HAL open science

Méthodes d'analyse inverse des données d'écoulement de compression de fluides complexes homogènes

Patrice Estellé

To cite this version:

Patrice Estellé. Méthodes d'analyse inverse des données d'écoulement de compression de fluides complexes homogènes. Génie mécanique [physics.class-ph]. INSA de Rennes, 2004. Français. NNT : . tel-00642094

HAL Id: tel-00642094

https://theses.hal.science/tel-00642094v1

Submitted on 17 Nov 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.

N° d'ordre : D 04 - 17

THESE

présentée devant

L'INSTITUT NATIONAL DES SCIENCES APPLIQUÉES DE RENNES

en vue de l'obtention du titre de

DOCTEUR

en

GÉNIE MÉCANIQUE

par

Patrice ESTELLÉ

MÉTHODES D'ANALYSE INVERSE DES DONNÉES D'ÉCOULEMENT DE COMPRESSION DE FLUIDES COMPLEXES HOMOGÈNES

Membres du jury :

J-F. TASSIN, Professeur à l'Université du Maine	Rapporteur
C. MICHON, Maître de Conférences HDR à l'ENSIA Massy	Rapporteur
C. SERVAIS, Chef de Groupe au Centre de Recherche Nestlé	Examinateur
A.S. BURBIDGE, Chef de Groupe au Centre de Recherche Nestlé	Examinateur
C. WIELGOSZ, Professeur à l'Université de Nantes	Examinateur
C. LANOS, Professeur à l'Université de Rennes	Directeur de thèse
Y. MÉLINGE, Maître de Conférences à l'INSA de Rennes	Invité

Avant-propos

Ce travail est l'aboutissement d'une collaboration entre le Centre de Recherche Nestlé (NRC, Lausanne) qui a financé cette étude et l'Equipe Matériaux du Laboratoire de Génie Civil et de Génie Mécanique de l'Insa de Rennes (LGCGM – EA 3913).

Je tiens à remercier tout particulièrement Mr Christophe Lanos, Professeur à l'IUT de Rennes, pour m'avoir accueilli au sein de son équipe, et pour avoir assurer la direction de cette thèse. Qu'il soit assuré de ma sincère gratitude pour ses précieux conseils, sa confiance, l'enrichissement scientifique et humain de son contact et pour son entière disponibilité au cours de ces trois années.

Mes sincères remerciements s'adressent également à Mr Colin Servais, Chef de Groupe au Centre de Recherche Nestlé, à qui revient l'initiative de ce projet. Je tiens à lui exprimer ma reconnaissance pour la confiance et la liberté qu'il m'a accordé dans la réalisation de cette étude, pour sa collaboration active dans le déroulement de ce projet et pour m'avoir fait partager son savoir-faire et son expérience industrielle, en me permettant notamment de réaliser une partie de mes recherches au sein de son équipe au Centre de Recherche Nestlé.

Je suis très reconnaissant envers Mme Michon (Maître de Conférences HDR à l'ENSIA – Massy) et Mr Tassin (Professeur à l'Université du Maine) de m'avoir fait l'honneur d'être membres de mon jury et pour tout l'intérêt qu'ils ont porté à ce mémoire en acceptant d'en être rapporteurs. Je tiens également à remercier Mr Wielgosz (Professeur à l'Université de Nantes) pour m'avoir fait l'honneur de présider mon jury.

J'exprime ma profonde reconnaissance à Mr Adam S Burbidge, Chef de Groupe au Centre de Recherche Nestlé, pour l'accueil et la disponibilité dont il a fait preuve lors de mes déplacements à Lausanne, et qui malgré ses nombreuses responsabilités, m'a fait l'honneur d'être membre de mon jury.

J'adresse également mes remerciements à Mr Yannick Mélinge, Maître de Conférences à l'Insa de Rennes, pour sa collaboration dans le développement expérimental de ce travail, et pour avoir accepté d'être membre de mon jury.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude et reconnaissance à mon épouse, Sarah, pour son précieux soutien tout au long de ces trois années.

Pour finir, je tiens à remercier tous mes collègues du laboratoire qui m'ont apporté leur aide et leur soutien, et qui ont contribué, chacun à leur manière, à l'aboutissement de ce projet.

A Sarah,
Nos enfants Lorna et Mathis,
Mes parents et ma sœur.

SOMMAIRE

Liste des symboles.

Introduction générale. **1**

Chapitre 1 – Introduction. **4**

1.1 Cadre de l'étude. **4**

1.2 Description de l'essai. **8**
1.2.1 Géométrie de l'écoulement. 8
1.2.2 Notation des paramètres. 9
1.2.3 Influence de la méthode d'exploitation de l'essai. 9
1.2.4 Condition aux limites en périphérie. 11

1.3 Données bibliographiques. **12**
1.3.1 Introduction. 12
1.3.2 Historique. 13
1.3.3 Paradoxe lié à la théorie de la lubrification. 14
1.3.4 Modèles de Bingham enrichis. 15
1.3.5 Méthode variationnelle. 16
1.3.6 Calcul de l'effort de compression : influence du comportement du fluide et des conditions d'écoulement aux plateaux. 17
1.3.7 Variantes de la géométrie d'essai. 19
1.3.8 Ecoulement de compression et rhéologie. 19
1.3.9 Méthode inverse. 20
1.3.10 Conclusions. 21

1.4 Objectifs de l'étude. **21**

Chapitre 2 - Principe de l'analyse de l'écoulement de compression. **23**

2.1 Champ de taux de déformation et champ de contrainte. **23**

2.2 Paramètres globaux. **25**

2.3 Traitement associé à un écoulement non viscosimétrique. **26**
2.3.1 Introduction. 26
2.3.2 Ecriture de la loi de comportement. 26
2.3.3 Méthode d'identification d'une loi de comportement : approche énergétique. 28
2.3.4 Combinaison linéaire. 31

2.4 Equations régissant l'écoulement de compression. **34**
2.4.1 Convention et équations de conservation. 34
2.4.2 Synthèse. 36

Chapitre 3 - Solutions de l'effort engendré par l'écoulement de compression de fluides viscoplastiques. 38

3.1 Introduction. 38

3.2 Cas du fluide visqueux newtonien. 38
3.2.1 Loi de comportement. 38
3.2.2 Solution de l'écoulement adhérent d'un fluide visqueux newtonien. 39
3.2.2.1 Champ de vitesses de l'écoulement. 39
3.2.2.2 Champs de contrainte et de pression. 39
3.2.2.3 Calcul de l'effort de compression. 40
3.2.2.4 Calcul du taux de déformation moyen d'un fluide visqueux newtonien adhérent. 42
3.2.3 Solution de l'écoulement parfaitement glissant d'un fluide visqueux newtonien. 42
3.2.3.1 Champ des vitesses et effort de compression. 42
3.2.3.2 Calcul du taux de déformation moyen d'un fluide visqueux newtonien parfaitement glissant. 43

3.3 Cas du fluide plastique parfait. 44
3.3.1 Introduction. 44
3.3.2 Critère de Von Mises. 44
3.3.3 Loi de comportement. 44
3.3.4 Conditions limites au paroi. 44
3.3.5 Champ des vitesses et des contraintes. 45
3.3.6 Méthode d'équilibre global. 45
3.3.7 Calcul de l'effort de compression. 47
3.3.8 Influence des conditions de bord. 49
3.3.9 Calcul du taux de déformation moyen d'un fluide plastique. 50

3.4 Cas du fluide de Bingham. 52
3.4.1 Introduction. 52
3.4.2 Remarques préliminaires et loi de comportement. 52
3.4.3 Modèle bi-zone à frontière plane. 54
3.4.4 Champ des vitesses. 54
3.4.5 Détermination du champ de vitesses d'écoulement le plus réaliste : application du principe variationnel. 55
3.4.6 Calcul de l'effort de compression. 57
3.4.7 Calcul du taux de déformation moyen d'un fluide de Bingham adhérent. 61
3.4.8 Solution de l'écoulement de compression d'un fluide de Bingham parfaitement glissant. 62
3.4.9 Calcul du taux de déformation moyen d'un fluide de Bingham parfaitement glissant. 63

3.5 Synthèse des solutions de l'écoulement de compression de fluides viscoplastiques. 64
3.5.1 Fluide visqueux newtonien. 64
3.5.2 Fluide visqueux en loi puissance. 65
3.5.3 Fluide plastique parfait. 66
3.5.4 Fluide de Bingham. 67

3.5.5 Fluide d'Herschel-Bulkley. 68

3.6 Frettage : notion et modélisation. 69

3.7 Conclusions du chapitre. 72

Chapitre 4 - Courbe d'écoulement équivalente d'un fluide viscoplastique adhérent. 73

4.1 Introduction. 73

4.2 Algorithme de calcul. 73
4.2.1 Principe. 73
4.2.2 Détail de la procédure de l'algorithme de calcul. 74
4.2.3 Synthèse. 78

4.3 Restitution des résultats. 78
4.3.1 Traitement numérique. 78
4.3.2 Exploitation graphique. 79

4.4 Validation de l'outil d'analyse de l'écoulement de compression adhérent de fluides viscoplastiques. 81
4.4.1 Validation dans le cas d'écoulements simulés. 81
4.4.1.1 Paramètres de simulation. 82
4.4.1.2 Résultats des simulations. 83
4.4.2 Influence du bruit sur l'algorithme de calcul. 86
4.4.2.1 Cas du fluide visqueux newtonien. 86
4.4.2.2 Cas du fluide plastique parfait. 87
4.4.2.3 Cas du fluide de Bingham. 88
4.4.2.4 Cas du fluide en loi puissance. 89
4.4.2.5 Conclusions. 90
4.4.3 Influence du paramètre de frettage. 92

4.5 Conclusions. 95

Chapitre 5 - Ecoulement de compression de fluides viscoplastiques glissants avec frottement. 97

5.1 Introduction. 97

5.2 Visualisation d'écoulements et identification d'une zone de glissement. 98
5.2.1 Essais de visualisation. 98
5.2.2 Modèle d'écoulement partiellement glissant. 100
5.2.3 Incidence du frottement et unicité de la surface caratéristique. 101

5.3 Choix d'une loi de frottement. 103

5.4 Solution de l'écoulement de compression partiellement glissant avec frottement d'un fluide de Bingham. 105
5.4.1 Principe et hypothèses de construction. 105
5.4.2 Rappel du champ de vitesses et du gradient de pression dans la zone adhérente. 106
5.4.3 Calcul du champ de vitesses cinématiquement admissible dans la zone glissante. 107
5.4.3.1 Etude de la zone glissante cisaillée. 107
5.4.3.2 Etude de la zone en écoulement élongationnel. 108
5.4.3.3 Détermination du champ des vitesses cinématiquement admissible dans la zone en écoulement glissant avec frottement. 109
5.4.3.4 Détermination de l'expression du rayon de glissement R_g. 112
5.4.3.4.1 Continuité des contraintes entre les deux régimes d'écoulement. 112
5.4.3.4.2 Continuité de la relation liée au calcul de minimisation de la fonctionnelle dans la zone adhérente. 113
5.4.4 Calcul de l'effort de compression associé à l'écoulement. 115
5.4.4.1 Gradient et champ de pression dans la zone glissante. 115
5.4.4.2 Champ de pression dans la zone adhérente. 118
5.4.4.3 Champ des contraintes déviatoriques. 119
5.4.4.4 Effort de compression. 121
5.4.4.5 Solution complète de l'effort de compression. 122

5.5 Développement de l'algorithme de calcul dédié à l'écoulement de compression de fluides viscoplastiques glissants avec frottement. 125
5.5.1 Introduction. 125
5.5.2 Algorithme de calcul. 125
5.5.3 Restitution des résultats. 131
5.5.3.1 Traitement numérique et conditions particulières. 131
5.5.3.1.1 Conditions d'initialisation liées à l'étape préliminaire du calcul itératif. 131
5.5.3.1.2 Conditions de polyvalence du calcul itératif. 132
5.5.3.2 Exploitation graphique. 132
5.5.4 Validation de l'outil d'analyse de l'écoulement de compression de fluides viscoplastiques glissants avec frottement. 132
5.5.4.1 Validation dans le cas d'écoulement simulés. 133
5.5.4.2 Remarques complémentaires. 139

5.5 Conclusions du chapitre. 140

Chapitre 6 - Outil expérimental dédié à l'étude. 141

6.1 De l'analyseur de texture au rhéomètre de compression. 141
6.1.1 Introduction. 141
6.1.2 Description de l'appareil. 141
6.1.3 Etalonnage du système. 143
6.1.3.1 Capteur d'effort. 143
6.1.3.1.1 Principe de fonctionnement. 143

6.1.3.1.2 Etalonnage. 144
6.1.3.2 Déplacement. 145
6.1.3.3 Déformation du bâti de l'appareil. 146
6.1.3.4 Parallélisme des plateaux. 147
6.1.3.5 Régulation thermique des plateaux. 149
6.1.3.5.1 Validation préalable. 151
6.1.3.5.2 Validation en phase de test sur l'analyseur de texture. 152
6.1.4 Conclusions. 153

6.2 Protocole expérimental. 154

Chapitre 7 – Application et complément de validation des outils développés. 157

7.1 Introduction. 157

7.2 Etudes de données expérimentales issues de la bibliographie. 157
7.2.1 Cas d'un écoulement adhérent. 157
7.2.2 Cas d'un écoulement parfaitement glissant. 161

7.3 Etude de données expérimentales de différents fluides viscoplastiques. 165
7.3.1 Domaine d'exploitation des données expérimentales de compression. 165
7.3.2 Définitions des paramètres expérimentaux et des différentes géométries d'essai. 166
7.3.3 Choix d'un pas de calcul optimal. 166
7.3.4 Cas d'une pâte de dentifrice. 167
7.3.5 Cas d'une graisse universelle. 172
7.3.6 Cas d'une suspension de sucre. 175
7.3.6.1 Matériaux. 175
7.3.6.2 Préparation de la suspension. 175
7.3.6.3 Expériences et analyse des résultats. 176

7.4 Conclusions du chapitre. 179

Conclusion générale. 181

Références bibliographiques. 185

Annexes.

Annexe 1 - Justifications de l'unicité du comportement objet d'une surface caractéristique. 193
Annexe 2 - Etude du signal d'effort et de déplacement de l'analyseur de texture. 198
Annexe 3 - Caractéristiques des géométries de cisaillement. 207
Annexe 4 - Analyse granulométrique des particules de sucre. 208

Liste des symboles.

r, θ, z coordonnées cylindriques.

Paramètres de l'écoulement de compression.

V volume total de l'échantillon (m^3).
R rayon des plateaux (m).
h distance entre les plateaux ou hauteur de l'échantillon (m).
$\dot{h}$ vitesse de compression ($m.s^{-1}$).
F effort de compression.
F^* effort réduit de compression, $F^* = -\dfrac{Fh}{\pi R^3}$.
D_e taux de dissipation d'énergie dans le volume total de l'échantillon ($N.m^3.\ s^{-1}$).
Γ potentiel de dissipation (Pa.s).
R_g rayon de glissement (m).

Vitesses ($m.s^{-1}$).

V_r vitesse d'écoulement radiale de la matière.
V_z vitesse d'écoulement axiale de la matière.
V_{rp} vitesse de glissement aux plateaux.
$\overline{V}_{rp}$ vitesse de glissement moyenne aux plateaux.

Déformations (s^{-1}).

D_{ij} tenseur des taux de déformation.
I_2 second invariant du tenseur des taux de déformation.
$\sqrt{\overline{I}_2}$ taux de déformation moyen.
$\dot{\gamma}$ vitesse de déformation moyenne.

Contraintes et pressions (Pa).

$\sigma^{(d)}$ tenseur des contraintes déviatoriques.
$\sigma_{ij}^{(d)}$ élément du tenseur des contraintes déviatoriques.
$\sigma_r^{(d)}$ contrainte radiale déviatorique.
τ_{rz} contrainte de cisaillement déviatorique.
σ_r contrainte radiale totale.
τ_p contrainte de cisaillement aux plateaux.
$\overline{P}$ contrainte normale moyenne aux plateaux, $\overline{P} = -\dfrac{F}{\pi R^2}$.
P tenseur sphérique de pression.
p valeur scalaire de la pression, $P = p\delta_{ij}$.
p_a valeur scalaire de la pression dans la zone adhérente.
p_g valeur scalaire de la pression dans la zone glissante avec frottement.

Paramètres du comportement rhéologique et tribologique.

μ viscosité d'un fluide visqueux newtonien ou viscosité plastique d'un fluide de Bingham (Pa.s).
η consistence (Pa.s^n).
n index d'écoulement du fluide.
K seuil de plasticité ou d'écoulement (Pa).
K_p seuil de friction (Pa).
αK paramètre de frettage (Pa).
$\eta(I_2)$ coefficient liant le tenseur des contraintes et le tenseur des taux de déformation dans l'écriture de la forme générale de la loi de comportement d'un fluide incompressible.

Paramètres spécifiques à l'écoulement d'un fluide de Bingham.

g nombre de Bingham (-), $g = \dfrac{\mu \dot{h} R}{K h^2}$.
β paramètre dont dépend la frontière entre les zones d'écoulement (-).

Introduction générale.

L'optimisation des procédés de mise en forme ou d'extrusion des matériaux, la formulation et le développement de nouveaux produits, ainsi que l'amélioration et le contrôle de qualité des produits existants rend nécessaires la connaissance des propriétés intrinsèques du comportement des différents matériaux et des conditions d'écoulement aux interfaces. Cette identification est généralement envisagée et acquise au moyen d'appareils de rhéométrie conventionnels tels que les viscosimètres à cylindres coaxiaux ou les rhéomètres capillaires. Cependant, dans le cas de fluides très fermes, de structure fragile ou présentant un caractère glissant aux parois, l'exploitation de ce type d'appareils est limitée. C'est pourquoi se sont développées des géométries d'essai alternatives dont fait partie l'écoulement de compression.
Sa mise en œuvre est relativement simple et il permet d'envisager une mise en écoulement pouvant intégrer ou non un glissement éventuel aux parois. D'autre part, les enregistrements d'un essai se faisant en régime non stationnaire, de tel essais sont effectivement riches en informations mais rendent d'autant plus complexe le traitement analytique des données.

De nombreux travaux de recherche et d'expertise réalisés au sein de l'Equipe Matériaux du Laboratoire de Génie Civil et de Génie Mécanique de l'Insa de Rennes repose sur l'utilisation de l'essai de compression. Le produit de ces travaux a permis de développer une méthode générale d'identification de la loi de comportement du fluide testé et de ses paramètres, contribuant ainsi à la généralisation de l'utilisation de cet essai. Du fait des activités du Laboratoire, les fluides plastiques ainsi que les milieux diphasiques pouvant présenter des conditions de ségrégation durant l'écoulement ont été particulièrement étudiés au moyen de l'essai de compression.

C'est dans ce contexte et dans le cadre d'une collaboration entre le Laboratoire de Génie Civil et de Génie Mécanique de l'Insa de Rennes et le Centre de Recherche Nestlé, qui a financé cette étude, qu'il a été décidé de chercher à développer une méthode d'analyse systématique des données d'écoulement de compression de fluides complexes homogènes.

Le **premier chapitre** est destiné à définir le cadre de l'étude et à positionner l'essai de compression face aux essais conventionnels de rhéométrie. L'étude de la géométrie d'écoulement de compression et la synthèse des travaux antérieurs permettent tout particulièrement de définir les bases de ce travail ainsi que les objectifs qui lui sont lié.

Le **deuxième chapitre** est consacré à la méthode d'identification du comportement d'un fluide en écoulement de compression. Cette méthode, basée sur une approche énergétique, met en évidence la relation qu'il existe entre les paramètres réduits caractéristiques de l'écoulement, la loi de comportement et un taux de déformation moyen. Une telle relation permet d'envisager l'évaluation d'un état de déformation et de cisaillement associé du fluide testé à chaque instant de l'essai. Cette même notion de taux de déformation moyen permet également d'approcher la décomposition du comportement d'un fluide quelconque par une combinaison linéaire de comportements fondamentaux. Ce principe est rappelé dans ce chapitre, ainsi que les équations fondamentales nécessaires à l'étude théorique de l'écoulement de compression.

Une application classique des méthodes exploitées lors du traitement analytique de l'écoulement de compression de fluides de comportement donné est développée dans un **troisième chapitre**. Cette étape dresse une synthèse des solutions de l'effort de compression des comportements fondamentaux pour des conditions d'adhérence et de glissement parfait aux plateaux. L'ensemble de ces solutions et des lois de comportement associées conduisent à l'estimation du taux de déformation moyen correspondant. Le cas du fluide de Bingham est abordé de façon plus précise, car ce type de comportement est exploité dans la suite de ce travail pour modéliser l'écoulement d'un fluide quelconque.
La notion de frettage est ensuite introduite, permettant ainsi de proposer une modélisation simple traduisant l'état de contraintes de l'échantillon à l'échappement des plateaux au cours de l'essai.

Dans l'optique d'une analyse systématique des données d'écoulement de compression et de l'identification de l'évolution des paramètres d'un comportement apparent, le **quatrième chapitre** est dédié au développement d'un algorithme de calcul. Un tel outil est dans un premier temps mis en oeuvre dans le cas de fluides viscoplastiques en écoulement adhérent. Pour ce faire, l'écoulement d'un fluide quelconque est assimilé localement à celui d'un fluide de Bingham. L'application d'une méthode inverse d'identification des paramètres constitutifs du modèle de Bingham fournit une courbe d'écoulement équivalente caractéristique du comportement du fluide. Elle permet notamment de donner une évaluation locale systématique de chacun des paramètres du modèle à chaque instant de l'essai en fonction du taux de déformation moyen au sein de l'écoulement. Cette méthode d'analyse de l'écoulement de compression est testée et validée par l'étude de données simulées de compression de différents fluides modèles. La robustesse de l'algorithme de calcul vis à vis des fluctuations des données de compression liées à la présence éventuelle de bruit dans le signal est ensuite étudiée. Notre analyse est finalement appliquée aux données simulées de compression d'un fluide modèle de Bingham avec frettage. Cette étude montre l'influence de ce paramètre sur les résultats et la convergence de l'algorithme de calcul. Pour s'affranchir de la contribution du frettage sur l'évaluation appropriée des paramètres du comportement, une méthode de correction est proposée.

Les conditions d'adhérence n'étant pas toujours respectées, du fait de la nature même des fluides testés ou de la nature des plateaux utilisés, un outil de calcul similaire est développé dans un **cinquième chapitre** pour être appliquer aux écoulements de compression présentant des conditions de glissement avec frottement aux plateaux. Une étude expérimentale préliminaire permet de proposer un modèle spécifique d'écoulement glissant qui présente une partie centrale adhérente aux plateaux et une partie adjacente glissante avec frottement. Comme au chapitre précédent, le modèle de Bingham est ensuite exploité pour étudier localement l'écoulement d'un fluide quelconque. Une forme simple de loi de frottement est également exploitée. Imposer ce type de comportement ainsi que la loi de frottement nous permet de calculer une solution analytique de l'effort de compression pour de telles conditions d'écoulement à l'interface fluide/parois. Ce calcul s'appuie sur la détermination d'un champ de vitesses cinématiquement admissible dans la zone glissante à partir des conditions de continuité entre les zones adhérente et glissante, de la forme de la loi de frottement retenue et des conditions aux limites du problème. Un algorithme de calcul est ensuite développé afin de proposer une identification systématique et simultanée des paramètres du modèle de Bingham et de la loi de frottement à chaque instant de l'essai. Selon un procédé identique au chapitre 4, la robustesse et la polyvalence de cet algorithme de calcul sont finalement testées et validées par l'étude de données simulées de compression pour des conditions d'adhérence, de glissement parfait et de glissement partiel avec frottement aux plateaux.

Le **sixième chapitre** concerne le développement et l'optimisation d'une géométrie d'essai d'écoulement de compression implantée sur un analyseur de texture. Le choix de cet appareil pour réaliser les essais de compression se justifie par son faible coût d'investissement, par une présence plus conséquente dans les laboratoires ou les industries que les presses de grande capacité, et par une prédisposition à la caractérisation de fluides à faible seuil d'écoulement. Une étude complète et critique de cet appareil et de ses performances est ainsi réalisée, et permet de proposer un dispositif expérimental compétitif et un protocole d'essai adapté.

Le **septième chapitre** est consacré à la mise en œuvre des méthodes d'analyse de l'essai développées aux chapitres précédents afin de caractériser différents fluides.
Les outils de calcul sont initialement appliqués aux données de compression issues de la bibliographie et confrontée favorablement aux courbes d'écoulement de cisaillement et de viscosité apparente du fluide correspondant obtenues au moyen d'un rhéomètre traditionnel.
Selon une démarche identique, les données d'écoulement de compression de différents matériaux sont analysées et permettent de compléter la validation de notre étude.

Les conclusions relatives à cette étude, et les différentes perspectives d'évolution de ce travail sont finalement énoncées et discutées à la fin de ce mémoire.

Chapitre 1 – Introduction.

1.1 Cadre de l'étude.

Les techniques conventionnelles de rhéométrie généralement exploitées afin d'identifier le comportement rhéologique de fluides sont :

- Les rhéomètres de type Poiseuille,
- Les rhéomètres à cylindres coaxiaux,
- Les rhéomètres rotatifs cône-plan ou plan-plan.

De tels rhéomètres se caractérisent par des géométries d'échantillon très réduites. L'interprétation des résultats de ces tests reposent sur les propriétés de l'écoulement dit viscosimétrique ou écoulement de cisaillement simple. Ces écoulements sont tels que le long de chaque trajectoire, une particule a une histoire constante des dilatations principales. Pour de tels écoulements, caractérisés par un tenseur des taux de déformation spécifiques (1.1a), le tenseur des contraintes peut s'écrire dans une base appropriée selon la relation (1.1b).

$$D_{ij} = \begin{bmatrix} 0 & \frac{1}{2}\dot{\gamma} & 0 \\ \frac{1}{2}\dot{\gamma} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \tag{1.1a}$$

$$\sigma_{ij} = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & 0 \\ \sigma_{xy} & \sigma_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{zz} \end{bmatrix} \tag{1.1b}$$

L'analyse des données expérimentales de tels écoulements consiste à établir complètement l'état de cisaillement du fluide au moyen de trois fonctions viscosimétriques. Ces fonctions, notées τ, N_1 et N_2, sont décrites respectivement comme la fonction de cisaillement, la première et la deuxième différence des contraintes normales.

$$\sigma_{xy} = \tau(\dot{\gamma}) \tag{1.2}$$

$$\sigma_{xx} - \sigma_{xy} = N_1(\dot{\gamma}) \tag{1.3}$$

$$\sigma_{yy} - \sigma_{zz} = N_2(\dot{\gamma}) \tag{1.4}$$

La représentation des résultats consiste alors à exprimer l'évolution de la contrainte de cisaillement ou de la viscosité apparente associées aux échantillons testés en fonction de la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$, comme décrit par la figure 1.1. De nombreux travaux ou ouvrages traitent des méthodes d'exploitation de ces essais, Couarraze et Grossiord (1986), Macosko (1994) ou Steffe (1996) par exemple. L'analyse est d'autant plus simplifiée que l'écoulement

est contrôlable, c'est à dire que le champ des vitesses est indépendant des fonctions viscosimétriques. L'identification des fonctions N_1 et N_2 n'est généralement pas envisagée.

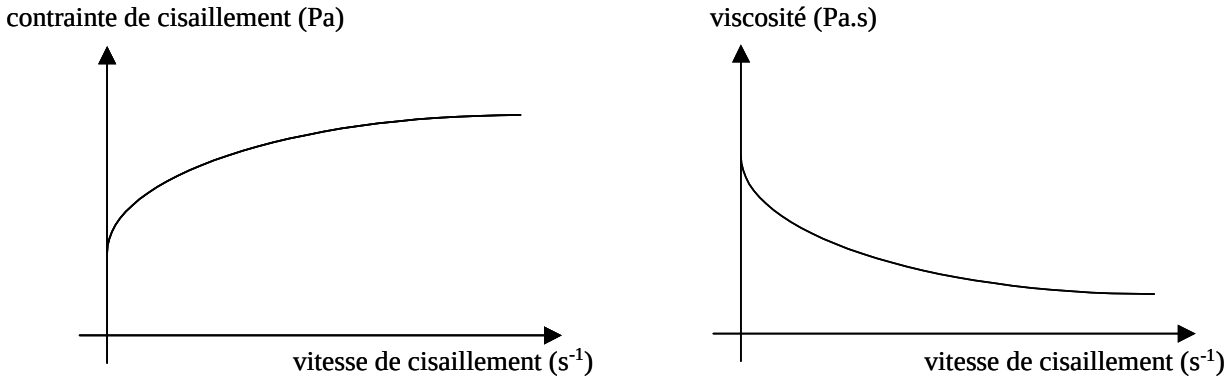


Figure 1.1 : Exemple de courbes d'écoulement $\tau(\dot{\gamma})$ et de viscosité en rhéométrie traditionnelle.

