma_0(t)$ semble saturer. Durant la première phase (régime liquide), la viscosité apparente $\eta(t)$ augmente

progressivement au cours du temps : le matériau se structure lentement ; à $t_0 \approx 100$ s on observe que $\eta(t)$ augmente brutalement de plusieurs ordre de grandeurs, et atteint une valeur très élevée mais finie, qui continue à évoluer au cours du temps : il s'agit d'un régime de fluage. Les mesures de modules permettent de bien distinguer ces deux régimes comme un régime liquide et un régime de solide vieillissant : pour $t < t_0$, le module élastique $G'(t)$ est négligeable devant $G''(t)$ (on peut considérer qu'on mesure ici essentiellement du bruit) ; le module visqueux $G''(t)$ augmente quant à lui progressivement au cours du temps, en épousant l'évolution temporelle de $\eta(t)$. Pour un liquide visqueux (ou liquide de Maxwell), on attendrait $G''(t) = \eta(t)/\omega$; on observe ici que $G''(t) = \eta(t)/(3.5 * \omega)$ ce qui est compatible avec un comportement de liquide non-linéaire d'exposant $n \approx 0.3$ (nous n'avons pas approfondi ce point). Autour de t_0 , les évolutions de $G''(t)$ et $\eta(t)$ se mettent à différer : $G''(t)$ atteint un maximum puis se met à décroître ; en parallèle, $G'(t)$ augmente brutalement pour devenir largement supérieur à $G''(t)$ et augmente ensuite continûment au cours du temps : le matériau semble être ici en régime solide vieillissant. La même expérience répétée pour divers niveaux de contrainte τ_0 [Ovarlez & Coussot (2007)] permet de montrer que l'apparition de la transition liquide/solide est retardée lorsque τ_0 augmente ; le temps caractéristique de transition diverge lorsque $\tau_0 \rightarrow \tau_{yd}$. Au final, cette technique permet de bien caractériser la transition liquide/solide et de déterminer clairement le temps passé en régime solide¹, qui est une donnée essentielle pour ces matériaux, leurs propriétés en régime solide en dépendant fortement.

Rôle de l'histoire

Cette première étape nous a permis ensuite d'étudier en détail l'influence de l'histoire d'écoulement sur le comportement en régime solide, en fonction du temps passé en régime solide, défini ci-dessus. Cette étude, dont l'objectif principal est de mettre en évidence le rôle des conditions de mise en œuvre sur le comportement des matériaux, est en outre motivée par des études du vieillissement des matériaux solides [Berthoud *et al.* (1999)], où il est observé que celui-ci est accéléré par l'application d'une contrainte au repos. Cet aspect a peu été étudié dans les matériaux à seuil ; des résultats contradictoires (rajeunissement ou vieillissement accéléré) ont par ailleurs été rapportés [Viasnoff & Lequeux (2002)].

Une infinité d'histoires de contraintes de cisaillement $< \tau_{yd}$ permet d'amener le matériau en régime solide ; toute contrainte inférieure au seuil peut ensuite être appliquée sur le matériau au repos. Nous avons choisi d'appliquer les histoires de sollicitations représentées sur la Fig. III.11. Dans toutes les expériences, on part d'un matériau cisailé en régime liquide par l'application d'un pré-cisaillement à contrainte élevée (correspondant à un taux de cisaillement de l'ordre de 100 s^{-1}). A l'issue, on applique des histoires de contraintes inférieures au seuil d'arrêt, constantes par morceaux au cours du temps, en distinguant trois périodes durant lesquelles on maintient la contrainte à un même niveau : le régime d'écoulement ralenti (avant la transition liquide solide), le régime de solide vieillissant, et la période durant laquelle la transition liquide/solide est observée. En appliquant des valeurs différentes de contraintes dans ces trois périodes, on cherche à dissocier l'influence de l'histoire d'écoulement (on sait par exemple que le comportement de gels colloïdaux en

1. Ce temps dépend légèrement de la fréquence de sollicitation ; notre intérêt étant dans la suite d'aller vers des aspects macroscopiques en lien avec les applications, nous n'avons pas approfondi ce point.

régime solide peut dépendre du taux de cisaillement appliqué en régime liquide [Rueb & Zukoski (1997)], l'influence du chargement en régime solide (dans la mesure où celui-ci tend à accélérer le vieillissement dans certains matériaux), et l'influence des conditions de transition liquide/solide.

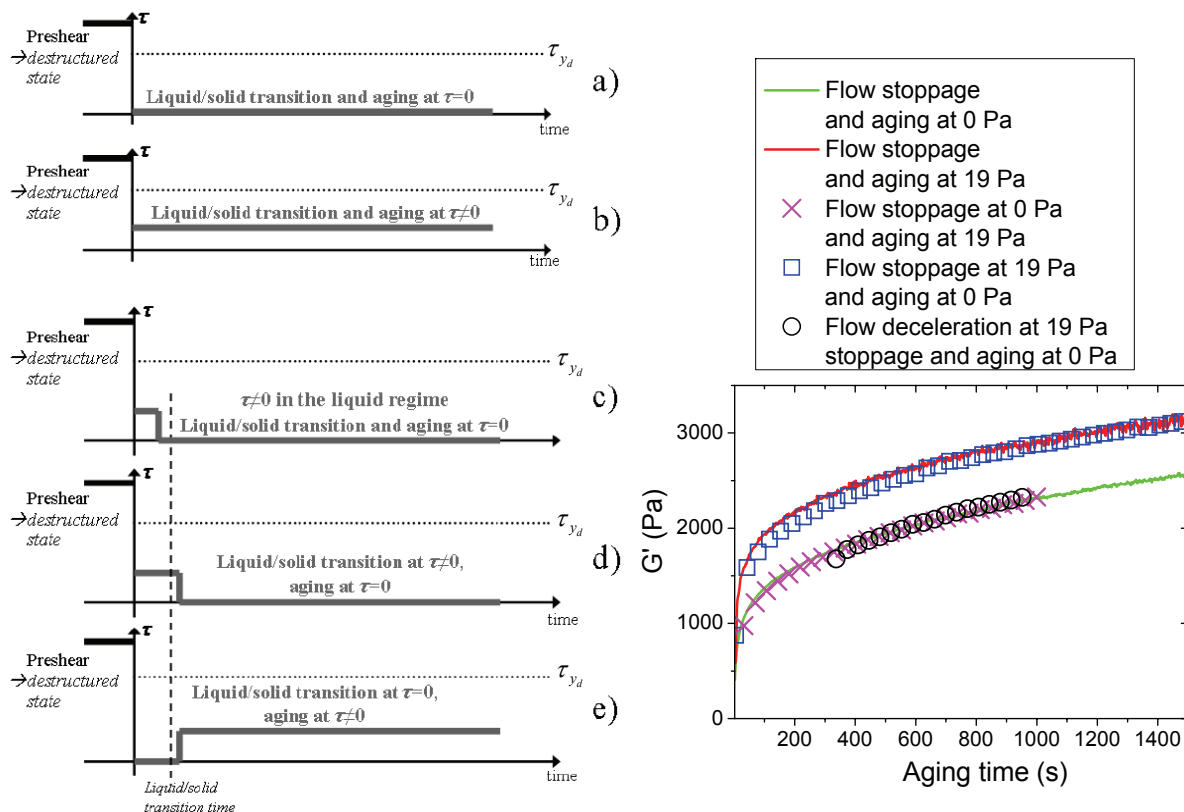


FIGURE III.11 – Gauche : histoires de contraintes de cisaillement τ inférieures au seuil d'arrêt τ_{y_d} appliquées suite à un précisaillement en régime liquide. Droite : module élastique d'une suspension de bentonite ($\tau_{y_d} = 35$ Pa) en fonction du temps passé en régime solide pour ces diverses histoires de cisaillement (voir légende). Figures extraites de Ovarlez & Chateau (2008).

Les modules élastiques $G'(t)$ mesurés en régime solide pour ces diverses histoires sont représentés sur la Fig. III.11 en fonction du temps passé en régime solide, identifié par l'expérience de superposition. On observe deux groupes de courbes. Lorsqu'une contrainte non nulle est appliquée uniquement en régime solide ou uniquement en régime liquide, la transition liquide/solide étant accomplie sous contrainte nulle, on observe la même valeur de $G'(t)$ en régime solide que si une contrainte nulle avait été appliquée directement après précisaillement. Ces premiers résultats montrent que la structure des matériaux étudiés ne dépend pas de l'intensité du précisaillement, et que le chargement appliqué en régime solide n'affecte pas leurs propriétés de vieillissement. En revanche, lorsqu'une contrainte non nulle est appliquée lors de la transition liquide-solide (qu'elle soit ou non appliquée ensuite sur le matériau en régime solide), on observe que le module élastique du matériau est beaucoup plus élevé que lorsque la transition a lieu sous contrainte nulle.

Son évolution au cours du temps semble en revanche inchangée : seul le module (ou la structure) initial semble être affecté par les conditions de transition liquide/solide. Une étude détaillée [Ovarlez & Chateau (2008)] montre en effet que le module élastique des matériaux étudiés semble s'écrire sous la forme

$$G'(t_{aging}, \tau_{transition}) = G'_0(t_{aging}) + \alpha \tau_{transition} \quad (\text{III.10})$$

où $\tau_{transition}$ est la valeur de contrainte appliquée pendant la transition liquide/solide, et où des valeurs de α comprises entre 7 and 80 ont été relevées sur divers matériaux thixotropes.

Nous avons effectué des mesures de seuil de remise en écoulement des matériaux pour les diverses histoires évoquées ci-dessous, qui ont conduit aux mêmes conclusion : ce seuil ne dépend que de la contrainte appliquée durant la transition liquide/solide (Fig. III.12). On voit par ailleurs que les propriétés de vieillissement sont inchangées par l'application d'une contrainte non nulle durant cette transition. A l'instar du module élastique, on peut écrire

$$\tau_y(t_{aging}, \tau_{transition}) = \tau_{y0}(t_{aging}) + \beta \tau_{transition} \quad (\text{III.11})$$

où des valeurs de β comprises entre 0.6 and 0.9 on été relevées, suivant les matériaux.

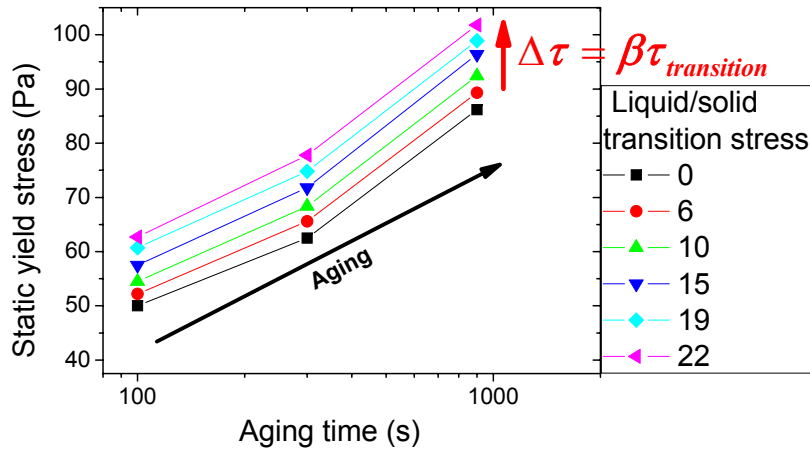
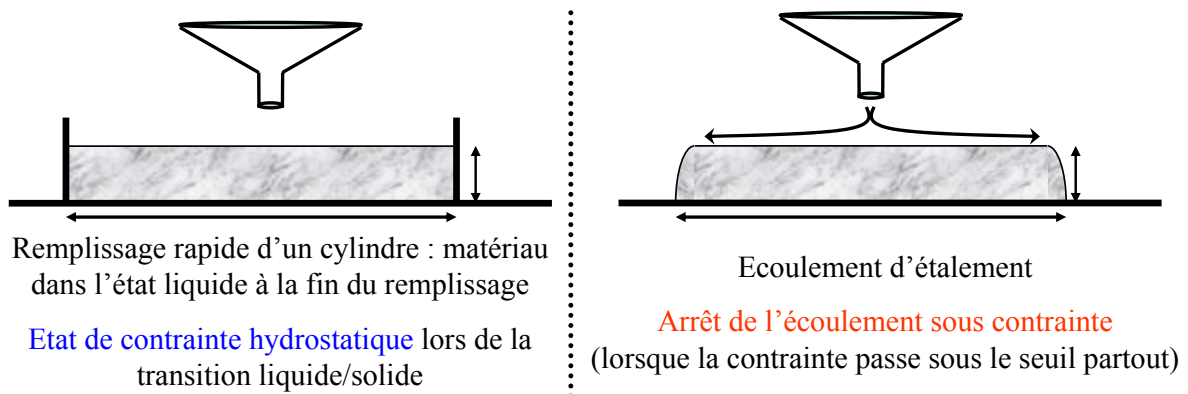


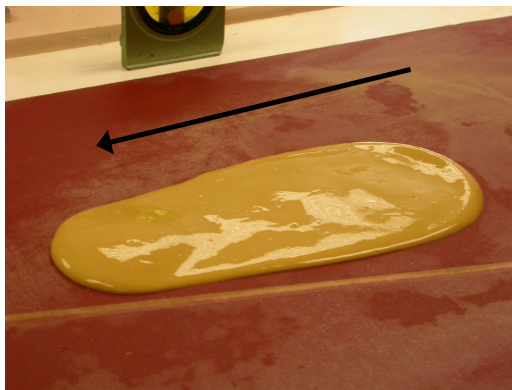
FIGURE III.12 – Contrainte seuil de mise en écoulement d'une suspension de bentonite ($\tau_{yd} = 35$ Pa) en fonction du temps passé en régime solide, pour diverses contraintes de transition liquide/solide $\tau_{transition}$ (voir légende). Figure extraite de Ovarlez & Chateau (2008).

Au final, le matériau est d'autant plus rigide et son seuil est d'autant plus important que la contrainte appliquée lors de la transition liquide/solide est importante ; les contraintes appliquées en régime liquide ou pendant le vieillissement en régime solide jouent en revanche un rôle négligeable. Nous avons montré qu'une explication possible de ce phénomène est le figeage d'une microstructure anisotrope lorsque la transition liquide/solide s'effectue sous contrainte [Ovarlez & Chateau (2008)]. Le vieillissement s'effectue quant à lui par formation de nouveaux liens sur le squelette solide existant : sa cinétique n'est pas modifiée par l'application d'une contrainte.



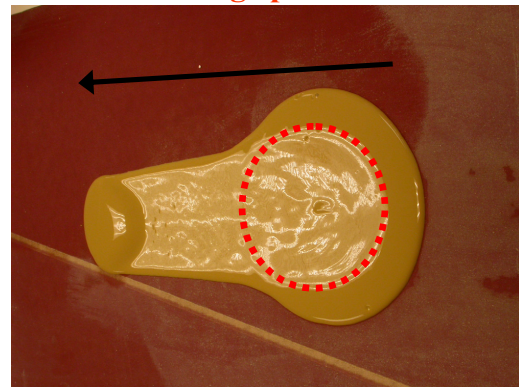
Redémarrage de l'écoulement sur un plan incliné

Redémarrage homogène



Angle de redémarrage $\theta_c = 10^\circ$

Redémarrage par une calotte



Angle de redémarrage $\theta_c = 30^\circ$

Interprétation

Matériau homogène de contrainte seuil τ_y

L'écoulement démarre par la base (où la contrainte est maximale)

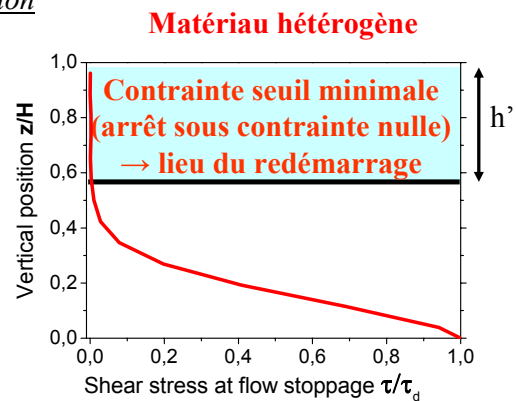


FIGURE III.13 – Expériences de démarrage d'un écoulement d'une suspension de bentonite sur un plan incliné pour deux protocoles de mise en place différents.

Conséquences macroscopiques

Pour illustrer les conséquences de ce phénomène, nous avons effectué des expériences de démarrage d'un écoulement sur un plan incliné pour deux méthodes de mise en place du matériau (Fig. III.13) : (i) lorsqu'on verse très rapidement le matériau dans un cylindre, conduisant à sa transition liquide/solide au repos sans contrainte de cisaillement, (ii) lorsqu'on verse directement le matériau sur un plan incliné, laissant l'écoulement s'arrêter de lui-même (la transition liquide/solide s'effectue alors lorsque la contrainte est inférieure au seuil d'arrêt).

Lorsqu'on incline le plan incliné pour faire démarrer un écoulement, on constate que celui-ci démarre pour un angle beaucoup plus faible dans le cas (i) que dans le cas (ii). Par ailleurs, on observe un démarrage en bloc dans le cas (i) tandis que seule une calotte s'écoule dans le cas (ii). Le premier cas s'explique aisément. Le matériau a effectué sa transition liquide/solide sous une contrainte de cisaillement nulle : il s'agit donc d'un matériau homogène, caractérisé par une contrainte seuil τ_y constante, qui se remet en écoulement quand l'effort gravitaire est suffisant (soit un angle de démarrage θ obtenu par $\tan \theta = \tau_y / (\rho g h)$, où h est l'épaisseur du matériau). Le deuxième cas est plus complexe : on doit faire appel au phénomène mis en évidence plus haut pour l'expliquer. Une simulation de l'écoulement d'étalement donne la distribution verticale (en une position radiale donnée) de la valeur de la contrainte de cisaillement dans le matériau lors de l'arrêt de cet écoulement (Fig. III.13). On voit que la contrainte de cisaillement est nulle dans la partie supérieure du matériau, tandis qu'elle s'approche du seuil d'arrêt τ_{y_d} à la base du plan. La transition liquide/solide conduit alors à la formation d'un matériau solide hétérogène, caractérisé par une contrainte seuil plus faible dans sa partie supérieure, qui formera la future calotte, que dans sa partie inférieure. Plusieurs mécanismes de redémarrage sont possibles suivant l'hétérogénéité du matériau ; ici, le redémarrage s'effectue quand l'angle de démarrage θ' est tel que $\tan \theta' = \tau_y(h') / (\rho g h')$, où h' l'épaisseur de la calotte, et $\tau_y(h')$ est la valeur de seuil en fond de calotte qui semble être proche ici du seuil τ_y obtenu pour une transition liquide/solide sous contrainte nulle.

Cas des matériaux cimentaires

Nous avons vérifié que les observations effectuées ci-dessus sur divers fluides thixotropes modèles s'appliquent également aux matériaux cimentaires [Ovarlez & Roussel (2007)]. Le comportement complexe de ces matériaux rend une étude détaillée délicate ; nous nous sommes contentés d'étudier le cas où la même contrainte est appliquée lors de la transition liquide/solide qu'en régime solide. On observe de nouveau (Fig. III.14) que le seuil est d'autant plus élevé que la contrainte appliquée lors de l'arrêt de l'écoulement est élevée. L'effet est ici particulièrement spectaculaire : une contrainte appliquée de 1 Pa peut conduire à une augmentation du seuil de redémarrage de 40 Pa. On constate par ailleurs que la vitesse de structuration (vitesse d'augmentation du seuil en fonction du temps) augmente avec la contrainte appliquée. Il s'agit peut être ici d'un effet de vieillissement accéléré par la contrainte appliquée au repos : l'analogie avec les résultats de Berthoud *et al.* (1999) suggère que des contacts solides entre grains de ciment peuvent jouer un rôle important sur ce seuil. Ceci nous pousse à étudier plus en détail les mécanismes qui mènent à l'écoulement des matériaux cimentaires (voir section III.3.b).

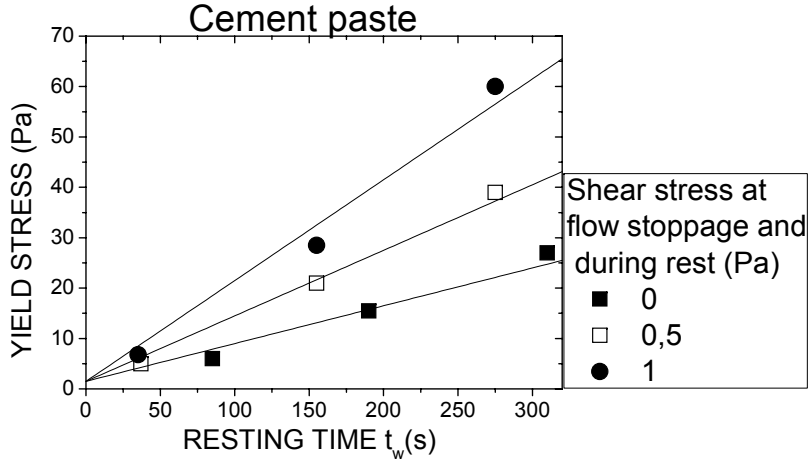


FIGURE III.14 – Contrainte seuil d’écoulement d’une pâte de ciment ($\tau_{yd} \approx 2$ Pa) en fonction du temps passé en régime solide, pour diverses contraintes appliquées durant la transition liquide/solide et le repos (voir légende). Figure extraite de Ovarlez & Roussel (2007).

Autres études : paramètres influant sur le vieillissement

Suite à la transition liquide/solide, les valeurs des propriétés mécaniques des matériaux thixotropes (élasticité, seuil) augmentent régulièrement au cours du temps t . Pour aider à mieux comprendre et modéliser ce phénomène, nous nous sommes intéressés au rôle de la température T et de la concentration en particules ϕ sur ce vieillissement [Ovarlez & Coussot (2007)]. Nous avons trouvé qu’il est accéléré par une augmentation de température, comme attendu dans le cas d’un vieillissement dû à une évolution de la configuration par des processus thermiquement activés. Il semble par ailleurs qu’on puisse définir un temps caractéristique de structuration dont la dépendance avec T est compatible avec une loi d’Arrhenius [Awasthi & Joshi (2009)]. L’effet de la concentration est moins clair : s’il semble qu’on puisse définir un temps caractéristique fonction de ϕ , nous n’avons pu trouver d’explication satisfaisante de son origine et de sa dépendance avec ϕ . Cette détermination est néanmoins utile comme outil d’aide à la formulation des matériaux : il a en effet été observé qu’une augmentation de température tend à augmenter la vitesse de structuration des bétons frais (c’est le cas pour le coulage de la Fig. III.9b, effectué par temps chaud). Nos observations permettent de comprendre ce phénomène, et de proposer une méthodologie pour effectuer un changement de formulation pour le contrecarrer [Roussel *et al.* (2008)]. Cette détermination reste à ce stade empirique face au manque de compréhension du phénomène de thixotropie dans ces matériaux. Nous proposons de pistes d’amélioration de cette compréhension dans la suite.

3.b Thixotropie des matériaux cimentaires

Pour mieux comprendre le comportement spécifique des pâtes cimentaires, il faut étudier en détail la réponse de celles-ci lorsqu’on les déforme pour mesurer leur seuil. Le comportement observé lors d’une mesure de seuil effectuée en cisillant une pâte de

ciment à bas taux de cisaillement ($\dot{\gamma} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) est représenté sur la Fig. III.15. Comme habituellement observé sur matériaux thixotropes, on observe que la contrainte augmente avec la déformation jusqu'à un pic, qui définit le seuil du matériau, puis diminue avec la déformation (il est alors destructuré par le cisaillement en régime liquide). Une observation plus fine montre que l'augmentation s'effectue en deux temps : la contrainte augmente tout d'abord abruptement à peu près linéairement jusqu'à une déformation critique $\gamma_{c,1} \approx 5.10^{-4}$ (Fig. III.15b), puis augmente beaucoup plus lentement, toujours approximativement linéairement, jusqu'au seuil du matériau, pour une déformation critique $\gamma_{c,2} \approx 3.10^{-2}$ (Fig. III.15a). On comprend déjà ici pourquoi le module élastique mesuré en régime linéaire (donc pour une déformation inférieure à $\gamma_{c,1}$) ne donne pas nécessairement d'information sur le seuil du matériau (mesuré à $\gamma_{c,2}$).

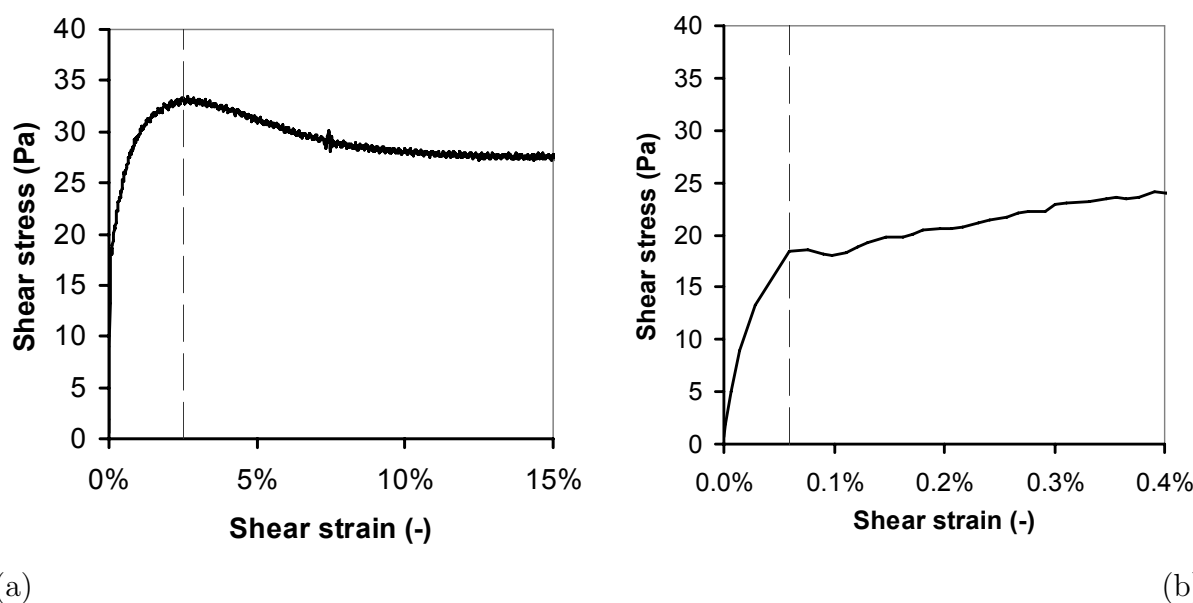


FIGURE III.15 – (a) Contrainte de cisaillement en fonction de la déformation lorsqu'un taux de cisaillement $\dot{\gamma} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ est appliqué à une pâte de ciment, suite à un repos de 60 s après précisaillement. (b) Zoom de la Fig. III.15a aux faibles déformations. Figure extraite de Roussel *et al.* (2011).

Une étude détaillée de ce phénomène est présentée dans [Roussel *et al.* (2011)]. Nous résumons ci-dessous l'interprétation que nous proposons de ces observations. Considérons le réseau de particules de ciment ; une déformation de $\gamma_{c,1} \approx 5.10^{-4}$ correspond à un mouvement relatif de deux grains voisins de l'ordre de 10 nm. Cet ordre de grandeur est celui nécessaire à la rupture d'hydrates de ciment qui formeraient un pont solide entre 2 grains. Par ailleurs, les modules mesurés pour $\gamma < \gamma_{c,1}$ sont compatibles avec les résultats d'un modèle micromécanique simplifié considérant que les propriétés d'élasticité proviennent de la déformation des hydrates entre les grains. La présence d'hydrates dans la pâte à l'état frais est attestée par des mesures de calorimétrie qui montrent qu'une réaction exothermique est présente, avec un taux de production constant. Si cette formation d'hydrates est irréversible à l'échelle microscopique, on peut montrer qu'elle conduit à un

comportement macroscopique réversible pendant la phase dite “dormante”². Au-delà de $\gamma_{c,1}$, le comportement semble être plus classiquement celui d’un réseau de particules en interactions colloïdales “molles”. On peut montrer que le taux de production d’hydrates constant doit induire une augmentation linéaire du module élastique (mesuré à très faible déformation) au cours du temps par le renforcement des liens entre grains, ce que nous avons vérifié expérimentalement ; l’information obtenue sur la structuration du matériau par les hydrates ne dit en revanche rien sur la structuration du réseau colloïdal.