L'utilisation de tels rhéomètres présentent cependant certaines limitations, notamment en présence d'un écoulement glissant (Barnes et Carnali, 1990) ou de suspensions concentrées (Coussot et Ancey, 1999). Dans ce dernier cas, la mise en œuvre des échantillons peut s'avérer impossible ou induire une déstructuration des matériaux avant même le début de l'essai (Servais et al., 2003). De plus, les valeurs de seuil de mise en écoulement de pâtes ou de matériaux très fermes peuvent être très au-delà des capacités de mesure des appareils traditionnels. Dans le but de pouvoir caractériser ces fluides fermes, d'autres types d'appareils de rhéométrie ont été développés. Contrairement au cas des écoulements viscosimétriques au cours desquels les déformations restent homogènes et pour lesquels la valeur de la fonction de cisaillement peut être calculée directement, il devient nécessaire pour ces dernières techniques de faire des hypothèses sur le champ des vitesses.

C'est le cas de la géométrie « vane » ou scissomètre (Dzuy et Boger, 1983). Une ailette, initialement insérée dans le fluide à tester, est mise en rotation en imposant la vitesse ou le couple de rotation. Il est alors possible d'obtenir une relation entre le couple et la contrainte de cisaillement (Alderman et al., 1991). Dans le cas de l'utilisation de cette géométrie en régime oscillant, une relation entre l'angle de rotation et le taux de déformation permet l'étude des propriétés viscoélastiques de certains matériaux (Carozza et al., 2000). La géométrie vane est particulièrement bien adapté à la détermination du seuil d'écoulement des matériaux (Barnes, 2001). Dans cette configuration, les effets de mise en place de l'essai sur l'échantillon sont considérablement réduits, ce qui est très important en présence de fluides dont la structure est fragile.

Une autre technique appelée écoulement de compression, essai de compression simple, ou « squeeze flow » en anglais, et qui fait l'objet de notre étude, suscite un grand intérêt. La mise en œuvre de cet essai est relativement simple et permet d'envisager l'étude rhéologique de fluides présentant un seuil d'écoulement ainsi que l'identification du comportement tribologique que présentent ces matériaux à l'interface fluide/plateaux. Cependant, une telle géométrie d'essai induit un écoulement non homogène qui rend difficile la construction de solutions analytiques de l'écoulement ainsi que l'obtention de courbes d'écoulement. En effet,

cette dernière étape demeure complexe du fait de la variation du taux de déformation au sein même de l'échantillon (Meeten, 2002). C'est pourquoi dans la plupart des études traitant de l'analyse de l'écoulement de compression, les propriétés rhéologiques des matériaux testés sont obtenues en confrontant les résultats expérimentaux aux solutions analytiques connues (Sherwood et Durban, 1996) ou par la construction de solutions approchées de l'écoulement (Kendall, 1987). Une telle analyse n'est possible qu'en présupposant la forme de la loi de comportement. Ces solutions définissent l'effort de compression F appliqué sur le plateau supérieur en fonction des paramètres géométriques de l'écoulement (le rayon des plateaux R, la hauteur de l'échantillon h et la vitesse de compression $\dot{h}$) et des paramètres constitutifs de la loi de comportement. A l'image de la figure 1.2, les résultats d'essais consistent à exprimer l'effort de compression en fonction de la hauteur de l'échantillon ou de l'écartement entre les plateaux, les paramètres généralement enregistrés au cours de l'essai. En vue d'une exploitation systématique de cet essai comme un réel outil de rhéométrie, il est nécessaire de développer des schémas de dépouillement de l'essai permettant d'obtenir des courbes d'écoulement exploitables. Un tel développement doit également permettre de déterminer l'évolution locale des paramètres du comportement et d'appréhender l'étude de matériaux dont la loi de comportement n'est à priori pas connue. Ceci constitue un des objectifs du travail présenté dans ce mémoire, l'étude restant bornée à l'analyse de la première fonction viscosimétrique $\tau(\dot{\gamma})$.

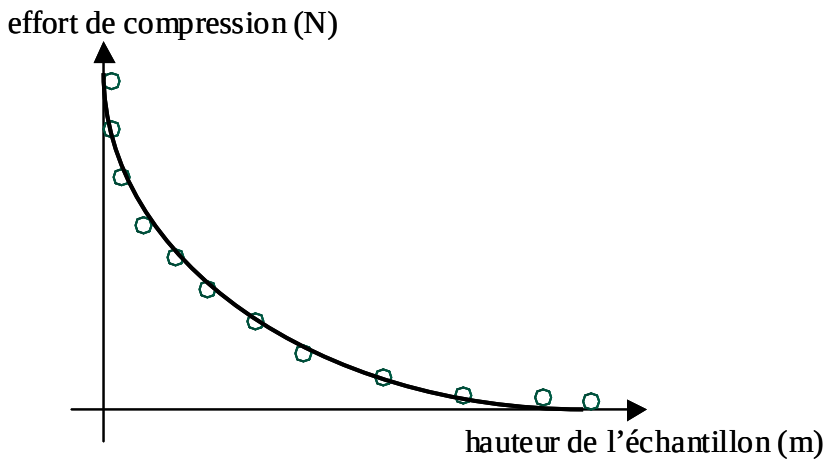


Figure 1.2 : Exemple de résultat d'essai de compression – ajustement d'une solution analytique (trait plein) sur les données expérimentales (symboles ronds).

Le problème majeur en rhéologie, qui fait l'objet de nombreuses recherches, est le phénomène de glissement avec frottement aux parois que peut induire la mise en écoulement d'un matériau. Dans le cas de l'écoulement de compression, la nature ou la rugosité de la surface des plateaux utilisés offre la possibilité d'engendrer des conditions d'écoulement différentes. Des plateaux présentant une rugosité contrôlée peuvent constituer un moyen d'engendrer un écoulement adhérent (Adams et al., 1993; Hoffner et al., 1998; Meeten, 2004). Cependant, du fait de leur composition, certains matériaux peuvent s'écouler avec un glissement apparent aux parois. C'est le cas notamment des mayonnaises dont la mise en écoulement provoque une évolution locale de leur structure interne près des plateaux. Cette déstructuration engendre l'apparition d'un film mince lubrifiant le long duquel le reste du fluide « glisse ». Un résultat identique sur le plan mécanique peut être obtenu en utilisant des surfaces de plateaux

rectifiées ou lisses. Dans ce cas, déterminer la loi tribologique de ces matériaux à l'interface s'impose. Il devient par conséquent nécessaire d'intégrer cette problématique, à savoir l'identification des conditions de glissement avec frottement des matériaux aux interfaces, au développement de schémas de dépouillement de l'essai envisagés précédemment.

Dans le cadre de cette étude, nous considérons les caractéristiques mécaniques de l'écoulement du fluide plutôt que l'origine physique de ce phénomène. Les fluides sont considérés comme initialement homogènes. La forme de leur organisation interparticulaire ou leur caractère polyphasique ne seront pas abordés, ni les conséquences sur leurs propriétés macroscopiques. La présence de couches de cisaillement ou les phénomènes d'orientation des particules pouvant être engendrés par l'écoulement sont intégrés aux effets microscopiques sans pour autant être modélisés. De ce point de vue, les lois rhéologiques et tribologiques seront exploitées de façon globale.
L'écoulement de certains fluides, dits thixotropes, dépend de la déstructuration initiale engendrée par le début de l'essai et de l'histoire des déformations. Pour s'affranchir de cette caractéristique, les fluides seront considérés comme ne présentant pas de phénomène de mémoire. Dans le cadre de cette étude, les essais de compression sont réalisés en imposant une vitesse constante de rapprochement des plateaux. Le choix de cette configuration expérimentale est guidé par sa simplicité de mise en œuvre. Ainsi, le taux de déformation local au sein de l'échantillon sera toujours croissant (en fonction du temps). Le fait de pouvoir moduler la vitesse de compression en fonction de la distance entre les plateaux permettrait de mener des essais en augmentant ou diminuant le taux de déformation local au sein du fluide. Cette configuration est exploitée par Hanayneh (1983) pour conserver un taux de déformation constant au cours de l'essai. Le caractère thixotrope de certains matériaux pourrait alors être étudié au moyen de l'écoulement de compression. Cependant, une telle approche n'est pour l'instant pas techniquement envisageable.
D'autre part, le cas des fluides élastiques ou présentant une caractéristique élastique prédominante ne sera pas abordé. Une étude de ce type est proposée par Debbaut (2001) pour une géométrie d'essai identique à celle étudié dans ce mémoire.

Finalement, le domaine d'application de notre étude de l'écoulement de compression peut être représenté par le tableau 1.1. Ce domaine pourra être étendu aux fluides de structure interne mixte en faisant une hypothèse sur la taille des particules constituant le milieu en écoulement et en vérifiant après essais la conservation de l'homogénéité de l'échantillon.

Régime d'écoulement	Adhérent	Glissant avec frottement	Lubrifié
Type de fluide	Visqueux	Viscoplastique	Plastique
Nature de la structure interne	Homogène	Mixte	Hétérogène

Tableau 1.1 : Domaine d'application de l'étude de l'écoulement de compression (parties grisées).

1.2 Description de l'essai.

1.2.1 Géométrie de l'écoulement.

L'écoulement de compression se produit entre deux plateaux circulaires coaxiaux animés d'un mouvement de translation selon l'axe de symétrie permettant leur rapprochement (figure 1.3). Cette géométrie n'est pas accompagnée de rotation et se distingue ainsi des géométries rotatives traditionnelles à plateaux parallèles exploitées par exemple par Krieger (1989) et Kalyon et al. (1993).

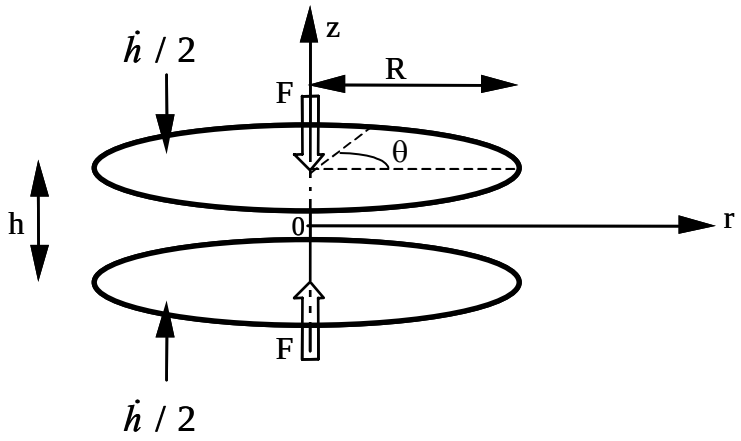


Figure 1.3 : Géométrie de l'écoulement de compression et définition des variables associées.

Un échantillon de fluide placé entre ces deux plateaux est mis en compression en imposant une vitesse de compression constante. L'effort de compression nécessaire au rapprochement des plateaux est enregistré, ainsi que la distance entre les plateaux au cours de l'essai. Cette configuration est la plus fréquente, cependant il faut noter que les essais peuvent être réalisés en imposant l'effort de compression (Ak et Gunasekaran, 2000; Meeten, 2002). Le paramètre enregistrable devient par conséquent la vitesse de compression. Suivant la première configuration, la vitesse des plateaux ainsi que leur rayon sont deux paramètres imposés.

Une telle géométrie d'essai peut être implantée sur des appareils de rhéométrie traditionnelle, être réalisée sur des presses commerciales ou nécessiter le développement d'un appareillage particulièrement adapté à la nature des matériaux à tester (Winther et al., 1991 ; Lanos, 1993 ; Kalyon et al., 1998).
Dans le cadre de ce travail, l'utilisation d'un analyseur de texture sera envisagée pour reproduire une géométrie d'écoulement de compression (Estellé et al., 2004). Le schéma de principe de l'appareil modifié est donné par la figure 1.4. La mise en compression est obtenue par le déplacement vertical contrôlé du bras mobile entraîné par un moteur pas à pas. Le plateau supérieur vient ainsi comprimer, à vitesse imposée, l'échantillon de fluide contre le plateau inférieur. L'effort est enregistré par un capteur placé dans le bras mobile.

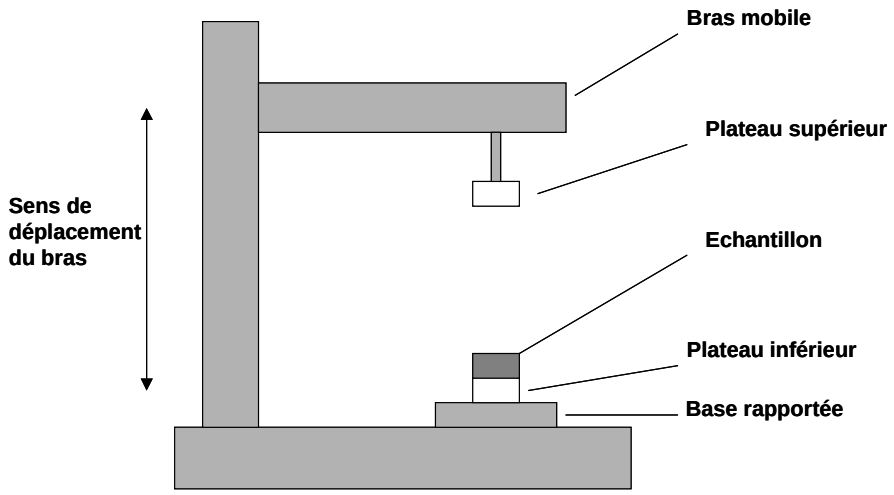


Figure 1.4 : Schéma de principe de l'analyseur de texture adapté pour reproduire une géométrie d' écoulement de compression.

1.2.2 Notation des paramètres.

L'écoulement de compression fait intervenir les paramètres suivants (figure 1.3) :

- *F*, l'effort de compression qui égale l'intégrale des contraintes axiales sur la surface du plateau supérieur ($F < 0$, Pa).
- *R*, le rayon des plateaux (m).
- *h*, la hauteur de l'échantillon ou de l'écartement entre les plateaux (m).
- $\dot{h}$, la vitesse de compression ($m.s^{-1}$). Par convention, nous notons $\dot{h} \geq 0$.

Comme nous venons de la mentionner, durant un essai, l'effort de compression nécessaire au rapprochement des plateaux est enregistré en fonction de la hauteur entre les plateaux, alors que le rayon des plateaux et la vitesse de compression sont deux paramètres imposés. L'effort *F* est donc le seul paramètre dynamique global mesuré. Le fait d'imposer certains paramètres expérimentaux implique que ces derniers vont intervenir en tant que variables dans les expressions des différents paramètres locaux dont les évolutions régissent l'écoulement.
En considérant que l'écoulement conserve l'axi-symétrie de la géométrie d'essai, aucun des paramètres locaux (déformation, contrainte, …) ne dépendra de la variable angulaire θ.

1.2.3 Influence de la méthode d'exploitation de l'essai.

L'essai peut être exploité selon deux méthodes :

- Soit l'échantillon occupe complètement et en permanence le volume entre les plateaux, l'essai est dit à rayon constant. Une partie de l'échantillon s'échappe radialement en périphérie des plateaux, et peut ne plus être en écoulement (figure 1.5).

- Soit le volume de l'échantillon, fixé au début de l'essai, reste inférieur au volume inscrit entre les plateaux durant le test. Un tel essai est dit à volume constant et dans ce cas l'intégralité de l'échantillon est en écoulement (figure 1.6).

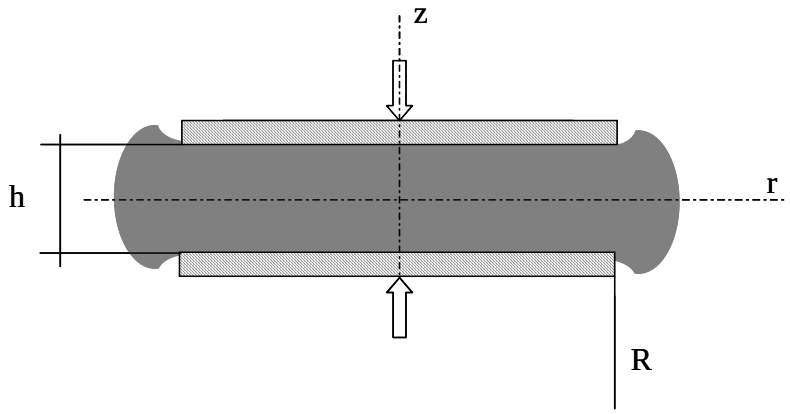


Figure 1.5 : Ecoulement de compression à rayon constant.

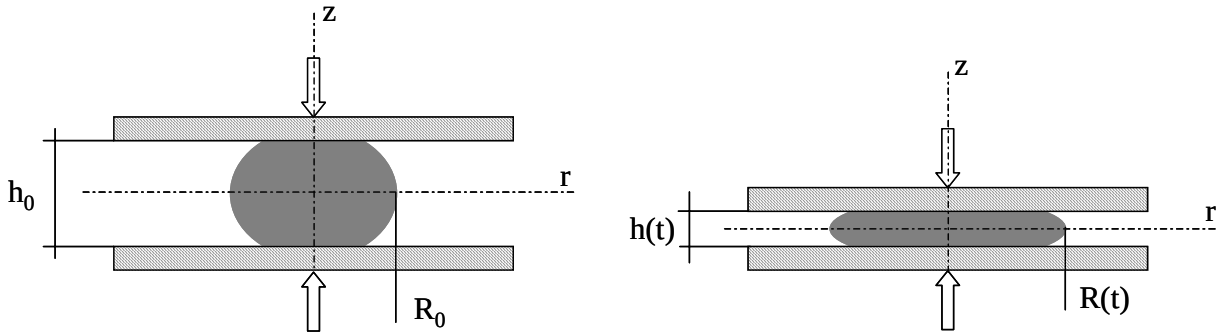


Figure 1.6 : Ecoulement de compression à volume constant.

Les erreurs de centrage initial de l'échantillon et les problèmes de mise en forme de ce dernier dans le cas de fluides souples, induits par la méthode à volume constant, se traduisent vis à vis des enregistrements de l'effort de compression par un manque de reproductibilité de l'essai. Par conséquent, la configuration expérimentale dite à rayon constant est retenue dans le cadre de ce travail. La transposition des résultats entre les deux méthodes est possible à partir de la relation de conservation du volume exploitée dans la méthode à volume constant. Dans la configuration à rayon constant, la mise en place de l'échantillon est supposée ne pas affecter les mesures. Cette hypothèse sera justifiée si la mise en place de l'échantillon est effectuée pour une hauteur entre plateaux suffisamment grande par rapport au domaine dans lequel l'essai est analysé. Les symétries des états de déformations et de contraintes sont considérées développées et indépendantes de la coordonnée orthoradiale θ. L'influence de l'échappement radial du fluide à l'extérieur des plateaux au cours de l'essai sur l'écoulement et sur les mesures rhéologiques sera discutée et étudiée dans ce travail.

Finalement, cette configuration d'écoulement met en évidence deux problématiques :

- L'écoulement de compression est non-uniaxial et non-viscosimétrique : chaque particule de l'échantillon subit une histoire des déformations différente qui dépend de sa position et du temps. Les champs de taux de déformations et de contraintes ne sont pas homogènes.

- L'enregistrement de l'effort de compression développé sur le plateau fournit une mesure globale. Cette mesure, comme nous le verrons par la suite, peut ainsi être influencée par les conditions d'écoulement au sein de l'échantillon ainsi que par les phénomènes de glissement avec frottement aux parois.

1.2.4 Condition aux limites en périphérie.

Dans le cas d'une configuration d'essai à rayon constant, Sherwood (2002) rappelle toute la difficulté d'établir une condition aux limites adéquate en périphérie de l'écoulement. Dans la plupart des études, la pression de référence est la pression atmosphérique. De ce fait, en vue du traitement analytique de l'écoulement de compression et de l'établissement de la solution de l'effort de compression, la condition en pression décrite ci-après est imposée.

$$p(r = R;\ z = h/2) = 0 \tag{1.5}$$

Des conditions en contraintes peuvent aussi être envisagées en r = R pour remplacer cette condition en pression. La condition décrite par Doustens et Laquerbe (1987), Adams et al. (1994, 1997a) ou Servais et al. (2002) s'exprime par la relation suivante.

$$\sigma_r^{(d)}\left(r = R; z = h/2\right) = 0 \tag{1.6}$$

Certains auteurs, comme Lee et al. (1981) et Sherwood et Durban (1996, 1998), imposent une condition moyenne en contrainte à la périphérie des plateaux qui s'écrit :

$$\frac{1}{h}\int_{-\frac{h}{2}}^{+\frac{h}{2}} \sigma_{rr}\, dz = 0 \ \text{ en r = R} \tag{1.7}$$

La géométrie d'essai retenue nous impose de tenir compte de la contribution du matériau situé à l'extérieur des plateaux sur les conditions d'écoulement. Des travaux antérieurs (Lanos 2000b; Roussel et Lanos, 2003b) font état de ce phénomène et l'intègre à leur analyse. Ce phénomène de frettage, comme ils le définissent, retraduit les conditions réelles de contraintes à la périphérie des plateaux. Il est lié à l'aptitude à la résistance en traction du matériau à la sortie des plateaux (phénomène de morcellement). Une représentation de ce phénomène pour des pâtes d'argiles est donnée par la figure 1.5. Oliver et Huang (2000) ont constaté le même phénomène pour des matériaux similaires. Comme l'illustre également la figure 1.7, le nombre de copeaux varie d'un matériau à l'autre. Pour certains fluides, une couronne externe est formée au cours de l'écrasement de l'échantillon. Celle-ci peut ne pas se fragmenter (Ericsson et al., 1997).

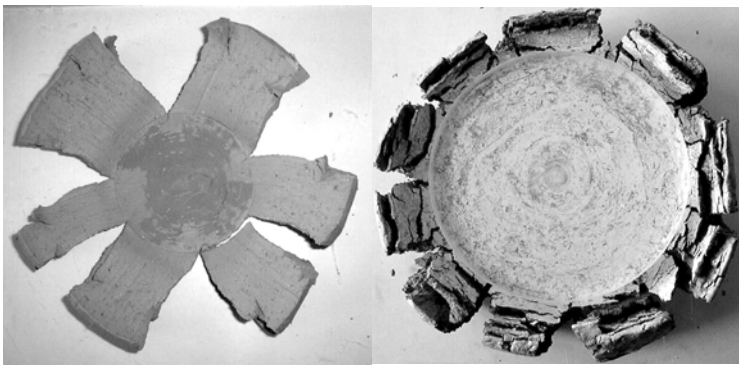


Figure 1.7 : Phénomène de frettage et de morcellement.

A notre connaissance, peu d'études font état de l'influence de l'excédant du fluide testé en périphérie des plateaux sur l'écoulement au sein du volume inscrit entre les plateaux. On peut citer les travaux de Winther et al. (1991). D'après les auteurs, la variation de la viscosité apparente du polymère testé, estimée à partir d'essais réalisés avec différents rayons, est liée à la contribution de la partie externe aux plateaux du fluide en écoulement. Ils ont également montré que l'influence de ce phénomène est davantage prononcée en début d'essai, plutôt qu'en fin d'essai pour des efforts de compression relativement importants. Chan et Baird (2002) ont également étudié l'influence de ce phénomène sur la qualité des résultats d'écrasement d'un polymère. Nous reviendrons dans la suite de cette étude sur l'intégration de ce phénomène dans l'exploitation de solutions analytiques de l'écoulement et sur son influence sur la caractérisation des fluides testés.

1.3 Données bibliographiques.

1.3.1 Introduction.

L'identification du comportement d'un fluide consiste généralement à formuler la relation analytique liant l'état de contrainte à l'état de déformation au sein de l'écoulement. Dans le cas particulier d'un écoulement viscosimétrique, on se limite souvent à la détermination de la fonction de cisaillement $\tau(\dot{\gamma})$. Les mesures expérimentales (pression, debit, …) sont transcrites sous la forme d'une courbe dans le repère formé de paramètres locaux adéquats, généralement contrainte de cisaillement, vitesse de cisaillement. Cette courbe, appelée rhéogramme ou courbe d'écoulement, est alors modélisée pour caractériser le comportement. En présence de tels écoulements, l'étape qui peut devenir complexe consiste à construire les expressions analytiques permettant de relier les paramètres globaux (mesurés ou imposés lors de l'essai) aux paramètres locaux recherchés : seuil de plasticité ou d'écoulement, seuil de glissement, viscosité ou viscosité apparente.

Dans le cas d'écoulements non homogènes, non viscosimétriques, tels que ceux engendrés par un écoulement de compression, les relations entre les paramètres locaux et globaux sont complexes. L'identification du comportement reste cependant réalisable en ajustant les données expérimentales d'un essai aux valeurs théoriques obtenues en imposant la forme de la loi de comportement. L'optimisation de la corrélation entre le modèle analytique et les enregistrements permet l'évaluation des paramètres de comportement du fluide testé. C'est sur

la base de cette approche que de nombreux auteurs ont exploité les données d'essai de compression.

Dans un premier temps, nous nous appliquerons à rappeler certains résultats obtenus dans une configuration expérimentale similaire à celle envisagée dans cette étude. Les références bibliographiques sont exploitées en analysant plus particulièrement les hypothèses utilisées et les méthodes mise en œuvre en fonction de la nature des fluides testés, notamment les fluides présentant un seuil d'écoulement. Certains éléments, qui constituent les bases de ce travail, seront approfondis dans les chapitres suivants.

1.3.2 Historique.

Les premiers travaux relatifs à l'écrasement d'échantillons entre plateaux parallèles remontent à 1874, avec l'analyse de Stefan, douze ans avant la publication de Reynolds sur sa théorie de lubrification hydrodynamique. Stephan exprime alors l'effort de compression pour un fluide visqueux newtonien en écoulement adhérent (1.8). Il néglige pour cela les effets d'inertie et les forces volumiques, considérant un profil de vitesse parabolique et le rayon des plateaux largement supérieur à leur écartement. Healey (1929) retrouve cette expression en intégrant le gradient de pression sur la surface des plateaux au moyen de l'équation d'équilibre local.

$$F = \frac{-3\pi\mu R^4 \dot{h}}{2h^3} \tag{1.8}$$

Scott (1931, 1935), qui a initié la théorie de lubrification, présente ensuite l'analyse de l'écoulement d'un fluide de type Herschel-Bulkley entre deux plateaux parallèles. La complexité des relations obtenues au prix d'hypothèses particulièrement fortes, ne lui permet de résoudre l'écoulement que dans le cas des fluides en loi puissance et des fluides de Bingham. L'intérêt de ces travaux est la mise en évidence de la forme de la typologie de l'écoulement interne des fluides à seuil d'écoulement : la partie centrale de l'échantillon est occupée par une zone non cisaillée. La figure 1.8 illustre ce propos. Scott (1935) adopte ensuite l'approche de Peek (1932) qui prédit un découpage triangulaire de la zone d'écoulement. Cette étude est inspirée de la théorie de Nadaï (1931) en élasticité et préconise l'échappement radial des zones périphériques comprises entre les plans de cisaillement, alors que les parties proches des plateaux demeurent stationnaires comme détaillé par la figure 1.9. La pertinence de ces deux modèles est discutée par Sherwood et al. (1991).

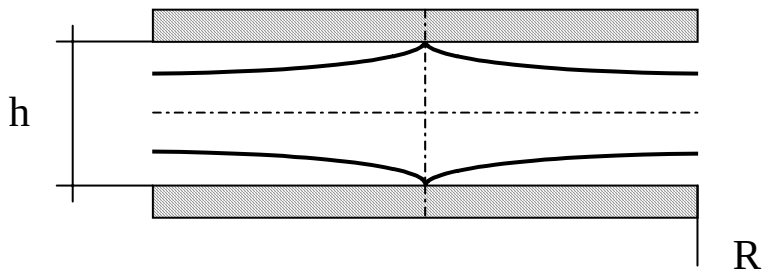
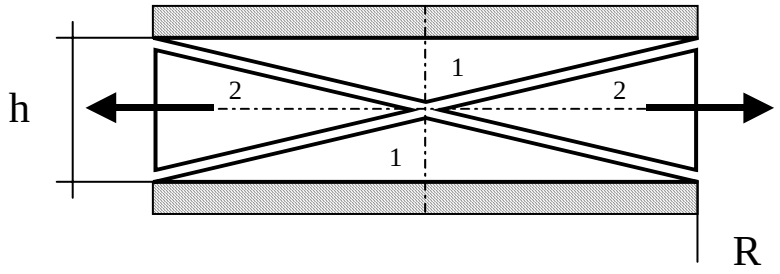


Figure 1.8 : Schéma d'écoulement proposé par Scott (1931) et Covey et Stanmore (1981) pour un fluide à seuil à partir de la théorie de lubrification – seules les zones d'écoulement proches des plateaux sont cisaillées.