Nous avons étudié l’évolution du seuil de mise en écoulement du matériau avec le temps passé au repos (Fig. III.16). On observe que la résistance du réseau de particules liées par des hydrates peut devenir plus importante que celle due aux interactions colloïdales (sur la Fig. III.16a, c’est le cas au-delà de 10 min de repos). Il semble donc que, suivant la formulation et le temps passé au repos, le seuil de contrainte pour faire couler le matériau peut être lié soit à la déformation du réseau colloïdal, soit à la rupture d’un réseau d’hydrates. Cela donne une évolution relativement complexe du seuil de mise en écoulement avec le temps de repos (Fig. III.16b), qui ne peut être déduite directement de mesures de module en régime linéaire. Outre son importance pratique, ce résultat montre que le contrôle des propriétés d’hydratation joue un rôle essentiel sur les propriétés des matériaux à l’état frais.

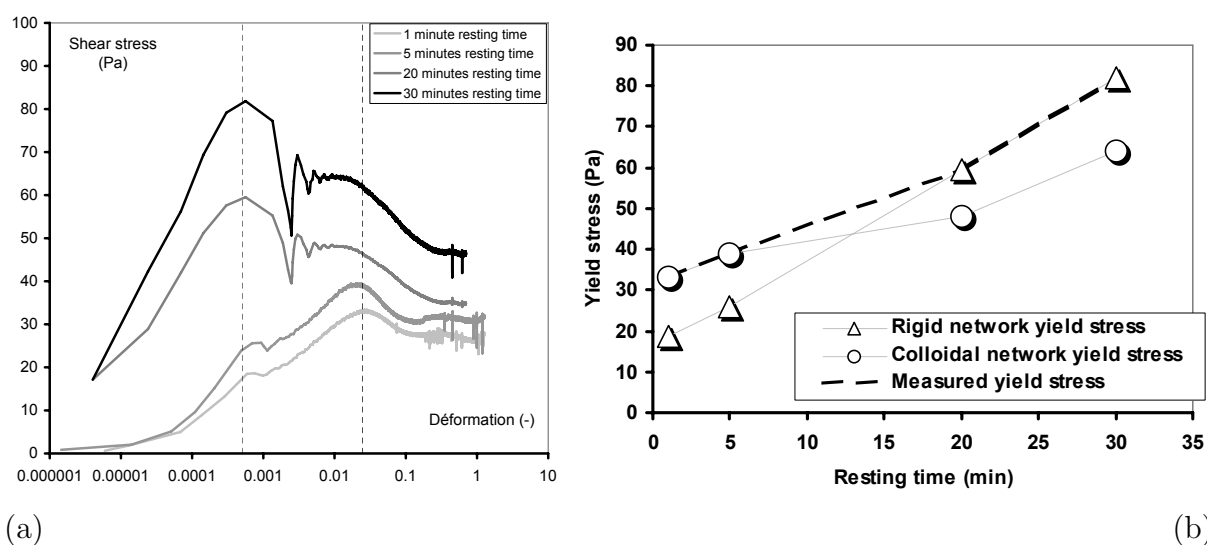


FIGURE III.16 – (a) Contrainte de cisaillement en fonction de la déformation lorsqu’un taux de cisaillement $\dot{\gamma} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ est appliqué à une pâte de ciment, pour divers temps de repos après précisaillement (voir légende). (b) Contrainte correspondant aux deux régimes de déformation identifiés sur la Fig. III.15, et contrainte seuil mesurée (voir légende). Figure extraite de Roussel *et al.* (2011).

2. Si les contacts entre particules sont irréversiblement détruits par l’application d’un cisaillement, il y a probablement suffisamment peu d’hydrates formés dans la phase dormante pour que de nouveaux ponts solides entre particules puissent se reformer au repos.

Mesure de structuration

Une conséquence méthodologique importante de ces résultats est que la mesure du module élastique, utilisée classiquement comme outil de mesure de structuration dans les matériaux thixotropes (très pratique puisque la mesure est non perturbative), peut ne pas rendre compte de la structuration du seuil d'écoulement. Le cas des matériaux cimentaires est à ce titre très différent de celui des gels colloïdaux (voir Fig. III.17), où module élastique et seuil d'écoulement dépendent de la même façon du temps et de la fraction volumique : dans ce dernier cas, les études approfondies de module élastique apportent des informations pertinentes sur le comportement au seuil.

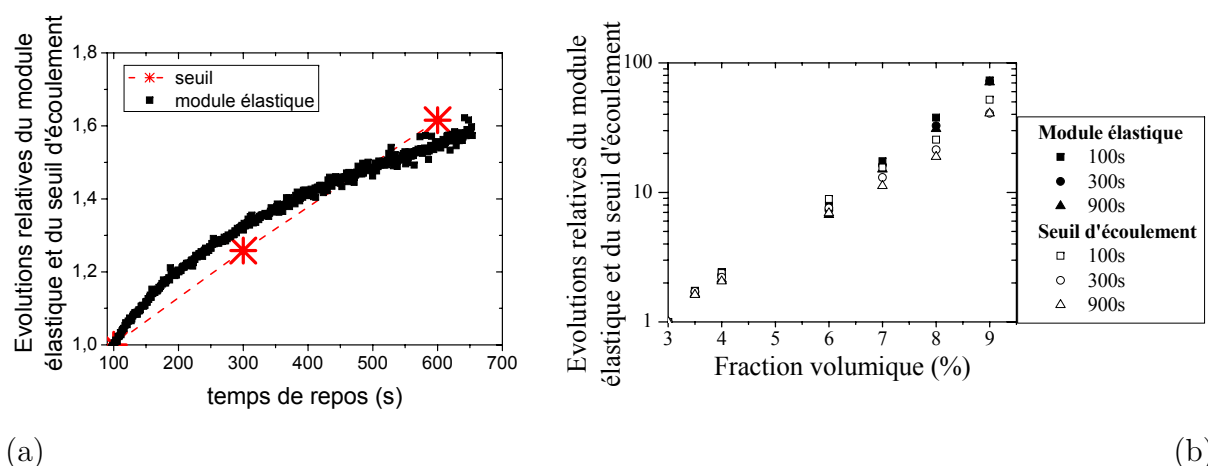


FIGURE III.17 – (a) Seuil d'écoulement adimensionné $\tau_y(t)/\tau_y(t_0)$ et module élastique adimensionné $G'(t)/G'(t_0)$ d'une suspension de bentonite, en fonction du temps t passé en régime solide, pour $t_0 = 100$ s. (b) Seuil d'écoulement adimensionné $\tau_y(\phi, t_i)/\tau_y(\phi_0, t_i)$ et module élastique adimensionné $G'(\phi, t_i)/G'(\phi_0, t_i)$ d'une suspension de bentonite, en fonction de la fraction volumique ϕ en particules (où $\phi_0 = 3\%$), pour divers temps t_i passés en régime solide. Figures extraites de Mahaut *et al.* (2008a).

3.c Coulage d'un matériau thixotrope dans un coffrage

La construction d'un mur en béton s'effectue en coulant un béton frais à l'intérieur d'un coffrage. Si la grande fluidité des bétons autoplaçants permet *a priori* leur coulage sur de grandes hauteurs, elle a également pour effet d'induire parfois une pression hydrostatique, ce qui pose des problèmes de dimensionnement des coffrages. Construire un coffrage adapté nécessite de pouvoir prédire les contraintes exercées sur les parois de celui-ci par les bétons frais au cours de leur mise en œuvre, notamment en fonction de la vitesse de coulage. Nous avons proposé une analyse théorique pour prédire ces efforts [Ovarlez & Roussel (2006)]. Cette analyse tient compte de la transition liquide/solide observée dans ces matériaux en cours de mise en œuvre.

La Fig. III.18a, obtenue par simulations, montre qu'en cours de coulage, seule une zone dont la profondeur est de l'ordre de la largeur du coffrage est en écoulement. En-dessous de cette zone, le matériau n'est plus cisailé et passe donc en régime solide. Il acquiert alors

une élasticité qui lui permet de s'appuyer sur les parois du coffrage. Celles-ci reprennent une partie du poids du matériau grâce à la mobilisation d'une contrainte de cisaillement aux parois qui peut être égale au seuil d'écoulement du matériau, ce qui a pour effet de diminuer la pression en base de coffrage. Par ailleurs, le matériau vieillit d'autant plus (donc son seuil d'écoulement augmente d'autant plus) au cours du coulage que la vitesse de coulage est faible : il doit en résulter une pression en base de coffrage d'autant plus faible que la vitesse de coulage est faible.

Pour formaliser ce scénario, nous avons considéré que le matériau en régime solide est caractérisé par un comportement de solide élastique linéaire isotrope de module d'Young E et de coefficient de Poisson ν_p . Nous avons par ailleurs considéré que le matériau se caractérise par un critère de seuil de Tresca, et que le seuil τ_y est atteint partout aux parois du coffrage lorsque le matériau est en régime solide. Dans la suite, les coordonnées sont x dans la largeur du coffrage, y dans l'épaisseur, et z dans la direction verticale. Les parois sont les plans $x = \pm L/2$ et $y = \pm e/2$. On considère un coffrage infiniment rigide. On montre alors aisément que le comportement élastique implique

$$\sigma_{xx}(z) = \sigma_{yy}(z) = K\sigma_{zz}(z) \quad (\text{III.12})$$

dans un coffrage de profondeur infinie, où $K = \nu_p/(1 - \nu_p)$ (soit $K = 1$ pour un matériau incompressible).

Considérons un coulage à une vitesse de coulage R constante, telle que la hauteur $H(t)$ remplie à un instant t s'exprime $H(t) = Rt$. Lorsqu'une hauteur H de matériau est déjà coulée, la partie supérieure du béton, de hauteur $\simeq e$, n'est pas au repos et il n'y a aucune reprise de poids du matériau par les parois dans cette zone ; dans la zone au repos, de hauteur $H - e$, le seuil τ_y augmente avec le temps de repos $t_{repos}(z)$: ce temps de repos est maximal à la base du coffrage (en $z = 0$) et nul à l'interface entre la zone au repos et la zone cisailée ; on a donc

$$t_{repos}(z) = (H - e - z)/R \quad (\text{III.13})$$

à une distance z de la base du coffrage. La contrainte $\sigma_{zz}(z)$ s'obtient à l'aide des équations d'équilibre, en prenant en compte la reprise partielle du poids du matériau par la contrainte de cisaillement aux parois $\sigma_{xz}(\pm L/2) = \sigma_{yz}(\pm e/2) = -\tau_y[t_{repos}(z)]$. On montre alors aisément que

$$\sigma_{zz}(z) = -\frac{1}{Le} \left(\rho g H L e - 2(L - e) \int_0^{H-e} \tau_y[t_{repos}(z)] dz \right) \quad (\text{III.14})$$

Pour un béton autoplaçant, une évolution linéaire du seuil du matériau en fonction du temps passé au repos permet généralement de bien reproduire le comportement du matériau :

$$\tau_y(t_{repos}) = A_{thix} t_{repos} \quad (\text{III.15})$$

où A_{thix} est appelée "vitesse de structuration". En utilisant les équations III.12-III.15, on obtient finalement la contrainte normale à la paroi en base de coffrage. Dans le cas où $L \gg e$ et $H \gg e$ (cas de la plupart des coffrages), on peut exprimer cet effort sous forme adimensionnée par la pression hydrostatique $\sigma' = -\sigma_{xx}/(\rho g H)$:

$$\sigma' = K \left(1 - \frac{H A_{thix}}{\rho g e R} \right) \quad (\text{III.16})$$

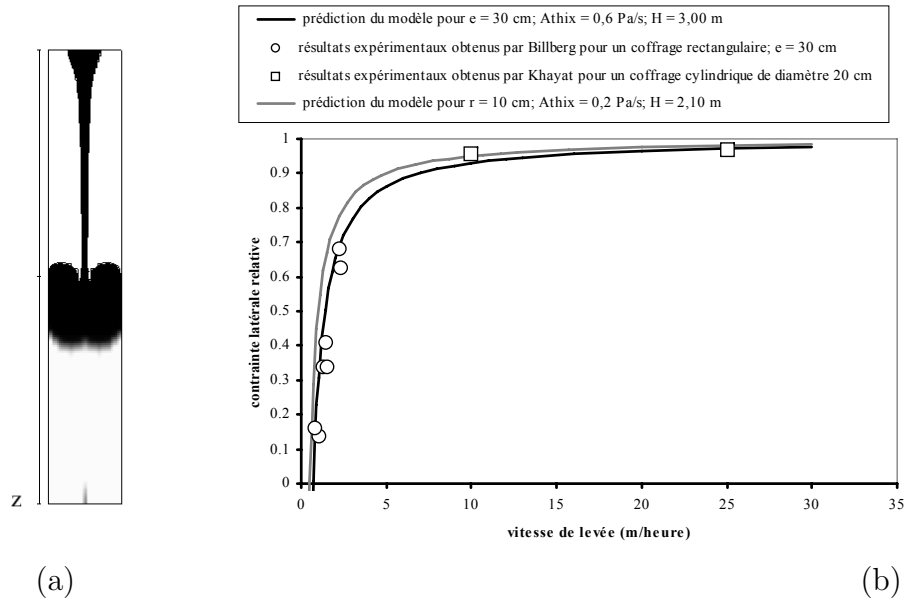


FIGURE III.18 – (a) Simulation du coulage d’un fluide à seuil dans un coffrage ; la zone en gris clair est au repos. (b) Contrainte normale au coffrage en base de coffrage exercée par un béton autoplaçant en fin de coulage, adimensionnée par la pression hydrostatique, en fonction de la vitesse de coulage : mesures expérimentales tirées de la littérature et prédiction du modèle (voir légende). Figure extraite de Ovarlez & Roussel (2006).

On observe sur la Fig. III.18b que les efforts prédits par ce modèle sont en très bon accord avec des données expérimentales de coulage de bétons frais tirées de la littérature [Billberg (2003); Khayat *et al.* (2005)]. Le paramètre de contrôle principal de l’effort exercé sur le coffrage est A_{thix}/R : on obtient une contrainte inférieure à la pression hydrostatique si le béton est coulé à vitesse suffisamment faible par rapport à la vitesse de structuration du matériau ; à forte vitesse de coulage, la pression exercée sur le coffrage sera en revanche hydrostatique. L’équation III.16 peut être utilisée aussi bien pour ajuster les conditions de mise en œuvre aux propriétés du béton coulé, que comme outil d’aide à la formulation pour permettre le coulage à des vitesses élevées.

Cette première étude a été complétée par une étude expérimentale qui a permis de valider plus en détail notre modélisation. Une mesure directe de la contrainte tangentielle exercée sur une paroi plongée dans un matériau thixotrope au repos montre que celle-ci est bien égale au seuil du matériau à chaque instant t_{repos} , et permet de prédire quantitativement la pression exercée en base de coffrage [Tchamba *et al.* (2008)]. Les derniers travaux que nous avons menés sur ce sujet ont consisté à prendre en compte le ferrailage dans les coffrages [Perrot *et al.* (2009)].

Collaborations

La plupart des travaux sur les bandes de cisaillement et les fluides à seuils simples (sections III.1 et III.2) ont été réalisés en collaboration avec Philippe Coussot (Laboratoire Navier). Les travaux sur les mousses ont été effectués en collaboration avec Sylvie Cohen-Addad et Kapil Krishan (LPMDI). Les propriétés des émulsions ont été étudiées avec Annie Colin et Julie Goyon (LOF), Lydéric Bocquet (LPMCN) et Armand Ajdari (Gulliver). L'essai rhéométrique abordé dans la section III.2.c fait l'objet de la thèse de Quentin Barral.

Les recherches sur matériaux thixotropes (section III.3) ont été menés en bonne partie dans le cadre d'un projet jeune chercheur de l'ANR que j'ai coordonné, en collaboration avec Xavier Chateau (Laboratoire Navier) et Nicolas Roussel (LCPC). La transition liquide/solide a été étudiée avec Philippe Coussot.

Chapitre IV

Suspensions de particules et bulles dans des fluides à seuil

Afin de mieux comprendre le comportement de pâtes granulaires très polydisperses, tels les bétons frais et laves torrentielles, j'ai étudié le cas où une séparation d'échelle est possible entre les particules colloïdales et non-colloïdales en suspension, et où ces dernières "voient" la suspension interstitielle comme un milieu continu. Je me suis plus spécifiquement intéressé à l'impact des particules non-colloïdales sur le comportement de ces matériaux, en supposant connu le comportement macroscopique de la suspension de particules colloïdales.

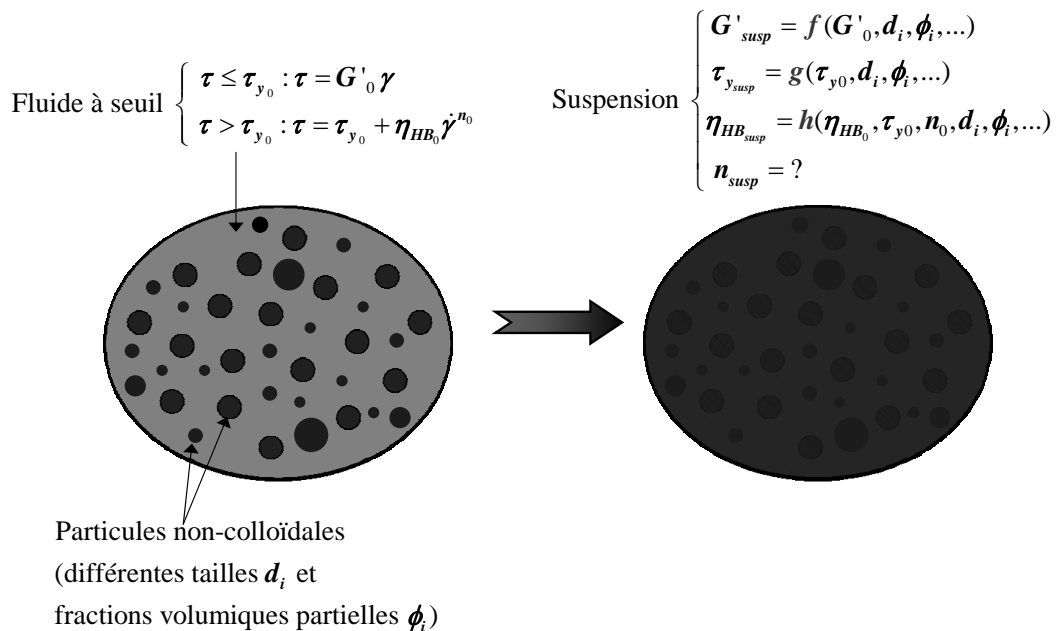


FIGURE IV.1 – Représentation schématique de la démarche de changement d'échelle.

Dans les cas que j'ai étudiés, la suspension colloïdale est un fluide à seuil (il s'agit par exemple de la pâte de ciment dans le cas des bétons frais). Le problème posé (Fig. IV.1) devient alors de déterminer le comportement d'une suspension de particules non-colloïdales

plongées dans un fluide à seuil, et la valeur des paramètres rhéologiques associés en fonction des caractéristiques macroscopiques du fluide à seuil (module élastique sous le seuil, seuil et consistance dans un modèle de Herschel-Bulkley) et des caractéristiques des particules (fraction volumique, taille, forme...). On s'intéressera ici principalement au cas de fluides à seuils simples.

Pour la simplicité du discours, les suspensions de particules non-colloïdales plongées dans des fluides à seuil seront appelées dans la suite suspensions à seuil.

1 Suspensions de particules rigides

Le problème de l'impact des particules non-colloïdales sur le comportement des fluides à seuil a été relativement peu étudié dans la littérature. Un examen attentif de la littérature (voir [Mahaut *et al.* (2008a)] pour plus de détails) montre qu'on ne peut extraire un comportement générique des données existantes. Les rares études [Ancey & Jorrot (2001); Geiker *et al.* (2002); Sengun & Probstein (1989a,b)] ont été menées à chaque fois sur un unique matériau (boues, pâtes de ciment, suspensions de charbon) et aboutissent à des résultats contradictoires. Par exemple, pour une même fraction volumique en particules sphériques suspendues, Geiker *et al.* (2002) trouvent que le seuil d'une pâte de ciment est augmenté d'un facteur 50 tandis que Ancey & Jorrot (2001) trouvent que le seuil d'une suspension d'argile n'est augmenté que d'un facteur 2. On peut donc se demander si des interactions spécifiques entre particules non-colloïdales et fluide suspendant ne jouent pas un rôle majeur dans certains de ces matériaux. Une étude de la littérature des matériaux viscoélastiques chargés en particules [Poslinski *et al.* (1988); See *et al.* (2000)] montre de même que des matériaux de composition en apparence semblable se caractérisent par des comportements élastiques différents.

Il semble donc que le comportement générique des suspensions à seuil n'a pas été étudié dans la littérature. Notre objectif est ici de réussir à formuler et caractériser le matériau "suspension à seuil".

1.a Prédictions théoriques

Mes travaux sur le sujet ont été menés en étroite collaboration avec Xavier Chateau, qui a réalisé le pendant théorique des travaux expérimentaux. Je résume ici les résultats principaux de ces travaux théoriques [Chateau *et al.* (2008)].

Les méthodes d'homogénéisation consistent à estimer les propriétés macroscopiques du matériau à partir de ses propriétés microscopiques. Une des principales difficultés est de bien rendre compte de la déformation du matériau à l'échelle locale (entre les particules) et de prendre en compte la morphologie de la suspension, qui est souvent inconnue. C'est cette difficulté qui conduit à l'existence de plusieurs résultats : ces résultats dépendent du "schéma" d'homogénéisation c'est-à-dire des choix effectués pour estimer la déformation du matériau interstitiel. Une fois ce schéma choisi, l'ensemble des propriétés de la suspension peuvent être estimées. Dans ce travail, plutôt que de chercher à tester divers schémas d'homogénéisation, nous avons choisi de mener une approche légèrement différente. Nous sommes partis de l'idée que toute l'information nécessaire sur la morphologie de la suspension et sur la déformation du matériau interstitiel est encodée

dans chaque caractéristique rhéologique. Nous avons alors choisi de considérer une des caractéristiques macroscopiques de la suspension à seuil connue (en l'occurrence son module élastique), et nous avons cherché à évaluer les autres caractéristiques de la suspension (seuil, consistance, exposant) en fonction de cette caractéristique.

Pour illustrer cette démarche, considérons une suspension de particules de fraction volumique ϕ soumise à une déformation élastique de cisaillement simple Γ_{macro} sous son seuil d'écoulement. Pour des particules indéformables, l'énergie élastique est entièrement stockée dans le fluide à seuil interstitiel. Par cohérence entre les énergies élastiques aux échelles macroscopique et microscopique, on définit alors la déformation moyenne $\bar{\gamma}_{\text{local}}(\phi)$ dans le fluide interstitiel par $G'(\phi)\Gamma_{\text{macro}}^2 = (1 - \phi)G'(0)[\bar{\gamma}_{\text{local}}(\phi)]^2$, où $G'(\phi)$ est le module élastique de la suspension pour une fraction volumique ϕ en particules, soit

$$\bar{\gamma}_{\text{local}}(\phi) = \Gamma_{\text{macro}} \sqrt{G'(\phi)/[(1 - \phi)G'(0)]} \quad (\text{IV.1})$$

Dans l'hypothèse d'un comportement élastoplastique parfait aux échelles macroscopique et microscopique, on peut écrire $\tau_y(\phi) = G'(\phi)\Gamma_{y,\text{macro}}(\phi)$, où $\tau_y(\phi)$ est le seuil de la suspension pour une fraction volumique ϕ en particules, qui définit la déformation au seuil $\Gamma_{y,\text{macro}}(\phi)$. A l'échelle locale, on a $\tau_y(0) = G'(0)\bar{\gamma}_{y,\text{local}}$, où $\bar{\gamma}_{y,\text{local}}$ est la déformation au seuil du matériau interstitiel. En combinant cette équation avec l'équation IV.1 ci-dessus, on obtient la relation suivante :

$$\frac{\tau_y(\phi)}{\tau_y(0)} = \sqrt{(1 - \phi) \frac{G'(\phi)}{G'(0)}} \quad (\text{IV.2})$$

qui montre que si le module de la suspension est connu, on peut prédire la valeur du seuil de la suspension. L'hypothèse principale à la base de cette estimation est que la déformation locale peut être représentée par un scalaire unique représentant la déformation moyenne du matériau interstitiel. Cette hypothèse paraît impliquer *a priori* isotropie et monodispersité; nous verrons cependant que cette représentation de la déformation locale par un scalaire unique semble rester suffisante pour un matériau anisotrope (en écoulement) et pour une suspension bidisperse.

On peut montrer de même [Chateau *et al.* (2008)] que si le fluide à seuil interstitiel a un comportement local de Herschel-Bulkley $\tau = \tau_y + \eta_{\text{HB}}\dot{\gamma}^n$, alors la suspension a elle-même un comportement de Herschel-Bulkley dont l'exposant n est le même que celui de fluide interstitiel et dont la consistance $\eta_{\text{HB}}(\phi)$ s'écrit :

$$\frac{\eta_{\text{HB}}(\phi)}{\eta_{\text{HB}}(0)} = \sqrt{\frac{(G'(\phi)/G'(0))^{n+1}}{(1 - \phi)^{n-1}}} \quad (\text{IV.3})$$

1.b Suspensions modèles, monodisperses et isotropes

Nous nous sommes intéressés tout d'abord au cas de suspensions de particules sphériques monodisperses. On s'attend notamment à ce que le module élastique et le seuil d'écoulement s'écrivent $G'(\phi) = G'(0)f(\phi)$ et $\tau_y(\phi) = \tau_y(0)g(\phi)$. Les fonctions f et g dépendent cependant *a priori* de la microstructure. Afin de travailler sur un système bien défini, et aisément modélisable (notamment par l'approche d'homogénéisation résumée plus haut), nous avons choisi dans un premier temps de travailler ici sur une microstructure isotrope,

ce qui n'est possible que pour l'étude des propriétés du régime solide (élasticité, seuil), les propriétés en écoulement étant nécessairement mesurées sur la microstructure imposée par l'écoulement.

Un premier travail a consisté à formuler le matériau "suspension à seuil" [Mahaut *et al.* (2008a)]. Pour nous assurer que les particules en suspension voient bien le matériau interstitiel comme un milieu continu, et que leur seule interaction avec celui-ci est mécanique (ou hydrodynamique), notre démarche a consisté à formuler de nombreuses suspensions : des particules de verre (hydrophiles) et de polystyrène (hydrophobes) ont été suspendues dans des fluides à seuil de nature physico-chimique très différente (Carbopol, émulsion concentrée, suspension de bentonite). Nous nous sommes assurés qu'il y a bien séparation d'échelle entre la microstructure du fluide à seuil et la taille des billes en suspension pour chaque système. Par ailleurs, nous avons fait varier le diamètre des billes (de 80 μm à 2 mm) et les propriétés rhéologiques des fluides interstitiels pour vérifier la proportionnalité entre propriétés macroscopiques et microscopiques d'une part, et l'indépendance par rapport à la taille des particules d'autre part (une dépendance par rapport à cette taille serait la signature d'effets physico-chimiques de surface). Notons finalement qu'il existe des bornes théoriques très robustes, basées sur des théorèmes énergétiques, pour des suspensions à seuil isotropes (indépendamment de la forme et distribution de taille des particules). Pour le module élastique, il s'agit de la borne de Hashin-Shtrikman [Hashin & Shtrikman (1963); Chateau *et al.* (2008)]

$$\frac{G'(\phi)}{G'(0)} > \frac{2 + 3\phi}{2 - 2\phi} \quad (\text{IV.4})$$

la borne supérieure étant infinie. Pour le seuil d'écoulement, la borne inférieure est $\tau_y(\phi) \geq \tau_y(0)$. Des résultats en désaccord avec ces bornes signaleraient des effets autres que ceux recherchés (effets physico-chimiques, effets de taille finie...).

Afin de mesurer les propriétés d'un système isotrope, le point principal est qu'il faut éviter d'imposer un écoulement simple au matériau puisqu'une suspension devient anisotrope sous cisaillement. Cela interdit tout précisaillement "contrôlé" en rhéomètre; cela implique par ailleurs qu'une mesure de seuil est destructive et que tout échantillon doit être réparé après une mesure. Au final, la procédure (détaillée dans [Mahaut *et al.* (2008a)]) consiste à effectuer manuellement le mélange en cuve de rhéométrie; un croissillon est ensuite inséré dans le matériau; des oscillations sont imposées pour mesurer les propriétés viscoélastiques; une vitesse de rotation faible est enfin imposée au croissillon afin de mesurer le seuil du matériau. L'indépendance des résultats par rapport aux paramètres de mesure a bien entendu été vérifiée. Au final, on obtient des mesures des modules adimensionnés $G'(\phi)/G'(0)$ et des seuils adimensionnés $\tau_y(\phi)/\tau_y(0)$ pour l'ensemble des matériaux étudiés, qui sont représentés en Fig. IV.2.