- les zones 1 demeurent stationnaires.
- les zones 2 se déplacent radialement.
- le domaine frontière entre ces deux zones est cisaillé.

Figure 1.9 : Schéma d'écoulement proposé par Peek (1932) et Scott (1935) pour un fluide à seuil.

Les travaux de Covey (1977) et Covey et Stanmore (1981), bâtis autour de la théorie de lubrification, leur permettent d'établir la solution de l'écoulement pour des fluides viscoplastiques. Comme Scott en 1931, ils concluent à l'existence d'une zone non cisaillée autour du plan de symétrie des plateaux, comprise entre deux zones en cisaillement proches des plateaux. Dienes et Klemm (1946) furent les premiers à obtenir une expression de l'écoulement de compression au moyen des équations de Navier-Stokes. A partir d'hypothèses simplificatrices similaires aux travaux précédents, ils mirent en évidence la prépondérance du gradient axial de la vitesse radiale d'écoulement au-delà de la zone centrale de l'écoulement.
Brindley et al. (1976) ont proposé la construction des solutions pour l'écoulement de compression en faisant une hypothèse sur la structure du champ de vitesse radiale qu'ils considèrent proportionnelle à r, la coordonnée radiale. Ils purent ainsi établir une relation donnant la distance entre les plateaux en fonction du temps. Ces résultats sont comparables à ceux de Scott.

1.3.3 Paradoxe lié à la théorie de la lubrification.

L'intérêt pour l'écoulement de compression s'est accru ces vingt dernières années du fait d'une géométrie d'essai particulièrement bien adaptée au contrôle des procédés industriels - mise en forme, moulage, systèmes de lubrification (Törnqvist et al., 2001) - et également par sa potentialité et sa capacité à devenir un réel outil de rhéométrie. L'ensemble de ces raisons a multiplié les travaux autour de l'écoulement de compression et les débats quant à la forme de l'écoulement interne. Ainsi, la théorie de lubrification qui consiste à considérer le rapport h/R petit, demeure la méthode la plus fréquemment utilisée pour déterminer le champ d'écoulement et l'effort de compression d'un fluide de comportement donné, ceci malgré les controverses qu'elle suscite. En effet, comme l'a démontré Wilson (1991), la théorie de lubrification conduit à un paradoxe. Cette analyse repose sur la formulation mono dimensionnelle de la loi de comportement et du critère de plasticité exploités, et sur la prédominance du terme de cisaillement σ_{rz} qu'elle implique. Cette loi s'écrit

$$\left|\sigma_{rz}\right| > K \rightarrow \sigma_{rz} = \mu \frac{\partial V_r}{\partial z} + K \qquad (1.9)$$

$$\left|\sigma_{rz}\right| < K \rightarrow \frac{\partial V_r}{\partial z} = 0 \tag{1.10}$$

Où K désigne le seuil de plasticité ou d'écoulement, μ la viscosité plastique et V_r la composante radiale de la vitesse.

Comme on peut le constater, par symétrie, la contrainte de cisaillement tend vers 0 en z = 0 et r = 0, et le critère de plasticité n'est par conséquent pas atteint dans la zone centrale et autour du plan central. Cette dernière zone s'écoulerait donc sous la forme d'un bouchon. Ceci constitue un paradoxe puisque autour du plan de symétrie l'écoulement est élongationnel, ce qui signifie que le seuil de plasticité est au moins atteint. Il peut cependant être noté, que bien que le champ d'écoulement soit inconsistant (Liscomp et Denn, 1984), l'expression de l'effort de compression obtenue dans une telle configuration reste en accord avec les résultats expérimentaux de fluides à seuil. D'autre part, comme l'a envisagé Covey (1977), Lawrence et Corfield (1998) ont montré que la théorie de lubrification fournit une bonne approximation de la solution malgré son apparente inconsistance. Les auteurs ont mis en évidence que dans la partie centrale le taux de cisaillement est faible mais de valeur finie. Le domaine de validité de leur analyse se définit pour un rapport h/R et un nombre de Weissenberg faibles.

1.3.4 Modèles de Bingham enrichis.

Une alternative à la théorie de lubrification a été proposée par Gartling et Phan-Thien (1984) et O'Donovan et Tanner (1984). Cette analyse consiste à approcher le modèle de Bingham par un modèle bivisqueux, dont le rhéogramme est constitué de deux segments de droites de pentes choisies. Bien que le champ d'écoulement soit correctement calculé avec cette méthode, Wilson (1991) a démontré que les résultats se réduisent aux mêmes solutions cinématiquement inadmissibles que celles établies par la théorie de lubrification (Zwick et coll., 1996).

L'apparente inconsistance de la théorie de lubrification trouve son origine dans la forme mono dimensionnelle de la loi de comportement et du critère de plasticité. Comme le rappellent Adams et al. (1997), une analyse rigoureuse se doit de considérer une expression tri-dimensionnelle de la loi constitutive et du critère de plasticité. Dans ce cas, le critère de Von Mises pour l'écoulement axi-symétrique de l'essai de compression s'exprime comme suit :

$$\text{Si, } \frac{1}{2}\left(\sigma_{rr}{}^{(d)}\right)^2 + \frac{1}{2}\left(\sigma_{\theta\theta}{}^{(d)}\right)^2 + \frac{1}{2}\left(\sigma_{zz}{}^{(d)}\right)^2 + \left(\sigma_{rz}\right)^2 < K^2 \tag{1.11}$$

Alors il n'existe pas de gradient de vitesse dans l'échantillon.

$$\text{Et si, } \frac{1}{2}\left(\sigma_{rr}{}^{(d)}\right)^2 + \frac{1}{2}\left(\sigma_{\theta\theta}{}^{(d)}\right)^2 + \frac{1}{2}\left(\sigma_{zz}{}^{(d)}\right)^2 + \left(\sigma_{rz}\right)^2 \geq K^2 \tag{1.12}$$

Alors il existe un gradient de vitesse dans l'échantillon.

Où K désigne le seuil de plasticité ou d'écoulement, $\sigma_{rr}{}^{(d)}$, $\sigma_{\theta\theta}{}^{(d)}$, $\sigma_{zz}{}^{(d)}$ et σ_{zr} sont les composantes de la partie déviatorique du tenseur des contraintes.

Dans cette approche, les composantes du tenseur des contraintes précédemment négligées – notamment les composantes élongationnelles qui peuvent être localement du même ordre de grandeur que les composantes de cisaillement – permettent au critère de plasticité d'être vérifié également sur l'axe de symétrie. Comme l'argumentent Liscomp et Denn (1984), le critère de plasticité de Von Mises est atteint dans l'ensemble de l'échantillon qui est alors intégralement en écoulement.

Une méthode permettant de se dispenser de cette hypothèse est l'approche développée par Papanastasiou (1987). La loi de comportement classique du fluide de Bingham est modifiée en intégrant un terme exponentiel en facteur de la composante de seuil (Cf. 3.4.2). Le principal avantage de cette loi est sa continuité avant et après le début de mise en écoulement. De plus, cette approche ne prédit pas de surface d'écoulement et facilite les études numériques. D'autre part, une valeur élevée du paramètre *n* permet d'obtenir une approximation continue du critère de Von Mises. Ce modèle a permis notamment à Abdali et al. (1992) de simuler l'écoulement d'extrusion de fluides de Bingham. Plus récemment, Smyrnaios et Tsamopoulos (2001) ont développé une étude numérique de l'écoulement de compression de fluides de Bingham au moyen de ce même modèle et du modèle classique de Bingham. Ces auteurs ont mis en évidence la présence de zones non cisaillées de l'échantillon seulement autour de l'axe de symétrie r = 0 et dans un domaine restreint à la proximité des plateaux, comme illustré par la figure 1.10. Ce résultat est similaire aux travaux de O'Donovan et Tanner (1984) et Adams et al. (1997). Les travaux de Smyrnaios et Tsamopoulos (2001) ont été étendus par Matsoukas et Mitsoulis (2003) au cas d'une géométrie plane et pour une large gamme du nombre de Bingham. A la question posée par Smyrnaios et Tsamopoulos (2001) sur la forme du champ des vitesses de l'écoulement au plan de symétrie des plateaux, les travaux de Adams et al. (1997), O'Donovan et Tanner (1984), ou encore Lanos et Doustens (1994) peuvent donner une réponse : l'écoulement de l'échantillon dans le plan de symétrie des plateaux est essentiellement élongationnel. Les résultats expérimentaux de Zhang et al. (1995) font aussi apparaître la nécessité d'inclure la contribution élongationnnelle de l'écoulement pour modéliser le comportement des fluides à seuil.

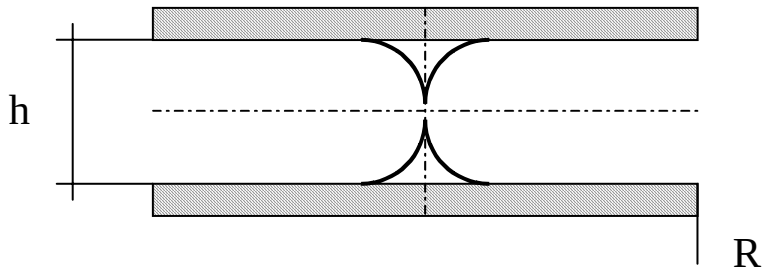


Figure 1.10 : Zones de l'échantillon non cisaillées selon O'Donovan et Tanner (1984) et Smyrnaios et Tsamopoulos (2001).

1.3.5 Méthode variationnelle.

Une approche variationnelle constitue une autre méthode pour identifier le champ des vitesses au sein de l'écoulement. Ce principe, qui sera rappelé au chapitre 3 et exploité dans ce travail, est basé sur le calcul du taux de dissipation d'énergie dans le volume d'échantillon en écoulement. Il permet de déterminer des bornes formelles d'une fonctionnelle associée à

l'écoulement. Ce principe variationnel a été initié par Prager (1954) pour étudier les fluides de Bingham en écoulement lent, puis étendu par Johnson (1960). Yoshioka et Adachi (1971) ont montré tout l'intérêt de ce principe pour caractériser l'écoulement de fluides à seuil. De la même manière, Zwick et al. (1996) ont utilisé l'analyse variationnelle pour établir la convergence du champ de vitesse d'un fluide d'Herschel-Bulkley vers le champ de vitesse réel, l'écoulement présentant ou non une zone non cisaillée. Ces travaux ont également été adaptés aux fluides à seuil présentant des conditions de glissement aux plateaux (Huilgol, 1998).

1.3.6 Calcul de l'effort de compression : influence du comportement du fluide et des conditions d'écoulement aux plateaux.

Sherwood et Durban (1996, 1998) donnent des solutions analytiques de l'effort de compression pour des fluides de Bingham, en loi puissance et de type Herschel-Bulkley en écoulement glissant, en s'inspirant de la théorie plastique. La partie centrale de l'écoulement apparaît en élongation. Une telle approche est également considérée par Lanos (1993) et Roussel (2001) pour les fluides de Bingham en écoulement adhérent. Ces auteurs proposent ainsi une solution analytique approchée basée sur la décomposition de la zone d'écoulement. Le champ des vitesses considéré est constitué d'une zone centrale en écoulement élongationnel comprise entre deux zones cisaillées proches des plateaux. Cette approche est comparable à celle de Covey (1977), et dépend d'un paramètre β fonction des paramètres de comportement du fluide et de la géométrie de l'écoulement. Roussel (2001) propose d'ailleurs une étude complémentaire de la forme de la frontière séparant la zone cisaillée de la zone élongationnelle pure. Le modèle d'écoulement simplifié d'un fluide de Bingham sera détaillé et exploité au chapitre 3.
Adams et al. (1994, 1997a) ont proposé un modèle qui apparaît comme étant la somme de trois composantes : une partie visqueuse en loi puissance, une partie plastique liée au cisaillement contre les plateaux et une partie plastique en élongation pure. Ce modèle, combinant trois types de réponse, est notamment adapté par Servais et al. (2002) pour déterminer les paramètres de comportement de suspensions concentrées de fibres orientées aléatoirement dans un plan parallèle aux plateaux.

Vis à vis des fluides purement plastiques, les travaux de Hill (1950) et de Nadaï (1931), accompagnés des calculs de Pastor et Turgerman (1982), et de Kendall (1987) permettent de proposer une formulation analytique du problème. A partir d'une loi de comportement correspondant à un critère de plasticité construit autour du tenseur des contraintes et de l'équation d'équilibre global associé au critère de Von Mises, de nombreux auteurs donnent cette solution, Sherwood et Durban (1996), Oliver et Huang (2000) ou Bates et Bridgewater (2000), Roussel et Lanos (2003), par exemple. Elle sera rappelée au chapitre 3.

Différentes études intègrent des conditions sur le comportement tribologique du fluide comprimé. En présence de fluides essentiellement plastiques et vis à vis des conditions de cisaillement du fluide aux plateaux, Sherwood et Durban (1996, 1998) considèrent la contrainte aux plateaux comme une fraction fixée du seuil de cisaillement plutôt que d'établir des conditions de glissement qui lient généralement vitesse de glissement et friction (Adams et al., 1998).
Une autre alternative a été envisagée par Adams et al. (1994, 1997a) en considérant une condition aux frontières de type Coulomb, où le cisaillement aux plateaux est lié à la pression normale. En conséquence, les auteurs imposent une pression non nulle au bord des plateaux,

alors que celle-ci est habituellement prise nulle dans la littérature. Avec ces considérations et en combinant la théorie de lubrification et l'analyse d'équilibre des contraintes (théorie plastique), les auteurs valident expérimentalement des résultats analytiques puis simulés par la méthode des éléments finis pour des fluides de type Herschel-Bulkley.
Lanos (1993) a proposé une adaptation de sa méthode d'identification, limitée aux fluides plastiques glissants, qui permet une détermination de la loi de frottement. Ce travail s'appuie sur la notion de rayon de glissement, qui distingue le passage d'un écoulement adhérent à un écoulement frottant. Cette notion sera illustrée par des visualisations d'essais et exploitée au chapitre 5 dans le cadre de l'étude des écoulements de fluides viscoplastiques glissant avec frottement. Le cas des fluides plastiques frottant (frottement de type Coulomb) a également été étudié par Toutou (2002). La modélisation proposée permet d'estimer le seuil de frottement aux plateaux et le gain relatif en friction apporté par un changement de l'état de surface des plateaux. L'application de cette étude permet de proposer une méthode d'identification du comportement rhéologique de matériaux à base de ciment et d'évaluer leur capacité à être mis en forme par extrusion (Toutou et al., 2004).

L'écoulement de compression peut aussi être exploité en imposant des conditions parfaites de glissement aux plateaux. Ce type d'écoulement peut être obtenu par l'interposition d'un film lubrifiant entre l'échantillon et les plateaux (Chatraei et Macosko, 1981). Cette configuration, exploitée en présence de polymères (Kompani et Venerus, 2000) ou de fluides alimentaires (Nasseri et al., 2004), permet notamment de mesurer une viscosité élongationnelle. Cependant, ce type de test est limité par le contrôle et/ou la perte du film lubrifiant. Certains matériaux, comme les systèmes dispersés à deux phases, présentent souvent un comportement auto-lubrifiant aux parois ou un glissement apparent (Barnes, 1995). Ces effets sont dus au déplacement de la phase dispersée ou continue le long des frontières solides. Un film mince de liquide se développe et agit comme un lubrifiant. Ce phénomène se produit notamment avec les suspensions concentrées alimentaires (Campanelle et Peleg, 1987 ; Franco et al., 1998 ; Estellé et al., 2003a).

Dans l'ensemble des travaux cités, les effets d'inertie sont généralement négligés dans l'étude de l'écoulement. Ils peuvent cependant être intégrés aux équations du mouvement comme le rappellent Phan-Thien et al. (1987). Lee et al. (1981) ont également montré que l'élasticité des matériaux et les effets d'inertie peuvent être prépondérants en début d'essai. On peut également citer l'étude numérique de Debbaut (2001) sur l'écoulement non-isotherme d'un fluide de Newton et d'un fluide viscoélastique, incluant un développement de lois de température aux frontières. Les études relatives à l'écoulement de compression se limitent souvent aux fluides incompressibles. Une étude intégrant la notion de compressibilité des matériaux a été réalisée par Sherwood (2003) dans le cas de l'écoulement d'une mousse aqueuse.

En présence d'échantillons biphasiques (fluide, squelette solide) et pour des vitesses de compression particulièrement faibles, la zone centrale de l'échantillon peut subir une ségrégation du fait de l'inhomogénéité de l'écoulement. Plusieurs études ont été réalisées dans le cas de matériaux plastiques parfaits afin d'évaluer l'influence de la mise en écoulement du milieu sur ses conditions internes de drainage et de consolidation. Roussel et al. (2003a) propose une formulation eulérienne de ce phénomène diphasique par une approche basée sur l'évaluation de l'indice des vides. Sherwood (2002) considère des conditions de glissement aux plateaux et exploite la théorie de la lubrification. Poitou et Racineux (2001) et Chaari et al. (2004) ont aussi étudié les phénomènes de migration et l'influence sur les efforts mis en jeu. Varadan et Solomon (2003) ont étudié ce phénomène sur les gels colloïdaux.

L'analyse de ces approches ne sera pas développées dans le cadre de ce travail. L'étude se limite en effet au cas de matériaux étant considérés comme incompressibles et restant homogènes durant l'essai.

1.3.7 Variantes de la géométrie d'essai.

Généralement, les études utilisant le test de compression simple se réalisent à rayon constant, le volume entre les plateaux étant occupé en permanence par l'échantillon (qui peut être soumis à des effets de frettage). Cependant, une étude à volume constant peut également être envisagée : le diamètre des plateaux restant toujours supérieur à celui de l'échantillon, qui est alors intégralement en écoulement. La conservation du volume s'exprime par la relation

$$V_0 = \pi R_0^2 h_0 = \pi R(t)^2 h(t) \qquad (1.13)$$

avec $h(t) = h_0 - \dot{h}\, t$.

R_0, h_0 étant les dimensions initiales de l'échantillon, R(t), h(t) ses dimensions à l'instant t et $\dot{h}$ la vitesse de rapprochement des plateaux. La relation (1.13) est valide en considérant que la forme cylindrique initiale de l'échantillon est globalement conservée au cours de l'essai. Ceci implique de négliger l'effet « tonneau » induit par le champ de vitesses radial dépendant de z.

La surface de contact entre les plateaux et l'échantillon augmente parallèlement à la diminution de l'écartement entre les plateaux, impliquant alors une croissance des zones en cisaillement. La relation $V_0 = \pi R(t)^2 h(t)$ permet de passer d'une expression à rayon constant à une expression à volume constant sauf dans les expressions reliant la distance entre plateaux au temps. D'autre part, comme nous l'avons noté précédemment la typologie de l'essai influe sur les conditions aux limites à considérer (pression nulle ou contrainte radiale nulle). Ainsi, Bird et al. (1987) ont défini l'expression de l'effort de compression pour un fluide en loi puissance en utilisant la relation de conservation du volume entre les plateaux. Yang (1998) et Ak et Gunasekaran (2000) donnent aussi une solution pour l'écoulement de compression à volume constant d'un fluide d'Herschel-Bulkley sous des conditions de glissement parfait aux plateaux. Dans les deux cas, une condition de contrainte radiale nulle est imposée en R(t).

Une variante du test de compression simple consiste à placer l'échantillon dans un large récipient de faible profondeur dans lequel il est ensuite compressé par un plateau de diamètre inférieur. Cette méthode a été exploitée par Lorenzo et al. (1997) ou Hoffner et coll. (1997) pour tester des produits alimentaires de type fluide en loi puissance et pour des conditions de glissement ou d'adhérence aux plateaux. Une telle géométrie crée cependant des effets de bords supplémentaires qui compliquent le traitement des données (Campanella et Peleg, 2002).

1.3.8 Ecoulement de compression et rhéologie.

Valider expérimentalement les solutions proposées pour l'écoulement de compression est une étape importante. Ainsi, Longworth et Morawetz (1958) furent à priori les premiers à comparer les viscosités obtenues à l'aide de l'essai de compression avec celles obtenues par d'autres appareils de viscosimétrie. Gent (1960) valida expérimentalement l'expression théorique de l'effort de compression d'un fluide Newtonien par comparaison avec les résultats

d'essais au viscosimètre de Couette. Dukes (1957) mis en évidence la concordance des seuils d'écoulement de plusieurs matériaux obtenus par l'écoulement adhérent de compression et d'autres méthodes. Covey et Stanmore (1981) ont obtenu les paramètres de comportement de différents fluides en accord avec les données établies avec un rhéomètre Weissenberg. Campanella et Peleg (1987) ont également montré la similitude des seuils d'écoulement de fluides alimentaires obtenus au moyen de l'écoulement de compression et d'un rhéomètre à cylindres coaxiaux. Dans le cas d'un polymère, les mesures rhéométriques de compression et capillaires réalisées par Laun (1992) sont similaires sur une large gamme de taux de cisaillement. Meeten (2000, 2001) compare les seuils d'écoulement de différents matériaux au moyen de l'essai de compression et de la géométrie vane. Des différences de résultats entre les deux méthodes suggèrent la présence de glissement en écoulement de compression. Plus récemment, Chan et Baird (2002) ou Meeten (2004) ont étudié dans quelle mesure l'écoulement de compression peut être un outil simple et robuste pour déterminer la rhéologie des matériaux testés. C'est également dans cet esprit que ce travail est réalisé, en visant plus particulièrement le développement d'algorithmes de calculs permettant d'obtenir les courbes d'écoulement des fluides testés, à la manière des méthodes de rhéométrie traditionnelle, et d'identifier le comportement tribologiques de ces mêmes matériaux à l'interface.

1.3.9 Méthode inverse.

On constate qu'un certain nombre de solutions, exactes ou approchées, de l'écoulement de compression sont connues. Elles sont obtenues en général pour des conditions d'adhérence ou de glissement parfait à la paroi, et elles concernent aussi bien les fluides visqueux newtonien ou en loi puissance, que les fluides à seuil de type Herschel-Bulkley ou Bingham.
L'identification d'un champ de vitesses cinématiquement admissible associé à une loi de comportement donnée constitue une approche traditionnelle. Aussi, en présupposant la forme de la loi de comportement et en comparant les résultats expérimentaux de l'écoulement de compression à la forme analytique de l'effort de compression, il est possible d'évaluer les paramètres fondamentaux de la loi de comportement du fluide testé (Sherwood et Durban, 1996). Identifier le type de loi de comportement et évaluer ses paramètres selon une méthode inverse rigoureuse s'avère moins courant.

Dans cette optique, Lanos (1993) a proposé une méthode d'identification inverse du comportement d'un fluide. Celle-ci repose sur l'analyse des évolutions du taux de dissipation d'énergie, lié au comportement du fluide, en fonction des variations des paramètres géométriques de l'écoulement. Cette analyse révèle que certains écoulements font apparaître, pour des fluides dont le comportement est composé, l'enregistrement de l'évolution du taux de dissipation d'énergie comme étant pratiquement la combinaison des évolutions des taux de dissipation d'énergie caractéristiques de chaque composante. La connaissance d'un ensemble suffisant d'évolutions caractéristiques permet donc de proposer une méthode d'identification d'un comportement, basée sur la recherche d'une décomposition de celui-ci en comportements élémentaires connus. Lanos (1993) a mis en œuvre ce principe pour exploiter les résultats d'écoulement de compression, en se limitant aux fluides incompressibles présentant ou non un seuil d'écoulement et aucun phénomène de mémoire.
Le principe de combinaison des comportements n'étant pas parfaitement respecté, l'intégration d'un calcul itératif s'impose pour converger vers des valeurs de paramètres de comportement optimisées.

1.3.10 Conclusions.

Dans le cadre du développement de schémas de dépouillement de l'écoulement de compression, les travaux relatifs à la mise en place d'une méthode inverse constituent la base de notre réflexion. Ils vont nous permettre d'envisager une analyse dimensionnelle du problème d'écoulement, de définir et de calculer une configuration moyenne au sein de l'échantillon. Nous serons alors en mesure de spécifier un état de contrainte et de déformation moyen équivalent évoluant au cours de l'essai, à partir desquels l'identification du comportement apparent du fluide sera possible.
La possibilité d'identifier le comportement tribologique des matériaux au moyen de l'écoulement de compression nécessite d'autre part la prise en compte des problèmes de glissement avec frottement aux parois engendrés par la nature même des fluides ou par la modification de la surface des plateaux. Ce phénomène doit par conséquent être modélisé et intégré dans l'analyse de l'écoulement.

1.4 Objectifs de l'étude.

Face à l'écoulement non viscosimétrique induit par la compression, la méthode d'exploitation des résultats la plus courante consiste à ajuster une réponse théorique aux données expérimentales. Cette méthode impose de fixer le type de comportement. Constatant que la bibliothèque de solutions proposées dans la littérature n'est pas très étendue et que la construction analytique de solutions théoriques associées à des lois de comportement quelconque n'est pas aisée, les attentes de l'utilisateur en matière d'identification du comportement d'un fluide quelconque ne sont pas satisfaites.
Le principe de la méthode inverse construit par Lanos (1993) contribue à limiter les imprécisions d'un ajustement direct. Cette méthode inverse permet de ne pas imposer à priori le type de comportement et d'en construire la forme par un ajustement entre les données expérimentales et la solution théorique associée à une combinaison linéaire de comportements élémentaires. Cette méthode introduit la notion de taux de déformation moyen qui constitue un outil important vis à vis de l'ajustement. Le processus d'identification est itératif. L'utilisation de cette méthode est cependant elle aussi pénalisée par le faible nombre de solutions théoriques connues constituant sa base de données.
Dans le cadre de notre étude, un ajustement entre solution théorique et données expérimentales sera recherchée. Par contre, cet ajustement sera répété à chaque configuration de l'écoulement (pour chaque valeur de la hauteur de l'échantillon). L'exploitation de la notion de taux de déformation moyen doit aboutir à une réelle méthode inverse permettant de calculer un état de contrainte moyen caractéristique de la configuration étudiée. A l'image de la méthode inverse de Lanos, le calcul sera itératif. Nous proposons cependant d'imposer un comportement de type viscoplastique pour permettre l'ajustement avec les données expérimentales. L'identification d'un taux de déformation moyen et d'un état de contrainte moyen associé fournit un point de la courbe d'écoulement du fluide testé, caractéristique de la configuration étudiée. Ce processus, répété pour chaque configuration (soit pour chaque valeur de la hauteur de l'échantillon), doit mener au tracé d'une courbe d'écoulement spécifique du comportement du fluide testé.
Le développement de la notion de taux de déformation moyen constitue la première étape de notre travail. La sélection du type de comportement retenu pour construire la méthode inverse pourra ensuite être abordée. Le développement de l'algorithme de calcul constitue le troisième objectif de l'étude. Les cas d'écoulements adhérent et glissant avec frottement doivent être envisagés. La méthode inverse sera dans un premier temps validée à partir de données de

compression simulées. Le dernier objectif consiste à valider la méthode en présence de données expérimentales de compression de différents fluides dont le comportement rhéologique a pu être évalué à l'aide de rhéomètres traditionnels.

La présentation de l'essai de compression, l'étude générale de l'écoulement et une présentation des outils et des données bibliographiques sur lesquelles est basée notre étude ont été réalisées dans ce premier chapitre. Cette étape a permis d'étayer les objectifs de ce travail.
Le deuxième chapitre a pour but de présenter le principe de l'analyse de l'écoulement non viscosimétrique engendré par l'écoulement de compression.

Chapitre 2 - Principe de l'analyse de l'écoulement de compression

2.1 Champ des taux de déformations et champ de contraintes.

L'écriture du tenseur des taux de déformations, D_{ij}, en coordonnées cartésiennes est donnée par la relation (2.1).

$$D_{ij} = \frac{1}{2}\left(V_{i,j} + V_{j,i}\right) \tag{2.1}$$

Son développement en coordonnées cylindriques est le suivant :

$$D_{ij} = \begin{bmatrix} \frac{\partial V_r}{\partial r} & \frac{1}{2}\left(r\frac{\partial}{\partial r}\left(\frac{V_\theta}{r}\right) + \frac{1}{r}\frac{\partial V_r}{\partial \theta}\right) & \frac{1}{2}\left(\frac{\partial V_z}{\partial r} + \frac{\partial V_r}{\partial z}\right) \\ \frac{1}{2}\left(r\frac{\partial}{\partial r}\left(\frac{V_\theta}{r}\right) + \frac{1}{r}\frac{\partial V_r}{\partial \theta}\right) & \frac{1}{r}\frac{\partial V_\theta}{\partial \theta} + \frac{V_r}{r} & \frac{1}{2}\left(\frac{\partial V_\theta}{\partial r} + \frac{1}{r}\frac{\partial V_z}{\partial \theta}\right) \\ \frac{1}{2}\left(\frac{\partial V_z}{\partial r} + \frac{\partial V_r}{\partial z}\right) & \frac{1}{2}\left(\frac{\partial V_\theta}{\partial r} + \frac{1}{r}\frac{\partial V_z}{\partial \theta}\right) & \frac{\partial V_z}{\partial z} \end{bmatrix} \tag{2.2}$$

Cette expression est simplifiée du fait de l'axi-symétrie de la géométrie de l'écoulement de compression.

$$D_{ij} = \begin{bmatrix} \frac{\partial V_r}{\partial r} & 0 & \frac{1}{2}\left(\frac{\partial V_z}{\partial r} + \frac{\partial V_r}{\partial z}\right) \\ 0 & \frac{V_r}{r} & 0 \\ \frac{1}{2}\left(\frac{\partial V_z}{\partial r} + \frac{\partial V_r}{\partial z}\right) & 0 & \frac{\partial V_z}{\partial z} \end{bmatrix} \tag{2.3}$$

De la même façon, les composantes du tenseur des contraintes déviatoriques $\sigma^{(d)}$ qui s'applique à la matière en écoulement sont notées :

$$\sigma^{(d)} \equiv \sigma_{ij}^{(d)} = \begin{bmatrix} \sigma_r^{(d)}(r,z,\theta,t) & \tau_{r\theta}(r,z,\theta,t) & \tau_{rz}(r,z,\theta,t) \\ \tau_{\theta r}(r,z,\theta,t) & \sigma_\theta^{(d)}(r,z,\theta,t) & \tau_{\theta z}(r,z,\theta,t) \\ \tau_{zr}(r,z,\theta,t) & \tau_{z\theta}(r,z,\theta,t) & \sigma_z^{(d)}(r,z,\theta,t) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \sigma_r^{(d)}(r,z,t) & \tau_{r\theta}(r,z,t) & \tau_{rz}(r,z,t) \\ \tau_{\theta r}(r,z,t) & \sigma_\theta^{(d)}(r,z,t) & \tau_{\theta z}(r,z,t) \\ \tau_{zr}(r,z,t) & \tau_{z\theta}(r,z,t) & \sigma_z^{(d)}(r,z,t) \end{bmatrix} \tag{2.4}$$

$\sigma^{(d)}$ est associé à un tenseur sphérique P dont les composantes sont :

$$P = \begin{bmatrix} p(r,z,\theta,t) & 0 & 0 \\ 0 & p(r,z,\theta,t) & 0 \\ 0 & 0 & p(r,z,\theta,t) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} p(r,z,t) & 0 & 0 \\ 0 & p(r,z,t) & 0 \\ 0 & 0 & p(r,z,t) \end{bmatrix} \tag{2.5}$$

Le tenseur des contraintes totales étant défini par la relation suivante :

$$\sigma = \sigma^{(d)} - P \tag{2.6}$$

En considérant les écoulements induits suffisamment lents, la courbe d'enregistrement d'un écoulement de compression peut être interprétée comme une succession d'états quasi-statiques (forces d'inertie négligées). Pour chaque état, le seul paramètre dont la dimension fait intervenir le temps est la vitesse constante de compression. Par ailleurs, tous les paramètres globaux mesurés ne dépendent pas directement du temps, l'état étant statique. Ainsi, la variable t va disparaître des écritures présentées précédemment.

Exemple : $\sigma_r^{(d)}(r,z,t) = \sigma_r^{(d)}(r,z)$ (2.7)

L'analyse dimensionnelle du champ de vitesses de l'écoulement impose que $\dot{h}$ soit en facteur dans l'expression des vitesses en tout point de l'écoulement (Lanos, 1993).

$$V_r(r,z) = \dot{h}.\xi_r(r,z,R,h) \tag{2.8}$$

$$V_\theta(r,z) = \dot{h}.\xi_\theta(r,z,R,h) \tag{2.9}$$

$$V_z(r,z) = \dot{h}.\xi_z(r,z,R,h) \tag{2.10}$$

les fonctions ξ_r , ξ_θ et ξ_z devant être adimensionnelles,

$$V_r(r,z) = \dot{h}.\xi_r\left(\frac{r}{R},\frac{z}{R},\frac{R}{h}\right) \tag{2.11}$$

$$V_\theta(r,z) = \dot{h}.\xi_\theta\left(\frac{r}{R},\frac{z}{R},\frac{R}{h}\right) \tag{2.12}$$

$$V_z(r,z) = \dot{h}.\xi_z\left(\frac{r}{R},\frac{z}{R},\frac{R}{h}\right) \tag{2.13}$$

Ceci implique vis à vis des taux de déformations (notés D_{ij}) que

$$D_{ij} = \frac{h}{R}.\Omega_{ij}\left(\frac{r}{R},\frac{z}{R},\frac{R}{h}\right) \tag{2.14}$$

De la même façon, les contraintes (notées σ_{ij}) s'expriment

$$\sigma_{ij} = \sigma^{(d)} - P = \sigma_{ij}\left(\frac{r}{R},\frac{z}{R},\frac{R}{h},\frac{\dot{h}}{R}\right) \tag{2.15}$$

2.2 Paramètres globaux.

Le paramètre global mesuré, *F*, résulte de l'intégration sur la surface d'un plateau des contraintes axiales. Cette intégration sur une surface a pour conséquence la disparition des variables r et z de l'expression de la force de compression.

$$F = \int 2\pi r \sigma_{zz} dr = f\left(\frac{R}{h}, \frac{\dot{h}}{R}\right) \tag{2.16}$$

La fonction f intègre également les paramètres constitutifs de la loi de comportement du fluide étudié.

Ces considérations dimensionnelles permettent donc de réduire le nombre de paramètres globaux influents. Les paramètres globaux réduits suivants sont retenus.

$$\frac{h}{R}, \frac{\dot{h}}{R} \text{ et } \frac{F\dot{h}}{\pi R^2 h} \text{ (ou } -\frac{Fh}{\pi R^3}\text{)} \tag{2.17}$$

Les deux premiers sont représentatifs de la géométrie de l'essai. La première expression du troisième, $F\dot{h}$ rapportée au volume compris entre les plateaux $\pi R^2 h$, correspond au signe près à la puissance fournie pour la mise en écoulement.
Le comportement d'un matériau donné peut ainsi être illustré par la surface caractéristique obtenue par le tracé de chaque point représentatif d'une mesure résultant des essais dans un repère tridimensionnel choisi. Le repère tridimensionnel de paramètres globaux réduits choisi pour la suite du travail est finalement (figure 2.1)

$$\frac{h}{R}, \frac{\dot{h}}{R} \text{ et } F^* = -\frac{Fh}{\pi R^3} \tag{2.18}$$

La réduction à une dimension de la loi de comportement $\tau(\dot{\gamma})$ est fréquemment utilisée. Cette relation est traduite graphiquement par une courbe nommée rhéogramme ou courbe d'écoulement donnant l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement.
Dans la mesure où *F** s'apparente à une contrainte de cisaillement (ceci est discuté ultérieurement), ce repère révèle une certaine similitude des courbes obtenues pour des h/R constants avec le rhéogramme ou la courbe d'écoulement du fluide étudié. Les courbes enregistrées par des essais menés à vitesse constante seront les intersections de la surface caractéristique évoquée précédemment avec des plans tels que $\dot{h}/R$ = constante.

Une telle surface donne une représentation caractéristique du comportement dont l'unicité doit être vérifiée : une surface donnée correspond-t-elle à un et un seul comportement image ? L'utilisation d'un principe variationnel permet d'étudier et de valider la bijection de cette relation dont le développement est donné par Lanos (1993) et rappelé en annexe 1.

Comme nous le verrons également par la suite, l'allure de la courbe caractéristique expérimentale F*(h/R) donne une première indication des caractères dominants du comportement du fluide testé.

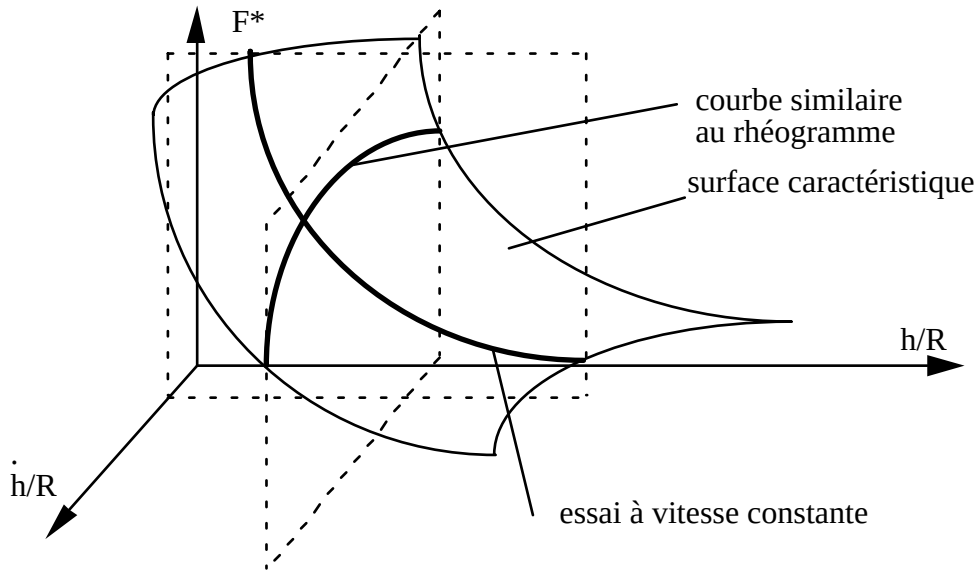


Figure 2.1 : Repère global d'identification.

2.3 Traitement associé à un écoulement non viscosimétrique.

2.3.1 Introduction.

L'écriture générale de la forme de la loi de comportement est abordée ici d'un point de vue mathématique à partir du calcul du taux de dissipation d'énergie au sein de l'échantillon en écoulement. La notion de taux de déformation moyen, définie comme la racine carrée du second invariant du tenseur des taux de déformation est ensuite introduite. Elle permet de mettre en évidence la relation dimensionnelle entre le comportement moyen du fluide en écoulement, les paramètres géométriques et le paramètre global caractéristique *F**. Par ailleurs, l'exploitation de la notion de taux de déformation moyen rend possible la décomposition d'un comportement en une combinaison linéaire de comportements fondamentaux. Ce principe, développé par Lanos (1993) est rappelé pour être ensuite limité aux cas des fluides viscoplastiques.

2.3.2 Ecriture de la loi de comportement.

L'étude mathématique de la forme de la loi de comportement liant état de contraintes et état de déformations se limite aux cas de milieux dissipatifs non compressibles. Les comportements intégrant de l'élasticité ne sont pas inclus. Par conséquent, dans le cas de lois de comportements isotropes, la relation générale liant la matrice symétrique de rang trois du déviateur de contraintes à la matrice des taux de déformation s'écrit grâce au théorème de Cayley-Hamilton (Freudental et Geiringer, 1958) :

$$\left[\sigma^{(d)}\right] = M_1.[D] + M_2.[D].[D] \qquad (2.19)$$

Où $\sigma^{(d)}$ désigne le déviateur des contraintes et D représente le tenseur des taux de déformations.

Les modules M_i sont des fonctions des invariants de la matrice des vitesses de déformations et font intervenir les coordonnées des points considérés et la température.
L'existence d'un potentiel de dissipation Γ (Germain, 1986) tel que :

$$\sigma_{ij}^{(d)} = \frac{\partial \Gamma_{(D_{ij},x)}}{\partial D_{ij}} \tag{2.20}$$

Cette dernière relation implique que :

$$M_1 = \frac{\partial \Gamma}{\partial I_2} \text{ et } M_2 = \frac{\partial \Gamma}{\partial I_3} \tag{2.21}$$

avec $I_2 = \frac{1}{2} D_{ij} D_{ij}$ et $I_3 = \frac{1}{3} D_{ij} D_{jk} D_{ki}$ les second et troisième invariants du tenseur des taux de déformations.

Le taux de dissipation d'énergie pour un élément de volume peut alors s'écrire

$$\sigma_{ij}^{(d)}.D_{ij} = 2I_2 \frac{\partial \Gamma}{\partial I_2} + 3I_3 \frac{\partial \Gamma}{\partial I_3} \tag{2.22}$$

La connaissance de la loi de comportement se résume alors à la connaissance de son potentiel de dissipation associé. Cette étude est limitée à des fluides dits standards (la dissipation sera alors normale).

Le module M_2 traduit un effet du second ordre qui engendre le développement de contraintes normales au plan de cisaillement. Ce phénomène, que l'on nomme dilatance, peut se produire lors d'une sollicitation en cisaillement pur. Cet effet sera considéré comme négligeable devant les autres termes de la loi de comportement. Ainsi le potentiel de dissipation sera supposé indépendant du troisième invariant du tenseur des taux de déformations et s'exprimera alors :

$$\sigma_{ij}^{(d)}.D_{ij} = 2I_2 \frac{\partial \Gamma}{\partial I_2} \tag{2.23}$$

En rhéologie, une réduction à une dimension de la loi de comportement est généralement exploitée, permettant de passer d'une relation entre tenseurs à une relation entre scalaires. Vis à vis de l'écoulement (à priori tridimensionnel) engendré par la mise en compression, l'influence du comportement se traduit par l'association en chaque point de l'écoulement d'un tenseur représentatif de l'état de contraintes $\sigma^{(d)}$ à un tenseur représentatif de l'état de déformations D. L'ensemble des couples $(\sigma^{(d)}{}_{ij}, D_{ij})$ respectant la loi de comportement est une représentation de cette loi dans un hyperespace de dimension 12. Le passage d'une telle représentation à une vue scalaire (2 dimension) peut sembler un peu réductrice.

La loi de comportement peut également inclure des restrictions sur l'existence de l'écoulement, se traduisant notamment en terme de critère de plasticité. La conséquence de ce critère est l'introduction d'une fonctionnelle dont les contraintes, les déformations et leurs évolutions sont des variables. Différents critères existent mais ce travail s'inscrit dans

l'utilisation d'un critère faisant intervenir seulement un état de contraintes : le critère de Von Mises (1928).

L'étude de l'écoulement peut s'interpréter de la façon suivante. A une configuration de l'essai de compression correspond un groupe de valeurs prises par les paramètres globaux ($\dot{h}$, R, h, F) (Lanos, 1993). A toute configuration, il correspond au sein du matériau en écoulement un champ de contraintes et un champ de taux de déformations. Ces champs sont tels que la loi de comportement est vérifiée en chaque point de l'écoulement. L'ensemble des points de l'écoulement permet de définir un ensemble de couples ($\sigma^{(d)}{}_{ij}, D_{ij}$) solutions de la loi de comportement. Ainsi, deux configurations différentes conduisent à deux ensembles de couples différents. Une représentation de ce phénomène dans un espace bi-dimensionnel est donnée par la figure 2.2. Par conséquent la caractérisation du fluide consiste à balayer l'ensemble des couples ($\sigma^{(d)}{}_{ij}, D_{ij}$), c'est à dire l'ensemble des groupes ($\dot{h}$, R, h, F).

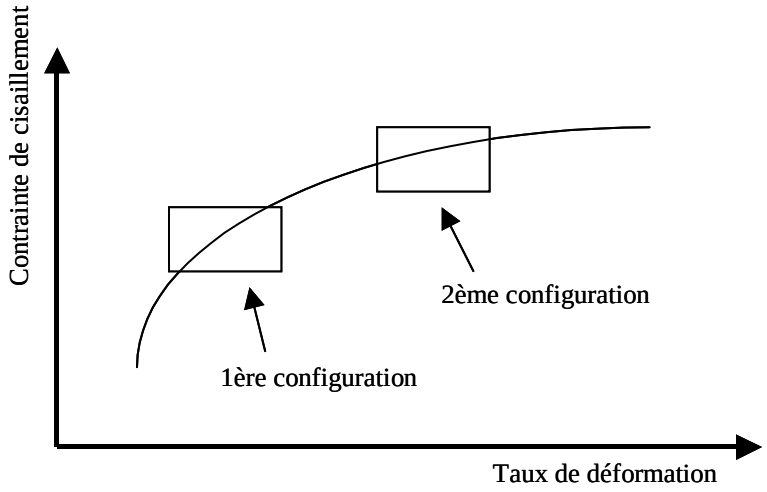


Figure 2.2 : Définition des domaines des couples solutions ($\sigma^{(d)}{}_{ij}, D_{ij}$) liés à chaque configuration.

2.3.3 Méthode d'identification d'une loi de comportement : approche énergétique.

Dans un écoulement, le taux de dissipation d'énergie global D_e, correspondant à la sommation sur tout le domaine en écoulement des taux de dissipation locaux, peut s'écrire en fonction du potentiel de dissipation Γ :

$$D_e = \int_V \sigma_{ij}{}^{(d)}.D_{ij}.dv = \int_V 2\frac{\partial \Gamma}{\partial I_2} I_2.dv \qquad (2.24)$$

En toute rigueur, le volume V considéré pour l'intégration est le volume total de matière et non le volume inscrit entre les plateaux.

L'utilisation du théorème de la moyenne sur la fonction taux de dissipation (qui est continue sur le volume total V de l'échantillon) permet d'écrire qu'il existe une valeur particulière $\bar{I}_2$ du second invariant du tenseur des taux de déformations tel que :

$$D_e = 2\left(\frac{\partial \Gamma}{\partial I_2}\right)_{(I_2=\bar{I}_2)} \bar{I}_2.V \tag{2.25}$$

avec

$$I_2 = \frac{1}{2} D_{ij} D_{ij} \tag{2.26}$$

L'introduction d'un taux de déformation moyen égal à la racine carrée du second invariant $\bar{I}_2$ permet à Lanos (1993) d'obtenir la relation suivante :

$$\left(\frac{\partial \Gamma}{\partial I_2}\right)_{(I_2=\bar{I}_2)} = \left(\frac{\partial \Gamma}{\partial \sqrt{I_2}} \frac{\partial \sqrt{\bar{I}_2}}{\partial \bar{I}_2}\right)_{(I_2=\bar{I}_2)} = \left(\frac{\partial \Gamma}{\partial \sqrt{I_2}}\right)_{(I_2=\bar{I}_2)} \frac{1}{2} \frac{1}{\sqrt{\bar{I}_2}} \tag{2.27}$$

Par conséquent,

$$D_e = \left(\frac{\partial \Gamma}{\partial \sqrt{I_2}}\right)_{(\sqrt{I_2}=\sqrt{\bar{I}_2})} \sqrt{\bar{I}_2}.V \tag{2.28}$$

La possibilité de mettre en facteur le terme $\dot{h}/R$ dans chaque élément du tenseur des taux de déformations (Cf. eq.(2.14)), comme nous l'avons évoqué au début de ce chapitre, conduit à l'obtention d'une courbe représentant l'évolution de $\left(\frac{D_e}{V}\frac{R}{\dot{h}}\right)$ en fonction de $\dot{h}/R$ d'allure similaire à la courbe d'écoulement du fluide testé. Le rapport $\frac{D_e}{V}$ correspond à la puissance nécessaire à la compression de l'échantillon, $-F\dot{h}$, divisée par le volume proche de celui inscrit entre les plateaux, $\pi R^2 h$. L'utilisation du paramètre global réduit $F^* = -\frac{Fh}{\pi R^3}$ dans le cas d'essais menés à vitesse constante permet d'obtenir, en fonction de h/R, la relation suivante :

$$F^*\left(\frac{h}{R}\right)^{-2} = \frac{D_e}{V}\frac{R}{\dot{h}} = \left(\frac{\partial \Gamma}{\partial \sqrt{I_2}}\right)_{(\sqrt{I_2}=\sqrt{\bar{I}_2})} \sqrt{\bar{I}_2}\frac{R}{\dot{h}} = 2\left(\frac{\partial \Gamma}{\partial I_2}\right)_{(I_2=\bar{I}_2)} \bar{I}_2 \frac{R}{\dot{h}} \tag{2.29}$$

L'expression de F^* fait ainsi intervenir la loi de comportement au moyen de son potentiel Γ ainsi que la distribution de l'écoulement étudié par l'intermédiaire du taux de déformation moyen.

Dans cette expression, le taux de déformation moyen $\sqrt{\bar{I}_2}$ est caractéristique du champ de vitesse de déformations de l'écoulement. L'expression $\frac{F^*}{\sqrt{\bar{I}_2}}\left(\frac{h}{R}\right)^{-2}\frac{\dot{h}}{R}$ est caractéristique du champ de contraintes associé à l'écoulement. Ainsi pour reprendre l'illustration précédente (figure 2.1), l'exploitation du taux de déformation moyen et du cisaillement équivalent

associé permet de placer dans un repère bi-dimensionnel les points représentatifs de chaque ensemble de couples correspondant à une configuration (figure 2.3).

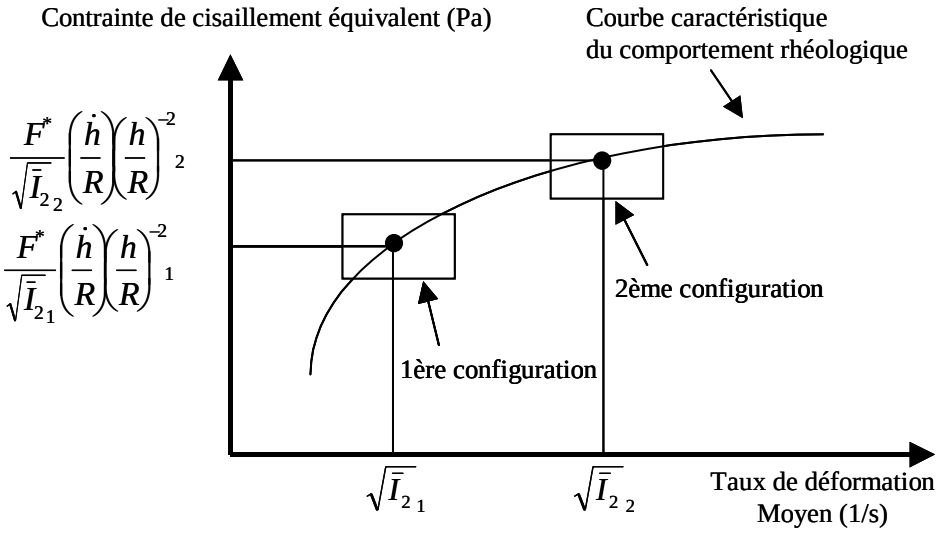


Figure 2.3 : Représentation scalaire moyenne équivalente d'une configuration.

Pour mettre en œuvre une telle analyse et établir une courbe d'écoulement équivalente représentative d'un état de déformation moyen, les paramètres à identifier sont le taux de déformation moyen et le paramètre global F^*, qui intègre les paramètres du comportement du fluide testé. Cette étape ne devient possible qu'en présupposant la forme de la loi de comportement du fluide testé, pour exploiter la solution analytique de l'effort associé, puis spécifier un état de déformations et de cisaillement équivalent.

Le choix d'une telle loi de comportement repose sur différents critères :

- La loi de comportement doit à la fois être simple et intégrer les comportements présentant un seuil d'écoulement.

- Elle doit permettre d'envisager l'étude de fluides complexes dont le comportement n'est à priori pas connu et intégrer les cas limites visqueux et plastique.

- La solution de l'effort de compression associé à ce comportement doit pouvoir être établie de façon analytique.

- Cette même loi doit être exploitée par la suite de façon à étudier les phénomènes de glissement avec frottement à l'interface des fluides à seuil.

L'ensemble de ces critères justifie le choix du modèle de Bingham, que sera donc exploité dans la suite de cette étude pour développer les outils d'analyse de l'écoulement de compression.

2.3.4 Combinaison linéaire.

La notion de taux de déformations moyen permet d'envisager la décomposition d'un comportement en une combinaison linéaire de comportements fondamentaux. Dès lors, une telle analyse s'appuie ensuite sur l'hypothèse que les taux de déformations moyen des différents types de fluides envisagés sont peu différents les uns des autres. Ceci revient à considérer que la cinématique de l'écoulement est globalement indépendante de la nature du fluide. En toute rigueur, cette hypothèse est fausse mais peut constituer une simplification acceptable pour certaines géométries de l'écoulement. Une telle hypothèse semble cependant exploitable, en remarquant qu'au sein des écoulements considérés, les dissipations issues du cisaillement se compensent avec celles relevant de l'élongation due aux termes diagonaux du déviateur de contrainte. Cette hypothèse implique que l'écoulement intègre une composante élongationnelle. Une telle hypothèse ne peut ainsi être appliquée aux écoulements de fluides au sein de rhéomètres à cylindres coaxiaux ou capillaires.

Le problème de l'unicité du comportement associé à la courbe caractéristique F*(h/R) a été préalablement mentionné au §2.2 et sa résolution développée en annexe 1. Au cours de ce travail, l'expression du taux de déformations moyen pour différents types de fluides est calculée. La comparaison de ces expressions permet d'analyser dans quelle mesure l'hypothèse mentionnée précédemment est licite.

Soit un fluide dont le comportement est composé. Son potentiel, noté Γ_3, est tel que :

$$\Gamma_3 = \Gamma_1 + \Gamma_2 \tag{2.30}$$

Γ_1 et Γ_2 sont les potentiels de deux fluides fondamentaux 1 et 2 (par exemple visqueux newtonien et plastique parfait pour un fluide de Bingham).

Si le taux de déformation moyen $\sqrt{\bar{I}_2}$, solution de l'écoulement des fluides de potentiels Γ_1, Γ_2 et Γ_3 pris indépendamment, est associé à chacun de ces potentiels:

la solution de l'écoulement du fluide de potentiel Γ_1 donne : $\sqrt{\bar{I}_{2(1)}}$

la solution de l'écoulement du fluide de potentiel Γ_2 donne : $\sqrt{\bar{I}_{2(2)}}$

la solution de l'écoulement du fluide de potentiel Γ_3 donne : $\sqrt{\bar{I}_{2(3)}}$

Ainsi

$$\frac{D_e}{V} = \left(\frac{\partial \Gamma_3}{\partial \sqrt{I_2}}\right)_{\left(\sqrt{I_2}=\sqrt{\bar{I}_{2(3)}}\right)} \sqrt{\bar{I}_{2(3)}} = \left(\frac{\partial \Gamma_1}{\partial \sqrt{I_2}}\right)_{\left(\sqrt{I_2}=\sqrt{\bar{I}_{2(3)}}\right)} \sqrt{\bar{I}_{2(3)}} + \left(\frac{\partial \Gamma_2}{\partial \sqrt{I_2}}\right)_{\left(\sqrt{I_2}=\sqrt{\bar{I}_{2(3)}}\right)} \sqrt{\bar{I}_{2(3)}} \tag{2.31}$$

Considérer que les taux de déformations moyens sont peu différents, quel que soit le comportement du fluide, permet de proposer l'écriture suivante.

$$\frac{D_e}{V\sqrt{\bar{I}_{2(3)}}} = \left(\frac{\partial\Gamma_3}{\partial\sqrt{I_2}}\right)_{\left(\sqrt{I_2}=\sqrt{\bar{I}_{2(3)}}\right)} = \left(\frac{\partial\Gamma_1}{\partial\sqrt{I_2}}\right)_{\left(\sqrt{I_2}=\sqrt{\bar{I}_{2(1)}}\right)} + \left(\frac{\partial\Gamma_2}{\partial\sqrt{I_2}}\right)_{\left(\sqrt{I_2}=\sqrt{\bar{I}_{2(2)}}\right)} \tag{2.32}$$

Le rapport de la puissance fournie pour la mise en écoulement au taux de déformation moyen forme un paramètre global. Ceci signifie que, si l'écoulement respecte l'hypothèse formulée, l'enregistrement du paramètre global

$$\left(\frac{D_e}{V\sqrt{\bar{I}_2}}\right), \tag{2.33}$$

lors d'un essai avec un fluide composé, est égal à la somme des enregistrements des paramètres globaux

$$\left(\frac{D_e}{V\sqrt{\bar{I}_2}}\right)_i, \tag{2.34}$$

obtenus lors des essais réalisés avec chacun des fluides composants *i*.

A partir de ce formalisme, il est envisageable de construire une méthode d'identification de comportements de fluides basée sur la recherche d'une décomposition du paramètre global défini ci-dessus, mesuré lors d'un essai, en une combinaison de paramètres globaux du même type, caractéristiques de comportements fondamentaux répertoriés.

Cette décomposition doit être vérifiée pour toutes valeurs prises par les paramètres globaux imposés $(\dot{h}, R, h)$ pendant le déroulement de l'essai. Le taux de déformation moyen $\sqrt{\bar{I}_2}$, indépendant du comportement du fluide, ne sera fonction que des paramètres géométriques de l'écoulement.

La méthode d'identification du comportement proposée par Lanos (1993), qui exploite l'analyse précédente est construite à partir du paramètre global *F**.