La première observation importante est que nous avons bien réussi à formuler et caractériser ces matériaux appelés suspensions à seuil dans lesquelles les particules interagissent mécaniquement par l'intermédiaire d'un milieu continu à seuil. En effet, les valeurs de $G'(\phi)/G'(0)$ et $\tau_y(\phi)/\tau_y(0)$ mesurées sur la plupart des matériaux étudiés ici¹ se su-

1. L'article [Mahaut *et al.* (2008a)] donne dans son annexe quelques matériaux qui ont donné des résultats différents : il s'agit essentiellement des billes de taille $\simeq 100 \mu\text{m}$ plongées dans un gel Carbopol, pour lesquelles des effets physico-chimiques forts tendant à faire disparaître le seuil du gel Carbopol interstitiel ont été observés.

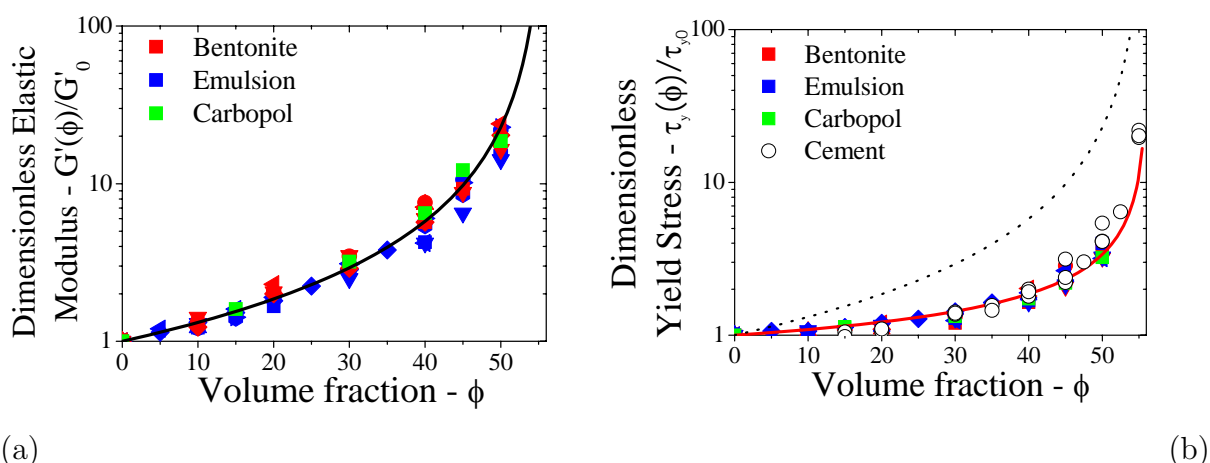


FIGURE IV.2 – (a) Module élastique adimensionné en fonction de la concentration en particules pour des suspensions de billes de $80 \mu\text{m}$ à 2 mm de diamètre plongées dans divers fluides à seuil (voir légende). La courbe en trait plein est une courbe de Krieger-Dougherty (Eq. IV.5 avec $\phi_{\text{div}} = 0.56$). (b) Contrainte seuil adimensionnée en fonction de la concentration en particules. La courbe en trait plein est la prédiction théorique (Eq. IV.6), sans paramètre ajustable; la ligne en pointillés est le modèle de Krieger-Dougherty. Figures adaptées de Mahaut *et al.* (2008a,b).

perposent (les différences observées entre les matériaux sont comparables aux incertitudes observées sur un unique matériau). Par ailleurs, les résultats sont en accord avec la borne Hashin-Shtrikman (Eq. IV.4).

Le module élastique adimensionné de ces suspensions augmente avec la fraction volumique en particules et semble bien représenté par une formule de Krieger-Dougherty

$$G'(\phi) = G'(0) \frac{1}{(1 - \phi/\phi_{\text{div}})^{2.5\phi_{\text{div}}}} \quad (\text{IV.5})$$

avec $\phi_{\text{div}} = 0.56$. Cette loi se retrouve classiquement pour la viscosité des suspensions newtoniennes, ce qui est cohérent avec le fait qu'on caractérise ici une propriété linéaire des suspensions. La valeur de $\phi_{\text{div}} = 56\%$ est quant à elle proche des valeurs de fraction volumique d'empilement aléatoire lâche mesurées sur assemblées monodisperses de grains [Dong *et al.* (2006)] : c'est la valeur pour laquelle on peut s'attendre à avoir percolation de l'empilement aléatoire de grains que nous avons réalisé, et donc de divergence (au moins apparente) des propriétés rhéologiques.

Le seuil de contrainte suit quant à lui une évolution beaucoup plus modérée avec la concentration en particules. Par exemple quand on suspend 50% de particules dans un fluide à seuil, le module élastique augmente d'un facteur 20 tandis que le seuil n'augmente que d'un facteur 4. Cette augmentation plus faible peut s'expliquer par la formule issue de l'approche d'homogénéisation (Eq. IV.2). En utilisant l'équation IV.5, en bon accord avec les valeurs de module mesurées, cette approche prédit ici que le seuil s'exprime comme

$$\frac{\tau_y(\phi)}{\tau_y(0)} = \sqrt{\frac{1 - \phi}{(1 - \phi/\phi_{\text{div}})^{2.5\phi_{\text{div}}}}} \quad (\text{IV.6})$$

et $\phi_{\text{div}} = 0.56$. L'évolution de $\tau_y(\phi)$ avec ϕ observée expérimentalement est en excellent accord avec cette prédiction sans paramètre ajustable (Fig. IV.2b). Il faut noter que chaque couple de points expérimentaux $[G'(\phi), \tau_y(\phi)]$ mesuré est en accord direct avec l'équation IV.2 (voir Fig. IV.6 et Mahaut *et al.* (2008a)). Ceci montre que la prise en compte de la déformation du fluide interstitiel par un unique scalaire $\bar{\gamma}_{\text{local}}(\phi)$ est bien pertinente.

La relation IV.2 que nous avons mise en évidence ici théoriquement et expérimentalement est une spécificité de ce système et provient des caractéristiques de concentration du cisaillement entre les particules. Par comparaison, dans un gel colloïdal, on observe généralement la même dépendance en ϕ pour le module élastique et le seuil, i.e. $\tau_y(\phi)/G'(\phi)$ est constant (voir Fig. III.17 et l'annexe de Mahaut *et al.* (2008a)) : l'augmentation de la concentration conduit dans ce cas à une augmentation de la densité de liens entre particules (sans changement de distance moyenne entre particules), qui a le même impact sur ces deux grandeurs.

Après avoir étudié le comportement élastoplastique de ces matériaux, nous avons cherché à caractériser leur loi de comportement en écoulement. Nous avons effectué ces études dans la géométrie de Couette à entrefer large décrite dans le chapitre I. A l'instar des suspensions de particules plongées dans des fluides newtoniens, ces systèmes deviennent hétérogènes sous cisaillement (voir chapitre II). Nous n'avons pas étudié ici en détail la cinétique de mise en place de cette hétérogénéité mais nous avons cherché avant tout à la contourner pour bien caractériser ces matériaux. Dans cet objectif, nous avons volontairement cisailé ces matériaux et avons attendu d'avoir atteint un état hétérogène stationnaire avant d'effectuer une analyse locale de leur comportement en écoulement à l'aide de la méthode développée pour les suspensions visqueuses (voir p. 22). A partir du profil de vitesse $V(r, \Omega)$ et du profil de concentration $\phi(r)$ mesurés par IRM, et du couple $T(\Omega)$ mesuré en rhéométrie, on remonte aux lois locales $\tau = f(\dot{\gamma}, \phi)$. Ces lois sont représentées sur la figure IV.3a.

Nous avons tout d'abord observé que toutes les suspensions étudiées sont modélisables par des lois de Herschel-Bulkley $\tau = \tau_y + \eta_{HB} \dot{\gamma}^n$ de même exposant $n = 0.5$ que le fluide à seuil interstitiel, conformément aux prédictions de l'analyse théorique. Les consistances adimensionnées $\eta_{HB}(\phi)/\eta_{HB}(0)$ mesurées sur l'ensemble des matériaux étudiés sont représentées sur la Fig. IV.3b. On observe une augmentation modérée avec la fraction volumique. Le matériau en écoulement étant anisotrope, on ne peut en théorie comparer ces valeurs aux propriétés du matériau isotrope. Pour comparer ces résultats aux prédictions du modèle, nous avons donc choisi d'utiliser dans l'équation IV.3 la réponse linéaire observée sur des systèmes anisotropes : cette réponse suit une loi de Krieger-Dougherty $G'(\phi)/G'(0) = (1 - \phi/\phi_{\text{div}})^{-2.5\phi_{\text{div}}}$, la différence principale avec le cas isotrope (pour les concentrations considérées ici) est alors la fraction volumique ϕ_{div} à laquelle divergent les propriétés rhéologiques. Cette fraction volumique est de 60.5% dans ce cas pour un matériau monodisperse (voir chapitre II). Avec cette équation, et $n = 1/2$ l'équation IV.3 devient

$$\frac{\eta_{HB}(\phi)}{\eta_{HB}(0)} = (1 - \phi/\phi_{\text{div}})^{-15\phi_{\text{div}}/8} (1 - \phi)^{1/4} \quad (\text{IV.7})$$

Il y a de nouveau un remarquable accord entre les données expérimentales et la prédiction théorique, avec $\phi_{\text{div}} = 0.605$, sans paramètre d'ajustement.

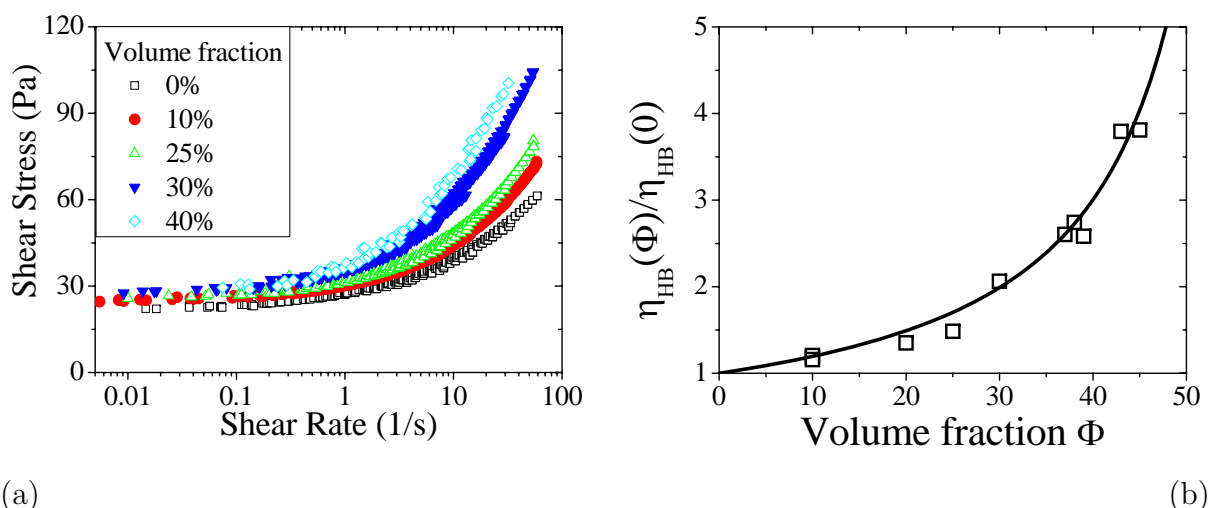


FIGURE IV.3 – (a) Lois de comportement de suspensions à seuil mesurées localement par IRM, à diverses fractions volumiques ϕ . (b) Consistance adimensionnée $\eta_{HB}(\phi)/\eta_{HB}(0)$ obtenue par ajustement des courbes de la figure IV.3a par des modèles de Herschel-Bulkley $\tau = \tau_y + \eta_{HB}\dot{\gamma}^n$, avec $n = 0.5$; la ligne est la prédiction théorique (Eq. IV.7).

Un seul résultat reste à ce jour incompris : si on s'intéresse au seuil d'écoulement déduit de l'ajustement des courbes d'écoulement par des modèles de Herschel-Bulkley, on observe que celui-ci augmente beaucoup moins avec ϕ que le seuil mesuré dans les expériences précédentes (Fig. IV.4b). On peut montrer que cette différence n'est pas à attribuer à l'anisotropie du système (les systèmes isotrope et anisotrope donnent en réalité des seuils de démarrage comparables) mais plutôt à la façon dont ce seuil est mesuré : dans les expériences précédentes, nous mesurons le seuil de démarrage de l'écoulement ; ici, nous mesurons le seuil d'arrêt de l'écoulement. On retrouve cette différence (arrêt/démarrage) à l'échelle locale (Fig. IV.4a) sur les profils de vitesse mesurés à bas taux de cisaillement macroscopique : l'écoulement est localisé plus près du cylindre interne lorsqu'on cisaille le matériau en partant d'un état solide que lorsqu'on part d'un état fluide. L'apparition d'une différence entre seuil de démarrage et seuil d'arrêt dans les suspensions à seuil est surprenante dans la mesure où le fluide interstitiel est un fluide à seuil simple, caractérisé par les mêmes seuils d'arrêt et de démarrage et que les particules sont inertes. Les effets de taille finie peuvent donner une piste d'explication. Goyon *et al.* (2008, 2010b) ont en effet montré que le seuil d'arrêt d'une émulsion confinée est plus faible que le seuil du matériau continu : l'agitation créée par les parois qui induisent l'écoulement (et par le matériau en écoulement lui-même) suffit à faire couler le matériau en-dessous de son seuil sur une distance de quelques tailles de gouttes. Dans la suspension concentrée, le matériau est fortement confiné entre les grains et peut donc à cette échelle locale être caractérisé par un seuil d'arrêt plus faible que prévu, ce qui peut conduire à l'effet macroscopique observé. Il s'agit là d'une perspective de travail particulièrement intéressante.

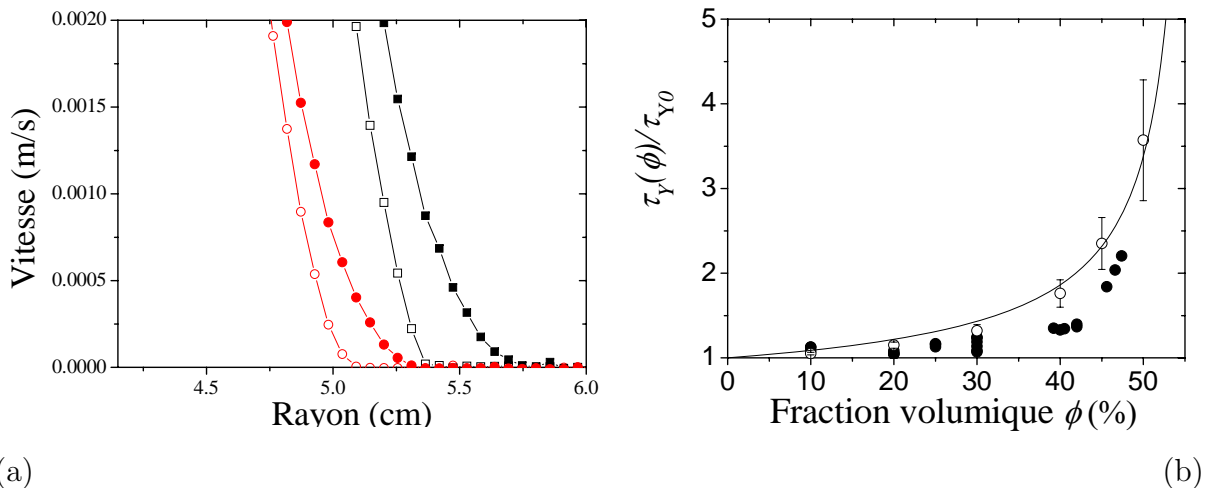


FIGURE IV.4 – (a) Profils de vitesse mesurés localement pour une vitesse de rotation du cylindre interne de 2 tours/min (cercles) et de 5 tours/min (carrés) dans deux situations : lorsque la vitesse est imposée en partant du repos (symboles creux) et lorsqu'elle est imposée en partant d'un écoulement à haute vitesse (symboles pleins). (b) Symboles pleins : seuils d'écoulement adimensionnés $\tau_y(\phi)/\tau_y(0)$ obtenus par ajustement des courbes de la figure IV.3a par des modèles de Herschel-Bulkley $\tau = \tau_y + \eta_{HB}\dot{\gamma}^n$, avec $n = 0.5$. Symboles creux : seuils mesurés au démarrage de l'écoulement ; la ligne est la prédiction théorique (Eq. IV.7).

1.c Suspensions bidisperses

Les résultats obtenus dans ces premiers travaux, de la formulation de matériaux modèles à la modélisation du comportement non linéaire de suspensions monodisperses sans paramètre ajustable, nous ont encouragés à aller plus loin. La modélisation du comportement de matériaux plus réalistes passe notamment par l'extension de ce premier travail au cas de matériaux polydisperses.

Afin de rester dans un cadre connu et modélisable sans paramètre d'ajustement, nous nous sommes intéressés au cas de suspensions de particules sphériques bidisperses. Considérons deux classes de particules sphériques, de diamètres $d_1 < d_2$; on définit leur rapport de tailles $\lambda = d_2/d_1$. Un mélange donné est caractérisé par la fraction volumique relative $\xi = \phi_1/\phi_2$ de petites et grosses particules dans le mélange. Dans le cas de suspensions visqueuses, à fraction volumique totale ϕ fixée, et à ξ fixé, on sait que le comportement de ces matériaux dépend alors uniquement du rapport des tailles λ : plus λ est grand, plus la viscosité est faible ; par ailleurs, à ξ fixé, la viscosité diverge à une fraction volumique ϕ_{div} qui augmente avec λ . A λ fixé, la viscosité dépend de façon non monotone de la fraction relative de petites particules ξ : la viscosité est minimale autour de $\xi_m \simeq 0.3$ (la valeur exacte de ξ_m dépend de λ). Ces évolutions de la viscosité avec les propriétés du mélange bidisperse sont par ailleurs corrélées avec ce qu'on observe pour l'évolution de la fraction maximale d'empilement ϕ_{max} des empilements secs : ϕ_{max} augmente avec λ à ξ fixé, et est maximale autour de $\xi_m \simeq 0.3$ à λ fixé. Ces caractéristiques sont particulièrement utiles lorsqu'on cherche à optimiser la granulométrie de mélanges granulaires (par exemple dans la formulation des bétons frais [de Larrard (1999)]) de façon à obtenir

une porosité finale faible tout en garantissant une certaine maniabilité du matériau lors de sa mise en œuvre.

Dans ce cadre, plusieurs questions se posent à nous. Comment la fraction volumique ϕ_{div} de divergence des différentes propriétés rhéologiques dépend-elle des propriétés de l'empilement ? Peut-on la prédire à l'aide de modèles d'empilements granulaires de la littérature ? D'autre part, la formule théorique reliant propriétés linéaires et non linéaires des matériaux dans le cas monodisperse reste-t-elle valable dans le cas bidisperse ? Autrement dit, la bidispersité introduit-elle une hétérogénéité du cisaillement local trop importante pour que la prise en compte du cisaillement local par un scalaire unique soit encore pertinente ?

Afin de répondre à ces questions nous avons effectué une étude détaillée du comportement en régime solide de suspensions de particules sphériques bidisperses [Vu *et al.* (2010)] suspendues dans des fluides à seuil (émulsions concentrées). Les méthodes IRM sont trop lourdes pour permettre une étude extensive des écoulements de ces systèmes, qui nécessiterait la caractérisation de nombreux mélanges différents. Nous avons étudié des mélanges caractérisés par des rapports de taille $\lambda = 3.94$ et $\lambda = 8.25$ et des fractions volumiques relatives ξ variant entre 0.1 et 0.5. Pour chaque mélange (caractérisé par un λ et un ξ fixés), nous avons étudié l'évolution du module élastique G' et du seuil d'écoulement τ_y en fonction de la fraction volumique totale ϕ en particules.

Les modules adimensionnés $G'(\phi)/G'(0)$ mesurés pour l'ensemble des systèmes sont représentés sur la figure IV.5a. Pour chaque système, on observe que $G'(\phi)/G'(0)$ augmente avec ϕ en divergeant à une fraction volumique ϕ_{div} qui dépend des caractéristiques du mélange. Par ailleurs, les courbes sont ordonnées : plus ϕ_{div} est grand, plus la valeur de $G'(\phi)/G'(0)$ est faible à ϕ fixée. Au final les courbes de $G'(\phi)/G'(0)$ des empilements bidisperses sont toutes comprises entre la borne de Hashin-Shtrikman et la courbe de $G'(\phi)/G'(0)$ de la suspension monodisperse.

Afin de pouvoir modéliser le comportement de ces systèmes, nous avons tout d'abord cherché à rendre compte de l'évolution de ϕ_{div} avec les caractéristiques λ et ξ du mélange. Notre idée a été ici de reprendre un modèle d'empilement sec de la littérature qui permet de prédire l'évolution de la fraction maximum d'empilement désordonné ϕ_m avec λ et ξ . Le principe de ce modèle est rappelé dans l'article [Vu *et al.* (2010)]. Les paramètres de ce modèle sont d'une part des paramètres de couplage entre les classes de grains (qui rendent compte par exemple de l'effet sur la fraction volumique partielle de grosses particules de l'insertion de petites particules dans un assemblage de grosses particules), d'autre part la fraction maximale d'empilement des assemblages monodisperses. Le point important à souligner ici est que ce modèle a été validé expérimentalement sur des empilements secs et que tous les paramètres d'ajustement du modèle sont donc *a priori* fixés. On ne peut cependant utiliser ce modèle tel quel : on sait que l'empilement aléatoire dense d'une assemblée monodisperse est caractérisé par $\phi_m = 0.64$ tandis que nos propriétés rhéologiques divergent en $\phi_{\text{div}} = 0.56$. L'hypothèse forte que nous avons formulée a donc été de considérer qu'on pouvait appliquer le modèle d'empilement tel quel, avec les mêmes paramètres d'ajustement pour le couplage des deux classes de grains, mais en prenant $\phi_{\text{div}} = 0.56$ comme paramètre d'entrée de fraction maximale d'empilement de l'assemblage monodisperse. Les valeurs de ϕ_{div} des suspensions bidisperses prédites par ce modèle sont représentées sur la Fig. IV.5b ; on retrouve bien les dépendances classiques avec λ et ξ .

Par analogie avec les résultats de la littérature des suspensions visqueuses, nous avons

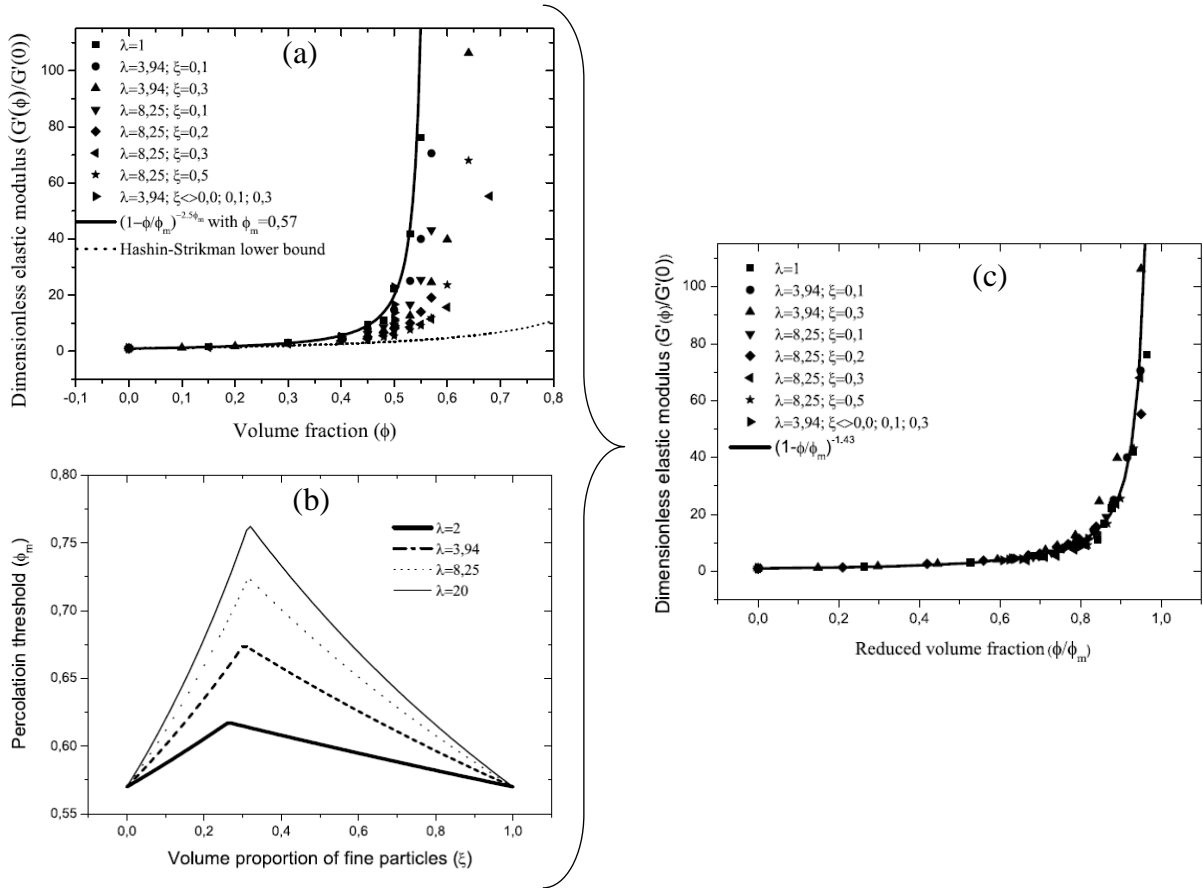


FIGURE IV.5 – (a) Module élastique adimensionné en fonction de la fraction volumique ϕ en particules pour des suspensions bidisperses caractérisées par divers rapports λ de tailles de billes et diverses proportions relatives ξ de petites billes. La courbe en trait plein est la courbe de Krieger-Dougherty pour le matériau monodisperse ; la courbe en pointillés est la borne inférieure de Hashin-Shtrikman. (b) Fraction volumique de divergence des propriétés rhéologiques ϕ_{div} prédite par le modèle en fonction de ξ pour divers rapports λ de tailles de billes. (c) Module élastique adimensionné $G'(\phi)/G'(0)$ en fonction de la fraction volumique réduite ϕ/ϕ_{div} où ϕ_{div} est la prédiction théorique de la Fig. IV.5b. La courbe en trait plein est l'équation IV.8. Figures extraites de Vu *et al.* (2010).

ensuite choisi de représenter les modules adimensionnés $G'(\phi)/G'(0)$ en fonction de la fraction volumique réduite ϕ/ϕ_{div} , où ϕ_{div} est la valeur déduite du modèle d'empilement (il n'y a donc pas de paramètre d'ajustement ici). On observe que l'ensemble des points semble se placer sur une courbe maîtresse, qui diverge en $\phi/\phi_{\text{div}} = 1$. Ceci montre au passage que les valeurs de ϕ_{div} prédites par le modèle sont en très bon accord avec les valeurs auxquelles le module élastique diverge pour les différents empilements. Une forme analytique de cette courbe maîtresse compatible avec l'expression trouvée dans le cas monodisperse est :

$$G'(\phi)/G'_0 = (1 - \phi/\phi_{\text{div}})^{-1.43} \quad (\text{IV.8})$$

On peut noter que cette forme n'est pas compatible avec l'équation d'Einstein $G'(\phi)/G'_0 = 1 + 2.5\phi$ dans le cas bidisperse, alors que l'équation d'Einstein est vraie dans le cas dilué et doit donc s'appliquer aussi bien aux suspensions monodisperses que polydisperses. Plus généralement, toute recherche d'une formule exacte ne dépendant que de ϕ/ϕ_{div} est vouée à l'échec d'un point de vue théorique. Cependant, l'accord est excellent avec les données expérimentales dans les gammes de fractions volumiques étudiées, et on peut considérer d'un point de vue pragmatique que l'équation IV.8 modélise bien le comportement du matériau ; un point remarquable est qu'il s'agit d'une courbe sans paramètre ajustable : le comportement élastique du matériau bidisperse est entièrement modélisé à partir du comportement du matériau monodisperse (à partir de l'équation IV.5 et de la valeur de $\phi_{\text{div}} = 0.56$) et du modèle d'empilement.

Nous nous sommes ensuite posés la question de la validité de la représentation du cisaillement du matériau interstitiel par un unique scalaire $\bar{\gamma}_{\text{local}}(\phi)$, qui est à la base de notre modélisation du comportement non linéaire des suspensions à seuil. Pour tester cette hypothèse, qui implique que $\tau_y(\phi)/\tau_y(0) = \sqrt{(1 - \phi)G'(\phi)/G'(0)}$, nous avons tracé $\sqrt{(1 - \phi)G'(\phi)/G'(0)} - 1$ en fonction de $\tau_y(\phi)/\tau_y(0) - 1$ (en unités logarithmiques) pour l'ensemble des points mesurés, pour tous les systèmes étudiés (Fig. IV.6).

On observe un excellent accord, qui montre que la modélisation proposée reste valable pour le matériau bidisperse, dans la gamme de fractions volumiques étudiées. Cela implique notamment que le seuil adimensionné s'écrit :

$$\frac{\tau_y(\phi)}{\tau_y(0)} = \sqrt{(1 - \phi)(1 - \phi/\phi_{\text{div}})^{-1.43}} \quad (\text{IV.9})$$

où ϕ_{div} est la fraction volumique déduite du modèle d'empilement. On obtient donc une formule analytique, sans paramètre ajustable, qui permet de prédire la valeur du seuil d'écoulement des suspensions bidisperses, et que nous avons validée expérimentalement [Vu *et al.* (2010)].

Les propriétés d'écoulement d'un unique système ont été étudiées par IRM. Ce système était caractérisé par $\lambda = 6.25$ et $\xi = 0.3$. La loi de comportement de ce système se modélise par une loi de Herschel-Bulkley de même exposant $n = 0.5$ que le fluide interstitiel (émulsion concentrée) en accord avec le modèle. Les valeurs de consistances adimensionnées $\eta_{\text{HB}}(\phi)/\eta_{\text{HB}}(0)$ mesurées sur ce système sont représentées sur la Fig. IV.7.

Pour modéliser les résultats observés, nous avons utilisé l'équation IV.3 avec l'équation IV.8, soit

$$\frac{\eta_{\text{HB}}(\phi)}{\eta_{\text{HB}}(0)} = (1 - \phi/\phi_{\text{div}})^{-1.07}(1 - \phi)^{1/4} \quad (\text{IV.10})$$

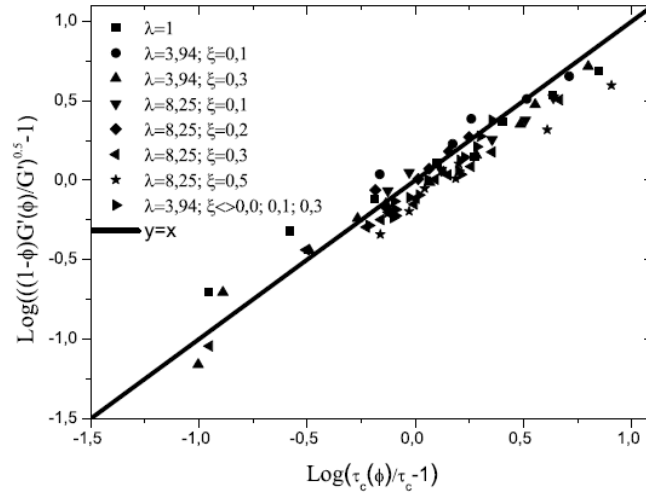


FIGURE IV.6 – Ensemble des points expérimentaux $(G'(\phi), \tau_y(\phi))$ mesurés sur tous les systèmes, dans une représentation $\sqrt{(1-\phi)G'(\phi)/G'(0)} - 1$ vs. $\tau_y(\phi)/\tau_y(0) - 1$ en unités logarithmiques. La courbe en trait plein est l'équation IV.2. Figure extraite de Vu *et al.* (2010).

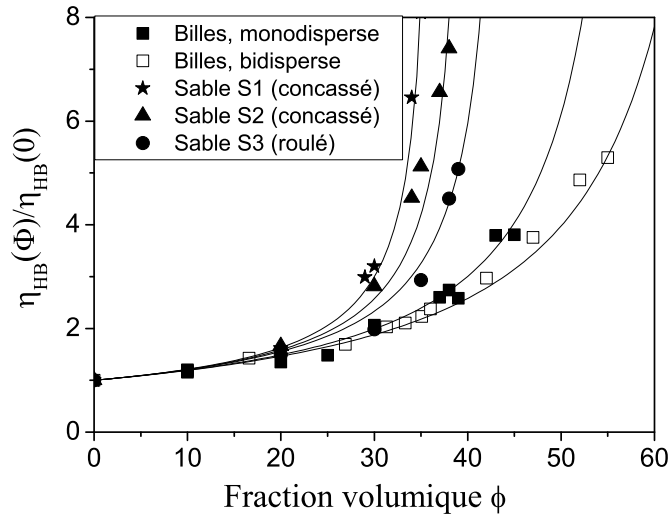


FIGURE IV.7 – Consistance adimensionnée $\eta_{HB}(\phi)/\eta_{HB}(0)$ obtenue par ajustement des courbes d'écoulement mesurées par IRM par des modèles de Herschel-Bulkley $\tau = \tau_y + \eta_{HB}\dot{\gamma}^n$, avec $n = 0.5$ pour des suspensions de particules sphériques monodisperses, bidisperses, et de grains de sable monodisperses (voir légende). Les lignes sont les prédictions théoriques issues du modèle d'homogénéisation (Eq. IV.10) avec divers ϕ_{div} . Résultats extraits des travaux de thèse de Fabien Mahaut et Hamid Hafid.

La valeur de ϕ_{div} a été prédite à partir du modèle d’empilement, en prenant comme paramètre d’entrée $\phi_{\text{div}} = 0.605$ pour le matériau monodisperse en écoulement, qui donne $\phi_{\text{div}} = 0.745$ pour la suspension bidisperse étudiée en écoulement. On trouve de nouveau un bon accord entre les valeurs mesurées et le modèle, sans paramètre ajustable.

Au final, ces résultats montrent qu’on est capable de prédire la valeur de l’ensemble des caractéristiques rhéologiques des suspensions bidisperses à partir de la seule donnée du comportement linéaire de la suspension monodisperse, à l’aide d’un modèle micromécanique pour prédire la valeur de leurs propriétés non linéaires et d’un modèle d’empilement pour prédire la valeur de fraction volumique de divergence ϕ_{div} des propriétés rhéologiques.

1.d Application aux matériaux cimentaires

À l’issue de ces travaux, une question essentielle reste en suspens : les résultats obtenus sur matériaux modèles peuvent-ils être utilisés pour aider à la modélisation du comportement de matériaux complexes comme les bétons frais ? La réponse à cette question passe par l’étude du comportement de suspensions de particules dans des pâtes de ciment [Mahaut *et al.* (2008b)]. On doit vérifier que seules les propriétés rhéologiques de la pâte de ciment suspendante importent : les mêmes particules suspendues dans une émulsion concentrée, un gel de Carbopol, ou une pâte de ciment, doivent alors avoir le même impact sur les propriétés rhéologiques de ces matériaux.

Nous avons donc décidé de mener une étude du comportement de suspensions de particules sphériques monodisperses dans des pâtes de ciment, pour pouvoir comparer directement le comportement des mortiers modèles ainsi formulés avec celui des matériaux modèles étudiés en détail. Dans le cas des mortiers modèles, nous n’avons cependant pas étudié l’impact des particules sur le module élastique : nous avons vu dans la section III.3.b que les origines microscopiques du module élastique en régime linéaire et du seuil d’écoulement des pâtes de ciment peuvent être très différentes. Les pâtes de ciment sont ainsi loin d’avoir un comportement élastoplastique modèle, ce qui ne permet pas d’utiliser la formule IV.2 avec les valeurs de module mesurées sur ces systèmes. Nous nous sommes donc contentés d’une étude de l’évolution du seuil d’écoulement τ_y des mortiers modèles avec la concentration en particules. La formulation des pâtes de ciment étudiées est détaillée dans [Mahaut *et al.* (2008b)] ; des billes de verre de 2 mm de diamètre ont été suspendues dans ces pâtes afin d’éviter tout problème de taille finie (la taille caractéristique des grains de ciment est de 20 μm).

La détermination du seuil des matériaux cimentaires pose plusieurs problèmes. Tout d’abord, deux matériaux préparés en apparence avec la même composition et la même méthode peuvent donner des résultats différant de plus de 20% ; de plus, les propriétés rhéologiques du matériau peuvent évoluer de façon irréversible au cours du temps, y compris durant la phase dormante. Par ailleurs, le matériau a un comportement thixotrope : après un précisaillement, son seuil dépend du temps passé au repos. La donnée de la “vitesse de structuration” au repos, c’est-à-dire de la vitesse à laquelle le seuil de mise en écoulement croît au cours du temps, est essentielle dans les problèmes de mise en œuvre des bétons frais [Roussel (2007)], ce que nous avons illustré dans la section III.3.c. Il est donc primordial d’aboutir à une bonne caractérisation de cette grandeur pour pouvoir étudier l’impact des particules non-colloïdales sur celle-ci.

Pour mieux caractériser les évolutions réversible et irréversible des pâtes de ciment

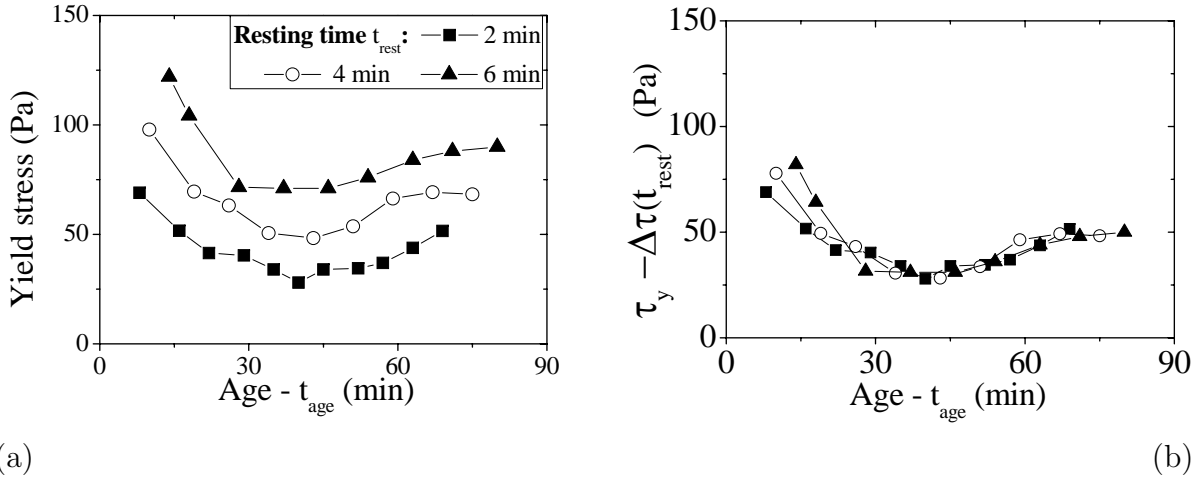


FIGURE IV.8 – (a) Seuil de mise en écoulement $\tau_y(t_{\text{rest}}, t_{\text{age}})$ d'une pâte de ciment mesuré à divers temps t_{age} écoulés depuis la mise en contact des constituants, et pour divers temps de repos t_{rest} après un précisaillement. (b) $\tau_y(t_{\text{rest}}, t_{\text{age}}) - \Delta\tau(t_{\text{rest}})$ en fonction de t_{age} où $\Delta\tau(t_{\text{rest}})/t_{\text{rest}} = 12$ Pa/min. Figures extraites de Mahaut *et al.* (2008b).

étudiées, nous avons effectué une étude détaillée de l'impact de l'âge t_{age} du matériau (défini tel que $t_{\text{age}} = 0$ correspond à la mise en contact des constituants) et du temps t_{rest} passé au repos après un précisaillement ($t_{\text{rest}} = 0$ correspond à l'arrêt du précisaillement). À divers t_{age} , nous avons appliqué un cisaillement au matériau puis nous avons mesuré l'évolution du seuil de mise en écoulement avec le temps t_{rest} passé au repos après ce cisaillement. Les valeurs de seuil $\tau_y(t_{\text{rest}}, t_{\text{age}})$ mesurées pendant 80 minutes, pour des temps de repos après cisaillement de 2, 4 et 6 minutes, sont représentés sur la Fig. IV.8. On observe tout d'abord qu'il y a, à t_{rest} fixé, une évolution non monotone du seuil de mise en écoulement du matériau avec t_{age} , ce qui est caractéristique de phénomènes irréversibles. Ensuite on remarque que, à t_{age} fixé, le seuil augmente avec t_{rest} . Les caractéristiques de l'évolution du seuil avec t_{rest} ne semblent pas dépendre de t_{age} . La Fig. IV.8b montre en effet qu'on peut raisonnablement écrire le seuil $\tau_y(t_{\text{rest}}, t_{\text{age}})$ de la pâte de ciment comme

$$\tau_y(t_{\text{rest}}, t_{\text{age}}) = \tau_y(t_{\text{age}}) + \Delta\tau_y(t_{\text{rest}}) \quad (\text{IV.11})$$

Il semble bien que $\Delta\tau_y(t_{\text{rest}})$ rende compte d'une évolution réversible du comportement, justifiant la dénomination de thixotropie. L'analyse montre que le seuil augmente à peu près linéairement au cours du temps de repos : on peut écrire la partie de τ_y dépendant de t_{rest} sous la forme $\Delta\tau_y(t_{\text{rest}}) = A_{\text{thix}} t_{\text{rest}}$ (ici, la "vitesse de structuration" A_{thix} vaut 12 Pa/min).

Face à la complexité du comportement des pâtes cimentaires mise en évidence ci-dessus, nous avons développé une procédure spécifique pour étudier les mortiers modèles. Afin de contourner les problèmes de reproductibilité et d'évolution irréversible de leur comportement, nous avons choisi de caractériser en parallèle la pâte de ciment seule et la suspension de particules suspendues dans la (même) pâte de ciment, en nous assurant que pâte de ciment seule et pâte de ciment interstitielle ont eu (autant que possible) la même histoire ; on mesure alors directement $\tau_y(\phi, t_{\text{rest}}, t_{\text{age}})/\tau_y(0, t_{\text{rest}}, t_{\text{age}})$ pour chaque

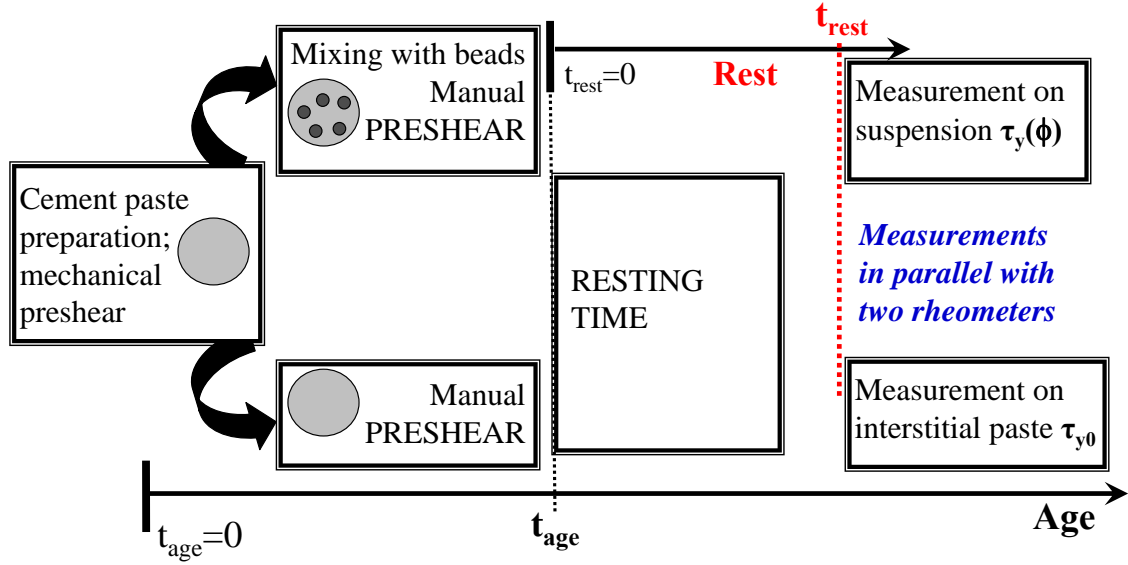


FIGURE IV.9 – Représentation schématique de la méthode de préparation et de mesure du seuil des pâtes de ciment et des mortiers modèles. Figure adaptée de Mahaut *et al.* (2008b).

matériau formulé. La procédure, détaillée dans [Mahaut *et al.* (2008b)] est schématisée sur la figure IV.9. La mesure est effectuée pour divers temps de repos t_{rest} afin d'étudier l'impact des particules sur les propriétés de structuration du matériau. Les résultats sont représentés sur la figure IV.10.

On observe tout d'abord que $\tau_y(\phi, t_{\text{rest}}, t_{\text{age}})/\tau_y(0, t_{\text{rest}}, t_{\text{age}})$ ne dépend que de ϕ . Cela pouvait être attendu car les particules sont inertes et ne doivent pas perturber le processus de structuration à l'échelle locale. Ce résultat est cependant important, car il montre qu'il est suffisant de mesurer les propriétés de structuration de la pâte cimentaire (par exemple A_{thix} lorsqu'on peut écrire $\Delta\tau_y(t_{\text{rest}}) = A_{\text{thix}} t_{\text{rest}}$) pour prédire l'évolution au repos du seuil du mortier modèle.

On observe ensuite sur la Fig. IV.2b que le seuil adimensionné des mortiers modèles $\tau_y(\phi, t_{\text{rest}}, t_{\text{age}})/\tau_y(0, t_{\text{rest}}, t_{\text{age}})$ suit la même dépendance en ϕ que l'ensemble des matériaux modèles formulés. Cela valide l'approche des matériaux cimentaires par les matériaux modèles, et montre que les résultats d'homogénéisation peuvent être utilisés pour modéliser leur comportement. On obtient donc que

$$\tau_y(\phi, t_{\text{rest}}, t_{\text{age}}) = \tau_y(0, t_{\text{rest}}, t_{\text{age}}) \sqrt{\frac{1 - \phi}{(1 - \phi/\phi_{\text{div}})^{2.5\phi_{\text{div}}}}} \quad (\text{IV.12})$$

avec $\phi_{\text{div}} = 0.56$ pour des sphères monodisperses. Dans le cas où l'évolution du seuil de la pâte au repos s'écrit $\Delta\tau_y(t_{\text{rest}}) = A_{\text{thix}} t_{\text{rest}}$, on en déduit $\Delta\tau_y(\phi, t_{\text{rest}}) = A_{\text{thix}}(\phi) t_{\text{rest}}$ avec $A_{\text{thix}}(\phi) = A_{\text{thix}} \sqrt{\frac{1 - \phi}{(1 - \phi/\phi_{\text{div}})^{2.5\phi_{\text{div}}}}$.

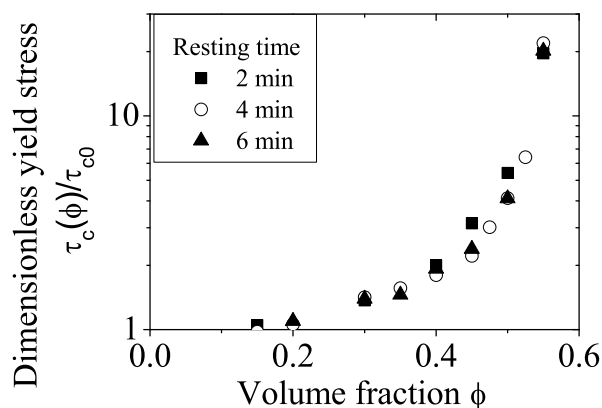


FIGURE IV.10 – Seuil d’écoulement adimensionné $\tau_y(\phi, t_{\text{rest}}, t_{\text{age}})/\tau_y(0, t_{\text{rest}}, t_{\text{age}})$ des mortiers modèles, suivant la méthode de la figure IV.9. Figure extraite de Mahaut *et al.* (2008b).

Prise en compte de la thixotropie

Pour aller plus loin sur le comportement de matériaux thixotropes comme les pâtes de ciment, il faudrait prendre en compte l’histoire du cisaillement du matériau interstitiel à l’échelle locale. Cela doit être possible avec la formule IV.1. Nos travaux se heurtent à ce jour à la mise au point d’un matériau thixotrope suffisamment modèle et pouvant être utilisé pour formuler des suspensions ; nous avons cependant obtenu de premiers résultats prometteurs avec des particules suspendues dans des suspensions de bentonite, qui semblent valider cette approche.

Particules anguleuses

Une des dernières étapes à franchir est celle du cas de particules non sphériques. Des travaux en cours (thèse de Hamid Hafid) montrent que les suspensions de particules de sable se comportent qualitativement comme des suspensions de particules sphériques, et que les formules obtenues dans nos premiers travaux semblent s’appliquer à ces matériaux en changeant essentiellement la valeur de ϕ_{div} dans les formules (on trouvera des exemples de mesures de la consistance de Herschel-Bulkley η_{HB} pour des suspensions de sable dans des émulsions concentrées sur la Fig. IV.7). Le problème principal auquel on se heurte est de trouver une méthode indépendante pour déterminer ϕ_{div} pour un matériau donné (à ce stade, ϕ_{div} est ajusté sur les données).

2 Suspensions de bulles

Ces travaux sur suspensions de particules rigides trouvent une extension naturelle dans l’étude de suspensions de bulles plongées dans des fluides à seuil. Ces matériaux sont par exemple les mousses de plâtre mises en œuvre à l’état frais dans les procédés de fabrication des plaques de plâtres. Les bulles sont par ailleurs récemment devenues un enjeu majeur de la formulation des matériaux du génie civil dans le contexte du développement durable,

l'air étant notamment un excellent isolant. D'un point de vue plus fondamental, les bulles permettent de tester plus en profondeur notre compréhension des suspensions en ajoutant un élément *a priori* bien caractérisé : la déformabilité des inclusions, contrôlée ici par la tension de surface entre l'air et le matériau.

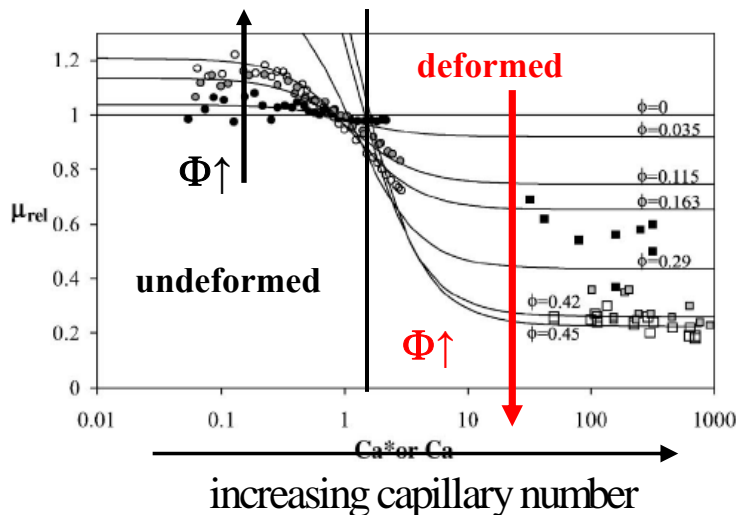


FIGURE IV.11 – Viscosité adimensionnée $\eta(\phi, Ca)/\eta(0)$ en fonction du nombre capillaire Ca pour des suspensions de bulles suspendues à diverses fractions volumiques ϕ dans un fluide newtonien. Figure adaptée de Rust & Manga (2002).

2.a Aspects théoriques

L'impact de bulles sphériques sur les propriétés mécaniques de matériaux solides a été étudié en détail dans le cadre de la pomécanique, en l'absence de tension de surface [Dormieux *et al.* (2006)]. On connaît notamment le comportement de ces matériaux en régime dilué. Le module élastique $G'(\phi)$ du matériau s'exprime comme $G'(\phi) = G'(0)(1 + \alpha\phi)$. Lorsque les bulles sont déformables, $\alpha = -5/3$; l'effet de concentration de déformation dans le matériau interstitiel (discuté dans la section IV.1.a) devient faible et une partie de la déformation est reprise par les bulles sans coût énergétique (il n'y a pas de tension de surface dans ces calculs), ce qui conduit à la diminution du module. Lorsque les bulles sont indéformables, $\alpha = 1$ [Rust & Manga (2002)]; la différence par rapport au cas de particules rigides (où $\alpha = 2.5$) vient du fait qu'il y a une condition de non-glissement à l'interface entre les particules et le matériau, contrairement au cas de bulles. α reste néanmoins positif à cause de l'effet de concentration de déformation dans le matériau interstitiel dû à l'indéformabilité des bulles.

Le cas de bulles suspendues dans des fluides à seuil n'a pas été étudié à notre connaissance. Les suspensions de bulles dans des fluides newtoniens ont principalement fait l'objet d'une étude [Rust & Manga (2002)]. Il a été montré que le caractère déformable ou indéformable des bulles dépend du taux de cisaillement appliqué : à bas taux de cisaillement, les bulles ne sont pas déformées et la viscosité augmente avec la fraction volumique

en bulles ϕ ; à plus haut taux de cisaillement, les bulles sont déformées et la viscosité diminue avec ϕ (Fig. IV.11). On retrouve donc la même phénoménologie qu’avec les matériaux poreux, avec la même interprétation en terme de bulles non déformées ou déformées. Le paramètre qui gouverne ici la transition entre bulles non déformées/déformées est le nombre capillaire $Ca = \eta\dot{\gamma}/(\sigma_t/R)$, où σ_t est la tension de surface entre l’air et le fluide et R est le rayon des bulles. Ce nombre compare les contraintes dues au cisaillement aux contraintes dues à la tension de surface.

Dans le cas de suspensions de bulles dans des fluides à seuil, on s’attend à retrouver cette phénoménologie, avec des bulles déformées ou non suivant le cisaillement appliqué et les propriétés du fluide à seuil interstitiel. Pour des bulles non déformées, on doit retrouver la relation qui avait été obtenue pour des particules rigides, soit

$$\frac{\tau_y(\phi)}{\tau_y(0)} = \sqrt{(1 - \phi) \frac{G'(\phi)}{G'(0)}} \quad (\text{IV.13})$$

Le fait que le matériau soit constitué de bulles et non de particules rigides (avec une condition de glissement à l’interface bulle/matériau) est totalement encodé dans la valeur de $G'(\phi)/G'(0)$, ce qui doit avoir en retour un impact sur les valeurs de seuil. Pour des bulles déformées, en l’absence de tension de surface, c’est-à-dire en l’absence d’énergie stockée dans les interfaces, l’approche énergétique développée dans la Sec. IV.1.a doit rester valable et conduire de nouveau à l’équation IV.13. On retrouve dans ce cas que toute l’information utile sur la morphologie de la suspension (en particulier la déformation des bulles) est encodée dans la valeur de $G'(\phi)/G'(0)$. Lorsque l’énergie stockée dans les interfaces ne peut être négligée, le problème est plus complexe. L’énergie élastique stockée dans le matériau est répartie dans des proportions inconnues entre le fluide interstitiel et les interfaces ; il ne semble donc pas dans ce cas qu’on puisse faire l’économie d’un schéma d’homogénéisation prenant en compte la morphologie de la suspension pour évaluer cette répartition. Il semble alors que la seule donnée du module élastique macroscopique ne suffise plus à prédire la valeur du seuil d’écoulement de ces suspensions. En l’absence d’information plus précise sur la répartition énergétique entre fluide interstitiel et interfaces, l’équation IV.13 se transforme en inégalité : $\tau_y(\phi)/\tau_y(0) \geq \sqrt{(1 - \phi) G'(\phi)/G'(0)}$.

2.b Formulation d’un matériau modèle

La première étape de notre travail expérimental sur ce sujet a consisté à formuler un matériau modèle. Insérer des bulles de taille contrôlée, à fraction volumique fixée, dans un fluide à seuil est un problème difficile. L’idée la plus simple (utilisée dans certains procédés de fabrication de mousses de plâtre) est de mélanger une mousse, qui est une assemblée de bulles, au fluide à seuil. Plusieurs problèmes se posent alors : la mousse, qui contient une fraction liquide non négligeable, tend à diluer le fluide à seuil ; par ailleurs, les tensioactifs contenus dans la mousse peuvent modifier les propriétés du matériau. Ceci rend délicate la maîtrise des propriétés du fluide à seuil interstitiel. Par ailleurs, il est difficile de garantir l’obtention d’un mélange homogène de la mousse et du matériau.

Face à ces difficultés, nous avons eu l’idée d’utiliser une émulsion directe comme fluide à seuil, en employant la même solution de tensioactifs pour stabiliser la mousse et l’émulsion. Ceci garantit une parfaite compatibilité des deux matériaux qui se mélangent aisément.