Considérant qu'une loi de comportement peut être une combinaison de comportements élémentaires, l'espace des pseudo-potentiels de dissipation, associé à l'addition sur les fonctions possède une structure de groupe qui, associé au produit par un scalaire, crée un espace vectoriel. Une base de cet espace est constituée d'un ensemble de pseudo-potentiels fondamentaux, correspondant à des comportements (par exemple : visqueux newtonien, pseudo-plastique,...), qui doivent être linéairement indépendants.
Une telle base sera notée

$$(\Gamma_1, \Gamma_2, \Gamma_3, ..., \Gamma_i) \tag{2.35}$$

En toute rigueur la dimension de cette base est infinie.

L'expression du taux de dissipation d'énergie, pour un fluide quelconque, en fonction des taux de dissipation correspondant aux comportements fondamentaux est donnée par :

$$D_e = \int_V \sigma_{ij}^{(d)}.D_{ij}.dv \tag{2.36}$$

Si $\Gamma = \omega_1.\Gamma_1 + \omega_2.\Gamma_2 + \omega_3.\Gamma_3 + ... + \omega_i.\Gamma_i$
où les ω_j *sont des scalaires,*

soit,

$$D_e = \omega_1.D_{e(1)} + \omega_2.D_{e(2)} + \omega_3.D_{e(3)} + ... + \omega_i.D_{e(i)} \tag{2.37}$$

Le taux de dissipation d'énergie conservant la linéarité, l'espace ainsi composé muni des mêmes opérateurs forme un nouvel espace vectoriel. Le passage d'un taux d'énergie à un taux volumique ne remet pas en question la structure d'espace vectoriel. D'ailleurs toute pondération de ce taux volumique par les coefficients traduisant la géométrie (h/R et $\dot{h}/R$) n'influe pas sur cette structure. Ainsi, en considérant que la dissipation est principalement développée dans le volume inscrit entre les plateaux,

$$F^* = -\frac{Fh}{\pi R^3} = \frac{D_e}{V}\left(\frac{\dot{h}}{R}\right)^{-1}\left(\frac{h}{R}\right)^2 \tag{2.38}$$

Si l'hypothèse selon laquelle le taux de déformations moyen est indépendant de la nature du fluide est considérée, la base vectorielle de l'espace des F^* est alors indépendante du comportement du fluide et donc la courbe F^*, obtenue lors d'un essai, est la combinaison linéaire de courbes caractéristiques de fluides fondamentaux. Le comportement composé est identifié comme étant la somme de comportements fondamentaux, l'identification fournissant une première estimation des paramètres de comportement.

Ces considérations permettent de mettre en évidence l'importance du paramètre global F^*. Son évolution en fonction de la géométrie d'essai est pratiquement caractéristique du comportement du fluide testé et peut être envisagée en première approche comme étant une combinaison linéaire des courbes caractéristiques de comportements fondamentaux. Un tel principe a été appliqué par Lanos (1993) pour permettre une première évaluation des paramètres du comportement de fluides viscoplastiques. Dans la suite de cette étude, ce résultat est exploité aux chapitres 4 et 5 de façon à initialiser l'algorithme de calcul développé pour permettre l'obtention d'une courbe d'écoulement équivalente.

Rappelons que dans la suite de ce travail, les fluides étudiés sont considérés homogènes, incompressibles, et ne présentant pas de phénomène de mémoire. De plus, l'écoulement est considéré comme isotherme et la loi de comportement exploitée lie le tenseur déviateur des contraintes à celui des taux de déformations. Par conséquent, le cas des fluides élastiques ne sera pas abordé.

Le travail présenté ici sera dans un premier temps dédié au cas des fluides adhérents puis étendu aux fluides glissants afin de prendre en compte le glissement de la matière sur les plateaux et de déterminer l'allure de la loi de frottement.

2.4 Equations régissant l'écoulement de compression.

2.4.1 Conventions et équations de conservation.

La construction de solutions d'écoulements de fluides de comportements fondamentaux (visqueux, plastique, …) est nécessaire afin de pouvoir envisager leurs combinaisons et appréhender par la suite l'étude du comportement de fluides complexes. Cette étape doit également permettre d'établir la solution de l'écoulement d'un fluide de Bingham, type de comportement que nous avons retenu pour développer l'algorithme de calcul nécessaire à l'obtention de courbes d'écoulement équivalentes de fluides viscoplastiques.
Par ailleurs, il convient de définir les conventions d'écriture du problème et de lister l'ensemble des équations disponibles pour l'étude théorique de l'écoulement de compression.
Certains points relatifs aux notations déjà développées précédemment sont rappelés.

Le tenseur des contraintes déviatoriques est $\sigma^{(d)}$, avec :

$$\sigma^{(d)} = \begin{bmatrix} \sigma_r^{(d)}(r,z,\theta,t) & \tau_{r\theta}(r,z,\theta,t) & \tau_{rz}(r,z,\theta,t) \\ \tau_{\theta r}(r,z,\theta,t) & \sigma_\theta^{(d)}(r,z,\theta,t) & \tau_{\theta z}(r,z,\theta,t) \\ \tau_{zr}(r,z,\theta,t) & \tau_{z\theta}(r,z,\theta,t) & \sigma_z^{(d)}(r,z,\theta,t) \end{bmatrix} \tag{2.39}$$

Il est associé à un tenseur sphérique P :

$$P = \begin{bmatrix} p(r,z,\theta,t) & 0 & 0 \\ 0 & p(r,z,\theta,t) & 0 \\ 0 & 0 & p(r,z,\theta,t) \end{bmatrix} \tag{2.40}$$

Le tenseur des contraintes totales étant défini par :

$$\sigma = \sigma^{(d)} - P \tag{2.41}$$

L'équation de conservation de la quantité de mouvement valide pour tout fluide incompressible (termes d'inertie négligés au vu des faibles vitesses de rapprochement des plateaux) s'écrit sous sa forme générale

$$\frac{\partial(\rho\vec{V})}{\partial t} = \rho.\vec{f} + div\sigma \tag{2.42}$$

Si l'écoulement est considéré comme une succession de phases en équilibre statique et que les forces volumiques, notées $\vec{f}$, sont négligeables face au phénomène étudié, on peut alors écrire en coordonnées cylindriques, en simplifiant les écritures :

$$\frac{\partial p}{\partial r} = \frac{1}{r}\frac{\partial\left(r.\sigma_r^{(d)}\right)}{\partial r} + \frac{1}{r}\frac{\partial \tau_{r\theta}}{\partial \theta} - \frac{\sigma_\theta^{(d)}}{r} + \frac{\partial \tau_{rz}}{\partial z} \tag{2.43}$$

$$\frac{1}{r}\frac{\partial p}{\partial \theta} = \frac{1}{r^2}\frac{\partial\left(r^2.\tau_{r\theta}\right)}{\partial r} + \frac{1}{r}\frac{\partial \sigma_\theta^{(d)}}{\partial \theta} + \frac{\partial \tau_{\theta z}}{\partial z} \tag{2.44}$$

$$\frac{\partial p}{\partial z} = \frac{1}{r}\frac{\partial\left(r.\tau_{rz}\right)}{\partial r} + \frac{1}{r}\frac{\partial \tau_{\theta z}}{\partial \theta} + \frac{\partial \sigma_z^{(d)}}{\partial z} \tag{2.45}$$

La forme retenue pour exprimer la loi de comportement d'un fluide incompressible quelconque est :

$$\sigma_{ij}^{(d)} = 2\eta(I_2).D_{ij} \tag{2.46}$$

avec D_{ij} le tenseur des taux de déformations et I_2 le second invariant du tenseur des taux de déformations.

Rappel :
Dans le cadre de l'hypothèse d'incompressibilité du matériau, le premier invariant du tenseur des taux de déformation I_1 n'intervient pas dans loi de comportement et, par ailleurs, l'effet du troisième invariant I_3 est négligé (Cf. 2.3.2). La loi de comportement ne dépend plus alors que du deuxième invariant du tenseur des taux de déformations.

Pour des fluides incompressibles et de par la symétrie cylindrique ($V_\theta = 0$ et toutes les dérivées par rapport à θ sont nulles), (2.46) s'écrit

$$\sigma_r^{(d)} = 2\eta(I_2).\frac{\partial V_r}{\partial r} \tag{2.47}$$

$$\sigma_\theta^{(d)} = 2\eta(I_2).\frac{V_r}{r} \tag{2.48}$$

$$\sigma_z^{(d)} = 2\eta(I_2).\frac{\partial V_z}{\partial z} \tag{2.49}$$

$$\tau_{rz} = \tau_{zr} = 2\eta(I_2)\frac{1}{2}\left(\frac{\partial V_z}{\partial r} + \frac{\partial V_r}{\partial z}\right) \tag{2.50}$$

$$\tau_{r\theta} = \tau_{\theta r} = \tau_{\theta z} = \tau_{z\theta} = 0 \tag{2.51}$$

et les relations (2.43) et (2.45) deviennent

$$\frac{\partial p}{\partial r} = \frac{1}{r}\frac{\partial\left(r.\sigma_r^{(d)}\right)}{\partial r} - \frac{\sigma_\theta^{(d)}}{r} + \frac{\partial \tau_{rz}}{\partial z} \tag{2.52}$$

$$\frac{\partial p}{\partial z} = \frac{1}{r}\frac{\partial\left(r.\tau_{rz}\right)}{\partial r} + \frac{\partial \sigma_z^{(d)}}{\partial z} \tag{2.53}$$

Ces équations différentielles s'ajoutent à celle obtenue en écrivant l'équation de continuité en considérant le matériau incompressible.

$$div\left(\rho\vec{V}\right) = 0 \tag{2.54}$$

Soit, si le matériau est homogène

$$div\left(\vec{V}\right) = 0 \tag{2.55}$$

Ce qui peut être écrit sous la forme suivante :

$$V_{i,i} = 0 \tag{2.56}$$

ou,

$$Trace\left(D_{ij}\right) = 0 \tag{2.57}$$

et finalement,

$$\frac{\partial V_r}{\partial r} + \frac{V_r}{r} + \frac{\partial V_z}{\partial z} = 0 \tag{2.58}$$

2.4.2 Synthèse.

Les équations régissant l'écoulement de compression sont les suivantes :

Conservation de la masse :

$$\frac{\partial V_r}{\partial r} + \frac{V_r}{r} + \frac{\partial V_z}{\partial z} = 0 \tag{2.59}$$

Conservation de la quantité de mouvement :

$$\frac{\partial p}{\partial r} = \frac{1}{r}\frac{\partial\left(r.\sigma_r^{(d)}\right)}{\partial r} - \frac{\sigma_\theta^{(d)}}{r} + \frac{\partial \tau_{rz}}{\partial z} \tag{2.60}$$

$$\frac{\partial p}{\partial z} = \frac{1}{r}\frac{\partial\left(r.\tau_{rz}\right)}{\partial r} + \frac{\partial \sigma_z^{(d)}}{\partial z} \tag{2.61}$$

Loi de comportement :

$$\sigma_r^{(d)} = 2\eta(I_2).\frac{\partial V_r}{\partial r} \tag{2.62}$$

$$\sigma_\theta^{(d)} = 2\eta(I_2).\frac{V_r}{r} \tag{2.63}$$

$$\sigma_z^{(d)} = 2\eta(I_2).\frac{\partial V_z}{\partial z} \tag{2.64}$$

$$\tau_{rz} = \tau_{zr} = 2\eta(I_2)\frac{1}{2}\left(\frac{\partial V_z}{\partial r} + \frac{\partial V_r}{\partial z}\right) \tag{2.65}$$

A ces équations s'ajoutent les conditions aux limites suivantes :

- La pression de référence sera la pression atmosphérique. Ainsi, $p(r = R, z = h/2) = 0$,
- L'axe de symétrie impose $V_r(r = 0, z) = 0$,
- Le plan de symétrie d'altitude z = 0 implique $V_z(r, z = 0) = 0$,
- Sur les éléments de symétrie, les contraintes de cisaillement sont nulles.

Les conditions aux limites aux plateaux sont de la forme :

- L'adhérence entre fluide et plateaux implique que $V_r(r, z = h/2) = 0$,
- Le glissement entre fluide et plateaux se traduit par $V_r(r, z = h/2) = V_{rp}(r)$,
- Les conditions exploitées pour exprimer le glissement avec frottement seront détaillées au chapitre 5.

Chapitre 3 - Solutions de l'effort engendré par l'écoulement de compression de fluides viscoplastiques

3.1 Introduction.

L'objectif de ce chapitre est de dresser une synthèse des solutions de l'écoulement de compression de fluides viscoplastiques. Les solutions visqueuses et plastiques parfaites sont rappelées dans un premier temps, car ces deux comportements fondamentaux constituent des cas limites de fluides viscoplastiques. Ils permettent d'autre part, suivant la méthode développée par Lanos (1993), l'étude de comportement de fluides plus complexes. Le cas du fluide plastique permet en particulier de discuter de l'influence du choix de la condition limite en contraintes aux bords des plateaux sur la forme de la solution. Une attention particulière sera ensuite portée au cas du fluide de Bingham, puisque ce comportement a été retenu pour développer l'algorithme de calcul permettant l'identification de la courbe d'écoulement d'un fluide quelconque. La solution de l'écoulement de ce fluide sera développée à partir d'une forme simplifiée de la géométrie de l'écoulement et du champ des vitesses associés, et calculée à partir de la dissipation d'énergie au sein de l'échantillon. De façon plus synthétique, les solutions du fluide visqueux en loi puissance et du fluide d'Herschel-Bulkley (fluide visqueux en loi puissance avec seuil de mise en écoulement) seront finalement abordées. Ces solutions sont développées pour des conditions d'adhérence et de glissement parfait aux plateaux. Pour chacun des cas adhérents étudiés, le calcul du taux de déformations moyen est réalisé à partir de la relation (2.29) établie au chapitre 2. Cette même relation est également exploitée dans le cas des écoulements parfaitement glissants pour lesquels l'absence de frottement ne modifie pas l'énergie dissipée à l'interface. Le cas des solutions établies pour des conditions de type glissement avec frottement aux parois sera étudié au chapitre 5. Dans une dernière partie, nous discuterons du phénomène de frettage et de sa modélisation afin de l'intégrer à la solution de l'écoulement d'un fluide viscoplastique.

3.2 Cas du fluide visqueux newtonien.

Le cas du fluide visqueux newtonien est un cas particulier de la famille des fluides viscoplastiques. La compression d'un tel fluide a déjà largement été étudiée. La solution, connue et exacte, est proposée à titre de rappel et permet de présenter la méthode de calcul généralement utilisée pour déterminer l'effort nécessaire à la mise en compression du fluide. L'exploitation d'un champ de vitesse cinématiquement admissible au sein de l'échantillon et de la loi de comportement du fluide testé, permet d'établir les champs de contraintes et de pression. L'expression de l'effort de compression est finalement obtenue par l'intégration de ces éléments sur la surface des plateaux.

3.2.1 Loi de comportement.

La loi de comportement du fluide visqueux newtonien incompressible s'écrit :

$$\sigma_{ij}^{(d)} = 2\eta(I_2)D_{ij} \tag{3.1}$$

avec $2\eta(I_2) = 2\mu$,

μ étant un scalaire nommé viscosité newtonienne. $\sigma_{ij}^{(d)}$ est le tenseur des contraintes déviatoriques, D_{ij} le tenseur des taux de déformations et I_2 le deuxième invariant du tenseur des taux de déformations.

3.2.2 Solution de l'écoulement adhérent d'un fluide visqueux newtonien.

3.2.2.1 Champ de vitesses de l'écoulement.

Dans le cas d'un fluide visqueux newtonien, le volume de fluide entre les plateaux est entièrement cisaillé, et l'expression de la vitesse radiale est (Lanos, 1993) :

$$V_r(r,z) = \frac{3\dot{h}r}{h^3}\left(\frac{h^2}{4} - z^2\right) \tag{3.2}$$

avec h la hauteur de l'échantillon et $\dot{h}$ la vitesse de compression.

L'équation de conservation de la masse (2.59) permet d'obtenir l'expression de la vitesse axiale qui s'écrit alors :

$$V_z(r,z) = \frac{\dot{h}z}{2h^3}\left(4z^2 - 3h^2\right) + cte \tag{3.3}$$

L'exploitation de la condition limite au plateau,

$$V_z(r, z = \frac{h}{2}) = -\frac{\dot{h}}{2} \tag{3.4}$$

permet d'établir que la constante de l'équation (3.3) s'annule. Par conséquent,

$$V_z(r,z) = \frac{\dot{h}z}{2h^3}\left(4z^2 - 3h^2\right) \tag{3.5}$$

3.2.2.2 Champs de contraintes et de pression.

La loi de comportement permet d'écrire :

$$\sigma_r^{(d)}(r,z) = \sigma_\theta^{(d)}(r,z) = \frac{6\mu\dot{h}}{h^3}\left(\frac{h^2}{4} - z^2\right) \tag{3.6}$$

$$\sigma_z^{(d)}(r,z) = -\frac{3\dot{h}\mu}{h^3}\left(\frac{h^2}{4} - z^2\right) \tag{3.7}$$

$$\tau_{rz}{}^{(d)}(r,z) = -\frac{6\mu r z \dot{h}}{h^3} \tag{3.8}$$

L'expression de la conservation de quantité de mouvement permet d'obtenir le gradient de pression radial :

$$\frac{\partial p(r,z)}{\partial r} = -\frac{6\mu r \dot{h}}{h^3} \tag{3.9}$$

3.2.2.3 Calcul de l'effort de compression.

Connaissant la répartition de pression et du déviateur de contraintes à la paroi, la force exercée sur le plateau est obtenue par la relation suivante

$$F = \int_0^R 2\pi r(-p + \sigma_z{}^{(d)})dr \tag{3.10}$$

A partir de la loi de comportement et du champ des vitesses, on peut remarquer qu'à la surface des plateaux le déviateur des contraintes $\sigma^{(d)}(r, z = \frac{h}{2})$ présente une diagonale dont les termes sont nuls.
Par conséquent, l'intégration du gradient de pression donne

$$p(r, z = \frac{h}{2}) = \frac{3\mu r^2 \dot{h}}{h^3} + cte \tag{3.11}$$

En toute rigueur, l'intégration de l'équation (3.11) doit faire intervenir une fonction du paramètre non intégré z pour z = h / 2. A ce stade, cette fonction indéterminée permet à la pression d'être solution de la seconde équation d'équilibre et ne figure par conséquent que sous la forme d'une constante.

La pression atmosphérique étant prise comme référence, l'hypothèse supplémentaire consistant à considérer comme nulle la pression en sortie des plateaux, donne finalement l'expression de la pression à la paroi :

$$p(r, z = \frac{h}{2}) = \frac{3\mu \dot{h}}{h^3}(R^2 - r^2) \tag{3.12}$$

L'expression de l'effort de compression d'un fluide visqueux newtonien adhérent est donc :

$$F = -\frac{3\pi\mu \dot{h} R^4}{2h^3} \tag{3.13}$$

μ étant la viscosité du fluide, h la hauteur de l'échantillon, $\dot{h}$ la vitesse de compression et R le rayon des plateaux.

Cette solution est celle initialement établie par Stefan (1874). Elle peut être exprimée en fonction des paramètres globaux F^*, h/R et $\dot{h}/R$

$$F^* = \frac{3\mu}{2}\left(\frac{\dot{h}}{R}\right)\left(\frac{h}{R}\right)^{-2} \tag{3.14}$$

L'allure de la solution du fluide visqueux newtonien adhérent dans le repère F*(h/R) est hyperbolique et sa représentation est donnée par la figure 3.1. L'exploitation d'un diagramme bi-logarithmique (ln(F*) ;ln(h/R)) permet de transcrire cette hyperbole en une droite dont la pente et l'ordonnée à l'origine influe sur la valeur de viscosité. Dans ce repère, le fluide visqueux newtonien est représenté par une droite de pente –2 (voir figure 3.2).

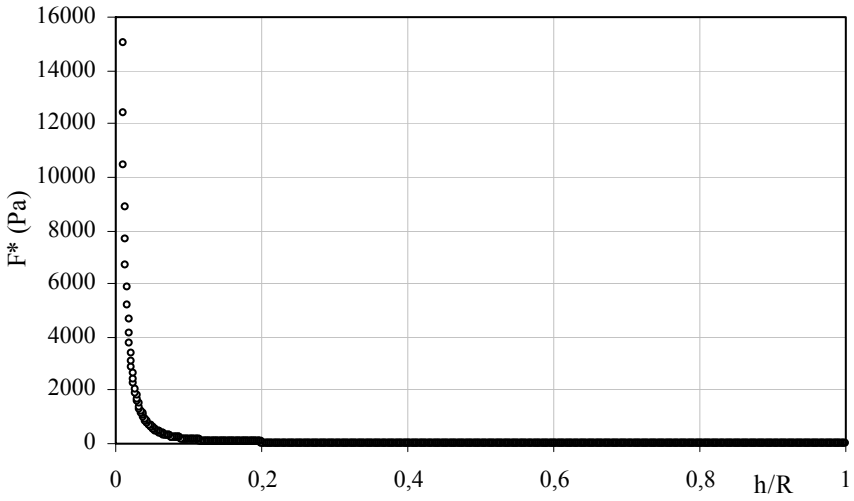


Figure 3.1 : Allure de la solution du fluide visqueux newtonien adhérent dans le repère F(h/R) (viscosité μ = 1 Pa.s, 10^{-3} < h/R < 1).*

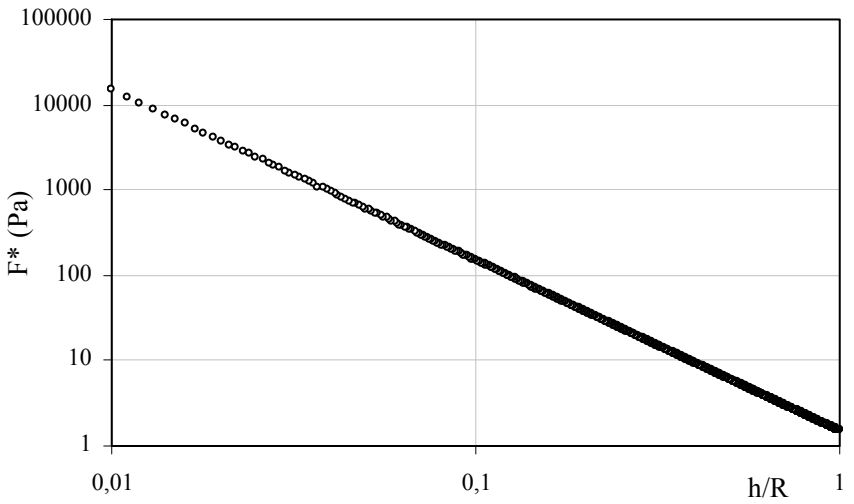


Figure 3.2 : Allure de la solution du fluide visqueux newtonien adhérent dans le repère bi-logarithmique (ln(F) ;ln(h/R)) (viscosité μ = 1 Pa.s, 10^{-2} < h/R < 1).*

3.2.2.4 Calcul du taux de déformation moyen d'un fluide visqueux newtonien adhérent.

L'expression du taux de déformations moyen associé à l'écoulement d'un fluide visqueux newtonien adhérent est obtenue à partir de l'expression (2.29) établie au chapitre précédent, de la loi de comportement (3.1) et de l'effort de compression (3.14) exprimé en fonction des paramètres globaux. Son expression est finalement :

$$\sqrt{\bar{I}_2} = \frac{1}{2}\sqrt{\frac{3}{2}}\frac{\dot{h}R}{h^2} \tag{3.15}$$

ou encore,

$$\sqrt{\bar{I}_2} = \frac{1}{2}\sqrt{\frac{3}{2}}G \tag{3.16}$$

avec,

$$G = \frac{\dot{h}R}{h^2} \tag{3.17}$$

Cette valeur correspond à celle obtenue par l'intégration du second invariant du tenseur des taux de déformation sur le volume inscrit entre les plateaux, avec l'hypothèse supplémentaire h<<R (Lanos, 1993 ; Roussel, 2001). Cette hypothèse implique que la dissipation lié à la part émergente du fluide (puissance associée aux termes $V_z(R,z).\sigma_{rz}(R,z)$ et $V_r(R,z).\sigma_{rr}(R,z)$) est négligeable devant la dissipation induite dans le volume inscrit entre les plateaux.

3.2.3 Solution de l'écoulement parfaitement glissant d'un fluide visqueux newtonien.

3.2.3.1 Champ des vitesses et effort de compression.

Dans le cas d'un fluide visqueux parfaitement glissant, le champ des vitesses associées est purement élongationnel (Chatraei et Macosko, 1981 ; Nasseri et al., 2004) et s'écrit :

$$V_r(r,z) = \frac{\dot{h}r}{2h} \tag{3.18}$$

$$V_z(r,z) = -\frac{\dot{h}z}{h} \tag{3.19}$$

A partir de ce champ des vitesses et de la loi de comportement (3.1), on montre à partir des équations de conservation de la quantité de mouvement (2.60) et (2.61) que la pression est constante et nulle, la pression atmosphérique étant prise comme référence. L'effort de compression s'exprime alors :

$$F = \int_0^R 2\pi r(\sigma_z^{(d)})dr \tag{3.20}$$

Soit finalement après intégration :

$$F = -\frac{2\pi \dot{h} R^2 \mu}{h} \tag{3.21}$$

Cette expression devient en fonction des paramètres globaux F*, h/R et $\dot{h}$ /R :

$$F^* = \frac{2\dot{h}\mu}{R} \tag{3.22}$$

Les essais étant réalisés à rayon et à vitesse de compression constants, la réponse d'un tel fluide dans le repère caractéristique est par conséquent une droite parallèle à l'axe h/R.

En pratique, l'écoulement parfaitement glissant d'un fluide visqueux newtonien est généralement réalisé à effort et volume constants (Chatraei et Macosko, 1981 ; Nasseri et al., 2004). Dans ces conditions, l'hypothèse de pression nulle à l'échappement des plateaux est remplacée par des conditions de bord libre, soit

$$\sigma_r^{(d)}(r = R) = 0 \tag{3.23}$$

De ce fait, l'expression de l'effort de compression d'un fluide visqueux newtonien en écoulement parfaitement glissant, qui peut être calculée à partir de l'équation d'équilibre des forces au plateau supérieur (Chan et Baird, 2002), devient

$$F = \frac{-3\pi \dot{h} R^2 \mu}{h} \tag{3.24}$$

Le taux de déformations radial est ensuite utilisé pour définir une viscosité biaxiale élongationnelle, qui dans le cas d'un fluide visqueux newtonien se révèle être six fois supérieure à la viscosité de cisaillement.

3.2.3.2 Calcul du taux de déformations moyen d'un fluide visqueux newtonien parfaitement glissant.

L'expression du taux de déformations moyen associé à l'écoulement d'un fluide visqueux newtonien parfaitement glissant est calculée à partir de l'expression (2.29), de la loi de comportement (3.1) et de l'effort de compression (3.22) exprimé en fonction des paramètres globaux. Son expression est finalement :

$$\sqrt{\bar{I}_2} = \frac{1}{\sqrt{2}} \frac{\dot{h}}{h} \tag{3.25}$$

Cette expression dépend du taux de déformation biaxial, $\dot{h}/h$, c'est à dire de la dissipation d'énergie liée à l'écoulement purement élongationnel.

3.3 Cas du fluide plastique parfait.

3.3.1 Introduction.

Le fluide plastique parfait est également un cas limite de fluide viscoplastique. Le comportement plastique parfait ne fait pas appel à une loi de comportement d'écriture traditionnelle mais à un critère de plasticité. Ce critère est construit autour du tenseur des contraintes.
Si l'état de contraintes en un point quelconque du domaine est tel que le critère est atteint, c'est à dire si le critère de plasticité est atteint, alors le tenseur des taux de déformations peut ne pas être nul. A l'inverse, le milieu ne se déformera pas si l'état de contrainte n'atteint pas le critère en un point.

3.3.2 Critère de Von Mises.

Le critère de Von Mises (1928) s'écrit sous la forme :

Si $\frac{1}{2}\left(\sigma_{ij}^{(d)}.\sigma_{ij}^{(d)}\right)-K^2 < 0$, alors l'écoulement n'est pas possible.

Si $\frac{1}{2}\left(\sigma_{ij}^{(d)}.\sigma_{ij}^{(d)}\right)-K^2 = 0$, alors l'écoulement est possible.

Ce type de critère n'est pas, par écriture, relié à l'état de déformation et ne régit donc pas le champ de vitesse de déformation. Cependant, en considérant que le comportement est standard, l'écoulement s'impose dans une direction normale à la surface de charge.

3.3.3 Loi de comportement.

La loi de comportement d'un fluide plastique standard de Von Mises s'écrit :

$$\sigma_{ij}^{(d)} = 2\eta(I_2)D_{ij} \tag{3.26}$$

avec $2\eta(I_2) = K/\sqrt{I_2}$, K étant le seuil de plasticité. $\sigma_{ij}^{(d)}$ est le tenseur des contraintes déviatoriques, D_{ij} le tenseur des taux de déformations et I_2 le deuxième invariant du tenseur des taux de déformations.