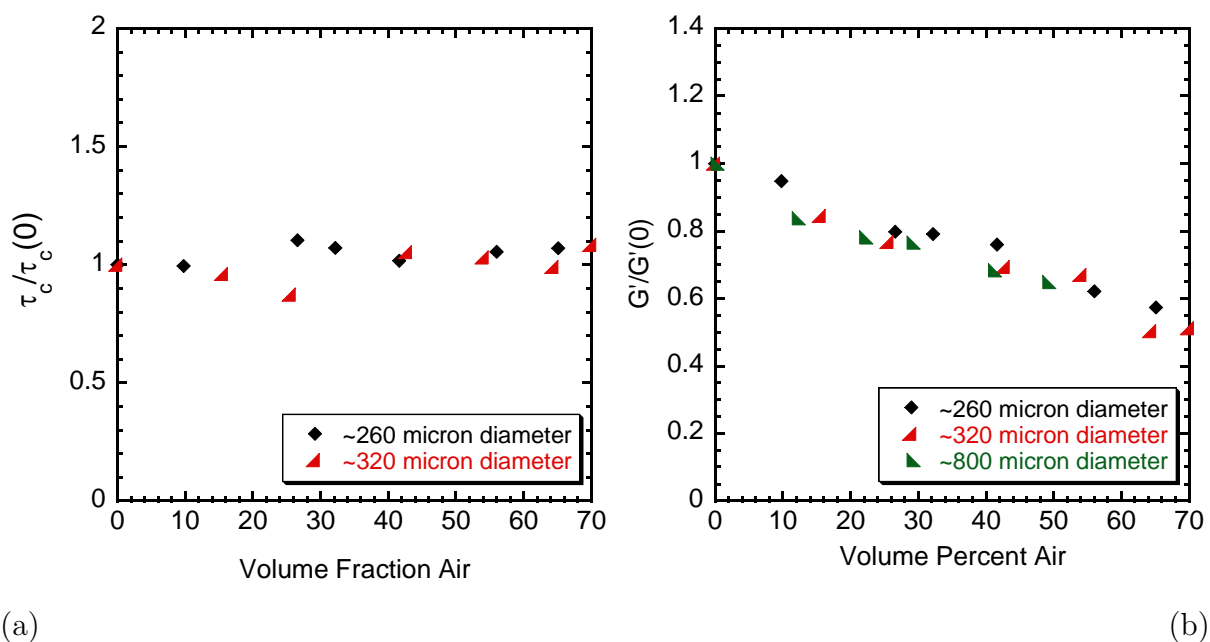
Par ailleurs, l'effet de la dilution de l'émulsion par la mousse est parfaitement contrôlé ; on connaît au final les propriétés de l'émulsion interstitielle. Une suspension de bulles monodisperses est obtenue en mélangeant une mousse monodisperse à l'émulsion ; cette mousse est obtenue par bullage à travers un fritté ou à travers une aiguille. Nous avons étudié des suspensions de bulles de 40 à 800 μm de diamètre suspendues dans des émulsions caractérisées par des seuils de 5 à 30 Pa (et des modules élastiques de 150 à 800 Pa), à des fractions volumiques en bulles comprises entre 0 et 80 %. Les études à forte fraction volumique ne peuvent pas être effectuées dans des matériaux à fort seuil à cause de l'effet de dilution du matériau interstitiel dû à l'ajout de mousse. Dans un premier temps, nous avons caractérisé le module élastique et le seuil de mise en écoulement de ces suspensions, avec les mêmes méthodes que pour les suspensions de particules rigides.

2.c Premiers résultats expérimentaux

Les premiers résultats expérimentaux obtenus sur ces systèmes montrent qu'on obtient en partie la phénoménologie attendue (Fig. IV.12). On observe en effet, pour une émulsion interstitielle de propriétés données, que le module élastique adimensionné décroît avec la fraction volumique en bulles (Fig. IV.12b) au-delà d'un diamètre critique de bulles d_c , en suivant une loi indépendante de la taille de bulles. Il semble donc s'agir d'un régime où les bulles sont déformées en régime élastique. L'absence d'effet observable du diamètre des bulles n'est pas un phénomène trivial et reste à comprendre. Il peut signifier que l'énergie élastique stockée dans les interfaces est négligeable ; il peut également provenir d'un couplage subtil entre déformation des bulles et déformation du matériau interstitiel. Pour de plus petites tailles de bulles (Fig. IV.12d), le module élastique se met à croître avec la fraction volumique en bulles. On semble se diriger vers un régime où les bulles ne sont pas déformées en régime élastique. Cependant, on n'atteint pas de régime indépendant du diamètre d des bulles ; un tel régime est pourtant attendu dans la limite de déformabilité nulle puisqu'il n'y a alors plus d'énergie stockée dans les interfaces. Pour des fractions volumiques en bulles supérieures à 65%, on observe dans tous les cas une augmentation du module élastique avec la fraction volumique en bulles : il s'agit là d'un régime de "mousse", régi par les propriétés interfaciales, que nous n'avons pas étudié en détail à ce jour.

Ces comportements sont au premier abord compatibles avec l'idée d'une transition gouvernée par un nombre capillaire basé sur le module élastique $Ca_{el} = \frac{G'(\phi)}{(\sigma_t/R)}$, la transition ayant lieu pour $Ca_{el} \simeq 2$ (en considérant que σ_t est la tension de surface air/solution de tensioactif). Les observations effectuées sur les suspensions de bulles dans des fluides newtoniens (Fig. IV.11) montrent que la transition d'un régime de bulles déformées à un régime de bulles non déformées a lieu sur plus d'une décade de variation du nombre capillaire ; il est donc logique qu'on n'observe pas de régime asymptotique indéformable dans nos matériaux pour la gamme de diamètres de bulles explorée. Une autre piste à étudier est celle des effets de taille finie. Il semble en effet que l'épaisseur des films entre les bulles ne puisse être plus faible que quelques tailles de gouttelettes de l'émulsion interstitielle [Goyon *et al.* (2010a)] (soit $\simeq 10 \mu\text{m}$ pour les émulsions considérées ici). Cela doit donc conduire les bulles à être déformées et en contact les unes avec les autres par l'intermédiaire de films épais à partir d'une fraction volumique critique $\phi_c(R)$ d'autant plus faible que le rayon R des bulles est petit. On doit donc atteindre le régime de mousse pour

Large bubbles (diameter $> \sim 250 \mu\text{m}$)



Small bubbles (diameter $< \sim 250 \mu\text{m}$)

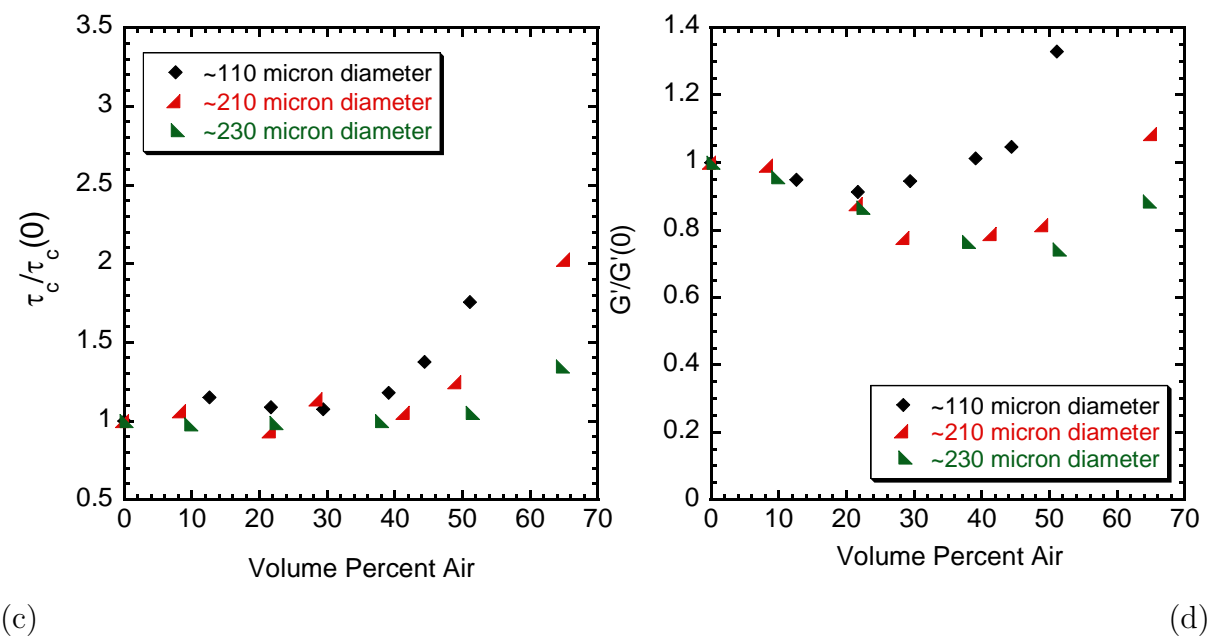


FIGURE IV.12 – Contrainte seuil adimensionnée $\tau_y(\phi)/\tau_y(0)$ en fonction de la fraction volumique ϕ en bulles, pour des suspensions de bulles dans des émulsions concentrées (seuil $\simeq 20 \text{ Pa}$, module élastique $\simeq 500 \text{ Pa}$) : (a) diamètre des bulles $d > d_c$ où $d_c \simeq 250 \mu\text{m}$; (c) $d < d_c$. Module élastique adimensionné $G'(\phi)/G'(0)$ en fonction de la fraction volumique ϕ en bulles pour les mêmes suspensions : (b) $d > d_c$; (d) $d < d_c$.

lequel on attend une augmentation de $G'(\phi)$ avec la fraction volumique ϕ à partir de cette fraction volumique $\phi_c(R)$. Ce schéma semble également compatible avec les observations de la Fig. IV.12d. Nos résultats ne permettent pas à ce jour de privilégier l'un des deux mécanismes proposés ci-dessus.

Les valeurs de module élastique observées en régime de bulles déformables sont proches de certaines estimations effectuées en homogénéisation des matériaux poreux, mais restent supérieures à la borne supérieure de Hashin-Shtrikman, qui doit être vérifiée par toute suspension de bulles isotropes dans une matrice élastique, en l'absence de tension de surface. Ce résultat semble donc indiquer qu'une partie non négligeable de l'énergie élastique stockée dans le matériau l'est dans les interfaces.

Les mesures de seuil effectuées dans les deux régimes mis en évidence à partir des mesures d'élasticité semblent indiquer que le seuil des suspensions étudiées reste globalement constant et égal au seuil du matériau interstitiel (Fig. IV.12a,c), même si une timide augmentation semble être observée autour de 50% en bulles pour les plus petites bulles. Dans le régime de "mousse" (pour des fractions volumiques en bulles ϕ supérieures à 65%), on observe en revanche une forte augmentation du seuil avec ϕ , cohérente avec l'idée que ce régime est régi par les propriétés d'interfaces.

L'observation d'un seuil $\tau_y(\phi) \simeq \tau_y(0)$ est au premier abord surprenante. Dans un régime où les bulles sont déformables, on aurait notamment attendu une décroissance du seuil avec ϕ , même si l'équation IV.13 n'est plus strictement valable. En régime de bulles indéformables, le fait que seuil soit approximativement constant peut en revanche s'expliquer. En effet, pour des bulles non déformées, le module élastique croît beaucoup moins vite avec ϕ que pour des particules et cette croissance est atténuée dans l'Eq. IV.13; en régime dilué où $G'(\phi) = G'(0)(1 + \phi)$, on prédit notamment que $\tau_y(\phi)/\tau_y(0) = \sqrt{1 - \phi^2}$ dont le développement est du second ordre en ϕ . Tout semble donc se passer comme si les bulles étaient vues par le matériau comme non déformées au seuil d'écoulement dans les deux régimes mis en évidence sur les mesures de module élastique. Une explication possible serait que le nombre adimensionné pertinent pour la déformation des bulles au seuil ne soit pas le même que celui qui gère leur déformabilité en régime élastique. On peut en effet construire un nombre adimensionné basé sur le seuil $Ca_{\text{seuil}} = \frac{\tau_y}{(\sigma_t/R)}$. Ce nouveau nombre capillaire est environ 20 fois plus petit que Ca_{el} et impliquerait, s'il était pertinent, que les bulles ne sont pas déformées au seuil pour les matériaux étudiés. Nous n'avons pas à ce jour d'explication théorique pour justifier cette hypothèse, ni de validation expérimentale sur ce système, mais des observations sur des pâtes de plâtre semblent effectivement montrer qu'on peut atteindre un régime où les bulles sont déformables au seuil en augmentant le seuil de la pâte et la taille des bulles (voir ci-dessous).

2.d Application aux matériaux du génie civil

Pour valoriser dans le domaine du génie civil les méthodes expérimentales développées sur ces systèmes et les premiers résultats obtenus, nous avons entamé une étude du comportement de suspensions de bulles dans des pâtes de plâtre.

Nous avons tout d'abord cherché à reproduire les résultats observés sur matériaux modèles, en formulant un matériau de propriétés rhéologiques proches de celles des émulsions étudiées (seuil $\simeq 15$ Pa) avec des bulles de diamètre $d = 200 \mu\text{m}$. Les mesures de seuil effectuées sur ces matériaux (Fig. IV.13) montrent qu'on obtient un seuil adimensionné

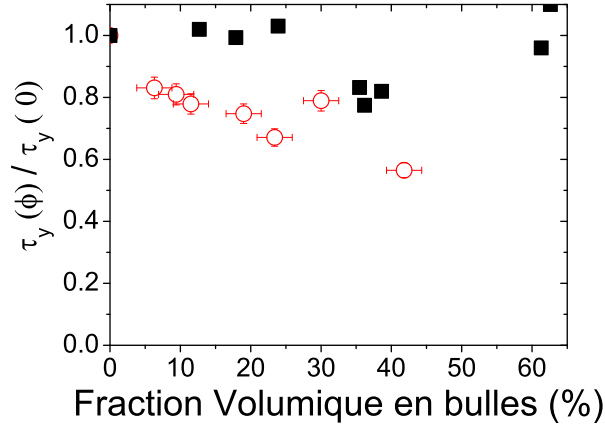


FIGURE IV.13 – Contrainte seuil adimensionnée $\tau_y(\phi)/\tau_y(0)$ en fonction de la fraction volumique ϕ en bulles, pour des suspensions de bulles de 200 μm de diamètre (carrés) dans une pâte de plâtre de seuil $\simeq 15$ Pa, et de bulles de 1 mm de diamètre (cercles) dans une pâte de plâtre de seuil $\simeq 40$ Pa.

$\tau_y(\phi)/\tau_y(0)$ relativement constant, comme pour le matériau modèle. Ce premier résultat valide au passage l’approche de ces matériaux par les matériaux modèles.

Nous avons ensuite cherché à formuler un matériau de seuil plus élevé ($\simeq 40$ Pa) et avec des bulles plus grosses ($d = 1$ mm) pour se mettre dans des conditions où un effet de déformabilité des bulles peut être attendu. Nous avons cette fois observé que le seuil diminue de façon notable avec la fraction volumique en bulles (Fig. IV.13). Le nombre capillaire basé sur le seuil Ca_{seuil} est ici de l’ordre de 0.5. Cette observation semble donc en accord avec l’idée que Ca_{seuil} gouverne les propriétés de déformabilité des particules au seuil.

Bien entendu, de nombreux travaux restent à mener sur ce sujet, tant sur matériaux modèles que sur pâtes de plâtre. Il s’agit donc d’un thème que je continuerai à explorer dans les années à venir.

3 Hétérogénéités

3.a Migration

A l’instar des suspensions de particules dans des fluides newtoniens, les suspensions à seuil concentrées deviennent hétérogènes sous cisaillement (Fig. IV.14a). Nous n’avons pas étudié la cinétique de ce phénomène. Nous avons en revanche montré que les profils de fraction volumique stationnaires ne diffèrent pas de ceux mesurés dans des suspensions visqueuses, et que la migration peut être très rapide aux fortes fractions volumiques (50%) comme dans les suspensions visqueuses [Fall *et al.* (2010)]. Ceci est en accord avec l’idée que ce sont les interactions directes entre grains qui gouvernent cette migration.

Pour illustrer l’impact de cette migration sur les mesures rhéologiques, nous avons

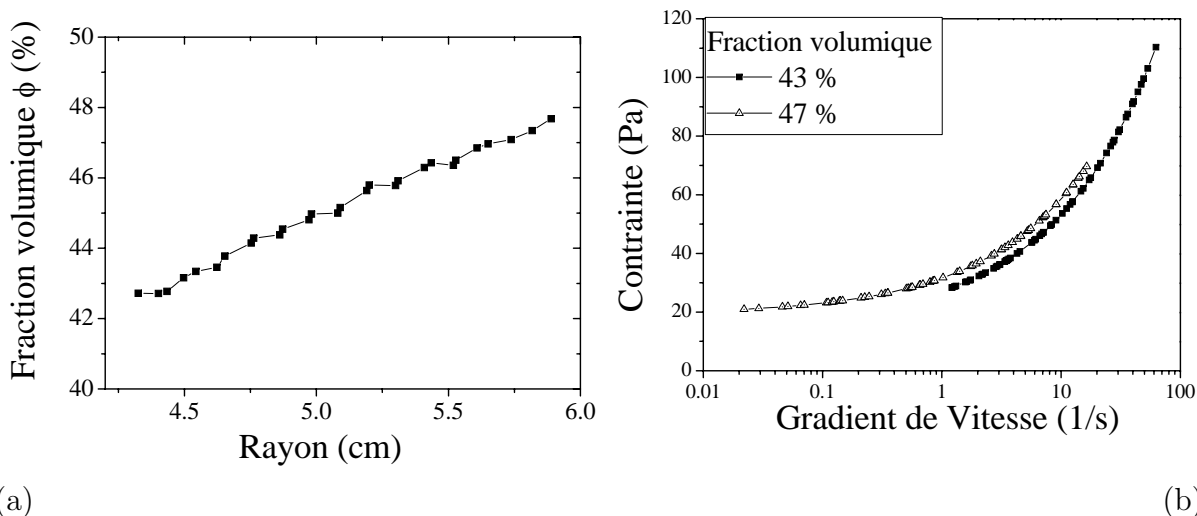


FIGURE IV.14 – (a) Profil de fraction volumique stationnaire mesuré dans l’entrefer d’une géométrie de Couette suite au cisaillement d’une suspension de 45% de particules de $250 \mu\text{m}$ dans un fluide à seuil (émulsion concentrée). (b) Lois de comportement locales mesurées sur ces suspensions à proximité du cylindre interne (où la fraction volumique est $\phi = 43\%$) et à proximité du cylindre externe (où la fraction volumique est $\phi = 47\%$).

représenté sur la Fig. IV.14 les comportements locaux observés à proximité du cylindre interne et du cylindre externe pour une suspension de 45% de particules ; les variations spatiales du comportement local observées ici s’aggravent à l’approche de ϕ_{div} . On voit bien ici la nécessité de prendre en compte cette migration à travers une analyse locale du comportement. Il semble donc impossible d’accéder au comportement intrinsèque de suspensions à seuil concentrées par des approches rhéométriques traditionnelles.

3.b Glissement avec un outil “vane”

Une des géométries communément employée pour étudier les pâtes granulaires, particulièrement les mortiers et béton frais, est la géométrie “vane”. Il s’agit d’un croisillon qui est inséré dans le matériau mis en place dans une cuve cylindrique (Fig. IV.15) et est emmené en rotation, générant ainsi un écoulement proche de celui rencontré en géométrie de Couette. La forme de l’outil permet de minimiser les perturbations du matériau lors de son insertion : c’est pourquoi nous l’avons utilisé pour étudier les propriétés de suspensions à seuil isotropes. L’un des intérêts principaux de cette géométrie est *a priori* d’éviter les problèmes de glissement qu’on rencontre à l’interface des outils traditionnels (cylindre, plan...), le matériau étant ici cisailé par lui-même ; c’est pourquoi son utilisation est très répandue pour l’étude de pâtes granulaires. Suite aux problèmes rencontrés lors de la caractérisation de matériaux en géométrie de Couette, notamment à cause du phénomène de migration, nous avons souhaité étudier en détail les écoulements induits dans la géométrie “vane” afin de pouvoir juger des éventuels artefacts de mesure induits par son utilisation.

Nous avons tout d’abord effectué une caractérisation détaillée des écoulements générés

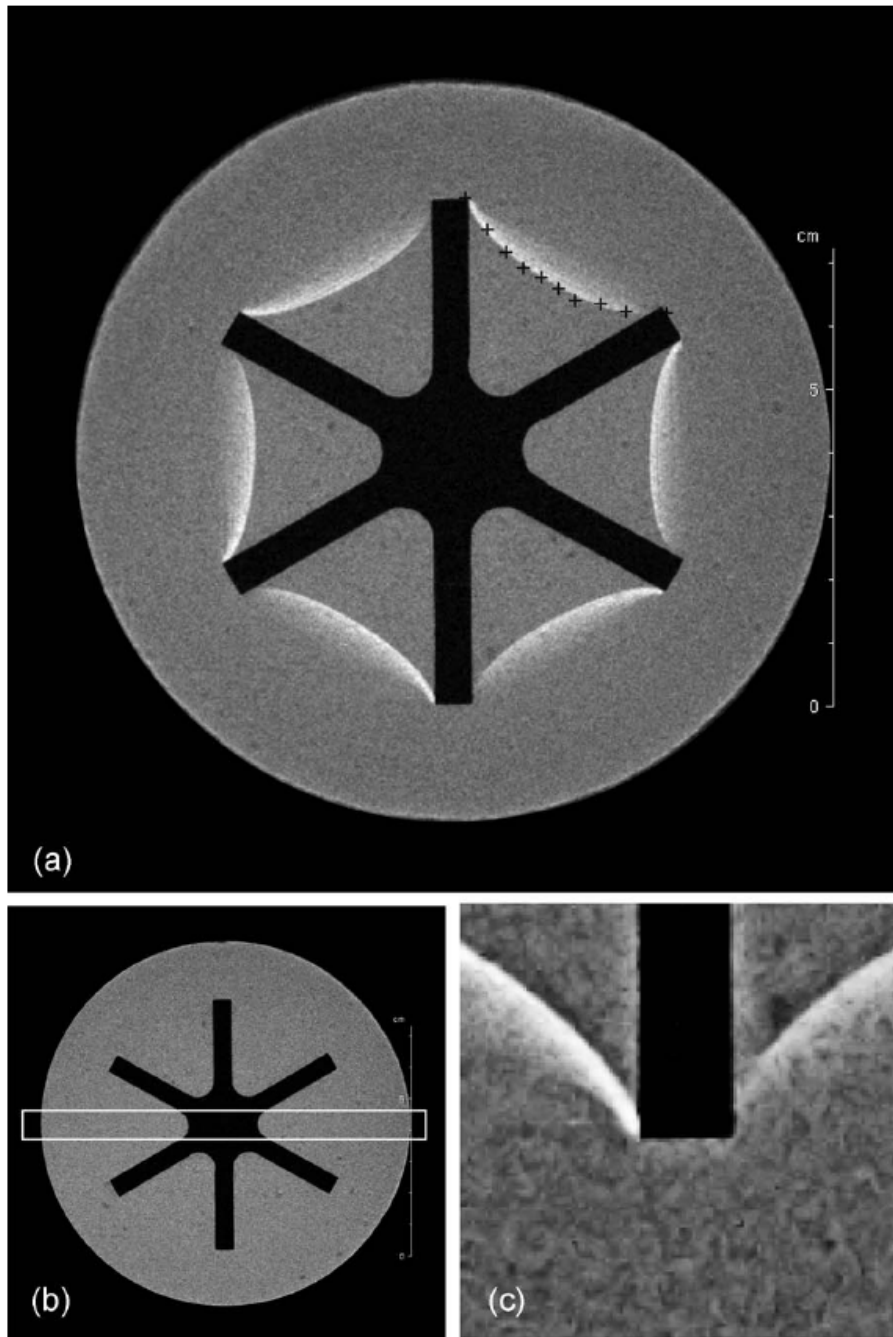


FIGURE IV.15 – Images 2D en intensité de signal d’une pâte granulaire (émulsion+40% de billes) en géométrie “vane”, obtenues par IRM dans un plan horizontal au milieu de la géométrie. (a) Après écoulement (vitesse de rotation de l’outil : 100 tours/min) ; les croix représentent la limite entre la zone en rotation solide entre les pales et la zone cisailée. (b) Avant écoulement (la pâte est initialement homogène). (c) Zoom de la Fig. IV.15a à proximité d’une pale. L’intensité est proportionnelle à la fraction volumique en émulsion. Les pales tournent dans le sens trigonométrique. Figures extraites de Ovarlez *et al.* (2011).

par cet outil sur des fluides newtoniens, des fluides à seuil et des pâtes granulaires. Les résultats de ces études peuvent être trouvés dans l'article [Ovarlez *et al.* (2011)]. Nous avons notamment comparé en détail les propriétés d'écoulement mises en évidence dans cette géométrie à celles observées en géométrie de Couette. On retiendra essentiellement ici que les écoulements sont loins d'être à symétrie cylindrique (voir les croix Fig. IV.15a), y compris lorsque des matériaux à seuil sont cisailés à faible taux de cisaillement macroscopique, comme lors d'une mesure de seuil. Ce dernier résultat est en contradiction avec certains résultats de simulations [Keentok *et al.* (1985); Yan & James (1997); Savarmand *et al.* (2007)], qui justifiaient l'utilisation des formules standard d'analyse de données obtenues en géométrie de Couette cylindrique pour analyser les données macroscopiques obtenues en géométrie "vane".

Nous nous sommes ensuite intéressés aux hétérogénéités induites lors des écoulements de suspensions à seuil dans cette géométrie. Le résultat principal de notre étude est qu'un outil "vane" tend à expulser très rapidement les particules d'une fine couche à proximité des pales (Fig. IV.15a). En regardant la fraction volumique locale à proximité des pales (Fig. IV.15c), on remarque que la déplétion est beaucoup plus marquée à l'arrière des pales, ce qui signifie que la trajectoire des particules autour des pales est asymétrique. Cette asymétrie est probablement la signature d'une interaction directe entre l'extrémité des pales et les particules, qui est donc à l'origine du phénomène de déplétion. On remarque par ailleurs que la position de la zone appauvrie en particules correspond exactement à la limite entre la zone en rotation rigide entre les pales et la zone cisailée (Fig. IV.15a), ce qui est une signature supplémentaire du rôle de l'interaction directe pales/particules dans ce phénomène.

Au final, on a donc généré l'équivalent d'une couche de glissement – constituée du fluide interstitiel pur – à proximité de l'outil. Ce résultat important va à l'encontre du présumé de la littérature selon lequel l'outil "vane" permet d'éviter le glissement, et a donc d'importantes conséquences sur les mesures de propriétés rhéologiques. Nous avons notamment montré que toute mesure macroscopique de seuil effectuée après cisaillement d'une suspension à seuil donne une valeur significativement plus faible que le seuil intrinsèque de la suspension. En effet, les mesures de seuil sont effectuées à basse vitesse et donnent donc lieu à des écoulements localisés près de l'outil. Aux plus basses vitesses, seule une fine couche à proximité des pales est cisailée ; cette fine couche n'est constituée dans les cas extrêmes que de l'émulsion interstitielle : on tend donc à mesurer le seuil de l'émulsion interstitielle au lieu du seuil de la suspension.

En conclusion, dans le cas de pâtes granulaires, l'outil "vane" reste bien adapté pour les mesures de propriétés en régime solide, et garde l'avantage unique de pouvoir effectuer des mesures sur un échantillon structuré non perturbé par la mise en place de l'outil. On peut notamment étudier les propriétés viscoélastiques des matériaux et leur seuil de mise en écoulement. Il faut cependant garder en tête que toute mesure de seuil tend à induire le phénomène que nous avons mis en évidence et qu'une pâte granulaire dont le seuil a été mesuré doit être re préparée. L'étude de propriétés d'écoulement de pâtes granulaires dans ces géométries est quant à elle – autant que possible – à proscrire ; une géométrie à cylindres concentriques rugueux est alors préférable. Restera toujours le problème de migration induite par le cisaillement, qui semble inévitable.

3.c Sédimentation induite par le cisaillement

Face au problème de sédimentation des particules, les suspensions à seuil semblent au premier abord plus simples à formuler que les suspensions visqueuses. En effet, le seuil du fluide interstitiel peut suffire à stabiliser les particules au repos. On voit ainsi aisément que, pour des particules de rayon R plongées dans un fluide à seuil de contrainte seuil τ_y , les efforts gravitaires seront contrebalancés par les efforts élastiques exercés par le fluide interstitiel jusqu'à ce que $\Delta\rho gR \sim \tau_y$, où $\Delta\rho$ est la différence de densité entre le fluide et les particules. Ce problème a été largement étudié, tant d'un point de vue analytique [Beris *et al.* (1985)] qu'expérimental [Jossic & Magnin (2001); Tabuteau *et al.* (2007)]; le résultat exact est qu'une sphère isolée reste au repos tant que

$$\tau_y \geq \Delta\rho gR/10.5 \quad (\text{IV.14})$$

Ce critère est utilisé comme outil d'aide à la formulation de bétons frais et mortiers stables.

Il est cependant parfois observé que des bétons stables au repos ne le sont pas lors de leur mise en œuvre, sans qu'on sache cependant s'il s'agit nécessairement d'un problème de sédimentation. La question de la stabilité en écoulement d'une suspension à seuil formulée pour être stable au repos reste donc ouverte. A notre connaissance, ce problème n'a pas été étudié de façon détaillée dans la littérature. Des expériences de sédimentation en écoulement ont été menées dans des fluides non-newtoniens et mentionnent une observation de sédimentation dans un gel Carbopol [Gheissary & vandenBrule (1996)]; le phénomène a aussi été mis en évidence dans des écoulements en conduite [Merkak *et al.* (2009)]. Il reste cependant largement méconnu.

Afin d'étudier les propriétés de stabilité en écoulement de suspensions à seuil, nous avons choisi de mener des expériences en géométrie de Couette : dans une telle géométrie, le plan du cisaillement est perpendiculaire à la gravité, ce qui permet de découpler écoulement de cisaillement et écoulement de sédimentation (Fig. IV.16a). Nous avons étudié ce phénomène par IRM ; on ne peut alors suivre des particules individuelles, mais on mesure des variations spatiales de fraction volumique. Pour minimiser les interactions entre particules dans un premier temps, nous avons alors étudié les propriétés de sédimentation d'une suspension de 5% de particules. Les suspensions étudiées sont constituées de billes de verre sphériques monodisperses de diamètre d (compris entre 140 et 400 μm) suspendues dans des émulsions de propriétés rhéologiques variées (seuil de contrainte compris entre 8 et 30 Pa).

Toutes les suspensions formulées sont stables au repos. Le seuil du matériau est plus de 10 fois plus grand que le seuil fixé par le critère de stabilité IV.14. Nous avons par ailleurs vérifié par IRM que la fraction volumique reste homogène dans une suspension laissée au repos 24 heures (Fig. IV.16b). Des profils verticaux de fraction volumique mesurés lors du cisaillement d'une suspension à seuil sont représentés sur la Fig. IV.16b.

On observe que le cisaillement du matériau induit la sédimentation des particules. Les profils de fraction volumique observés en cours de sédimentation sont qualitativement similaires à ceux observés lors de la sédimentation de particules dans un fluide newtonien au repos : la fraction volumique est nulle dans la partie supérieure du matériau et augmente abruptement à une position qui dépend du temps et définit un front de sédimentation ; au-delà de ce front, de faible épaisseur, la fraction volumique est égale à la fraction volumique moyenne du matériau (ici 5%), et augmente de nouveau au fond de la géométrie

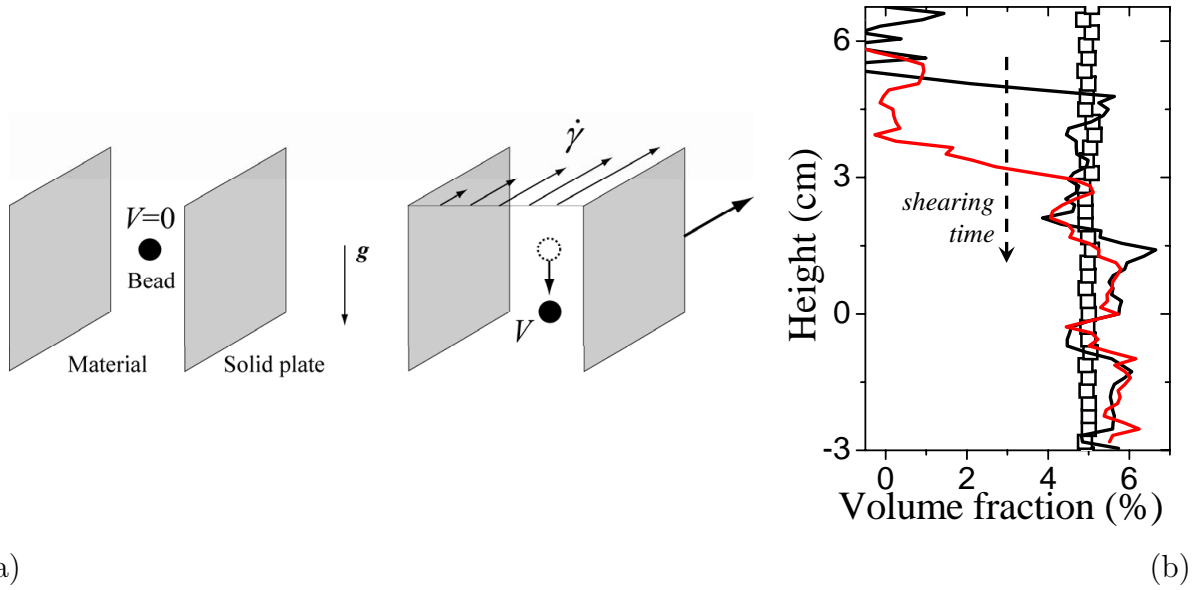


FIGURE IV.16 – (a) Représentation schématique de l’expérience. (b) Profils verticaux de fraction volumique mesurés dans l’entrefer d’une géométrie de Couette lors du cisaillement d’une suspension de 5% de billes de verre de $275 \mu\text{m}$ de diamètre dans une émulsion concentrée de seuil $\tau_y = 8.5 \text{ Pa}$, après 24 h de repos (carrés) et après 15 min (courbe noire) et 25 min (courbe rouge) de cisaillement à un taux de cisaillement macroscopique de 4 s^{-1} . Figure adaptée de Ovarlez *et al.* (2010a).

(non représenté sur la Fig. IV.16) où les particules s’accumulent. Pour un taux de cisaillement donné, la position du front de sédimentation évolue linéairement au cours du temps [Ovarlez *et al.* (2010a)], ce qui permet de définir une vitesse de sédimentation.

La sédimentation induite par le cisaillement est observée pour tous les systèmes étudiés et à toutes les vitesses de cisaillement macroscopique imposées : aucun système n’est stable en écoulement. Nous avons observé que la vitesse de sédimentation V augmente avec le diamètre des particules d et diminue avec le seuil du matériau τ_y (Fig. IV.17a). Ces résultats sont qualitativement compréhensibles, les efforts gravitaires étant alors d’autant plus importants relativement au seuil. Par ailleurs V augmente avec le taux de cisaillement macroscopique imposé $\dot{\gamma}$. Cela montre que les particules sont sensibles à la viscosité effective $\eta(\dot{\gamma}) = \tau(\dot{\gamma})/\dot{\gamma}$ du matériau : plus $\dot{\gamma}$ est important, plus $\eta(\dot{\gamma})$ est petit, et plus la vitesse de sédimentation est grande.

Ces premières observations nous invitent à analyser ces résultats dans le cadre des observations effectuées sur les fluides à seuil lors des écoulements “tridimensionnels” de ceux-ci (section III.2.c). Nous avons montré en effet que lors de la superposition de deux écoulements sur un fluide à seuil, la résistance du matériau à l’écoulement secondaire peut être vue comme une résistance purement visqueuse caractérisée par une viscosité $\eta(\dot{\gamma}) = \tau(\dot{\gamma})/\dot{\gamma}$ où τ et $\dot{\gamma}$ sont la contrainte de cisaillement et le taux de cisaillement de l’écoulement primaire. Comme nous l’avons vu dans la section III.2.c, cela se déduit aisément d’une loi de Herschel-Bulkley isotrope. L’écoulement de sédimentation étant ici un écoulement secondaire (le gradient de vitesse caractéristique de cet écoulement est

$V/d \ll d_{r\theta}$) on est donc tenté ici de modéliser la vitesse de sédimentation d'une sphère dans le fluide à seuil cisailé par la vitesse de Stokes d'une sphère

$$V_{\text{Stokes}} = \frac{2}{9} \frac{\Delta\rho g R^2}{\eta(\dot{\gamma})} \quad (\text{IV.15})$$

avec $\eta(\dot{\gamma}) = \tau(\dot{\gamma})/\dot{\gamma}$ (où $\tau = \tau_{r\theta}$ et $\dot{\gamma} = 2d_{r\theta}$ caractérisent le cisaillement induit par la rotation du cylindre interne de la géométrie de Couette). Pour une suspension de sphères monodisperses de fraction volumique ϕ , l'Eq. IV.15 doit par ailleurs être multipliée par un facteur $f(\phi)$, où $f(0) = 1$, qui décroît avec la fraction volumique [Hanratty & Bandukwala (1957)] (nous reviendrons sur ce point plus bas). Pour tester cette hypothèse, nous avons tracé sur la Fig. IV.17b les vitesses de sédimentation V mesurées sur l'ensemble des systèmes, adimensionnées par V_{Stokes} .

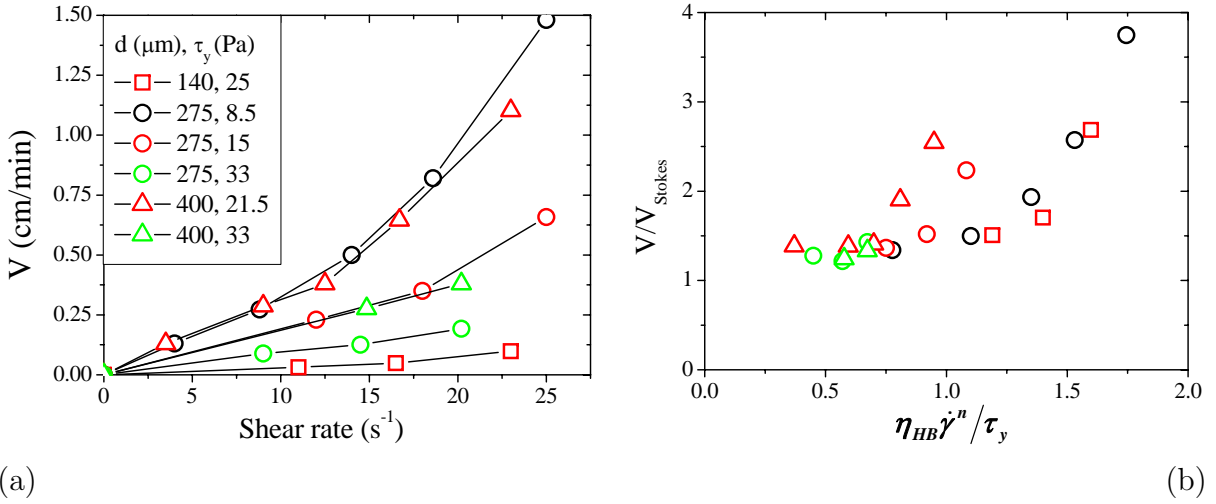


FIGURE IV.17 – (a) Vitesses de sédimentation mesurées dans des suspensions à seuil de fraction volumique $\phi = 5\%$, pour divers diamètres de billes et divers seuils du matériau interstitiel (voir légende). (b) Vitesses de sédimentation V mesurées pour l'ensemble des systèmes, adimensionnées par la vitesse de Stokes dans un fluide de viscosité égale à la viscosité apparente $\eta(\dot{\gamma})$ du fluide à seuil pur ; les données sont représentées en fonction du nombre d'Oldroyd $Od^{-1} = \eta_{\text{HB}} \dot{\gamma}^n / \tau_y$. Figures adaptées de Ovarlez *et al.* (2010a).

On remarque que la majorité des points expérimentaux se place effectivement sur une courbe $V/V_{\text{Stokes}} = \text{constante}$ indépendante du système. Ici la constante est de l'ordre de 1.4, ce qui n'est pas attendu pour la sédimentation d'une suspension de 5% de particules (on attend alors $V/V_{\text{Stokes}} \simeq 0.85$ dans un fluide newtonien en géométrie de dimensions infinies). Pour comparer ces résultats au cas d'un fluide newtonien, nous avons effectué des expériences de sédimentation d'une suspension de 5% de particules dans une huile. Nous avons alors observé une vitesse de sédimentation $V/V_{\text{Stokes}} \simeq 1.2$ en géométrie de Couette au repos et en écoulement, alors qu'on mesure $V/V_{\text{Stokes}} \simeq 0.7$ dans une cuve cylindrique au repos. Le facteur 1.4 observé semble donc être avant tout un effet de géométrie.

On observe une tendance à s'écarter fortement de l'équation IV.15 pour les plus fortes vitesses de cisaillement ; la vitesse de sédimentation peut alors être égale à 3 fois la vitesse

prédite. Il semble néanmoins que les données se rationalisent partiellement en fonction du nombre d'Oldroyd $Od^{-1} = \eta_{HB} \dot{\gamma}^n / \tau_y$, qui compare seuil et dissipation visqueuse : les données s'écartent de la théorie au-delà de $Od^{-1} \simeq 1$ (Fig. IV.17b). Il est donc possible que nous rendions mal compte du comportement tridimensionnel du matériau lorsque les effets visqueux sont importants, ce qui conduirait à surestimer la résistance visqueuse à l'écoulement secondaire. Nous n'avons malheureusement pas pu étudier ce régime avec l'expérience de combinaison d'écoulements. Il pourrait par ailleurs s'agir d'effets collectifs, par exemple induits par différences de contraintes normales, qui tendraient à accélérer la sédimentation [Joseph *et al.* (1994)].

Effet de la concentration

Pour aller plus loin, nous avons étudié l'influence de la concentration en particules.

Le cas de suspensions de particules de fraction volumique ϕ dans un fluide newtonien a été étudié en détail dans la littérature [Hanratty & Bandukwala (1957)]. On trouve que la vitesse de sédimentation décroît très rapidement avec la fraction volumique ; par exemple, la vitesse de sédimentation d'une suspension de 40% de sphères est environ 10 fois moins élevée que la vitesse d'une sphère isolée.

Nous avons étudié des suspensions de fraction volumique variant de 5% à 40% ; les particules sont suspendues dans un matériau de seuil élevé et un faible taux de cisaillement est imposé afin d'être dans un régime où l'équation IV.15 est valable pour la suspension diluée. Les vitesses de sédimentation $V(\phi)$ mesurées à un même taux de cisaillement macroscopique $\dot{\Gamma}$ sont représentées sur la Fig. IV.18, adimensionnées par la vitesse $V(\phi_0)$ mesurée pour $\phi_0 = 5\%$. Ces mesures sont comparées aux vitesses $V(\phi)/V(\phi_0)$ mesurées dans des suspensions visqueuses dans la littérature [Hanratty & Bandukwala (1957)]. On observe que la vitesse de sédimentation des particules dans une suspension à seuil cisailée décroît beaucoup moins vite avec la fraction volumique ϕ que dans une suspension visqueuse. Par exemple, pour 40% de particules, la vitesse de sédimentation est 4 fois plus importante dans la suspension à seuil que dans la suspension visqueuse.

On peut comprendre ce résultat en analysant le comportement du matériau à l'échelle locale. Lorsque la concentration ϕ en particules augmente, pour un taux de cisaillement macroscopique $\dot{\Gamma}$ donné, le taux de cisaillement local $\dot{\gamma}_l$ dans le fluide interstitiel augmente : la viscosité apparente $\tau(\dot{\gamma}_l)/\dot{\gamma}_l$ du fluide interstitiel diminue alors, ce qui diminue en retour la résistance à la sédimentation et peut expliquer que $V(\phi)$ est plus élevée que prévue.

Nous avons vu au début de ce chapitre, qu'une relation $\dot{\gamma}_l(\phi) = \dot{\Gamma} \sqrt{g(\phi)/(1-\phi)}$, où $g(\phi) = G'(\phi)/G(0)$ représente la réponse linéaire du matériau, permet de rendre compte du comportement des suspensions à seuil. Nous proposons donc de modéliser la vitesse de sédimentation $V(\phi)$ d'une suspension à seuil de fraction volumique ϕ par :

$$V(\phi) = \frac{2 \Delta \rho g R^2}{9 \eta[\dot{\gamma}_l(\phi)]} f_{\text{newt.}}(\phi) \quad (\text{IV.16})$$

$$\text{où } \dot{\gamma}_l(\phi) = \dot{\Gamma} \sqrt{(1-\phi/\phi_{\text{div}})^{-2.5\phi_{\text{div}}}(1-\phi)^{-1}} \quad (\text{IV.17})$$

avec $\phi_{\text{div}} = 60.5\%$ pour la suspension monodisperse cisailée, où $\eta(\dot{\gamma}) = \tau(\dot{\gamma})/\dot{\gamma}$ est la viscosité apparente du fluide à seuil pur à un taux de cisaillement $\dot{\gamma}$, et où $f_{\text{newt.}}(\phi)$ est la vitesse de sédimentation d'une suspension visqueuse de fraction volumique ϕ adimensionnée par la vitesse de Stokes. Pour tester cette équation, nous avons reporté sur la

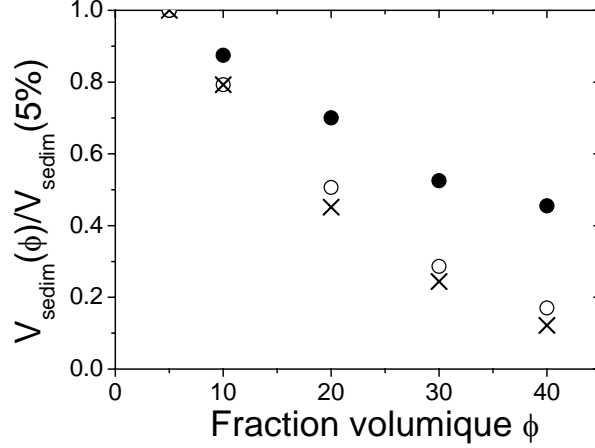


FIGURE IV.18 – Vitesse de sédimentation adimensionnée $V(\phi)/V(\phi_0)$ en fonction de la fraction volumique ϕ , où $\phi_0 = 5\%$, pour des suspensions à seuil cisillées en géométrie de Couette à un taux de cisaillement macroscopique $\dot{\Gamma} = 10 \text{ s}^{-1}$ (cercles pleins) et pour des suspensions visqueuses (croix, données tirées de [Hanratty & Bandukwala (1957)]). On représente également les vitesses adimensionnées corrigées par l’effet de concentration du cisaillement dans le fluide interstitiel (cercles creux) : $V(\phi)/V(\phi_0) \times \eta[\dot{\gamma}_i(\phi)]/\eta[\dot{\gamma}_i(\phi_0)]$, où $\eta[\dot{\gamma}_i(\phi)]$ est la viscosité apparente du fluide à seuil interstitiel pour un taux de cisaillement local $\dot{\gamma}_i(\phi)$ calculé suivant l’équation IV.17.

Fig. IV.18 les valeurs de $V(\phi)/V(\phi_0) \times \eta[\dot{\gamma}_i(\phi)]/\eta[\dot{\gamma}_i(\phi_0)]$, où $\phi_0 = 5\%$, qui doivent être égales à $f_{\text{newt.}}(\phi)/f_{\text{newt.}}(\phi_0)$ d’après l’équation IV.16. On observe que les valeurs mesurées sont effectivement très proches des valeurs $f_{\text{newt.}}(\phi)/f_{\text{newt.}}(\phi_0)$ mesurées sur suspensions visqueuses.

Pour conclure, à l’aide de l’équation IV.1 qui permet d’évaluer le taux de cisaillement dans le fluide interstitiel, et grâce aux observations expérimentales de comportement tridimensionnel et à la modélisation tensorielle du comportement de fluides à seuil, on est capable de rendre compte quantitativement par l’équation IV.16 de la vitesse de sédimentation de particules dans une suspension à seuil cisillée. Cette modélisation ne s’applique cependant qu’à proximité du seuil : le comportement aux fortes vitesses de cisaillement reste à ce jour incompris.

Drainage induit par cisaillement d’une mousse de fluide à seuil

Nous avons mené les mêmes expériences dans un système de bulles en suspension dans un fluide à seuil. Nous nous sommes concentrés sur le cas des mousses de fluide à seuil (pour des fractions volumiques de bulles supérieures à 70%). Nous ne détaillerons pas les résultats de cette étude dans ce manuscrit ; ceux-ci sont exposés dans l’article [Goyon *et al.* (2010a)].

Les résultats principaux, sont que

- le drainage du fluide interstitiel est induit par le cisaillement dans une mousse de fluide à seuil stable au repos.
- l’approche développée ci-dessus fonctionne de nouveau, pour peu qu’on tienne compte

- précisément de la géométrie de la mousse pour évaluer le taux de cisaillement local dans le fluide à seuil interstitiel et calculer la viscosité effective du matériau drainé.
- les films, où le taux de cisaillement local est maximal (et donc la résistance du fluide au drainage minimale), peuvent alors contribuer fortement au drainage, contrairement aux films dans les mousses aqueuses.
 - le drainage s'arrête lorsque la fraction volumique en bulles atteint une valeur ϕ_m qui dépend de la taille des bulles, et qui implique qu'il reste toujours quelques gouttelettes d'émulsion piégées dans les films : on a alors affaire à une mousse de fluide à seuil stable. Ce résultat a un fort intérêt potentiel en termes de formulation de mousses de fluide à seuil.
-

Collaborations

Mes travaux sur ce sujet ont été menés pour la plupart en étroite collaboration avec Xavier Chateau (Laboratoire Navier), qui a notamment réalisé le pendant théorique des travaux expérimentaux.

Les suspensions modèles monodisperses (section IV.1.b) ont fait l'objet du travail de thèse de Fabien Mahaut. Les suspensions bidisperses (section IV.1.c) ont été traitées lors de la thèse de Thai-Son Vu, que j'ai co-encadrée avec X. Chateau. L'application aux matériaux cimentaires (section IV.1.d) a été réalisée lors du stage de master de Samir Mokéddem, en collaboration avec Nicolas Roussel (LCPC); les suspensions de sable font l'objet de la thèse de Hamid Hafid, que je co-encadre avec N. Roussel, en collaboration avec Pierre-Henri Jézequel et Fabrice Toussaint (Lafarge Centre de Recherche). La sédimentation induite par le cisaillement (section IV.3.c) a été étudiée avec Philippe Coussot et François Bertrand (Laboratoire Navier).

Les travaux sur suspensions de bulles (section IV.2) sont réalisés en étroite collaboration avec Olivier Pitois (LPMDI), et ont fait l'objet des post-doctorats de Mike Kogan et Julie Goyon. L'application aux mousses de plâtre (section IV.2.d) fait l'objet du stage de master d'Emmanuel Keita, en collaboration avec Rémi Lespiat et Jean-Baptiste Denis (Saint Gobain Recherche).

Bibliographie

- Acrivos, A., R. Mauri, X. Fan, "Shear-induced resuspension in a Couette device," *Int. J. Multiphase Flow* 19, 797-802 (1993).
- Acrivos, A., "BINGHAM AWARD LECTURE–1994 Shear-induced particle diffusion in concentrated suspensions of noncolloidal particles," *J. Rheol.* 39, 813-826 (1995).
- Ancey, C., P. Coussot, "Transition frictionnelle visqueuse pour une suspension granulaire," *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences* 327 II B, 515-522 (1999).
- Ancey, C., H. Jorrot, "Yield stress for particle suspensions within a clay dispersion," *J. Rheol.* 45, 297-319 (2001).
- Awasthi, V., Y. M. Joshi, "Effect of temperature on aging and time-temperature superposition in nonergodic laponite suspensions," *Soft Matter* 5, 4991-4996 (2009).
- Bagnold, R. A., "Experiments on a gravity-free dispersion of large solid spheres in a Newtonian fluid under shear," *Proc. R. Soc. Lond. A* 225, 49-63 (1954).
- Bécu, L., S. Manneville, A. Colin, "Yielding and flow in adhesive and non-adhesive concentrated emulsions," *Phys. Rev. Lett.* 96, 138302 (2006).
- Beris, A. N., J. A. Tsamopoulos, R. C. Armstrong, R. A. Brown, "Creeping motion of a sphere through a Bingham plastic," *J. Fluid Mech.* 158, 219-244 (1985).
- Berthoud, P., T. Baumberger, C. G'Sell, J. M. Hiver, "State- and rate-dependent friction at a multicontact interface between polymer glasses : I. Static friction," *Phys. Rev. B* 59, 14313 (1999).
- Bertrand, E., J. Bibette, V. Schmitt, "From shear thickening to shear-induced jamming," *Phys. Rev. E* 66, 060401 (2002).
- Besseling, R., E. R. Weeks, A. B. Schofield, W. C. K. Poon, "Three-dimensional imaging of colloidal glasses under steady shear," *Phys. Rev. Lett.* 99, 028301 (2007).
- Besseling, R., L. Isa, P. Ballesta, G. Petekidis, M. E. Cates, W. C. K. Poon, "Shear Banding and Flow-Concentration Coupling in Colloidal Glasses," *Phys. Rev. Lett.* 105, 268301 (2010).
- Billberg, P., "Form pressure generated by self-compacting concrete," *Proceedings of the 3rd international RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete, RILEM PRO33, Reykjavik, Iceland, 271-280 (2003).*

- Blanc, F., F. Peters, E. Lemaire, “Local transient rheological behaviour of concentrated suspensions,” preprint (2011).
- Bocquet, L., A. Colin, A. Ajdari, “Kinetic Theory of Plastic Flow in Soft Glassy Materials,” *Physical Review Letters* 103, 036001 (2009).
- Bonnecaze, R. T., M. Cloitre, “Micromechanics of Soft Particle Glasses,” *Advances in Polymer Science* 236, 117-161 (2010).
- Bonnoit, C., T. Darnige, E. Clément, A. Lindner, “Inclined plane rheometry of a dense granular suspension,” *Journal of Rheology* 54, 65-79 (2010a).
- Bonnoit, C., J. Lanuza, A. Lindner, E. Clément, “Mesoscopic length scale controls the rheology of dense suspensions,” *Phys. Rev. Lett.* 105, 108302 (2010b).
- Boyer, F., O. Pouliquen, E. Guazzelli, “Dense suspensions in rotating-rod flows : normal stresses and particle migration,” *soumis à J. Fluid Mech.* (2011).
- Brady, J. F., “The rheological behavior of concentrated colloidal dispersions,” *J. Chem. Phys.* 99, 567 (1993).
- Brady, J. F., J. F. Morris, “Microstructure of strongly sheared suspensions and its impact on rheology and diffusion,” *J. Fluid Mech.* 348, 103-139 (1997).
- Brown, E., H. M. Jaeger, “Dynamic Jamming Point for Shear Thickening Suspensions,” *Phys. Rev. Lett.* 103, 086001 (2009).
- Callaghan, P. T., *Principles of Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy* (Clarendon, Oxford, 1991).
- Cappelaere, E., J. F. Berret, J. P. Decruppe, R. Cressely, P. Lindner, “Rheology, birefringence, and small-angle neutron scattering in a charged micellar system : Evidence of a shear-induced phase transition,” *Phys. Rev. E* 56, 1869-1878 (1997).
- Cassar, C., M. Nicolas, O. Pouliquen, “Submarine granular flows down inclined plane,” *Phys. Fluids* 17, 103301 (2005).
- Chateau, X., G. Ovarlez, K. Luu Trung, “Homogenization approach to the behavior of suspensions of noncolloidal particles in yield stress fluids,” *Journal of Rheology* 52, 489-506 (2008).
- Coussot, P., Q. D. Nguyen, H. T. Huynh, D. Bonn, “Avalanche behavior in yield stress fluids,” *Physical Review Letters* 88, 175501 (2002a).
- Coussot, P., J. S. Raynaud, F. Bertrand, P. Moucheront, J. P. Guilbaud, H. T. Huynh, S. Jarny, D. Lesueur, “Coexistence of Liquid and Solid Phases in Flowing Soft-Glassy Materials,” *Phys. Rev. Lett.* 88, 218301 (2002b).
- Coussot, P., *Rheometry of Pastes, Suspensions and Granular Materials* (John Wiley & Sons, Hoboken, 2005).