3.3.4 Conditions limites aux parois.

Le cisaillement à la paroi induit par l'écoulement dépend des conditions limites à l'interface. Dans le cas d'un écoulement adhérent, le cisaillement est supposé égal au seuil de plasticité du fluide K. Dans le cas d'un écoulement glissant avec un frottement de type seuil, le cisaillement à la paroi est considéré égal au seuil de frottement K_p mis en œuvre. Ces considérations traduisent l'hypothèse selon laquelle une fine couche à très fort gradient de vitesse se développe à l'interface dans le cas d'un fluide plastique (Roussel et Lanos, 2003b).

3.3.5 Champs des vitesses et des contraintes.

De nombreux travaux traitent de l'écoulement de compression de fluides plastiques (Sherwood et Durban, 1996 ; Huang et Oliver, 1999 et Oliver et Huang, 2000 ; Bates et Bridgwater, 2000 ; Roussel et Lanos, 2003b). Un tel écoulement est essentiellement élongationnel et la forme du champ des vitesses est la suivante :

$$V_r(r,z) = \frac{\dot{h}r}{2h} \tag{3.27}$$

$$V_z(r,z) = -\frac{\dot{h}z}{h} \tag{3.28}$$

Par conséquent, l'expression du tenseur des taux de déformations est :

$$D_{ij} = \begin{bmatrix} \frac{\dot{h}}{2h} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{\dot{h}}{2h} & 0 \\ 0 & 0 & -\frac{\dot{h}}{h} \end{bmatrix} \tag{3.29}$$

La loi de comportement permet finalement d'exprimer le tenseur des contraintes déviatoriques, soit :

$$\sigma_{ij}^{(d)} = \begin{bmatrix} \frac{K}{\sqrt{3}} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{K}{\sqrt{3}} & 0 \\ 0 & 0 & -\frac{2K}{\sqrt{3}} \end{bmatrix} \tag{3.30}$$

L'écoulement de type élongationnel du fluide plastique est caractérisé par un cisaillement sur toute la hauteur h de l'échantillon. Pour intégrer les conditions de cisaillement à l'interface fluide / paroi, une méthode d'équilibre global va être exploitée.

3.3.6 Méthode d'équilibre global.

L'écriture locale des équations d'équilibre et de conservation utilisée précédemment ne permettent pas de mettre en évidence un champ de contrainte, statiquement admissible, vérifiant le critère de Von Mises. Le problème d'équilibre sera donc abordé de façon globale. L'épaisseur de l'échantillon est considérée suffisamment faible de façon à admettre que la contrainte radiale est quasiment constante sur toute l'épaisseur h.

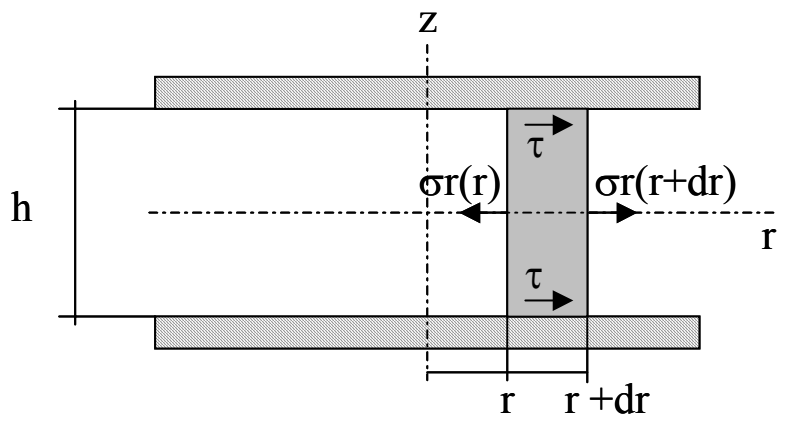


Figure 3.3 : Méthode de l'équilibre global appliquée à un élément de volume de fluide en écoulement de compression.

Soit l'élément de volume toroïdal décrit par la figure 3.3, l'équation d'équilibre suivant l'axe radial s'exprime alors :

$$-2\pi r h \sigma_r(r) + 2\pi(r+dr)h\sigma_r(r+dr) + 2\tau 2\pi r dr = 0 \tag{3.31}$$

par conséquent

$$\frac{d\sigma_r(r)}{dr} = -\frac{2\tau}{h} \tag{3.32}$$

L'étude des équations d'équilibre montre, qu'à la paroi, le cisaillement est maximum. La dissipation en de tels points n'est due qu'au terme de cisaillement, les termes diagonaux du tenseur des taux de déformations étant nuls. Considérant qu'il en est de même dans le cas d'un fluide plastique selon Von Mises, l'équation d'équilibre global s'écrit :

$$\frac{\partial p(r, z = \frac{h}{2})}{\partial r} = -\frac{2K}{h} \tag{3.33}$$

avec $\tau = K$ dans le cas d'un fluide plastique en écoulement adhérent. Dans le cas d'un fluide en écoulement glissant avec frottement, la relation (3.33) est identique et le terme K est remplacé par K_p.

Après intégration, le champ de pression s'exprime alors :

$$p(r, z = \frac{h}{2}) = \frac{2K}{h}(R - r) \tag{3.34}$$

Cette intégration est réalisée en considérant, comme dans le cas du fluide visqueux newtonien, que la pression en sortie des plateaux est nulle, la pression atmosphérique étant prise comme référence.
Dans l'expression (3.34), K est remplacé par K_p dans le cas d'un écoulement glissant avec frottement.

Comme le rappellent les auteurs déjà cités au §3.3.5, la dissipation d'énergie nécessaire à la mise en compression d'un fluide plastique est liée à deux contributions.
D'une part, la dissipation due au cisaillement du fluide à la paroi exige que l'écoulement soit adhérent ou glissant. Des conditions d'adhérence mobilisent le seuil de plasticité K. Selon le modèle de glissement proposé, une telle condition mobilise le seuil de frottement K_p. En cas de glissement parfait, K_p est nul.
La seconde contribution concerne la dissipation au sein de l'échantillon en écoulement élongationnel qui ne mobilise que le seuil de plasticité K (voir figure 3.4).

3.3.7 Calcul de l'effort de compression.

Connaissant la répartition de la pression et le déviateur des contraintes à la paroi, l'effort exercé par le plateau peut être exprimé par :

$$F = \int_0^R 2\pi r\left(-p + \sigma_z^{(d)}\right)dr \tag{3.35}$$

soit,

$$F = -\frac{2\pi K R^2}{\sqrt{3}} - \frac{2\pi K R^3}{3h} \tag{3.36}$$

dans le cas de l'écoulement d'un fluide plastique adhérent, et

$$F = -\frac{2\pi K R^2}{\sqrt{3}} - \frac{2\pi K_p R^3}{3h} \tag{3.37}$$

dans le cas de l'écoulement d'un fluide plastique glissant avec un frottement de type seuil.

Une représentation de la décomposition des efforts liés à l'écoulement d'un fluide plastique est donnée par la figure 3.4. L'effort de compression cumule l'effort nécessaire à la génération de l'écoulement élongationnel dans la zone centrale de l'échantillon à celui lié au cisaillement d'une fine couche de matière aux plateaux dont l'épaisseur dépend vraisemblablement de la taille des particules de l'échantillon. Cette décomposition des contraintes associées à l'écoulement plastique ainsi que leur combinaison évoque directement les principes d'évaluation des contraintes d'extrusion développés par Mortreuil (1999) dans le cadre de ses travaux sur la mise en forme des pâtes minérales fermes.

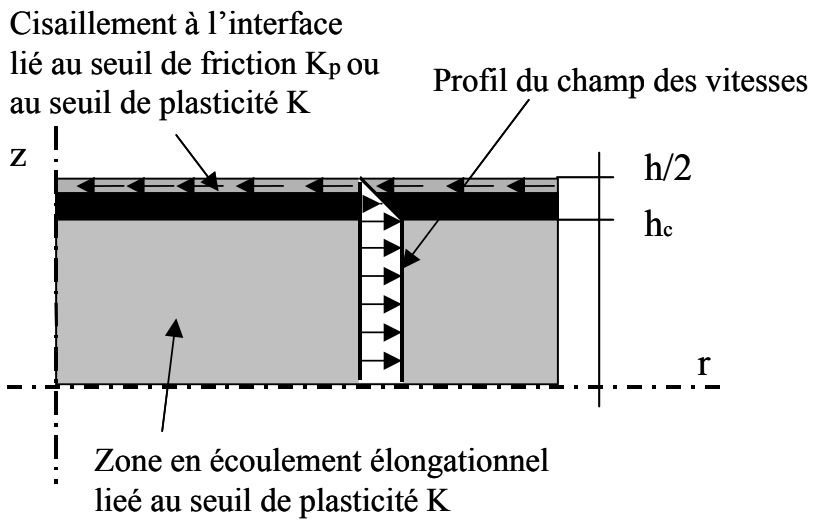


Figure 3.4 : Représentation de la décomposition des efforts liés à l'écoulement d'un fluide plastique (par symétrie, seul le quart supérieur droit de l'échantillon est représenté). L'épaisseur $h/2-h_c$ est volontairement amplifiée pour mettre en évidence le cisaillement à l'interface.

Les deux solutions (3.36) et (3.37) peuvent être exprimées en fonction des paramètres globaux F^*, h/R et $\dot{h}/R$.
Le modèle prédit alors pour F^* :

$$F^* = \frac{2K}{\sqrt{3}}\left(\frac{h}{R}\right) + \frac{2K}{3} \tag{3.38}$$

dans le cas de l'écoulement d'un fluide plastique adhérent, et

$$F^* = \frac{2K}{\sqrt{3}}\left(\frac{h}{R}\right) + \frac{2K_p}{3} \tag{3.39}$$

dans le cas de l'écoulement d'un fluide plastique glissant avec un frottement de type seuil.

La courbe F*(h/R) est une droite (après la phase transitoire de mise en forme de l'échantillon). L'ordonnée à l'origine de cette droite est fonction soit de K, soit de K_p. La pente de cette droite est simplement fonction de K. Dans le cas d'un écoulement glissant ($K_p = 0$), la droite passe par l'origine. L'allure de ces différentes solutions est donnée par la figure 3.5.

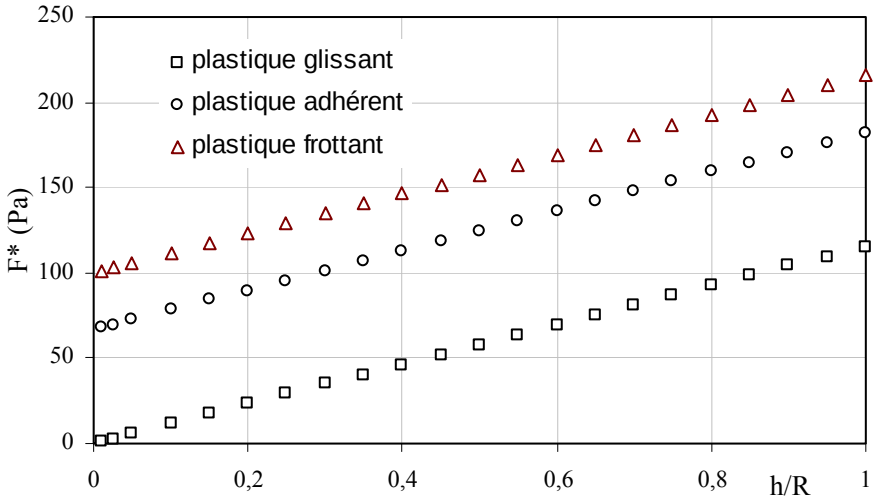


Figure 3.5 : Allure des différentes solutions de fluides plastiques dans le repère F(h/R) – fluide plastique glissant :* $K_p = 0$ *et* $K = 100$ *Pa - fluide plastique adhérent :* $K = 100$ *Pa – fluide plastique frottant :* $K_p = 150$ *et* $K = 100$ *Pa (*$10^{-3} < h/R < 1$*).*

Ce modèle a été exploité et validé en présence de pâtes minérales (Lanos et Roussel, 2003). Ces différents travaux mettent également en évidence que les réponses expérimentales de ces matériaux sont indépendantes de la vitesse de compression, ce que prevoit le modèle sauf si un phénomène de consolidation (perte d'homogénéité de l'échantillon) apparaît pour de faibles vitesses. Il faut noter que les solutions théoriques surévaluent sans doute légèrement les valeurs de seuil en négligeant une correction liée à la contribution du matériau à l'extérieur des plateaux participant à un effet de frettage.

3.3.8 Influence des conditions de bord.

Le modèle proposé, qui est développé en considérant une pression nulle aux bord des plateaux, conduit à une contrainte radiale de traction positive dans la zone d'échappement (Roussel et Lanos, 2003b).

$$\sigma_r^{(d)}(r = R) = \frac{K}{\sqrt{3}} \tag{3.40}$$

Le choix d'une pression de référence différente de la pression atmosphérique influence directement l'effort de compression et affecte la pente de la courbe F*(h/R).
Dans certains travaux (Adams et al., 1994 par exemple) qui se réferrent à la théorie relative à la compression de solides rigides plastiques, la pression aux bords des plateaux est prise égale au seuil d'écoulement uniaxial. Cette hypothèse conduit à une contrainte radiale nulle en périphérie des plateaux.

$$\sigma_r^{(d)}(r = R) = 0 \tag{3.41}$$

Dans ce cas, l'équation (3.38) devient

$$F^* = \sqrt{3}K\left(\frac{h}{R}\right) + \frac{2K}{3} \tag{3.42}$$

Cette hypothèse est particulièrement discutable en présence d'essai réalisé à rayon constant comme nous l'envisageons dans ce travail, mais s'avère justifiée dans le cas de compressions réalisées à volume constant.

Certains auteurs imposent une condition moyenne en contraintes qui s'écrit (Lee et al., 1981 ; Sherwood et al., 1991)

$$\frac{1}{h}\int_{-\frac{h}{2}}^{+\frac{h}{2}} \sigma_{rr} dz = 0 \text{ en r = R} \tag{3.43}$$

Dans ce cas, Sherwood et Durban (1996) donnent la solution de l'écoulement d'un fluide plastique glissant avec frottement

$$F = -\frac{\sqrt{3}K\pi R^2}{2}\left[\sqrt{(1-m^{-1})} + m^{-1}\sin^{-1}(m)\right] - \frac{2\pi m K R^3}{3h} \tag{3.44}$$

avec m le rapport du seuil de frottement à la paroi sur le seuil de plasticité. Le cas limite adhérent est approché quand m tend vers 1. Roussel et al. (2004) ont montré que le rapport des termes liés à la dissipation d'énergie élongationnelle dans l'équation (3.38) et l'équation (3.44) est de 1,178. Cette différence s'explique par les conditions initiales aux plateaux utilisées. La solution (3.38) est obtenue pour des conditions d'adhérence aux plateaux alors que la solution (3.44) est obtenues pour des conditions initiales de glissement aux plateaux.

3.3.9 Calcul du taux de déformation moyen d'un fluide plastique.

Comme pour le cas du fluide visqueux newtonien, l'expression du taux de déformations moyen associée à l'écoulement d'un fluide plastique adhérent est calculée à partir de l'expression (2.29) établie au chapitre précédent, de la loi de comportement (3.24) et de l'effort de compression (3.38) exprimé en fonction des paramètres globaux. Son expression s'écrit alors, en considérant h << R,

$$\sqrt{\bar{I}_2} = \frac{1}{3}\frac{\dot{h}R}{h^2} \tag{3.45}$$

ou encore

$$\sqrt{\bar{I}_2} = \frac{1}{3}G \tag{3.46}$$

avec

$$G = \frac{\dot{h}R}{h^2} \tag{3.47}$$

Cette expression est identique à celle obtenue par l'intégration du second invariant du tenseur des taux de déformations sur le volume inscrit entre les plateaux (Roussel, 2001).

Le taux de déformations moyen est ici calculé à partir de l'énergie dissipée par la friction du fluide contre les parois. La dissipation associée à la partie élongationnelle de l'écoulement est négligée.

De façon identique, le taux de déformations moyen d'un fluide plastique parfaitement glissant peut être exprimé, et son expression est :

$$\sqrt{\bar{I}_2} = \frac{1}{\sqrt{3}}\frac{\dot{h}}{h} \tag{3.48}$$

Le taux de déformations moyen dépend ici de la dissipation associée à la partie élongationnelle de l'écoulement.

3.4 Cas des fluides de Bingham.

3.4.1 Introduction.

Ce chapitre permet d'établir la solution approchée de l'écoulement adhérent d'un fluide de Bingham, solution qui sera exploitée par la suite dans l'algorithme de calcul permettant de construire une courbe d'écoulement équivalente. Cette solution est construite en considérant une forme simplifiée de l'écoulement associé à un champ de vitesses cinématiquement admissible. La minimisation de la fonctionnelle liée à l'écoulement de ce type de fluide permet ensuite d'établir le champ de vitesses le plus proche de la solution réelle. L'expression de l'effort de compression est finalement obtenue par le calcul de la dissipation d'énergie au sein de l'échantillon. Au préalable, nous allons revenir sur certains problèmes liés à la construction des solutions d'écoulement induit par l'essai de compression, pour les fluides viscoplastiques.

3.4.2 Remarques préliminaires et loi de comportement.

Les fluides de Bingham sont classifiés comme liquide plastique par Couarraze et Grossiord (1983) ou comme plastique de Bingham par Smyrnaios et Tsamopoulos (2001). De tels fluides se comportent au repos ou pour de faibles valeurs de cisaillement comme des solides rigides. Au-delà d'une certaine valeur critique de cisaillement, communément appelée seuil d'écoulement (Barnes, 1999), ils se comportent comme des fluides newtoniens généralisés. La notion de seuil d'écoulement évoquée précédemment correspond à la force nécessaire pour séparer la structure initialement rigide du fluide, vaincre les forces de cohésion de type Van der Waals et/ou les forces de succion pour provoquer l'écoulement. Au-delà de ce seuil, toute augmentation de la contrainte se traduit alors par une augmentation proportionnelle du taux de déformations. De nombreux matériaux, tels que les peintures, les fluides alimentaires, les mousses, les pâtes présentent ce type de comportement. Comme nous l'avons discuté dans le chapitre introductif de ce mémoire, il est nécessaire de considérer une loi de comportement tri-dimensionnelle afin de s'affranchir du paradoxe (Wilson, 1993) lié à l'utilisation d'une loi mono-dimensionnelle pour étudier l'écoulement de compression de fluides viscoplastiques. Cette considération permet d'intégrer les composantes élongationnelles du tenseur des contraintes qui peuvent être localement du même ordre de grandeur que les composantes de cisaillement. Cette loi se définit comme suit :

Soit $\sigma_{ij}^{(d)}$ le tenseur des contraintes déviatoriques, D_{ij} le tenseur des taux de déformations et I_2 le deuxième invariant du tenseur des taux de déformations, alors :

- Si $\frac{1}{2}\left(\sigma_{ij}^{(d)}\sigma_{ij}^{(d)}\right) - K^2 > 0$ (critère de Von Mises, 1928),

  alors $\sigma_{ij}^{(d)} = 2\eta(I_2).D_{ij}$

  avec $2\eta(I_2) = 2\mu + \frac{K}{\sqrt{I_2}}$ (3.45)

  μ étant la viscosité plastique et K le seuil de plasticité.

- Si $\frac{1}{2}\left(\sigma_{ij}^{(d)}\sigma_{ij}^{(d)}\right) - K^2 = 0$ (critère de Von Mises),

  alors $\sigma_{ij}^{(d)} = 2\eta(I_2).D_{ij}$

avec $2\eta(I_2) = \dfrac{K}{\sqrt{I_2}}$. (3.46)

- Si $\frac{1}{2}\left(\sigma_{ij}^{(d)}\sigma_{ij}^{(d)}\right) - K^2 < 0$ (critère de Von Mises),
  alors, il n'y a pas d'écoulement.

Dans le cas de l'écoulement induit par l'essai de compression simple, aucune zone où la condition $\left(\sigma_{ij}^{(d)}\sigma_{ij}^{(d)}\right)/2 - K^2 < 0$ s'applique, n'est envisagée. Ceci revient à faire l'hypothèse que tout le domaine étudié est en écoulement comme le préconisent O'Donovan et Tanner (1984). Ceci permet d'exploiter la loi de comportement en tout point de l'échantillon. Cette hypothèse peut être particulièrement discutable en partie centrale de l'échantillon, notamment près des plateaux.

Une méthode permettant de se dispenser de cette hypothèse est l'approche développée par Papanastasiou (1987). La loi de comportement classique du fluide de Bingham est remplacée par une loi de la forme

$$\sigma_{ij}^{(d)} = 2\eta(I_2).D_{ij} \tag{3.47}$$

avec $2\eta(I_2) = 2\mu + \dfrac{K\left(1 - \exp\left(-n\sqrt{I_2}\right)\right)}{\sqrt{I_2}}$, (3.48)

μ étant la viscosité, K le seuil de plasticité et n un paramètre supplémentaire du comportement.

Le principal avantage de cette loi de comportement est sa continuité. De plus, une valeur élevée du paramètre n permet d'obtenir une approximation continue du critère de Von Mises.

Cependant, partant de l'idée de l'étude par zones de l'écoulement suivant le critère de Von Mises, Lanos (1993) propose dans le cadre de l'étude des fluides de Bingham le modèle à frontière plane présenté ci-après.
Le choix d'une frontière plane entre la zone en cisaillement et la zone élongationnelle pure est une approximation qui affecte le champ de vitesses au centre de l'échantillon et au niveau du plan de symétrie et qui n'est pas complètement représentative de ce qui peut se produire autour de l'axe de symétrie r = 0. Rappelons qu'une étude complémentaire de la forme de la frontière entre les deux zones a été réalisée par Roussel (2001). L'amélioration des résultats liée à la considération de frontières plus licites n'est pas jugée rentable au regard de la complexité accrue des calculs.
Notons en particulier que l'existence de zones non cisaillées autour de l'axe de symétrie r = 0 et dans un domaine restreint à la proximité des plateaux, comme prédite par O'Donovan et Tanner (1984) et Smyrnaios et Tsamopoulos (2001) n'est pas intégrée dans le modèle simplifié de Lanos (1993, 1994). Le fait de négliger l'existence de telles zones doit conduire à une surestimation de l'effort de compression qui peut être considérée comme minime.

3.4.3 Modèle bizone à frontière plane.
(Lanos, 1993)

Le modèle proposé ici présente plusieurs zones. Le fluide est en écoulement dans toutes les zones. Cependant, dans la zone centrale, le critère de plasticité associé à la loi de comportement est simplement atteint. Dans les zones adjacentes proches des plateaux, l'état de contraintes est tel que le seuil est dépassé. La continuité en contraintes et en vitesses de déformations à la frontière entre les deux zones est assurée par le modèle.

La figure 3.6 suivante permet d'illustrer la suite de la présentation du modèle.

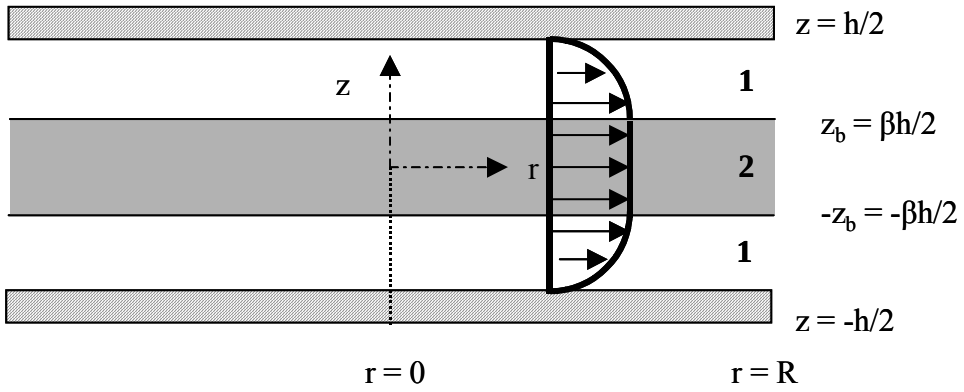


Figure 3.6 : Le modèle bi-zone à frontière plane (Lanos, 1993 et 1994) et la représentation du champ de vitesses associé.

- Dans la zone 1, le seuil plastique selon le critère de Von Mises est atteint et dépassé partout. La loi de comportement rhéologique retenue est de type fluide de Bingham.

- Dans la zone 2, le seuil plastique est juste atteint. L'écoulement est alors de type élongationnel et la loi de comportement exploitée est de type plastique.

Les frontières entre les deux zones se situent aux ordonnées z_b et $-z_b$.

3.4.5 Champ des vitesses.

Les travaux antérieurs de Lanos (1993) et Roussel (2001) ont permis d'établir le champ des vitesses correspondant à la géométrie envisagée pour modéliser l'écoulement d'un fluide de Bingham. Ces résultats sont rappelés sans pour autant être détaillés par souci de facilité de lecture. Il est cependant intéressant de mentionner les méthodes mises en œuvre pour obtenir ce résultat.
Un champ de vitesses radiales cinématiquement admissible est généré dans les deux zones : parabolique dans la zone 1 et linéaire dans la zone 2, comme le montre schématiquement la figure 3.6. L'exploitation de l'équation de conservation de la masse et des conditions limites développées au §2.4.2 permet de déterminer partiellement le champ des vitesses.

La continuité des vitesses radiales et axiales ainsi que de leurs dérivées est écrite à la frontière entre les deux zones. Puis, l'écriture de la conservation de la masse permet finalement d'écrire le champ de vitesses détaillé ci-après, en posant $z_b = \beta h / 2$.

L'altitude z_b est fonction de h mais dépend également des caractéristiques du fluide, de la viscosité plastique μ et du seuil de plasticité K, à travers le paramètre β comme nous allons le voir par la suite. Toutefois, étant donnée la forme du champ de vitesse initial, l'altitude z_b est indépendante de r.

Dans la zone 1, pour $0 \le z \le \beta \frac{h}{2}$,

$$V_r(r,z) = \frac{3\dot{h}r}{2h(\beta+2)} \tag{3.49}$$

$$V_z(r,z) = -\frac{3\dot{h}z}{h(\beta+2)} \tag{3.50}$$

Dans la zone 2, pour $\beta \frac{h}{2} \le z \le \frac{h}{2}$,

$$V_r(r,z) = -\frac{3\dot{h}r\left(4z^2 - 4\beta hz + h^2(2\beta-1)\right)}{2h^3\left(\beta^3 - 2\beta + 2\right)} \tag{3.51}$$

$$V_z(r,z) = \frac{\dot{h}\left(8z^3 - 12\beta hz^2 + 6h^2 z(2\beta-1) - \beta^3 h^3\right)}{2h^3\left(\beta^3 - 2\beta + 2\right)} \tag{3.52}$$

Ce champ des vitesses ne représente pas la solution exacte du problème de l'écoulement d'un fluide de Bingham. Il demeure une approximation du champ réel des vitesses, mais qui constitue une solution moins inconsistante que celle obtenue à partir d'une analyse mono-dimensionnelle (Roussel et al., 2004).

3.4.6 Détermination du champ de vitesses d'écoulement le plus réaliste : application du principe variationnel.

(Roussel, 2001 ; Roussel et al., 2004)

Une famille de champs de vitesses cinématiquement admissible est obtenue, cependant le paramètre β reste pour l'instant indéterminé. Un de ces champs de vitesses est cependant plus proche de la solution réelle que les autres : c'est le champ de vitesses qui minimise la fonctionnelle J suivante

$$J = \int_V \Gamma . dv \tag{3.53}$$

avec $\Gamma = \int 2.\eta(I_2).dI_2$ et $2\eta(I_2) = 2\mu + \frac{K}{\sqrt{I_2}}$.

La minimisation de cette fonctionnelle permet de lever l'indétermination sur le paramètre β. Ce calcul a été complètement réalisé par Roussel (2001) et Roussel et al. (2004). L'exploitation des résultats de Johnson (1968) et de la décomposition de la fonctionnelle rendue possible par l'existence de deux zones lui permettent d'obtenir l'expression définie par l'équation (3.54) pour la fonctionnelle associée à l'écoulement du fluide de Bingham. Cette expression est établie en assumant que R demeure grand devant h et en ne conservant que les termes prépondérant, à savoir les termes en R^3 et R^4.

$$J = \left(\frac{3\mu \dot{h} R^2}{h^3 (1-\beta)(\beta+2)^2} + \frac{2KR}{h(\beta+2)} \right) \pi \dot{h} R^2 \tag{3.54}$$

Cette fonctionnelle peut être réécrite en fonction du nombre de Bingham, noté *g*, relatif à un écoulement radial défini par Covey (1977).

$$g = \frac{\mu \dot{h} R}{K h^2} \tag{3.55}$$

Ce paramètre sans dimension reflète l'importance de la composante visqueuse du fluide testé au regard de la composante plastique.

L'expression de la fonctionnelle devient :

$$J = \left(\frac{3g}{2(1-\beta)(\beta+2)^2} + \frac{1}{(\beta+2)} \right) \frac{2\pi \dot{h} K R^3}{h} \tag{3.56}$$

La valeur de β qui minimise la fonctionnelle J est finalement l'une des trois solutions de l'équation polynomiale de troisième degré suivante.

$$2\beta^3 - 3\beta(3g+2) + 4 = 0 \tag{3.57}$$

Les trois solutions de cette équation sont données par Roussel (2001).
Seule une racine vérifie l'équation (3.57) et répond à la condition géométrique supplémentaire $0 \le \beta \le 1$. Soit :

$$\beta = \sqrt{2}\sqrt{(3g+2)} \sin\left(\frac{1}{3} \tan^{-1}\left(\frac{2\sqrt{2}(3g+2)^{\frac{3}{2}} \sqrt{\frac{g}{(3g+2)^3}}}{3g\sqrt{(3g^2+6g+4)}} \right) \right) \tag{3.58}$$

C'est cette valeur de β qui permet de déterminer parmi la famille de champs de vitesses cinématiquement admissibles celui qui se rapproche le plus de l'écoulement réel. Comme nous l'avions évoqué précédemment, le paramètre β fait intervenir les paramètres du

comportement du fluide de Bingham, la viscosité plastique et le seuil de plasticité, à travers le nombre de Bingham *g*.

3.4.6 Calcul de l'effort de compression.

Les problèmes inhérents au juste choix d'une condition limite en contrainte en périphérie de l'échantillon, comme nous l'avons mentionné dans l'étude des fluides plastiques, ont contraint Roussel et ses co-auteurs (2004) à envisager le calcul de l'effort de compression par une approche énergétique. Ce calcul est réalisé à partir de l'énergie dissipée dans le volume d'échantillon inscrit entre les plateaux plutôt que par l'intégration des champs de contrainte et de pression au plateau.

$$-F\dot{h} = \int_V \sigma_{ij}^{(d)}.D_{ij}.dv = \int_V 4\eta(I_2).I_2.dv \tag{3.59}$$

En négligeant les termes en h^2 (h<<R), l'équation (3.59) donne finalement

$$F = -\frac{6\pi\mu\dot{h}R^4}{h^3(1-\beta)(2+\beta)^2} - \frac{2\pi KR^2(\sqrt{3}\beta h + R)}{h(\beta+2)} \tag{3.60}$$

A partir de l'équation (3.57), cette expression peut encore s'écrire sous la forme suivante

$$F = -\frac{2\pi KR^2\left(3\sqrt{3}\beta^2 h + \beta R + 2R\right)}{3\beta h\left(\beta+2\right)} \tag{3.61}$$

μ est la viscosité plastique du fluide de Bingham et *K* le seuil d'écoulement de ce même fluide, *h* l'épaisseur de l'échantillon, $\dot{h}$ la vitesse de rapprochement des plateaux, *R* le rayon des plateaux. β est une fonction du nombre de Bingham défini précédemment.

Cette solution est plus complète que celle initialement établie par Lanos (1993) à partir du même modèle bi-zone à frontière plane. La solution de Lanos, calculée à partir de l'intégration des champs de pression et de contraintes à l'interface, ne prend en compte que la dissipation d'énergie liée au cisaillement à l'interface.

$$F = -\frac{3\pi\mu\dot{h}R^4}{h^3\left(1-\beta\right)^2\left(2+\beta\right)} \tag{3.62}$$

Dans le cas limite d'un fluide à seuil de cisaillement nul, la valeur de β est alors égale à 0. L'intégralité de l'échantillon compris entre les plateaux est cisaillé. La zone 2 du modèle disparaît.

L'expression de la force de compression devient alors

$$F = -\frac{3\pi\mu\dot{h}R^4}{2h^3} \tag{3.63}$$

On retrouve ici l'expression de la force de compression d'un fluide visqueux newtonien présenté au §3.2.2.3.

Dans le cas limite d'un fluide à viscosité nulle, la valeur de β est alors égale à 1. L'échantillon compris entre les plateaux subit un écoulement plastique élongationnel. La zone 1 du modèle disparaît.

L'expression de la force de compression devient

$$F = -\frac{2\pi KR^2}{\sqrt{3}} - \frac{2\pi KR^3}{3h} \tag{3.64}$$

Cette expression est celle de la force nécessaire à la compression d'un fluide plastique adhérent. (Cf. §3.3.7).

Cette solution du fluide de Bingham a été comparée par Roussel et al. (2004) aux solutions obtenues pour le même type de fluide par Covey (1977), Sherwood et al. (1991), Adams et al. (1997), Petrov (1998), et Matsoukas et Mitsoulis (2003). Les résultats de cette comparaison sont les suivants :

- En début d'essai, pour de grandes valeurs de h/R, la solution converge vers la solution obtenue par la théorie corrigée de lubrification (Adams et coll., 1997) ou celle de Petrov (1998).
- Pour de faibles valeurs de h/R, les effets visqueux sont prédominants et la solution converge vers celle de Covey (1977).
- Pour de très faibles valeurs de h/R, la solution converge vers la solution numérique de Matsoukas et Mitsoulis (2003), dont l'étude intègre les zones non cisaillées autour de l'axe de symétrie r = 0 dans un domaine restreint à la proximité des plateaux. Ce résultat confirme la bonne approximation de la géométrie d'écoulement que constitue le modèle bi-zone à frontière plane, et la justesse de la solution du fluide de Bingham décrite ci-avant.

De façon analogue aux cas visqueux et plastique, la solution de l'écoulement adhérent d'un fluide Bingham peut être exprimée dans le repère de paramètres globaux F*, h/R et $\dot{h}$/R

$$F^* = \frac{6\mu\dot{h}R}{h^2(1-\beta)(2+\beta)^2} + \frac{2K\sqrt{3}\beta}{(\beta+2)}\frac{h}{R} + \frac{2K}{(\beta+2)} \tag{3.65}$$

L'allure de la représentation la solution de l'écoulement d'un fluide Bingham dans le repère F*(h/R) est donné par la figure 3.7. Pour des valeurs de h/R importantes, cette solution tend vers la solution plastique et sa courbe est tangente à une asymptote oblique. Pour de faibles valeurs de h/R, la solution tend vers celle d'un fluide newtonien.

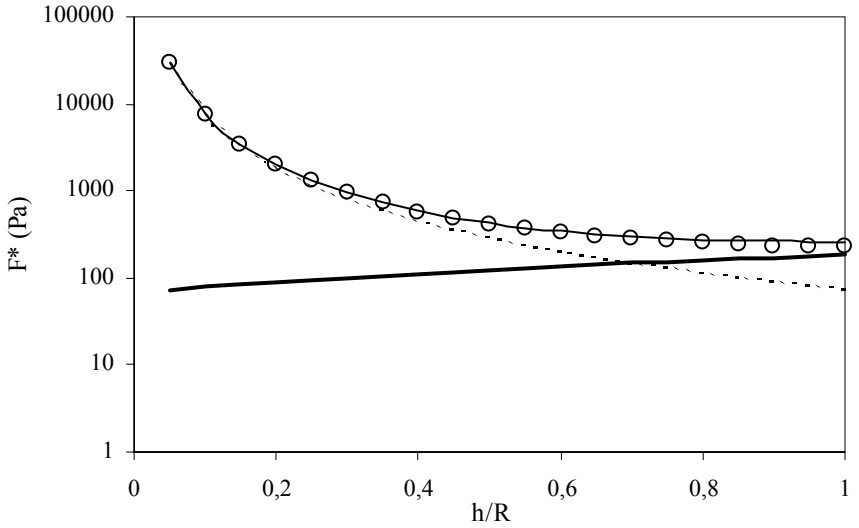


Figure 3.7 : Allure de la représentation de la solution de l'écoulement d'un fluide de Bingham dans le repère semi-logarithmique F(h/R) – symboles rond (viscosité μ = 50 Pa.s, seuil de plasticité K = 100 Pa et 10^{-3} < h/R < 1) et confrontation avec la solution obtenue par la combinaison linéaire directe du comportement visqueux newtonien avec le comportement plastique parfait (trait plein). Ces deux solutions sont comparées aux courbes caractéristiques d'un fluide visqueux newtonien (viscosité μ = 50 Pa.s, trait en pointillés) et d'un fluide plastique parfait (seuil de plasticité K = 100 Pa, trait plein gras)*

La figure 3.7 présente également la confrontation de cette solution (3.65) avec la solution construite par la combinaison linéaire du comportement visqueux newtonien et le comportement plastique parfait, définie par la relation suivante

$$F^* = \frac{3\mu}{2}\left(\frac{\dot{h}}{R}\right)\left(\frac{h}{R}\right)^{-2} + \frac{2K}{\sqrt{3}}\left(\frac{h}{R}\right) + \frac{2K}{3} \tag{3.66}$$

Cette confrontation est étendue au cas d'un fluide principalement visqueux (figure 3.8) et d'un fluide principalement plastique (figure 3.9)

Dans le cas du fluide de caractère dominant visqueux (figure 3.8), la corrélation entre les deux courbes caractéristiques est excellente. Ceci est normal puisque la solution de Bingham tend vers la solution visqueuse dans le cas limite K = 0, et $\beta = 0$.

Dans le cas du fluide de caractère dominant plastique (figure 3.9), la corrélation entre les deux courbes caractéristiques est excellente pour de grandes valeurs de h/R. Ceci s'explique par le fait qu'en début d'essai les effets plastiques dominent. Cette corrélation est moins significative en fin d'essai car les effets visqueux deviennent prépondérants.

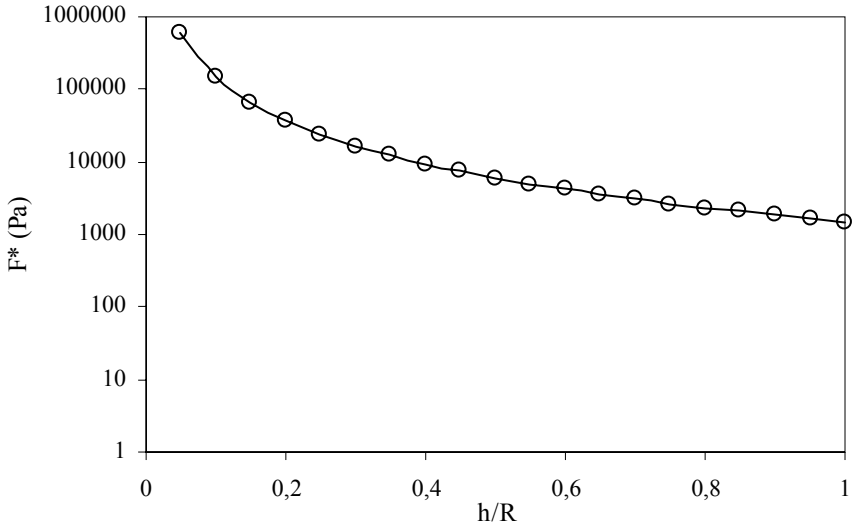


Figure 3.8 : Confrontation des courbes caractéristiques d'un fluide de comportement dominant visqueux (viscosité μ = 1000 Pa.s, seuil de plasticité K = 1 Pa, $\dot{h}/R = 1$, et 10^{-3} < h/R < 1).
Symbole rond : solution de Bingham
Trait plein : solution composée

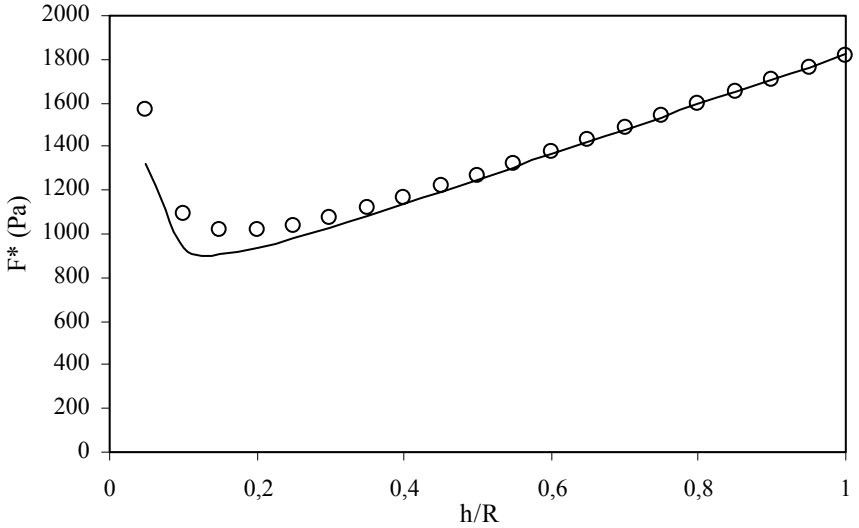


Figure 3.9 : Confrontation des courbes caractéristiques d'un fluide de comportement dominant plastique (viscosité μ = 1 Pa.s, seuil de plasticité K = 1000 Pa, $\dot{h}/R = 1$, et 10^{-3} < h/R < 1).
Symbole rond : solution de Bingham
Trait plein : solution composée

La concordance entre la réponse du modèle de Bingham et celle correspondant à une combinaison des comportements visqueux et plastique permet de valider l'hypothèse émise par Lanos (1993) : une courbe caractéristique peut être décomposée en courbes caractéristiques fondamentales. Le calcul du taux de déformation moyen d'un fluide de Bingham, et sa confrontation avec les taux de déformation moyens des fluides visqueux et plastique parfait vont nous permettre de renforcer cette hypothèse.

3.4.7 Calcul du taux de déformation moyen d'un fluide de Bingham adhérent.

L'expression du taux de déformations moyen d'un fluide de Bingham est ici aussi obtenue par l'introduction de la loi de comportement (3.45) et de l'expression de l'effort global correspondant (3.65) dans la relation (2.29). L'hypothèse supplémentaire h<<R permet finalement d'obtenir la relation suivante

$$\frac{2K}{3\beta}\left(\frac{R}{h}\right)^2\left(\frac{\dot{h}}{R}\right)=2\left(2\mu+\frac{K}{\sqrt{\bar{I}_2}}\right)\bar{I}_2 \tag{3.67}$$

Résoudre cette équation revient à établir les racines d'un polynôme du second degré en $\sqrt{\bar{I}_2}$. Seule la racine positive est retenue et définit le taux de déformations moyen d'un fluide de Bingham

$$\sqrt{\bar{I}_2}=\frac{K}{\mu}\left(\frac{1}{2}\sqrt{\frac{3\beta+8g}{12\beta}}-\frac{1}{4}\right) \tag{3.68}$$

Cette expression correspond à celle initialement obtenue par Lanos (1993) en considérant l'expression (3.66). Une fois encore, ce résultat correspond à la dissipation induite par les zones en cisaillement. La dissipation associée à la zone élongationnelle de l'écoulement est négligée.

Il est intéressant d'étudier l'évolution du taux de déformations moyen en fonction du nombre de Bingham *g*. En utilisant l'expression de nombre de Bingham *g* (3.55) et celle de *G* (3.17), l'équation (3.68) s'écrit encore

$$\frac{\sqrt{\bar{I}_2}}{G}=\frac{1}{g}\left(\frac{1}{2}\sqrt{\frac{3\beta+8g}{12\beta}}-\frac{1}{4}\right) \tag{3.69}$$

L'évolution de ce rapport en fonction du nombre de Bingham *g* est donnée par la figure 3.10. Ce résultat permet de montrer que le taux de déformation moyen d'un fluide de Bingham, pour une géométrie d'essai identique, est très proche des valeurs prises par le taux de déformation moyen des fluides visqueux et plastiques, qui constituent des valeurs limites. Par conséquent, comme l'envisage Lanos (1993), il est possible d'étudier en première approximation le comportement d'un fluide viscoplastique de Bingham comme la combinaison linéaire des comportements fondamentaux visqueux et plastique. Un tel résultat sera exploité dans la suite de ce travail pour initier l'algorithme de calcul permettant d'identifier la courbe d'écoulement équivalente d'un fluide viscoplastique en écoulement de compression adhérent et glissant avec frottement.

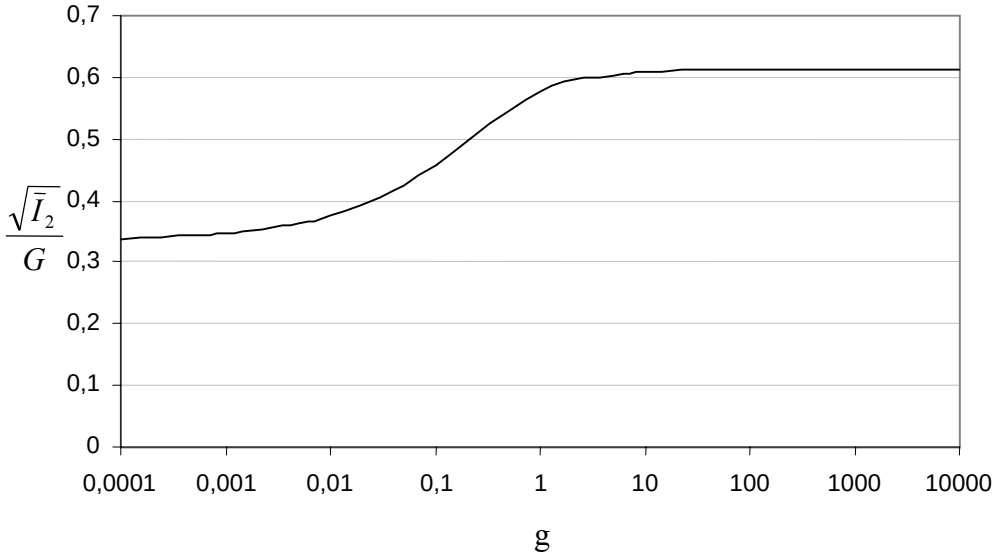


Figure 3.10 : Evolution du rapport $\frac{\sqrt{\bar{I}_2}}{G}$ *en fonction du nombre de Bingham g.*

3.4.8 Solutions de l'écoulement de compression d'un fluide de Bingham parfaitement glissant.

La cas du fluide de Bingham parfaitement glissant peut être abordé d'une façon identique au cas du fluide visqueux newtonien. Le champ des vitesses est purement élongationnel (Cf. §3.2.3.1) et la loi de comportement (3.45) permet d'exprimer le champ des contraintes. La pression est nulle, la pression atmosphérique étant prise comme référence. Après intégration de la contrainte déviatorique axiale, l'effort de compression s'exprime

$$F = -\frac{2\pi \dot{h} R^2 \mu}{h} - \frac{2\pi R^2 K}{\sqrt{3}} \tag{3.70}$$

Soit dans le repère caractéristique,

$$F^* = \frac{2\dot{h}\mu}{R} + \frac{2K}{\sqrt{3}}\frac{h}{R} \tag{3.71}$$

Cette solution apparaît comme la somme des solutions parfaitement glissantes du fluide visqueux newtonien et du fluide plastique parfait.

Remarque : Comme pour le cas du fluide visqueux newtonien glissant, cette solution diffère selon la condition aux limites exploitée au bord des plateaux liée au choix de la géométrie d'essai.

3.4.9 Calcul du taux de déformations moyen d'un fluide de Bingham parfaitement glissant

L'expression du taux de déformations moyen d'un fluide de Bingham en écoulement parfaitement glissant est ici aussi obtenue par l'introduction de la loi de comportement (3.45) et de l'expression de l'effort global correspondant (3.71) dans la relation dimensionnelle (2.29). L'hypothèse supplémentaire h<<R permet finalement d'obtenir la relation suivante

$$\mu\left(\frac{\dot{h}}{h}\right)^2 = \left(2\mu + \frac{K}{\sqrt{\bar{I}_2}}\right)\bar{I}_2 \tag{3.72}$$

Résoudre cette équation revient à établir les racines d'un polynôme du second degré en $\sqrt{\bar{I}_2}$. Seule la racine positive est conservée et définit le taux de déformation moyen d'un fluide de Bingham en écoulement parfaitement glissant. Après simplification, son expression est la suivante :

$$\sqrt{\bar{I}_2} = \frac{K}{\mu}\left(\frac{1}{2}\sqrt{\frac{1}{4} + \frac{2\dot{h}^2\mu^2}{h^2K^2}} - \frac{1}{4}\right) \tag{3.73}$$

Le taux de déformations moyen dépend ici de la dissipation associée à la partie élongationnelle de l'écoulement. Son expression dépend du taux de déformations biaxial $\dot{h}/h$ et des paramètres du comportement, μ la viscosité plastique du fluide de Bingham et K le seuil d'écoulement.

3.5 Synthèse des solutions de l'écoulement de compressions de fluides viscoplastiques.

Les solutions de l'écoulement de compression de fluides viscoplastiques développées précédemment, et qui sont exploitées dans la suite de cette étude, sont rappelées sous la forme de tableaux récapitulatifs. Les solutions des fluides en loi puissance et d'Herschel-Bulkley sont également identifiées à partir de résultats bibliographiques. Dans cette synthèse, nous nous attachons à mettre en évidence la loi de comportement utilisée dans le cadre de l'étude de l'écoulement de compression (pour des fluides incompressibles), le modèle rhéologique mono-dimensionnel correspondant, la forme et la nature de la solution de l'effort de compression, ainsi que l'influence des conditions limites en périphérie des plateaux. La forme de la solution de l'effort de compression des fluides viscoplastiques de type Bingham pour des conditions de glissement avec un frottement de type seuil fera l'objet d'un développement particulier au chapitre 5.

3.5.1 Fluides visqueux newtoniens.

Paramètres du comportement	Modèle rhéologique / Loi de comportement	Effort de compression	Type d'écoulement
Viscosité μ (Pa.s)	$\tau = \mu\dot{\gamma}$	$F = -\dfrac{3\pi\mu R^4 \dot{h}}{2h^3}$ (*) (équation de Stefan)	Ecoulement adhérent
$\delta = 3$ si $\sigma_{rr} = 0$ en périphérie $\delta = 2$ si $p = 0$ en périphérie	$\sigma_{ij}^{(d)} = 2\mu D_{ij}$	$F = -\dfrac{\delta\pi\mu R^2 \dot{h}}{h}$ (**)	Ecoulement parfaitement glissant

(*) Stefan (1874), Healey (1929), Scott (1935), Covey (1977), Bird et al. (1987), Lanos (1993).
(**) Chatraei et Macosko (1981), Yang (1998), Chan et Baird (2002), Nasseri et al. (2004).

3.5.2 Fluides en loi puissance.

Paramètres de comportement	Modèle rhéologique / Loi de comportement	Effort de compression	Type d'écoulement
Consistance η(Pa.s^n) Index d'écoulement **n** du fluide	$\tau = \eta \dot{\gamma}^n$	$F = \frac{(-\dot{h})^n}{h^{2n+1}} \left(\frac{2n+1}{2n} \right)^n \frac{\pi n R^{n+3}}{n+3}$ (*) (équation de Scott)	Ecoulement adhérent
$\delta = 3$ si $\sigma_{rr} = 0$ en périphérie $\alpha = 2\delta$ si $p = 0$ en périphérie	$\sigma_{ij}^{(d)} = \eta \left(\sqrt{I_2} \right)^{n-1} . D_{ij}$	$F = \frac{\delta^{(n+1)/2} R^2 \pi \eta \dot{h}^n}{h^n}$ (**) Solution d'autant plus proche de la solution réelle que le rapport h/R est grand	Ecoulement parfaitement glissant

(*) Scott (1935), Bird et al. (1987), Lanos (1993), Sherwood et Durban (1996), Adams et al. (1994).
(**) Campanella et Peleg (1987), Steffe (1996).

3.5.3 Fluides plastiques parfaits.

Paramètres de comportement	Loi de comportement	Effort de compression	Type d'écoulement
Seuil de plasticité **K** (Pa) Seuil de friction $\mathbf{K_p}$ (Pa) $\delta = \sqrt{3}$ si $\sigma_{rr} = 0$ en périphérie $\delta = \frac{2}{\sqrt{3}}$ si $p = 0$ en périphérie	$\sigma_{ij}^{(d)} = \left(\frac{K}{\sqrt{I_2}}\right).D_{ij}$ Valable dans les zones où le seuil de plasticité est atteint au sens du critère de Von Mises.	$F = \frac{-2\pi K R^3}{3h} - \delta K \pi R^2$ Solution exacte si cisaillement de type seuil **τ = K** aux plateaux $F = \frac{-2\pi K_p R^3}{3h} - \delta K \pi R^2$ Solution exacte si cisaillement de type seuil **τ = $\mathbf{K_p}$** aux plateaux $F = -\delta K \pi R^2$	Ecoulement adhérent Ecoulement glissant avec frottement de type seuil Ecoulement parfaitement glissant

(*) Roussel (2001), Roussel et Lanos (2003b).

3.5.4 Fluides de Bingham.

Paramètres de comportement	Modèle rhéologique/ Loi de comportement	Effort de compression	Type d'écoulement
Viscosité plastique **μ** (Pa.s) Seuil de plasticité **K** (Pa) *p = 0* en périphérie	$\tau = K + \mu\,\dot{\gamma}$ si $\tau \geq K$ $\dot{\gamma} = 0$ si $\tau < K$ $\sigma_{ij}^{(d)} = \left(2\mu + \frac{K}{\sqrt{I_2}}\right).D_{ij}$ Valable dans les zones où le seuil de plasticité est atteint au sens du critère de Von Mises.	$F = -\frac{6\pi\mu\dot{h}R^4}{h^3(1-\beta)(2+\beta)^2}$ (*) $-\frac{2\pi KR^2(\sqrt{3}\beta h + R)}{h(\beta+2)}$ le paramètre β définit la géométrie des zones d'écoulement et est fonction des paramètres de comportement. Il est compris entre 0 (cas du fluide visqueux newtonien) et 1 dans le cas d'une viscosité nulle (fluide plastique parfait). $F = \frac{2\dot{h}\mu}{R} + \frac{2K}{\sqrt{3}}\frac{h}{R}$	Ecoulement adhérent Ecoulement parfaitement glissant

(*) Roussel et al. (2004).

3.5.5 Fluides d'Herschel-Bulkley.

Paramètres de comportement	Modèle rhéologique / Loi de comportement	Effort de compression	Type d'écoulement
Consistence η (Pa.s^n) Index d'écoulement **n** du fluide Seuil de plasticité **K** (Pa)	$\tau = K + \eta \dot{\gamma}^n$ si $\tau \geq K$ $\dot{\gamma} = 0$ si $\tau < K$	$F = \frac{2\pi K R^3}{3h} + \frac{2\pi\eta R^3}{h(n+3)}\left(\frac{2n+1}{n}\right)^n \left(\frac{R\dot{h}}{h^2}\right)^n$ (*)	Ecoulement adhérent
si $\sigma_{rr} = 0$ en périphérie	$\sigma_{ij} = \eta\left(\sqrt{I_2}\right)^{n-1} D_{ij} + \frac{K}{\sqrt{I_2}} D_{ij}$	$F = \sqrt{3}R^2\pi K + 3^{\frac{n+1}{2}} R^2\pi\eta\left(\frac{\dot{h}}{h}\right)^n$ (**)	Ecoulement parfaitement glissant
si $p = 0$ en périphérie		$F = \frac{2}{\sqrt{3}} R^2\pi K + 2^{\frac{n+1}{2}} R^2\pi\eta\left(\frac{\dot{h}}{h}\right)^n$	

(*) Covey et Stanmore (1981), Adams et al. (1994, 1997), Meeten (2004).
(**) Yang (1998), Ak et Gunasekaran (2000), Chan et Baird (2002).

3.6 Frettage : notion et modélisation.

Comme nous l'avons évoqué au cours du premier chapitre, le choix d'une configuration d'essai à rayon constant impose l'étude de la contribution de l'effet de la matière à l'extérieur des plateaux sur les conditions d'écoulement de l'échantillon dans le volume inscrit entre les plateaux. Cette étape est d'autant plus nécessaire que dans notre analyse de l'écoulement de compression, le taux de dissipation d'énergie est calculé en première approximation en se limitant au volume entre les plateaux. Or en toute rigueur, l'état de contraintes au sein de la partie émergente de l'échantillon est inconnu mais n'est pas nul. Cette partie externe est soumise à un état de contraintes radiales qui peut provoquer la rupture de la périphérie de l'échantillon.
Ce phénomène, défini comme un effet de frettage et qui peut se traduire par une pression de confinement, est illustrée par la figure 3.11.