- Coussot, P., L. Tocquer, C. Lanos, G. Ovarlez, “Macroscopic vs local rheology of yield stress fluids,” *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 158, 85-90 (2009).
- Coussot, P., G. Ovarlez, “Physical origin of shear-banding in jammed systems,” *Eur. Phys. J. E* 33, 183-188 (2010).
- da Cruz, F., F. Chevoir, D. Bonn, P. Coussot, “Viscosity bifurcation in granular materials, foams, and emulsions,” *Phys. Rev. E* 66, 051305 (2002).
- da Cruz, F., S. Emam, M. Prochnow, J. N. Roux, F. Chevoir, “Rheophysics of dense granular flows : discrete simulation of plane shear flows,” *Physical Review E* 72, 021309 (2005).
- de Larrard, F., *Concrete Mixture Proportioning : A Scientific Approach* (E&FN Spon, London, 1999).
- Denkov, N. D., S. Tcholakova, K. Golemanov, A. Lips, “Jamming in Sheared Foams and Emulsions, Explained by Critical Instability of the Films between Neighboring Bubbles and Drops,” *Physical Review Letters* 103, 118302 (2009a).
- Denkov, N. D., S. Tcholakova, K. Golemanov, K. P. Ananthpadmanabhan, A. Lips, “The Role of Surfactant Type and Bubble Surface Mobility in Foam Rheology,” *Soft Matter* 5, 3389 (2009b).
- Dennin, M., “Discontinuous Jamming Transitions in Soft Materials,” *J. Phys. Condens. Matter*, 20, 283103 (2008).
- Divoux, T., D. Tamarii, C. Barentin, S. Manneville, “Transient Shear Banding in a Simple Yield Stress Fluid,” *Phys. Rev. Lett.* 104, 208301 (2010).
- Dong, K. J., R. Y. Yang, R. P. Zou, A. B. Yu, “Role of interparticle forces in the formation of random loose packing,” *Physical Review Letters* 96, 145505 (2006).
- Dormieux, L., D. Kondo, F.-J. Ulm, *Microporomechanics* (John Wiley & Sons, Chichester, 2006).
- Dullaert, K., J. Mewis, “Thixotropy : Build-up and breakdown curves during flow,” *Journal of Rheology* 49, 1213 (2005).
- Fall, A., N. Huang, F. Bertrand, G. Ovarlez, D. Bonn, “Shear thickening of cornstarch as a reentrant jamming transition,” *Physical Review Letters* 100, 018301 (2008).
- Fall, A., F. Bertrand, G. Ovarlez, D. Bonn, “Yield Stress and Shear Banding in Granular Suspensions,” *Physical Review Letters* 103, 178301 (2009).
- Fall, A., A. Lemaître, F. Bertrand, D. Bonn, G. Ovarlez, “Shear thickening and migration in granular suspensions,” *Physical Review Letters* 105, 268303 (2010).
- Farr, R. S., J. R. Melrose, R. C. Ball, “Kinetic theory of jamming in hard-sphere startup flows,” *Phys. Rev. E* 55, 7203 (1997).

- Ferraris, C. F., L. E. Brower (Eds), "Comparison of concrete rheometers : International tests at LCPC (Nantes, France) in October 2000," National Institute of Standards and Technology Internal Report 6819 (2001).
- GdR Midi, "On dense granular flows," *Eur. Phys. J. E* 14, 341-365 (2004).
- Geiker, M. A., M. Brandl, L. Thrane, N. F. Nielsen, "On the Effect of Coarse Aggregate Fraction and Shape on the Rheological Properties of Self-Compacting Concrete," *Cement, Concrete, and Aggregates* 24, 3-6 (2002).
- Gheissary, G., B. H. A. A. vandenBrule, "Unexpected phenomena observed in particle settling in non-Newtonian media," *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 67, 1-18 (1996).
- Goyon, J., A. Colin, G. Ovarlez, A. Ajdari, L. Bocquet, "Spatial cooperativity in soft glassy flows," *Nature* 454, 84-87 (2008).
- Goyon, J., F. Bertrand, O. Pitois, G. Ovarlez, "Shear Induced Drainage in Foamy Yield-Stress Fluids," *Physical Review Letters* 104, 128301 (2010a).
- Goyon, J., A. Colin, L. Bocquet, "How does a soft glassy material flow? : non locality of the rheological law, finite size effects, cooperativity of the flow," *Soft Matter* 6, 2668 (2010b).
- Hanratty, T. J., A. Bandukwala, "Fluidization and sedimentation of spherical particles," *AIChE Journal* 3, 293-296 (1957).
- Hashin, Z., S. Shtrikman, "A variational approach to the theory of the elastic behaviour of multiphase materials", *J. Mech. Phys. Solids*. 11, 127-140 (1963).
- Huang, N., G. Ovarlez, F. Bertrand, S. Rodts, P. Coussot, D. Bonn, "Flow of Wet Granular Materials," *Phys. Rev. Lett.* 94, 028301 (2005).
- Husband, D. M., N. Aksel, W. Gleissle, "The existence of static yield stresses in suspensions containing noncolloidal particles," *J. Rheol.* 37, 215-235 (1993).
- Jop, P., Y. Forterre, O. Pouliquen, "A constitutive law for dense granular flows," *Nature* 441, 727-730 (2006).
- Joseph, D. D., Y. J. Liu, M. Poletto, J. Feng, "Aggregation and dispersion of spheres falling in viscoelastic liquids," *J. Non-Newtonian Fluid Mech.* 54, 45-86 (1994).
- Jossic, L., A. Magnin, "Drag and stability of objects in a yield stress fluid," *AIChE Journal* 47, 2666-2672 (2001).
- Katgert, G., B. P. Tighe, M. E. Möbius, M. van Hecke, "Couette Flow of Two-Dimensional Foams," *Europhys. Lett.* 90, 54002 (2010).
- Keentok, M., J. F. Milthorpe, E. O'Donovan, "On the shearing zone around rotating vanes in plastic liquids : theory and experiment," *J. Non-Newtonian Fluid Mech.* 17, 23-35 (1985).

- Khayat, K.H., J. Assad, H. Mesbah, M. Lessard, “Effect of section width and casting rate on variations of formwork pressure of self-consolidating concrete,” *RILEM Materials and Structures* 38, 73-78 (2005).
- Larson, R. G., *The structure and rheology of complex fluids* (Oxford University Press, New York, 1999).
- Leighton, D., A. Acrivos, “Measurement of shear-induced self-diffusion in concentrated suspensions of spheres,” *J. Fluid Mech.* 177, 109-131 (1987a).
- Leighton, D., A. Acrivos, “The shear-induced migration of particles in concentrated suspensions,” *J. Fluid Mech.* 181, 415-439 (1987b).
- Lemaître, A., “Origin of a Repose Angle : Kinetics of Rearrangement for Granular Materials,” *Phys. Rev. Lett.* 89, 064303 (2002).
- Lemaître, A., J.-N. Roux, F. Chevoir, “What do dry granular flows tell us about dense non-Brownian suspension rheology?,” *Rheol. Acta* 48, 925-942 (2009).
- Lhuillier, D., “Migration of rigid particles in non-Brownian viscous suspensions,” *Phys. Fluids* 21, 023302 (2009).
- Lois, G., A. Lemaître, J. M. Carlson, “Numerical tests of constitutive laws for dense granular flows,” *Phys. Rev. E.* 72, 051303 (2005).
- Macdonald, I. F., “Parallel Superposition of Simple Shearing and Small Amplitude Oscillatory Motions,” *J. Rheol.* 17, 537 (1973).
- Mahaut, F., X. Chateau, P. Coussot, G. Ovarlez, “Yield stress and elastic modulus of suspensions of noncolloidal particles in yield stress fluids,” *Journal of Rheology* 52, 287-313 (2008a).
- Mahaut, F., S. Mokéddem, X. Chateau, N. Roussel, G. Ovarlez, “Effect of coarse particle volume fraction on the yield stress and thixotropy of cementitious materials,” *Cement and Concrete Research* 38, 1276-1285 (2008b).
- Manneville, S., “Recent experimental probes of shear banding,” *Rheol. Acta* 47, 301-318 (2008).
- Mason, T. G., J. Bibette, D. A. Weitz, “Yielding and flow of monodisperse emulsions,” *J. Colloid Interface Sci.* 179, 439 (1996).
- Merkak, O., L. Jossic, A. Magnin, “Migration and sedimentation of spherical particles in a yield stress fluid flowing in a horizontal cylindrical pipe,” *AIChE Journal* 55, 2515-2525 (2009).
- Mills, P., P. Snabre, “Apparent viscosity and particle pressure of a concentrated suspension of non-Brownian hard spheres near the jamming transition,” *Eur. Phys. J E* 30, 309-316 (2009).

- Morris, J. F., F. Boulay, “Curvilinear flows of noncolloidal suspensions : The role of normal stresses,” *J. Rheol.* 43, 1213-1237 (1999).
- Morris, J., “A review of microstructure in concentrated suspensions and its implications for rheology and bulk flow,” *Rheologica Acta* 48, 909-923 (2009).
- Ovarlez, G., E. Kolb, E. Clément, “Rheology of a confined granular material,” *Phys. Rev. E* 64, 060302(R) (2001).
- Ovarlez, G., C. Fond, E. Clément, “Overshoot effect in the Janssen granular column : a crucial test for granular mechanics,” *Phys. Rev. E* 67, 060302(R) (2003).
- Ovarlez, G., E. Clément, “Slow dynamics and aging of a confined granular flow,” *Phys. Rev. E* 68, 031302 (2003).
- Ovarlez, G., E. Clément, “Elastic medium confined in a column versus the Janssen experiment,” *Eur. Phys. J. E* 16, 421-438 (2005).
- Ovarlez, G., N. Roussel, “A physical model for the prediction of lateral stress exerted by self-compacting concrete on formwork,” *RILEM Materials and Structures*, Vol. 37(2), pp. 269-279, (2006)
- Ovarlez, G., F. Bertrand, S. Rodts, “Local determination of the constitutive law of a dense suspension of noncolloidal particles through MRI,” *Journal of Rheology* 50, 259-292 (2006)
- Ovarlez, G., P. Coussot, “The physical age of soft-jammed systems,” *Physical Review E* 76, 011406 (2007).
- Ovarlez, G., N. Roussel, “Structuration rate of fresh SCC : Influence of the state of shear during rest,” 5th International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete SCC 2007, Gand, Belgique (2007).
- Ovarlez, G., S. Rodts, P. Coussot, J. Goyon, A. Colin, “Wide gap Couette flows of dense emulsions : Local concentration measurements, and comparison between macroscopic and local constitutive law measurements through magnetic resonance imaging,” *Physical Review E* 78, 036307 (2008).
- Ovarlez, G., X. Chateau, “Influence of the shear stress applied during flow stoppage and rest period on the mechanical properties of thixotropic suspensions,” *Physical Review E* 77, 061403 (2008).
- Ovarlez, G., S. Rodts, X. Chateau, P. Coussot, “Phenomenology and physical origin of shear-localization and shear-banding in complex fluids,” *Rheologica Acta* 48, 831-844 (2009).
- Ovarlez, G., Q. Barral, P. Coussot, “Three dimensional jamming and flows of soft glassy materials,” *Nature Materials* 9, 115-119 (2010a).
- Ovarlez, G., K. Krishan, S. Cohen-Addad, “Investigation of shear banding in three-dimensional foams,” *Europhysics Letters* 91, 68005 (2010b).

- Ovarlez, G., F. Mahaut, F. Bertrand, X. Chateau, "Flows and heterogeneities with a vane tool : MRI measurements," *Journal of Rheology* 55, 197-223 (2011).
- Parsi, F., F. Gadala-Maria, "Fore-and-aft asymmetry in a concentrated suspension of solid spheres," *J. Rheol.* 31, 725-732 (1987).
- Perrot, A., S. Amziane, G. Ovarlez, N. Roussel, "Sec formwork pressure : influence of steel rebars," *Cement and Concrete Research* 39, 524-528 (2009).
- Peyneau, P.-E., "Etude du comportement et du compactage de pâtes granulaires par simulation numérique discrète," Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées (2009).
- Phillips, R. J., R. C. Armstrong, R. A. Brown, A. L. Graham, J. R. Abbott, "A constitutive equation for concentrated suspensions that accounts for shear-induced particle migration," *Phys. Fluids* 4, 30-40 (1992).
- Pignon, F., A. Magnin, J.-M. Piau, "Thixotropic colloidal suspensions and flow curves with minimum : Identification of flow regimes and rheometric consequences," *J. Rheol.* 40, 573 (1996).
- Poslinski, A. J., M. E. Ryan, R. K. Gupta, S. G. Seshadri, F. J. Frechette, "Rheological Behavior of Filled Polymeric Systems I. Yield Stress and Shear-Thinning Effects," *J. Rheol.* 32, 703-735 (1988).
- Prasad, D., H. K. Kytömaa, "Particle stress and viscous compaction during shear of dense suspensions," *Int. J. Multiphase Flow* 21, 775-785 (1995).
- Ragouilliaux, A., G. Ovarlez, N. Shahidzadeh-Bonn, B. Herzhaft, T. Palermo, P. Coussot, "Transition from a simple yield stress fluid to a thixotropic material," *Physical Review E* 76, 051408 (2007)
- Raynaud, J. S., P. Moucheront, J. C. Baudez, F. Bertrand, J. P. Guilbaud, P. Coussot, "Direct determination by NMR of the thixotropic and yielding behavior of suspensions," *J. Rheol.* 46, 709-732 (2002).
- Rodts, S., F. Bertrand, S. Jarny, P. Poullain, P. Moucheront, "Développements récents dans l'application de l'IRM à la rhéologie et à la mécanique des fluides," *Comptes Rendus Chimie* 7, 275-282 (2004).
- Rodts, S., J. C. Baudez, P. Coussot, "From "discrete" to "continuum" flow in foams," *Europhys. Lett.* 69, 636-642 (2005).
- Roussel, N., "Rheology of fresh concrete : from measurements to predictions of casting processes," *Materials and Structures* 40, 1001-1012 (2007).
- Roussel, N., P. Coussot, G. Ovarlez, " "La Pierre Liquide" : des puits de potentiel au chantier," *Rhéologie* 13, 41-51 (2008).
- Roussel, N., G. Ovarlez, C. Brumaud, S. Garrault, "The origins of thixotropy of fresh cement pastes," soumis à *Cem. Conc. Res.* (2011).

- Rueb, C., C. Zukoski, "Viscoelastic properties of colloidal gels," *Journal of Rheology* 41, 197-218 (1997).
- Rust, A. C., M. Manga, "Effects of bubble deformation on the viscosity of dilute suspensions," *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 104, 53-63 (2002).
- Savarmand, S., M. Heniche, V. Bechard, F. Bertrand, P. J. Carreau, "Analysis of the vane rheometer using 3D finite element simulation," *J. Rheol* 51, 161-177 (2007).
- Schall, P., M. van Hecke, "Shear Bands in Matter with Granularity," *Annu. Rev. Fluid Mech.* 42, 67 (2010).
- See, H., P. Jiang, N. Phan-Thien, "Concentration dependence of the linear viscoelastic properties of particle suspensions," *Rheol. Acta*, 39, 131-137 (2000).
- Sengun, M. Z., R. F. Probstein, "Bimodal model of slurry viscosity with application to coal-slurries. Part 1. Theory and experiment," *Rheol. Acta* 28 382-393 (1989a).
- Sengun, M. Z., R. F. Probstein, "Bimodal model of slurry viscosity with application to coal-slurries. Part 2. High shear limit behavior," *Rheol. Acta* 28 394-401 (1989b).
- Stickel, J. J., R. L. Powell, "Fluid Mechanics and Rheology of Dense Suspensions," *Annu. Rev. Fluid Mech.* 37, 129 (2005).
- Tabuteau, H., P. Coussot and J. R. de Bruyn, "Drag force on a sphere in steady motion through a yield-stress fluid," *Journal of Rheology* 51, 125-137 (2007).
- Tchamba, J.C., S. Amziane, G. Ovarlez, N. Roussel, "Lateral stress exerted by fresh fluid concrete on formwork : laboratory experiments," *Cement and Concrete Research* 38, 459-466 (2008)
- Varnik F., L. Bocquet, J. L. Barrat, L. Berthier, "Shear localization in a model glass," *Phys. Rev. Lett.* 90, 095702 (2003).
- Vermant, J., P. Moldenaers, J. Mewis, "Orthogonal superposition measurements using a rheometer equipped with a force rebalanced transducer," *Rev. Sci. Instrum.* 68, 4090-4096 (1997).
- Viasnoff, V., F. Lequeux, "Rejuvenation and overaging in a colloidal glass under shear," *Phys. Rev. Lett.* 89, 065701 (2002).
- Vu, T.-S., G. Ovarlez, X. Chateau, "Macroscopic behavior of bidisperse suspensions of noncolloidal particles in yield stress fluids," *Journal of Rheology* 54, 815-833 (2010).
- Yan, J., A. E. James, "The yield surface of viscoelastic and plastic fluids in a vane viscometer," *J. Non-Newtonian Fluid Mech.* 70, 237-253 (1997).
- Zarraga, I. E., D. A. Hill, D. T. Leighton, "The characterization of the total stress of concentrated suspensions of noncolloidal spheres in Newtonian fluids," *J. Rheol.* 44, 185-220 (2000).

Annexe

CV et liste de publications

Guillaume Ovarlez

Né le 10 Avril 1974

Marié, 2 enfants.

A. CURSUS

Depuis 2003 : **Chargé de Recherche du CNRS** (Section 09) au Laboratoire Navier. *Rhéophysique des suspensions concentrées et des matériaux à seuil et thixotropes*. Soutenance d'HDR prévue pour juin 2011.

2002-2003 : **Post-doctorat en mécanique des fluides** à l'ESPCI. *Etude de vortex étirés*.

1999-2002 : **Thèse de doctorat de l'Université Paris XI**, obtenue le 24 juin 2002. Travaux effectués au Laboratoire des Milieux Désordonnés et Hétérogènes, Université Paris VI (direction : Eric Clément). *Etude des propriétés mécaniques et des écoulements de matériaux granulaires confinés*.

1998-1999 : **Recherches en théorie des cordes** au Centre de Physique Théorique, École Polytechnique.

1997-1998 : **DEA Champs, Particules et Matière** (Universités Paris VI, VII, et XI)

1994-1997 : **Ingénieur de l'École Polytechnique**, promotion X94.

B. DISTINCTIONS

Médaille de bronze du CNRS, juin 2009.

Lauréat du prix « La Recherche », octobre 2007 (avec P. Coussot et N. Roussel) pour des travaux sur la rhéologie des suspensions concentrées et des bétons frais.

Lauréat du prix de thèse du Groupe Français de Rhéologie (GFR), octobre 2002.

Autres : - prix du meilleur poster du congrès du GFR 2007 (présenté par Fabien Mahaut)
- prix du meilleur poster du congrès du GFR 2009 (présenté par Quentin Barral)
- article (*Shear thickening and migration in granular suspensions*) sélectionné comme « Editor's suggestion » dans Physical Review Letters (2010)

C. CONTRATS (comme responsable ou co-responsable)

2011-2014: Responsable d'un **contrat Jeune Chercheur de l'Agence Nationale de la Recherche** : Suspensions à seuil : de la microstructure au comportement.

2010-2011 : Contrat de recherche avec Saint Gobain (avec O. Pitois) : Rhéologie de matériaux aérés.

2008-2011: **CIFRE** Lafarge (avec N. Roussel) : Rhéologie des bétons frais.

2008-2011: 3 Contrats de recherche avec Veolia (avec P. Coussot) : Etude rhéologique de boues.

2006-2009: Responsable d'un **contrat Jeune Chercheur de l'Agence Nationale de la Recherche** : Transition liquide solide dans les suspensions concentrées.

2008-2009: Financement d'un post-doctorat de l'**Institut CARNOT VITRES** (avec O. Pitois): Suspensions de bulles dans des fluides à seuil.

2007-2008: Contrat de recherche avec Saint Gobain (avec P. Coussot) : Rhéologie de mortiers.

2005-2008 et 2008-2011: 2 financements de thèse par le LCPC.

Expertises pour Air Liquide, Bic, et Lafarge.

Impliqué dans de nombreux autres contrats (ANR, Danone, IFP).

D. ENCADREMENT

3 Post-doctorants :

- Julie Goyon (2008-2010, encadrement à 100%): *Drainage et rhéologie de mousses de fluides à seuil*
- Mike Kogan (2006-2008, encadrement à 100%): *Rhéologie de suspensions de bulles dans des fluides à seuil*
- Alexandre Ragouilliaux (2006-2007, coencadrement avec P. Coussot): *Rhéologie de mortiers*

5 Doctorants :

- Quentin Barral (2008-2011, encadrement à 100%): *Écoulements 3D de fluides à seuil et de suspensions*
- Hamid Hafid (2008-2011, coencadrement à 50% avec N. Roussel): *Rhéologie des bétons frais*
- Thai Son Vu (2007-2010, encadrement à 30% avec X. Chateau): *Rhéologie des suspensions non newtoniennes*
- Fabien Mahaut (2005-2008, encadrement à 100%): *Suspensions de particules non colloïdales dans des fluides à seuil*
- Abdoulaye Fall (2005-2008, coencadrement à 50% avec D. Bonn): *Seuil et rhéoépaississement de suspensions granulaires*

Participation à l'encadrement de 2 autres étudiants sur 2008-2011 (Jalila Boujlel), 2004-2007 (Alexandre Ragouilliaux)

6 étudiants de Master (encadrements à 100%) :

- Lucie Ducloué (2011), Master 2e année de l'ENS ULM, 4 mois. *Mousses de fluides à seuil.*
- Emmanuel Keita (2010), Master 2e année de l'Université Paris Est, 10 mois. *Mousses de plâtre.*
- Mohamed Bouricha (2008), Master 2e année de l'Université Paris VII. *Suspensions de bulles dans des fluides à seuil.*
- Samir Mokéddem (2007), Master 2e année de l'Université Paris VII. *Mortiers modèles.*
- Ghali Boukellal (2005), Master 2e année de l'Université de Marne La Vallée, 5 mois. *Fluides à seuil.*
- Abdelmalik Zerarka (2004), maîtrise de l'Université de Marne La Vallée, 4 mois. *Suspensions granulaires.*

E. PARTICIPATION A DES JURYS

Jury d'HDR :

- Laurence Bergougnoux, IUSTI-Université de Provence (membre, 2009) : *Suspensions : Diagnostics et Sédimentation*

Jury de thèse :

- Li-Hua Luu, IUSTI-Université de Provence (rapporteur, 2011) : *Impacts de fluides à seuil*
- Claire Bonnoit, PMMH-ESPCI (membre, 2009) : *Écoulement de suspensions granulaires modèles*
- Kien Luu Trung, LMSGC-LCPC (membre, 2009) : *Approche par changement d'échelle des caractéristiques rhéologiques d'une suspension de particules dans un fluide à seuil*
- Alexandre Ragouilliaux, IFP (membre, 2007) : *Étude rhéophysique de systèmes émulsions inverses / argile organophile Applications aux boues de forage pétrolier*

Comités de pilotage, soutenances de mi-thèse:

- Félix Bonnet, CEMAGREF Aix en Provence (2010)
- Viet Hai Hoang, LGCGM – INSA de Rennes (2009)
- Assia Ghemmour, CEMAGREF Grenoble (2009)
- Thierry Richard, CEMAGREF Aix en Provence (2007)

F. ENSEIGNEMENT

Depuis 2004 : Enseignant en 2^e année de master à l'Université Paris VI (parcours *Fluides complexes et génie des milieux divisés*) : Rhéophysique des mousses, émulsions, et suspensions (12 à 24 h /an)

2010 : Cours de rhéométrie au DTU-RILEM Doctoral Course « Flow of Fresh Cement-Based Materials » à Copenhague.

2009 : Cours sur la rhéologie des suspensions pour la formation permanente de l'Université Paris VI.

2007 : Cours sur la rhéologie des suspensions à l'Ecole doctorale à l'Université de Bordeaux

2004-2006 : Cours sur la rhéologie des pâtes granulaires à l'Ecole doctorale du LCPC de Nantes.

2003-2005 : TD de physique statistique et de relativité à l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.

2001-2002 : ATER à l'Université Paris VI : TD et TP en mécanique, thermodynamique, mécanique des fluides et électronique en DEUG.

1998-2001 : Moniteur à l'Université Paris XI : cours, TD et TP en mécanique et optique géométrique en DEUG.

G. DIVERS

Rapporteur pour Journal of Rheology, Rheologica Acta, International Journal of Solids and Structures, Physical Review Letters, Physical Review E, European Physics Letters, European Physical Journal E, Cement and Concrete Research, Experiments in Fluids.

Expertises pour l'Agence Nationale de la Recherche et pour la région Bourgogne.

Membre du comité scientifique du 43^e congrès du GFR (Palaiseau, 2008).

Membre du comité scientifique et du comité d'organisation du colloque GISEC 06 (Nice, 2010).

Membre élu du conseil et du bureau du Groupe Français de Rhéologie (GFR) : 2007-2010.

Organisateur du séminaire du LMSGC (2004-2007).

Membre élu du conseil de laboratoire du LMSGC (2004-2009).

Membre élu du conseil de laboratoire du laboratoire Navier (2009-aujourd'hui).

LISTE DE PUBLICATIONS

A. Journaux à comité de lecture

- [A1] G. Ovarlez, F. Mahaut, F. Bertrand, X. Chateau, *Flows and heterogeneities with a vane tool: MRI measurements*, Journal of Rheology 55, 197-223 (2011).
- [A2] A. Fall, A. Lemaître, F. Bertrand, D. Bonn, G. Ovarlez, *Shear thickening and migration in granular suspensions*, Physical Review Letters 105, 268303 (2010).
- [A3] G. Ovarlez, K. Krishan, S. Cohen-Addad, *Investigation of shear banding in three-dimensional foams*, Europhysics Letters 91, 68005 (2010).
- [A4] P. Coussot, G. Ovarlez, *Physical origin of shear-banding in jammed systems*, Eur. Phys. J. E 33, 183–188 (2010).
- [A5] T.-S. Vu, G. Ovarlez, X. Chateau, *Macroscopic behavior of bidisperse suspensions of noncolloidal particles in yield stress fluids*, Journal of Rheology 54, 815-833 (2010).
- [A6] J. Goyon, F. Bertrand, O. Pitois, G. Ovarlez, *Shear Induced Drainage in Foamy Yield-Stress Fluids*, Physical Review Letters 104, 128301 (2010).
- [A7] G. Ovarlez, Q. Barral, P. Coussot, *Three dimensional jamming and flows of soft glassy materials*, Nature Materials 9, 115-119 (2010).
- [A8] Q. Barral, G. Ovarlez, X. Chateau, J. Boujlel, B. Rabideau, P. Coussot, *Adhesion of yield stress fluids*, Soft Matter 6, 1343-1351 (2010).
- [A9] S. Rodts, J. Boujlel, B. Rabideau, G. Ovarlez, N. Roussel, P. Moucheron, C. Lanos, F. Bertrand, P. Coussot, *Solid-liquid transition and rejuvenation similarities in complex flows of thixotropic materials studied by NMR and MRI*, Phys. Rev. E 81, 021402 (2010).
- [A10] A. Ponton, G. Ovarlez, *Systèmes évolutifs*, Rhéologie 17, 8-35 (2010).
- [A11] A. Fall, F. Bertrand, G. Ovarlez, D. Bonn, *Yield Stress and Shear Banding in Granular Suspensions*, Physical Review Letters 103, 178301 (2009).
- [A12] G. Ovarlez, S. Rodts, X. Chateau, P. Coussot, *Phenomenology and physical origin of shear-localization and shear-banding in complex fluids*, Rheologica Acta 48, 831-844 (2009).
- [A13] A. Perrot, S. Amziane, G. Ovarlez, N. Roussel, *Scç formwork pressure: influence of steel rebars*, Cement and Concrete Research 39, 524-528 (2009).
- [A14] P. Coussot, L. Tocquer, C. Lanos, G. Ovarlez, *Macroscopic vs local rheology of yield stress fluids*, Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 158, 85-90 (2009).
- [A15] F. Mahaut, S. Mokéddem, X. Chateau, N. Roussel, G. Ovarlez, *Effect of coarse particle volume fraction on the yield stress and thixotropy of cementitious materials*, Cement and Concrete Research 38, 1276-1285 (2008).
- [A16] G. Ovarlez, S. Rodts, P. Coussot, J. Goyon, A. Colin, *Wide gap Couette flows of dense emulsions: Local concentration measurements, and comparison between macroscopic and local constitutive law measurements through magnetic resonance imaging*, Physical Review E 78, 036307 (2008).
- [A17] G. Ovarlez, X. Chateau, *Influence of the shear stress applied during flow stoppage and rest period on the mechanical properties of thixotropic suspensions*, Physical Review E 77, 061403 (2008).
- [A18] J. Goyon, A. Colin, G. Ovarlez, A. Ajdari, L. Bocquet, *Spatial cooperativity in soft glassy flows*, Nature 454, 84-87 (2008).
- [A19] F. Mahaut, X. Chateau, P. Coussot, G. Ovarlez, *Yield stress and elastic modulus of suspensions of noncolloidal particles in yield stress fluids*, Journal of Rheology 52, 287-313 (2008).

- [A20] J.C. Tchamba, S. Amziane, G. Ovarlez, N. Roussel, *Lateral stress exerted by fresh fluid concrete on formwork: laboratory experiments*, Cement and Concrete Research 38, 459-466 (2008)
- [A21] X. Chateau, G Ovarlez, K. Luu Trung, *Homogenization approach to the behavior of suspensions of noncolloidal particles in yield stress fluids*, Journal of Rheology 52, 489-506 (2008).
- [A22] A. Fall, N. Huang, F. Bertrand, G. Ovarlez and D. Bonn, *Shear thickening of cornstarch as a reentrant jamming transition*, Physical Review Letters 100, 018301 (2008).
- [A23] N. Roussel, P. Coussot, G. Ovarlez, « La Pierre Liquide » : des puits de potentiel au chantier, Rhéologie 13, 41-51 (2008).
- [A24] A. Ragouilliaux, G. Ovarlez, N. Shahidzadeh-Bonn, B. Herzhaft, T. Palermo, P. Coussot, *Transition from a simple yield stress fluid to a thixotropic material*, Physical Review E 76, 051408 (2007)
- [A25] G. Ovarlez, P. Coussot, *The physical age of soft-jammed systems*, Physical Review E.76, 011406 (2007).
- [A26] D. Pham Van Bang, G. Ovarlez, L. Tocquer, *Density and structural effects on the rheological characteristics of mud*, La Houille Blanche 2, 85-93 (2007)
- [A27] P. Coussot, H. Tabuteau, X. Chateau, L. Tocquer, G. Ovarlez *Aging and solid or liquid behavior in pastes*, Journal of Rheology 50, 975-994 (2006)
- [A28] G. Ovarlez, F. Bertrand, S. Rodts, *Local determination of the constitutive law of a dense suspension of noncolloidal particles through MRI*, Journal of Rheology 50, 259-292 (2006)
- [A29] G. Ovarlez, N. Roussel, *A physical model for the prediction of lateral stress exerted by self-compacting concrete on formwork*, RILEM Materials and Structures, Vol. 37(2), pp. 269-279, (2006)
- [A30] G. Ovarlez, E. Clément, *Elastic medium confined in a column versus the Janssen experiment*, Eur. Phys. J. E 16, 421-438 (2005).
- [A31] N. Huang, G. Ovarlez, F. Bertrand, S. Rodts, P. Coussot, D. Bonn, *Flow of Wet Granular Materials*, Phys. Rev. Lett. 94, 028301 (2005).
- [A32] G. Ovarlez, E. Clément, *Slow dynamics and aging of a confined granular flow*, Phys. Rev. E **68**, 031302 (2003).
- [A33] G. Ovarlez, *Propriétés mécaniques et rhéologiques d'un matériau granulaire confiné dans une colonne*, Rhéologie 3, 30-38 (2003).
- [A34] G. Ovarlez, C. Fond, E. Clément, *Overshoot effect in the Janssen granular column: a crucial test for granular mechanics*, Phys. Rev. E 67, 060302(R) (2003).
- [A35] G. Ovarlez, E. Kolb, E. Clément, *Rheology of a confined granular material*, Phys. Rev. E 64, 060302(R) (2001).

B. Actes à comité de lecture

- [B1] H. Hafid, G. Ovarlez, F. Toussaint, P.-H. Jezequel, N. Roussel, *Estimating Measurement Artifacts in Concrete Rheometers from MRI Measurement on Model Materials*, SCC 2010: Design, Production and Placement of SCC, 6th International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete, Montréal, Canada, septembre 2010.
- [B2] S. Amziane, A. Perrot, G. Ovarlez, N. Roussel, *SCC Formwork Pressure: Influence of Steel Rebars*, SCC 2010: Design, Production and Placement of SCC, 6th International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete, Montréal, Canada, septembre 2010.

- [B3] T.S. Vu, F. Mahaut, G. Ovarlez, X. Chateau, *Influence des granulats sur la valeur du seuil de contrainte d'une pâte: approches micromécanique et expérimentale*, 27^e Rencontres de l'Association Universitaire du Génie Civil, Saint Malo, France, juin 2009.
- [B4] F. Mahaut, S. Mokéddem, X. Chateau, N. Roussel, G. Ovarlez, *Effect of large particle volume fraction on the yield stress of SCC*. SCC 2008: Challenges and Barriers to Application, The Third North American Conference on the Design and Use of Self-Consolidating Concrete, Chicago, USA, novembre 2008.
- [B5] X. Chateau, K. Luu Trung, G. Ovarlez, *Dependency of self-compacting concrete rheological properties on the aggregate volume fraction*. SCC 2008: Challenges and Barriers to Application, The Third North American Conference on the Design and Use of Self-Consolidating Concrete, Chicago, USA, novembre 2008.
- [B6] J. Lett, G. Ovarlez, N. Roussel, *The Thixometer : A Simple Test Allowing For The Measurement Of The Thixotropic Behavior Of Scc*. SCC 2008: Challenges and Barriers to Application, The Third North American Conference on the Design and Use of Self-Consolidating Concrete, Chicago, USA, novembre 2008.
- [B7] G. Ovarlez, N. Roussel, *Structuration rate of fresh SCC : Influence of the state of shear during rest*, 5th International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete SCC 2007, Gand, Belgique (sept. 2007).
- [B8] F. Mahaut, G. Ovarlez, P. Coussot, *Suspension de particules dans un fluide à seuil : approche expérimentale* Congrès Français de Mécanique (août 2007).
- [B9] X. Chateau, K. Luu Trung, F. Mahaut, G. Ovarlez, *Suspensions of noncolloidal particles in yield stress fluids: micromechanical and experimental approaches*, 6th International Conference on Multiphase Flow, ICMF 2007, Leipzig, Allemagne (Juil. 2007).
- [B10] F. Mahaut, G. Ovarlez, N. Roussel, P. Coussot, *Comportement des pâtes granulaires en régime solide : Influence de l'inclusion de particules rigides non-colloïdales sur le comportement d'un fluide à seuil*, Journées des sciences pour l'ingénieur, Marne la Vallée, Décembre 2006
- [B11] S. Rodts, P. Moucheront, F. Bertrand, Ph. Poullain, A. Ragouilliaux, F. Mahaut, S. Jarny, F. Murzyn, A. Fall, G. Koval Jr, G. Ovarlez, F. Chevoir, Ph. Coussot, *IRM appliquée à la mécanique des fluides et à la rhéologie des milieux complexes*, Journées des sciences pour l'ingénieur, Marne la Vallée, Décembre 2006
- [B12] N. Roussel, G. Ovarlez, *A physical model for the prediction of lateral stress exerted by self-compacting concrete on formwork*, Advances in Concrete through Science and Engineering, 11-13 september, 2006, Quebec City, Canada. RILEM proceedings PRO51
- [B13] N. Roussel, G. Ovarlez, *A physical model for the prediction of pressure profiles in a formwork*, SCC2005 Combining the Second North American Conference on the Design and Use of Self-Consolidating Concrete and the Fourth International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete, October 30-November 2, Chicago, Illinois
- [B14] G. Ovarlez, E. Clément, *Rhéologie d'un matériau granulaire confiné dans une colonne*, Congrès Français de Mécanique (sept. 2003).
- [B15] E. Kolb, G. Ovarlez, P. Sausse, E. Clément, *Rheology of a granular column*, dans "The Granular state", MRS Proceedings Volume 627, BB3.8, Eds S. Sen, M. Hunt, Material Research Society spring meeting, San Francisco, avril 2000.

C. Actes sans comité de lecture

- [C1] A. Fall, A. Lemaître, D. Bonn, G. Ovarlez, *Shear thickening and migration in granular suspensions*, compte rendu du 45^e congrès du Groupe Français de Rhéologie, Lyon, Novembre 2010.
- [C2] J. Boujlel, G. Ovarlez, P. Coussot, *Etude du comportement d'un fluide à seuil le long d'une surface solide*, compte rendu du 45^e congrès du Groupe Français de Rhéologie, Lyon, Novembre 2010.
- [C3] T.S. Vu, G. Ovarlez, X. Chateau, *Comportement rhéologique de suspensions polydisperses de particules dans des fluides à seuil*, compte rendu du 44^e congrès du Groupe Français de Rhéologie, Strasbourg, Novembre 2009.
- [C4] Q. Barral, X. Chateau, P. Coussot, G. Ovarlez, *Rhéométrie tridimensionnelle : application aux fluides à seuil*, compte rendu du 44^e congrès du Groupe Français de Rhéologie, Strasbourg, Novembre 2009.
- [C5] G. Ovarlez, X. Chateau, N. Roussel, *Influence of the Shear Stress Applied during Flow Stoppage and Rest on the Mechanical Properties of Thixotropic Suspensions*, compte rendu du 43^e congrès du Groupe Français de Rhéologie, octobre 2008.
- [C6] F. Mahaut, S. Mokéddem, F. Bertrand, P. Coussot, N. Roussel, X. Chateau, G. Ovarlez, *Suspensions Of Noncolloidal Particles In Yield Stress Fluids: Experimental And Micromechanical Approaches*, compte rendu du 43^e congrès du Groupe Français de Rhéologie, octobre 2008.
- [C7] G. Ovarlez, X. Chateau, N. Roussel, *Influence of the shear stress applied during the flow stoppage and the rest on the mechanical properties of thixotropic suspensions*, Actes du XVth International Congress on Rheology, Monterey, USA, août 2008.
- [C8] P. Coussot, A. Ragouilliaux, G. Ovarlez, B. Herzhaft, *Transition from a simple yield stress fluid to a thixotropic material*, International Conference on Rheology, Monterey, 2008
- [C9] F. Mahaut, X. Chateau, K.L. Trung, P. Coussot, G. Ovarlez, *Suspensions of noncolloidal particles in yield stress fluids: experimental and micromechanical approaches*, International Conference on Rheology, Monterey, 2008
- [C10] A. Ragouilliaux, B. Herzhaft, G. Ovarlez, P. Coussot, *Characterization of aging and yielding for a thixotropic system as a function of concentration and using MRI velocimetry*, International Conference on Rheology, Monterey, 2008
- [C11] X. Chateau, F. Mahaut, G. Ovarlez, *Rheological properties of suspensions of noncolloidal particles in yield stress fluids*. In 22th International Congress of Theoretical and Applied Mechanics, Adelaide, Australia, août 2008.
- [C12] G. Ovarlez, S. Rodts, F. Bertrand, *Jamming and flows of dense noncolloidal suspensions*, 7th EUROMECH Fluid Mechanics Conference, Manchester (Royaume Uni), septembre 2008.
- [C13] G. Ovarlez, N. Roussel, P. Coussot, *Liquid/solid transition and aging of thixotropic materials: temperature and concentration dependence – Application to concrete mix-design*, compte rendu du 42^e congrès du Groupe Français de Rhéologie, octobre 2007.
- [C14] N. Roussel, G. Ovarlez, P. Coussot, *Thixotropie des bétons modernes : modélisation et application*, compte rendu du 42^e congrès du Groupe Français de Rhéologie, octobre 2007.
- [C15] G. Ovarlez, F. Bertrand, S. Rodts, *Écoulements de suspensions concentrées : détermination locale de la loi de comportement*, compte rendu du 41^e congrès du Groupe Français de Rhéologie, octobre 2006.
- [C16] F. Mahaut, G. Ovarlez, N. Roussel, P. Coussot, *Comportement des pâtes granulaires en régime solide : Influence de l'inclusion de particules rigides non-colloïdales sur le*

- comportement d'un fluide à seuil*, compte rendu du 41^e congrès du Groupe Français de Rhéologie, octobre 2006.
- [C17] A. Fall, N. Huang, F. Bertrand, G. Ovarlez, D. Bonn, *Rhéophysique des suspensions concentrées: Mécanisme du rhéoépaississement*, compte rendu du 41^e congrès du Groupe Français de Rhéologie, octobre 2006.
- [C18] D. Pham Van Bang, F. Bertrand, G. Ovarlez *Approche expérimentale par IRM et numérique par EF de la sédimentation et de la consolidation des vases*, compte rendu du 41^e congrès du Groupe Français de Rhéologie, octobre 2006.
- [C19] A. Ragouilliaux, B. Herzhaft, N. Bonn, G. Ovarlez, F. Bertrand, P. Coussot, *Comportement rhéologique de systèmes émulsion inverse/argile organophile. Caractérisation par vélocimétrie IRM et compression uniaxiale sous microscope à contraste de phase*, compte rendu du 4^e congrès mondial de l'émulsion, octobre 2006.
- [C20] D. Pham Van Bang, E. Lefrançois, G. Ovarlez, F. Bertrand, *MRI experimental and 1d FE-fct numerical investigation of the sedimentation and consolidation*, 7th International Conference on Hydroinformatics, HIC 2006, Nice, France
- [C21] G. Ovarlez, N. Roussel, *Influence de la thixotropie sur les contraintes exercées par un matériau à seuil sur une paroi: application aux Bétons AutoPlaçants*, compte rendu du 40^e congrès du Groupe Français de Rhéologie, octobre 2005
- [C22] G. Ovarlez, F. Bertrand, S. Rodts, *Mesures locales des propriétés d'écoulement d'une suspension concentrée : apport de l'IRM*, Colloque « Microstructure et Propriétés des Matériaux », ENPC, 17 et 18 mars 2005.
- [C23] G. Ovarlez, N. Huang, F. Bertrand, S. Rodts, P. Coussot, D. Bonn, *Écoulement de suspensions concentrées*, dans « Rhéologie Et Interfaces », compte rendu du 39^e colloque du Groupe Français de Rhéologie, Mulhouse (2004).
- [C24] G. Ovarlez, E. Clément, *Résistance à l'écoulement d'un matériau granulaire confiné dans une colonne : effet des parois*, dans « Rhéologie Et Interfaces », compte rendu du 39^e colloque du Groupe Français de Rhéologie, Mulhouse (2004).
- [C25] G. Caballero, A. Lindner, G. Ovarlez, G. Reydellet, J. Lanuza, et E. Clément, *Experiments in randomly agitated granular assemblies close to the jamming transition*, Compte rendu de conférence de « Unifying concepts in granular media and glasses », Capri (2003).
- [C26] R.R. Hartley, R.P. Behringer, E. Kolb, G. Ovarlez, et E. Clément, *Force Chains in a Granular Piston*, dans « Bulletin of the APS, 45 » (2000), Division of Fluid Dynamics Meeting 2000, Washington DC, novembre 2000.
- [C27] G. Ovarlez, E. Kolb, P. Sausse, E. Clément, *Résistance mécanique et rhéologie d'un milieu granulaire confiné*, dans « Physique et mécanique des matériaux granulaires » p 205, Actes des journées scientifiques du LCPC, 5-7 septembre 2000.1
- [C28] E. Clément, O. Deligny, G. Ovarlez, L. Vanel, D.W. Howell, J. Geng, R.P. Behringer, *Equilibres statiques d'une assemblée granulaire : du tas de sable à la colonne de grains*, dans « Physique et mécanique des matériaux granulaires » p 151, Actes des journées scientifiques du LCPC, 5-7 septembre 2000.
- [C29] I. Antoniadis, G. Ovarlez, *An introduction to perturbative and non perturbative string theory*, dans « Flavour and gauge hierarchies », Cargèse, août 1998 ; et dans Journal of High Energy Physics, PRHEP-corfu98/013, Corfu, septembre 1998. <http://arxiv.org/abs/hep-th/9906108>

D. Exposés invités

- [D1] Mise en œuvre des matériaux cimentaires et argileux : de l'état pâteux à l'état liquide, exposé invité au 8^e Festival des Architectures de terre "Grains d'Isère 2010", Villefontaine, mai 2010.

- [D2] Yield stress in pastes: a macroscopic study, exposé invité au Workshop on Physics of Amorphous Solids: Mechanical Properties and Plasticity, Les Houches, Mars 2010
- [D3] Suspensions de particules dans des fluides à seuil, exposé invité aux Journées des Jeunes Rhéologues, Vichy, Mars 2010.
- [D4] Rhéologie locale des suspensions concentrées, exposé invité au Groupe de recherche MEPHY, novembre 2009.
- [D5] Transition liquide-solide dans les suspensions concentrées, exposé invité au Premier Colloque du programme Blanc de l'ANR, Paris, Février 2009.
- [D6] Rhéologie et IRM, exposé invité à « 10 ans d'IRM pour le Génie Civil », Ecole des Ponts ParisTech, Janvier 2009.
- [D7] Jamming and flows of dense suspensions, exposé invité au workshop "Shear-induced organization in dense, granular or colloidal suspensions", ESPCI Paris, janvier 2008
- [D8] Jamming and flows of dense suspensions, exposé invité à l'Ecole thématique « Flow in Glassy systems », Les Houches, février 2007

E. Séminaires invités

- [E1] Suspensions of particles and bubbles in yield stress fluids: rheological behavior and heterogeneities, séminaire invité chez Lafarge Centre de Recherche (Lyon), juin 2010.
- [E2] Dense suspensions rheology: interplay between behavior and heterogeneities, séminaire invité au laboratoire PPMD (ESPCI, Paris), mai 2010
- [E3] Suspensions of particles and bubbles in yield stress fluids: rheological behavior and heterogeneities, séminaire invité chez Saint Gobain Recherche (Aubervilliers), janvier 2010
- [E4] Rhéologie des pâtes granulaires, séminaire invité au Laboratoire de Physique de la Matière Condensée, Université de Nice, novembre 2009.
- [E5] Rhéologie des pâtes granulaires, séminaire invité à l'Institut Jean Le Rond d'Alembert, Université Paris VI, avril 2009.
- [E6] Yielding and flows of dense suspensions, séminaire invité à l'IUSTI Marseille, novembre 2008
- [E7] Yielding and flows of dense suspensions, séminaire invité au laboratoire PMMH, ESPCI Paris, octobre 2008
- [E8] Yielding and flows of dense suspensions, séminaire invité au workshop "Rheology of pastes and powder", Saint-Gobain Recherche, avril 2008
- [E9] Jamming and flows of dense suspensions, séminaire invité au Laboratoire du Futur (CNRS-Rhodia), Bordeaux, décembre 2006
- [E10] Local measurements of the flow properties of a dense suspension of noncolloidal particles, séminaire invité au Levich Institute, City College of New-York, octobre 2006.
- [E11] Propriétés mécaniques et rhéologiques d'un matériau granulaire confiné, séminaire invité au Laboratoire de Physique de la Matière Condensée (LPMC), Nice mai 2004
- [E12] Propriétés mécaniques et rhéologiques d'un matériau granulaire confiné, séminaire invité au Centre de Recherches Paul Pascal (CRPP), Bordeaux avril 2004
- [E13] Propriétés mécaniques et rhéologiques d'un matériau granulaire confiné, séminaire invité au Laboratoire de Physique des Matériaux Divisés et des Interfaces (LPMDI), Marne la Vallée, mai 2003.
- [E14] Propriétés mécaniques et rhéologiques d'un matériau granulaire confiné, séminaire invité au Laboratoire des Verres (LDV), Montpellier, mars 2003.
- [E15] Rhéologie d'un matériau granulaire confiné : effet de l'humidité et du vieillissement sur le blocage, GDR Pâtes et Poudres, Fréjus, mars 2003.

- [E16] Propriétés mécaniques et rhéologiques d'un matériau granulaire confiné, séminaire invité au Centre de Physique Moléculaire Optique et Hertzienne (CPMOH), Bordeaux, décembre 2002.
- [E17] Propriétés mécaniques et rhéologiques d'un matériau granulaire confiné, séminaire invité au Laboratoire des Matériaux et Structures du Génie Civil (LMSGC), Champs sur Marne, octobre 2002.

F. Communications en conférence (ne sont mentionnées que celles dont j'étais l'orateur)

- [F1] G. Ovarlez, *Migration dans les suspensions concentrées*, colloque Granulaires Immergés et Suspensions en écoulement (GISEC 06), Nice, Novembre 2010.
- [F2] G. Ovarlez, A. Fall, A. Lemaître, D. Bonn, *Shear thickening and migration in granular suspensions*, 45^e congrès du Groupe Français de Rhéologie, Lyon, Novembre 2010.
- [F3] G. Ovarlez, Q. Barral, P. Coussot, *Three-dimensional flows of yield stress fluids*, 6th Annual European Rheology Conference, Göteborg, Suède, avril 2010.
- [F4] G. Ovarlez, Q. Barral, P. Coussot, *3D flows of yield stress fluids*, British Society of Rheology - Midwinter Meeting 2009 "The flow of soft matter", Edimbourg, U nited Kingdom, Décembre 2009.
- [F5] G. Ovarlez, F. Mahaut, T.S. Vu, X. Chateau, *Suspensions of noncolloidal particles in yield stress fluids: experimental and micromechanical approaches*, Workshop "Viscoplastic Fluids: From Theory to Application", Limassol, Chypre, Novembre 2009.
- [F6] G. Ovarlez, Q. Barral, P. Coussot, *3D flows of yield stress fluids*, Workshop "Viscoplastic Fluids: From Theory to Application", Limassol, Chypre, Novembre 2009.
- [F7] G. Ovarlez, F. Mahaut, M. Kogan, O. Pitois, X. Chateau, *Suspensions of particles and bubbles in yield stress fluids*, 5th Annual European Rheology Conference, Cardiff, United Kingdom, Avril 2009.
- [F8] F. Mahaut, S. Mokéddem, X. Chateau, N. Roussel, G. Ovarlez, *Effect of large particle volume fraction on the yield stress of SCC. SCC 2008: Challenges and Barriers to Application*, The Third North American Conference on the Design and Use of Self-Consolidating Concrete, Chicago, USA, novembre 2008.
- [F9] G. Ovarlez, S. Rodts, F. Bertrand, *Jamming and flows of dense noncolloidal suspensions*, 7th EUROMECH Fluid Mechanics Conference, Manchester (Royaume Uni), septembre 2008.
- [F10] G. Ovarlez, X. Chateau, N. Roussel, *Influence of the shear stress applied during the flow stoppage and the rest on the mechanical properties of thixotropic suspensions*, Actes du XVth International Congress on Rheology, Monterey, USA, août 2008.
- [F11] G. Ovarlez, *Rhéophysique des suspensions concentrées*, GdR MeGe, La Rochelle, juin 2008.
- [F12] G. Ovarlez, N. Roussel, P. Coussot, *Liquid/solid transition and aging of thixotropic materials: temperature and concentration dependence – Application to concrete mix-design*, 42e congrès du Groupe Français de Rhéologie, octobre 2007.
- [F13] G. Ovarlez, N. Roussel, *Structuration rate of fresh SCC : Influence of the state of shear during rest*, 5th International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete SCC 2007, Gand, Belgique (sept. 2007).
- [F14] G. Ovarlez, F. Bertrand, S. Rodts, *Local measurements of the constitutive law of a concentrated noncolloidal suspension through MRI*, The Society of Rheology 78th Annual Meeting October 8-12, 2006 - Portland, Maine

- [F15] G. Ovarlez, F. Mahaut, N. Roussel, P. Coussot, *Elastic modulus and yield stress of suspensions of noncolloidal particles in yield stress fluids*, The Society of Rheology 78th Annual Meeting October 8-12, 2006 - Portland, Maine
- [F16] G. Ovarlez, F. Bertrand, S. Rodts, *Écoulements de suspensions concentrées : détermination locale de la loi de comportement*, congrès du Groupe Français de Rhéologie, octobre 2006.
- [F17] G. Ovarlez et N. Roussel, *Influence de la thixotropie sur les contraintes exercées par un matériau à seuil sur une paroi: application aux Bétons AutoPlaçants*, congrès du Groupe Français de Rhéologie, octobre 2005
- [F18] G. Ovarlez, F. Bertrand, S. Rodts, *Local flow properties of a dense suspension of non-colloidal particles: MRI measurements*, AERC 2005 2nd Annual European Rheology Conference April 2005, Grenoble.
- [F19] G. Ovarlez, F. Bertrand, S. Rodts, *Mesures locales des propriétés d'écoulement d'une suspension concentrée : apport de l'IRM*, Colloque « Microstructure et Propriétés des Matériaux », ENPC, 17 et 18 mars 2005.
- [F20] G. Ovarlez, N. Huang, F. Bertrand, S. Rodts, P. Coussot, D. Bonn, *Écoulement de suspensions concentrées*, « Rhéologie Et Interfaces », 39^e colloque du Groupe Français de Rhéologie, Mulhouse (2004).
- [F21] G. Ovarlez, E. Clément, *Résistance à l'écoulement d'un matériau granulaire confiné dans une colonne : effet des parois*, « Rhéologie Et Interfaces », 39^e colloque du Groupe Français de Rhéologie, Mulhouse (2004).
- [F22] G. Ovarlez, E. Clément, *Rhéologie d'un matériau granulaire confiné dans une colonne*, Congrès Français de Mécanique, Nice, septembre 2003.
- [F23] G. Ovarlez, E. Clément, *Influence de l'humidité sur la rhéologie d'un milieu granulaire confiné*, Congrès général de la Société Française de Physique, Strasbourg, août 2001.
- [F24] G. Ovarlez, E. Clément, *Résistance mécanique et rhéologie d'un milieu granulaire confiné*, à « Structure et dynamique des systèmes désordonnés », 18-19 janvier 2001, Montpellier.
- [F25] G. Ovarlez, E. Kolb, E. Clément, *Résistance mécanique et rhéologie d'un milieu granulaire confiné*, « Colloque Physique et mécanique des matériaux granulaires », École National des Ponts et Chaussées, Marne la Vallée, Septembre 2000.

G. Exposés en workshop

- [G1] Critère de plasticité et loi de comportement en écoulement : aspects tridimensionnels, GDR Mousses, Paris, octobre 2009.
- [G2] Shear-banding dans les mousses : apport de l'IRM, GDR Mousses, Paris, octobre 2009.
- [G3] Écoulements de suspensions concentrées : détermination locale de la loi de comportement, Communication au Groupe de Recherche midi (20 février 2006)
- [G4] Chute de pression sur les parois des coffrages : un effet de la thixotropie des bétons autoplaçants, Ecole thématique CNRS-ATILH « Physique, chimie et mécanique des matériaux cimentaires », septembre 2005.
- [G5] Influence de l'humidité sur les propriétés dynamiques d'un milieu granulaire confiné, GDR Midi du 9 janvier 2004
- [G6] Influence de l'humidité sur les propriétés statiques d'un milieu granulaire confiné, GDR Midi du 9 janvier 2004
- [G7] Vieillissement d'un matériau granulaire confiné, à « Vieillissement et matière désordonnée », Carry-le-Rouet, juin 2001.

- [G8] Influence de l'humidité sur la rhéologie d'un milieu granulaire confiné, GDR Milieux Divisés, École Supérieure de Physique et Chimie Industrielles de Paris, décembre 2000.
- [G9] Processus et phénoménologie avec dilaton et graviton dans la physique des dimensions supplémentaires, Groupe de recherche sur les dimensions supplémentaires, SPhT Saclay, mai 1999.
- [G10] Discussion sur les contraintes astrophysiques et cosmologiques, au Groupe de recherche sur les dimensions supplémentaires, LPTHE Orsay, juin 1999.

H. chapitres d'ouvrages

- [H1] *Rheometric techniques*, G. Ovarlez, in « Rheology of cement and concrete », édité par N. Roussel, à paraître en 2011 (Woodhead Publishing, Cambridge).
- [H2] *Fluides à Seuil*, G. Ovarlez, in « Rhéométrie », ouvrage collectif du GFR, à paraître en 2012 (EDP Sciences, Paris)
- [H3] *Systèmes évolutifs*, A. Ponton, G. Ovarlez, in « Rhéométrie », ouvrage collectif du GFR, à paraître en 2012 (EDP Sciences, Paris)
- [H4] *Méthodes complémentaires d'analyse*, E. Peuvrel-Disdier, F. Pignon, S. Manneville, S. Rodts, G. Ovarlez, in « Rhéométrie », ouvrage collectif du GFR, à paraître en 2012 (EDP Sciences, Paris)
- [H5] *Influence de l'inclusion de particules rigides non-colloïdales dans un fluide à seuil : du fluide modèle aux bétons*, F. Mahaut, X. Chateau, P. Coussot, N. Roussel, G. Ovarlez, in « Ecoulement et mise en œuvre des bétons », coordonné par N. Roussel, Collection ERLPC, Paris, France, LCPC (2008).
- [H6] *Transition liquide/solide réversible dans les suspensions colloïdales et les matériaux cimentaires*, G. Ovarlez, N. Roussel, P. Coussot, in « Ecoulement et mise en œuvre des bétons », coordonné par N. Roussel, Collection ERLPC, Paris, France, LCPC (2008).
- [H7] *Thixotropie et mise en œuvre des bétons*, N. Roussel, G. Ovarlez, S. Amziane, in « Ecoulement et mise en œuvre des bétons », coordonné par N. Roussel, Collection ERLPC, Paris, France, LCPC (2008).

I. Divers

- [I1] Vulgarisation : « La Pierre Liquide » : des puits de potentiel au chantier, La Recherche, Novembre 2007.