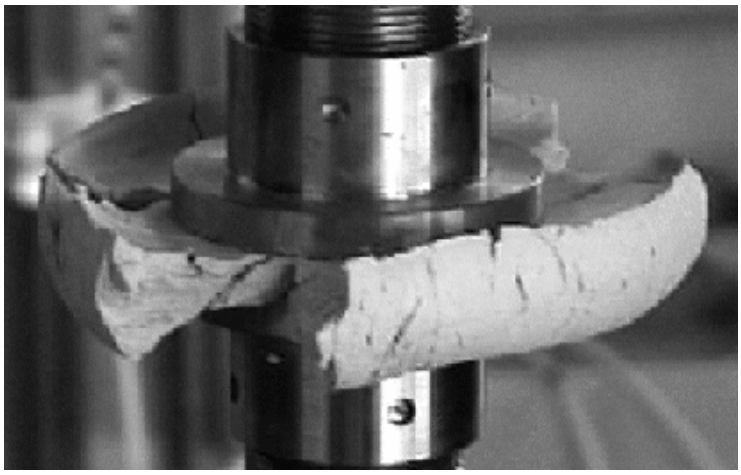


Figure 3.11 : Extension et division de l'anneau de matière induit par l'écrasement de l'échantillon à rayon constant – phénomène de fracture en périphérie et apparition de copeaux (exemple d'une pâte de kaolin).

L'intégration de cette contribution dans le modèle implique l'analyse de l'écoulement induit à l'échappement des plateaux. La propagation de chaque copeau s'opère dabns une direction privilégiée, ce qui a pour conséquence la perte de la symétrie axiale dans cette zone de l'écoulement. La distribution des contraintes associée à un tel écoulement doit être reconsidérée. Une illustration de telles distributions de contraintes est donnée dans ce qui suit en présence d'un écoulement plastique.
La figure 3.12 permet de schématiser la distribution des contraintes au voisinage du point de naissance d'un copeau. La courbe ACB correspond au bord du plateau supérieur au droit d'un copeau. Ce copeau s'écoule dans la direction privilégiée Ox. Il est comprimé sur la surface AOCB par des efforts de compression dont la distribution est illustrée en bleu : sur ACB la contrainte normale est considérée égale à $-\alpha K$. En O, s'ajoute cette contrainte normale $-\alpha K$ un terme dépendant du seuil de plasticité K et de la longueur OC retraduisant l'évolution de la pression le long de OC. Pour des raisons géométriques évidentes, la longueur OC est liée directement au nombre de copeaux noté N_b. En référence aux équations d'équilibre de tranches, la contrainte normale varie linéairement sur OC.

Une contrainte de cisaillement *K*, liée à la part élongationnelle de l'écoulement, est mobilisée sur les surfaces ABC et A'B'C'. Cette contrainte de cisaillement est orientée parallèlement à l'axe Ox.
Enfin sur la surface ABB'A' une contrainte normale est appliquée. Sa distribution est indiquée en rouge sur la figure 3.12. Sur AA' ou BB' la contrainte est égale à $\left(\sqrt{3}-\alpha\right)K$. Ce qui correspond à la pression radiale couplée à la contribution de la part émergente du fluide. La modification de la pression le long de AO impose la distribution de la contrainte normale sur cette surface.

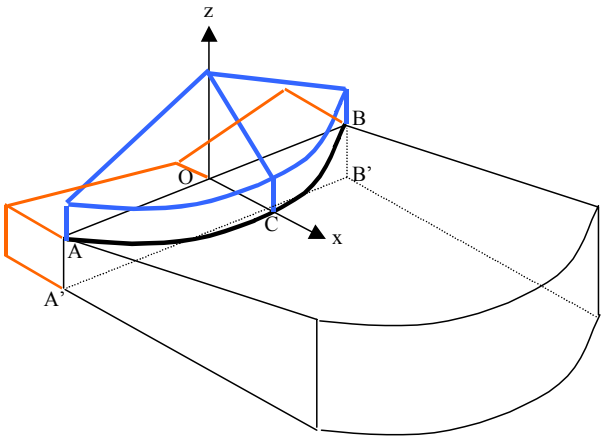


Figure 3.12 : Distribution des contraintes en sortie de copeau.

Au regard de cette distribution de contraintes, l'analyse met en évidence le lien entre l'évolution de αK et celle de K, qui dépend cependant du nombre de copeaux. Un tel effet est constaté expérimentalement (Roussel et Lanos, 2003b). Construire plus avant ce type de relation ne paraît pas indispensable. L'introduction de la composante de frettage αK dans l'expression de l'effort de compression s'avère suffisant pour modéliser le phénomène.

Toujours dans le cas de fluides plastiques parfaits, Roussel et Lanos (2003b) ont proposé une approche énergétique pour modéliser cette contribution. Ils proposent de calculer l'énergie *dE* nécessaire pour créer la répartition des copeaux à la périphérie de l'échantillon. L'effet de frettage serait ainsi nécessaire pour provoquer la division en copeaux.
Les auteurs assument que ce taux de dissipation d'énergie $\frac{dE}{dt}$ dépend au premier ordre du nombre de copeaux N_b et de l'énergie S_c utilisée pour obtenir une unité de surface de bord de copeau durant un temps *dt*.

$$dE = S_c dS \tag{3.74}$$

avec

$$dS = 2N_b h V_r(R,z)dt \tag{3.75}$$

Par conséquent, le taux de dissipation d'énergie s'écrit

$$\frac{dE}{dt} = N_b S_c R\dot{h} \tag{3.76}$$

Dans le cas de fluides plastiques parfaits, la solution de l'effort de compression dans le repère caractéristique devient alors

$$F^* = \left(\frac{2K}{\sqrt{3}} + \frac{N_b S_c}{\pi R} \right) \frac{h}{R} + \frac{2K}{3} \tag{3.77}$$

Ce choix impose cependant une forme similaire pour chacun des copeaux ainsi qu'une contribution énergétique identique.

Une fois de plus, la modélisation de cette contribution, étendue et généralisée à la périphérie complète de l'échantillon, y compris lorsque la couronne externe ne se fracture pas, aboutit à l'effort lié à la part externe suivant.

$$F = -\alpha K \pi R^2 \tag{3.78}$$

Ce qui correspond à la contrainte radiale exercée sur la surface du plateau supérieur.

Finalement, le forme retenue de la contribution traduisant l'influence de la part émergente de matière en écoulement à l'extérieur des plateaux dans le repère caractéristique F*(h/R) est

$$F^* = \alpha K \frac{h}{R} \tag{3.79}$$

avec αK (Pa) le paramètre représentatif de la pression de confinement. Bien que ce paramètre soit lié au seuil de plasticité, comme nous venons de le voir précédemment, il sera interprété par la suite comme un paramètre indépendant.

L'ensemble des solutions de l'effort de compression des différents fluides étudiés dans ce chapitre est développé avec une pression nulle à l'échappement des plateaux. Cependant, l'approche énergétique mise en œuvre au chapitre 2 se limite au volume inscrit entre les plateaux. En toute rigueur, elle devrait considérer l'intégralité du volume d'échantillon, incluant ainsi la partie émergente de l'échantillon. De façon à intégrer cette contribution dans notre étude, le composante qui en découle va être associée de façon linéaire au modèle viscoplastique de Bingham. Un tel modèle est exploité dans le prochain chapitre dédié au développement de l'algorithme de calcul permettant de construire la courbe d'écoulement équivalente d'un fluide en écoulement adhérent.

3.7 Conclusions du chapitre.

L'analyse classique de l'écoulement de compression a été appliquée aux cas des fluides viscoplastiques pour des conditions d'adhérence et de glissement parfait aux plateaux. La génération d'un champ de vitesses cinématiquement admissibles et l'expression de la loi de comportement permettent de calculer les champs de contraintes et de pressions. Leur intégration au plateau permet le calcul de l'effort de compression.
Cette étude nous a permis de mettre en évidence l'influence de la forme de la condition aux limites en périphérie des plateaux sur l'expression de l'effort de compression. Pour s'affranchir de cette hypothèse et dans le cas du fluide de Bingham, le calcul de l'effort de compression a été réalisé à partir de l'énergie dissipée dans le volume entre les plateaux.
La détermination des solutions de l'écoulement de compression, associée à l'analyse dimensionnelle développée au chapitre 2, nous a permis de calculer pour chacun des fluides étudiés le taux de déformation moyen correspondant.
L'analyse dimensionnelle étant basée sur le taux de dissipation d'énergie dans l'intégralité du volume de matière en écoulement, et du fait de la configuration d'essai retenue, la contribution de la part émergente de l'échantillon au cours de l'essai doit être intégrée à la forme de la solution. Une modélisation de ce paramètre ainsi que sa contribution en terme d'effort a été proposée dans ce sens.

Dans l'optique d'une analyse systématique de l'écoulement de compression, la seule confrontation des solutions exactes ou approchées de l'écoulement aux données expérimentales n'est pas complètement satisfaisante. A cette fin, la création d'un algorithme de calcul permettant d'identifier à chaque instant de l'essai, l'évolution locale des paramètres du comportement en fonction du taux de déformation moyen est nécessaire. Le développement, dans un premier temps pour des conditions d'adhérence aux plateaux, d'un tel algorithme, qui doit permettre l'identification d'un fluide dont la loi de comportement n'est à priori pas connue, fait l'objet du prochain chapitre.

Dans la suite de ce travail, nous allons adopter la convention d'écriture suivante. Par analogie avec la représentation des résultats de la rhéométrie traditionnelle, le taux de déformations moyen $\sqrt{\bar{I}_2}$ est à présent dénommé vitesse de déformation moyenne et sa notation devient $\dot{\gamma}$.

Chapitre 4 – Courbe d'écoulement équivalente d'un fluide viscoplastique en écoulement de compression adhérent.

4.1 Introduction.

Comme nous l'avons montré dans le premier chapitre de ce mémoire, il est possible d'associer à chaque instant de l'écoulement de compression, c'est à dire à chaque configuration, un état de déformations moyen et de cisaillement équivalent. A partir des paramètres géométriques de l'essai et en considérant une loi de comportement dont la forme est prédéfinie, la détermination de ces états peut être envisagée. Ainsi, une relation entre le paramètre caractéristique F^* et la vitesse de déformation moyenne $\dot{\gamma}$ a été construite.

La nature des fluides, présentant généralement un seuil d'écoulement, pour lesquels l'outil de traitement des données d'essais de compression doit être développé a motivé le choix d'une modélisation de type viscoplastique. Un modèle de comportement de type Bingham a été retenu pour décrire l'écoulement de compression de fluides à seuil quelconques. Ce même modèle est utilisé pour identifier un état de déformations équivalent.

Les données des chapitres précédents indiquent que l'écoulement de compression d'un fluide simplement visqueux newtonien correspond à un champ de vitesses cisaillé en tout point. Par contre, l'écoulement de compression associé à un fluide plastique parfait est essentiellement élongationnel. Dans le premier cas, les termes non diagonaux du tenseur des taux de déformations sont reliés à l'effort, alors que dans le cas de l'écoulement plastique, l'effort est relié aux termes diagonaux du tenseur des taux de déformations.

L'écoulement d'un fluide de Bingham se caractérise quant à lui par la contribution concomitante des termes de cisaillement et élongationnels. Par conséquent, la vitesse de déformation moyenne $\dot{\gamma}$ associée à l'écoulement d'un tel fluide intègre et moyenne les effets des différentes composantes du tenseur des taux de déformations D_{ij}.

L'adaptation du modèle de Bingham à chaque instant de l'essai (autrement dit à chaque configuration) permettra de déterminer les paramètres constitutifs du modèle et de la vitesse de déformation moyenne associée puis d'établir la courbe d'écoulement équivalente du fluide testé suivant la relation :

$$\tau = K + \mu\dot{\gamma} \qquad \text{si } \tau \geq K \tag{4.1}$$

$$\dot{\gamma} = 0 \qquad \text{si } \tau < K \tag{4.2}$$

avec K le seuil de plasticité, μ la viscosité plastique, $\dot{\gamma}$ la vitesse de déformation moyenne et τ la contrainte de cisaillement associée.

4.2 Algorithme de calcul.

4.2.1 Principe.

L'objet de ce chapitre est la mise en œuvre de l'algorithme de calcul qui permet d'aboutir au tracé d'une courbe d'écoulement équivalente du fluide testé au moyen de l'essai de compression pour des conditions d'adhérence aux plateaux. Cette résolution permet d'exprimer, à partir d'un triplet de points de la courbe caractéristique F*(h/R) qui définissent la configuration étudiée, l'évolution des paramètres constitutifs du modèle rhéologique de

Bingham, la viscosité plastique μ et le seuil de plasticité K, à chaque instant de l'essai, ainsi que la vitesse de déformation moyenne $\dot{\gamma}$ associée dont l'expression dépend de la nature du comportement rhéologique du fluide testé et de la géométrie de l'écoulement. Dans le cas d'un fluide de Bingham, l'expression de $\dot{\gamma}$ est donnée au chapitre précédent puis rappelée dans l'algorithme de calcul. En répétant l'identification des paramètres du comportement pour chaque configuration (chaque triplet) de la courbe caractéristique F*(h/R), il devient alors possible d'aboutir à la construction point par point d'une courbe d'écoulement équivalente, comme détaillée sur la figure 4.1.

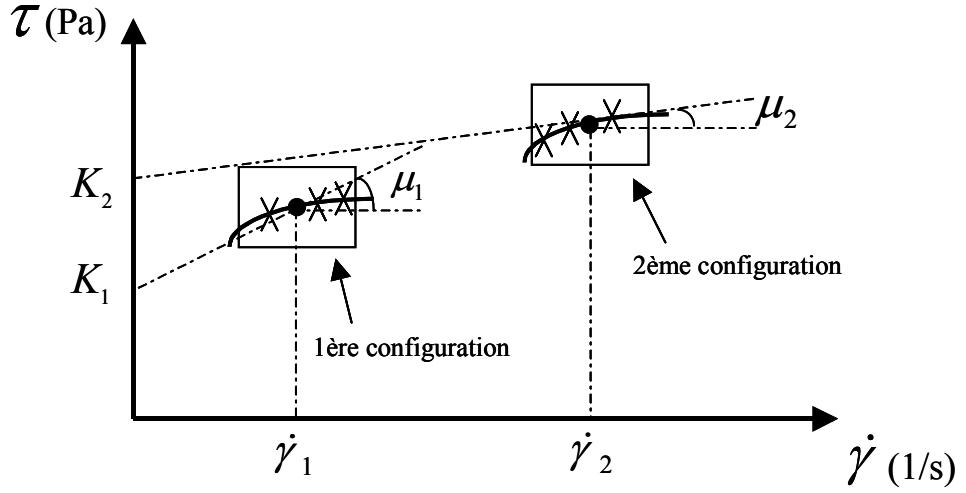


Figure 4.1 : Principe de construction de la courbe d'écoulement équivalente – les paramètres μ_i et K_i sont calculés pour chaque triplet de points de la courbe F(h/R).*

Le développement de l'algorithme de calcul est détaillée ci-après et réalisé dans une feuille de calcul de type tableur. Cet outil est ensuite testé et validé par le traitement de données d'essais simulés de compression de comportements variés. Cette étape permet notamment de discuter le caractère licite d'assimiler à un instant donné l'écoulement d'un fluide quelconque à celui d'un fluide de Bingham. L'influence de bruits expérimentaux présents dans le signal résultant d'un essai et ses conséquences sur la construction de la courbe d'écoulement équivalente sont étudiées dans la dernière partie du chapitre.

4.2.2 Détail de la procédure de l'algorithme de calcul.

- Etape préliminaire -

L'étape préliminaire de l'algorithme consiste à interpréter les données d'essai de compression au moyen d'un modèle analytique viscoplastique simplifié. La construction de ce modèle est basée sur la combinaison linéaire de comportements fondamentaux étudiés au chapitre précédent et permet une première identification des paramètres constitutifs du comportement. Ce modèle associe la solution de l'écoulement adhérent d'un fluide visqueux newtonien à la solution d'un écoulement adhérent d'un fluide plastique, auxquelles est ajouté le terme traduisant l'influence de l'excès de matériau (frettage) à l'extérieur des plateaux sur l'échantillon inscrit entre les plateaux. La solution de l'écoulement plastique dépend du seuil K et intègre une composante de dissipation d'énergie interne et une composante de dissipation associée au cisaillement à l'interface. La solution visqueuse est celle initialement établie par

Stefan (1874) (viscosité μ). La composante liée au frettage (paramètre indépendant αK) est celle définie au chapitre précédent. La réponse du modèle est la suivante :

$$F^* = \frac{2}{3}K + \frac{2}{\sqrt{3}}K\frac{h}{R} + \frac{3\mu\dot{h}}{2R}\left(\frac{R}{h}\right)^2 + \alpha K\frac{h}{R} \tag{4.3}$$

avec h la hauteur de l'échantillon, R le rayon des plateaux et $\dot{h}$ la vitesse de compression.

- Etape 1- Détermination des paramètres μ, K, et αK.

Les trois paramètres μ, K, et αK sont déterminés pour que la relation (4.3) vérifie point par point la courbe caractéristique expérimentale F*(h/R). Le nombre de paramètres de la solution à identifier justifie le fait d'associer un triplet de points de la courbe F*(h/R) à chaque configuration.
Les paramètres du modèle sont donc déterminés à partir de trois couples de valeurs expérimentales $\left(\frac{h_i}{R}, F_i^*\right)$. Les équations correspondant au problème s'expriment, après un changement de variables, de la façon suivante :

$$F^*_i = a + bx_i + \frac{c}{x_i^2} \tag{4.4}$$

Avec

$$x_i = \frac{h_i}{R} \text{ pour i=1,2,3} \tag{4.5}$$

$$a = \frac{2}{3}K \tag{4.6}$$

$$b = \alpha K + \frac{2}{\sqrt{3}}K \tag{4.7}$$

$$c = \frac{3}{2}\mu\frac{\dot{h}}{R} \tag{4.8}$$

L'exploitation de trois points de la courbe expérimentale permet de déterminer les coefficients a, b, c par la résolution d'un système de trois équations à trois inconnues et d'en déduire la valeur des paramètres du modèle.

Ainsi, après inversion du système d'équation, on a :

$$\mu = \frac{2R}{3\dot{h}}\frac{(F^*_1 - F^*_2)(x_2 - x_3) - (F^*_2 - F^*_3)(x_1 - x_2)}{\left(\frac{1}{x_1^2} - \frac{1}{x_2^2}\right)(x_2 - x_3) - \left(\frac{1}{x_2^2} - \frac{1}{x_3^2}\right)(x_1 - x_2)} \tag{4.9}$$

$$K = \frac{3}{2}\frac{\frac{F^*_1}{x_1} - \frac{c}{x_1^3} - \frac{F^*_2}{x_2} + \frac{c}{x_2^3}}{\frac{1}{x_1} - \frac{1}{x_2}} \tag{4.10}$$

$$\alpha K = \frac{\left(F^*_1 - \frac{c}{x_1^2} - \frac{2}{3}K - \frac{2}{\sqrt{3}}\frac{3}{2}\left(\frac{2}{3}K\right)x_1\right)}{x_1} \tag{4.11}$$

D'un point de vue graphique, le paramètre de viscosité μ correspond à la courbure locale de la courbe caractéristique F*(h/R), le paramètre de seuil de plasticité *K* à la tangente de la courbe F*(h/R), et le paramètre de frettage à la pente de F*(h/R). Ces paramètres sont identifiés en référence au premier point du triplet.

Remarque : ce calcul peut être réalisé avec différents triplets de points. L'écart entre ces points, c'est à dire le pas de calcul en $\Delta\left(\frac{h}{R}\right)$ *qui correspond à l'écart de valeur des h/R successifs du triplet, constitue un paramètre libre, directement choisi dans la feuille de calcul par l'utilisateur. Nous discuterons de l'influence et du rôle décisif de ce paramètre sur la robustesse de l'algorithme de calcul au 4.3.2 et au 4.4.2.5.*

Les valeurs de μ et de *K* estimées à l'issue de cette étape correspondent à l'ajustement local d'une solution approchée de l'écoulement d'un fluide de Bingham. Ces valeurs sont ensuite affinées en exploitant une expression plus adaptée de la solution de l'écoulement d'un fluide de Bingham. Cette solution, construite sur la base du modèle bi-zone à frontière plane, a été rappelée au chapitre 3.

-Etape 2 - Calcul de g et β.

Cette étape de l'algorithme consiste à calculer le nombre adimensionnel β caractéristique de la structure de l'écoulement lié au modèle bi-zone à frontière plane. Ce paramètre représente le poids de la partie élongationnelle de l'écoulement par rapport à la partie cisaillée. Il s'écrit en fonction du nombre de Bingham *g* défini au chapitre précédent et son expression, nous le rappelons, est la suivante :

$$\beta = \sqrt{2}\sqrt{(3g+2)}\sin\left(\frac{1}{3}\tan^{-1}\left(\frac{2\sqrt{2}(3g+2)^{3/2}\sqrt{\frac{g}{(3g+2)^3}}}{3g\sqrt{(3g^2+6g+4)}}\right)\right) \tag{4.12}$$

avec

$$g = \frac{\mu}{K}\frac{\dot{h}R}{h^2} = \frac{\mu}{K}G \tag{4.13}$$

Les premières valeurs de μ et K déterminées à l'étape précédente, ainsi que les paramètres géométriques permettent l'estimation du nombre de Bingham g et de β. La valeur de β est caractéristique de l'écoulement de compression du fluide de Bingham. Le champ de vitesses associé à cette valeur peut ainsi être utilisé pour envisager une nouvelle estimation des paramètres du comportement.

-Etapes 3 et 4 - Processus itératif.

L'intégration d'un processus itératif doit conduire à une nouvelle estimation des paramètres rhéologiques du matériau et entraîner une amélioration du tracé de la courbe d'écoulement équivalente. Pour cela, l'étape suivante consiste à utiliser l'expression analytique de la solution de l'écoulement du fluide de Bingham calculée à partir du taux de dissipation d'énergie dans le volume entre les plateaux et établie au chapitre 3, à laquelle est ajoutée la composante de frettage :

$$F^* = \frac{6\mu \dot{h} R}{(1-\beta)(2+\beta)^2 h^2} + \frac{2\sqrt{3}\beta K}{(2+\beta)}\frac{h}{R} + \frac{2K}{(2+\beta)} + \alpha K \frac{h}{R} \tag{4.14}$$

Dans cette expression sont injectées les valeurs des paramètres β et g calculés durant l'étape précédente, valeurs caractéristiques du champ de vitesses identifié comme étant proche de la solution recherchée. Une nouvelle estimation des paramètres associés à chaque configuration est alors mise en œuvre. La résolution exploite le même triplet de points que précédemment. La résolution du nouveau système d'équations conduit à une nouvelle estimation de μ, K, et αK selon un procédé de résolution identique à celui de la première étape.
Le processus « étape 2- étape 3 » (identification de β puis de μ, K, et αK) est réitéré jusqu'à obtenir la convergence de la solution (étape 4). Le nombre d'itérations ainsi que la précision du calcul, qui définissent le critère de convergence, peuvent être directement modifiés dans la feuille de calcul.

- Etape 5 - Calcul de la vitesse de déformation moyenne.

L'expression de la vitesse de déformation moyenne $\dot{\gamma}$ est finalement identifiée à partir des valeurs de μ, K, g et β, suivant la relation (4.15) (Cf. §3.4.7) :

$$\dot{\gamma} = \frac{K}{\mu}\left(\frac{1}{2}\sqrt{\frac{3\beta + 8g}{12\beta}} - \frac{1}{4}\right) \tag{4.15}$$

- Etape 6 -Tracé d'un point de la courbe d'écoulement équivalente.

La dernière étape de l'algorithme consiste à tracer un point de la courbe d'écoulement équivalente selon la relation (4.1) correspondant au triplet de points étudié. L'ensemble de ce

traitement est ensuite répété pour l'intégralité de la courbe caractéristique F*(h/R) et permet l'obtention de la courbe d'écoulement équivalente correspondante.

4.2.3 Synthèse.

L'analyse développée permet de déterminer à chaque instant de l'essai un couple de valeurs locales moyennes (μ, K) auquel est associée une valeur de vitesse de déformation moyenne. Le processus est réitéré pour l'ensemble des points de la courbes F*(h/R), et permet de construire point par point, suivant la relation (4.1), la courbe d'écoulement équivalente du fluide testé (figure 4.2). La modélisation de la courbe d'écoulement équivalente ainsi obtenue conduit à la détermination des paramètres constitutifs du comportement.

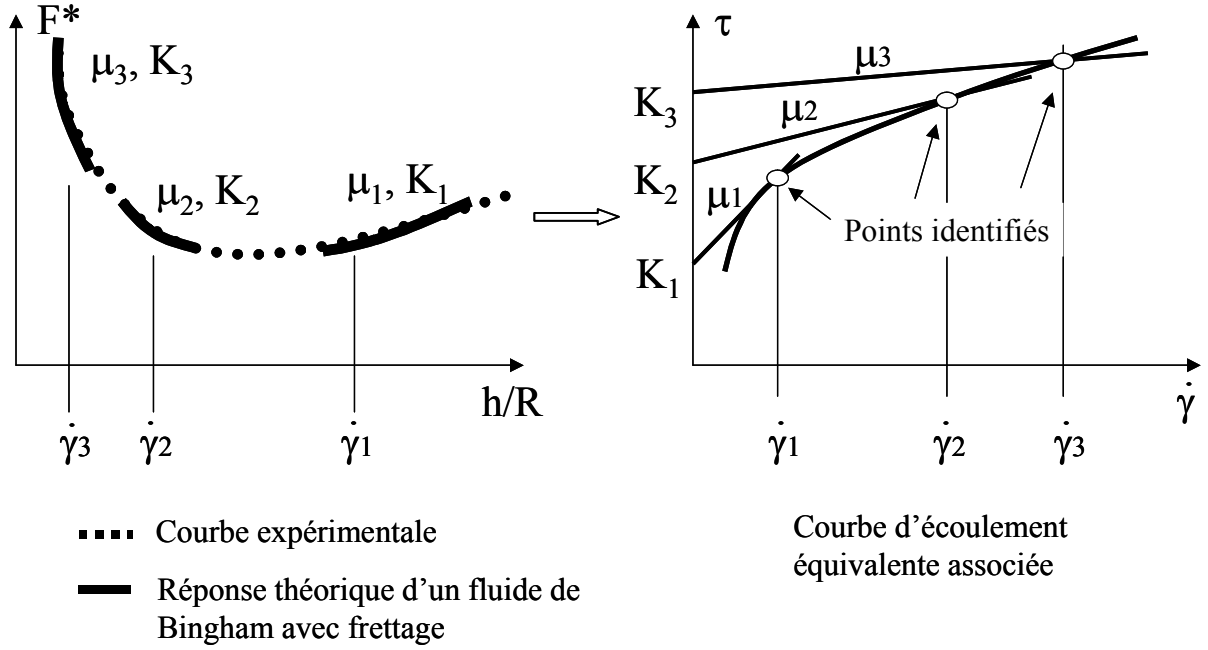


Figure 4.2 : Analogie courbe d'essai de compression / courbe d'écoulement équivalente. Les courbes réponses permettent l'identification des couples (μ_i, K_i) *correspondant à celle d'un fluide de Bingham avec frettage.*

4.3 Restitution des résultats.

4.3.1 Traitement numérique.

Le développement et l'exploitation du modèle a nécessité la mise en oeuvre de quelques conditions vis à vis des paramètres calculés, en particulier la viscosité μ et le seuil de plasticité K. Ces conditions garantissent une certaine stabilité du calcul qui assure sa convergence et permettent de construire une courbe d'écoulement continue, « stable » et non influencée par les conditions de discrétisation de la courbe F*(h/R) exploitée. En effet, le signal expérimental peut être relativement bruité et un lissage systématique des données expérimentales peut ne pas être suffisant pour réduire les fluctuations des valeurs des paramètres calculés. Par conséquent, ce traitement ne garantit pas toujours de calculer une valeur non nulle et normalement continûment croissante de la vitesse de déformation moyenne évaluée durant l'essai.

Les conditions intégrées dans l'algorithme de calcul sont les suivantes :

- Si la courbure de la courbe caractéristique F*(h/R) est négative, la valeur de viscosité correspondant au triplet de points considérés est prise égale à la valeur de viscosité du triplet précédent. Cette condition nécessite l'introduction d'une valeur d'initialisation si la courbure est nulle au premier pas de calcul (par défaut cette valeur initiale est nulle).

- Si la valeur de seuil calculée pour le triplet considéré est négative, alors cette valeur est prise égale à la valeur du triplet précédent. Cette condition nécessite l'introduction d'une valeur de seuil d'initialisation si le calcul ne peut s'effectuer au premier pas. Cette valeur initiale de seuil est obtenue par une méthode globale (Lanos, 1993) en considérant qu'en début d'essai le fluide testé est parfaitement plastique.

- La valeur de seuil introduite est prise supérieure à une valeur seuil limite infiniment faible pour rendre toujours possible l'ensemble des calculs. Ainsi, si la valeur de seuil calculée est inférieure à la valeur de seuil minimale, le paramètre β est imposé nul (cas d'un fluide visqueux newtonien) et la vitesse de déformation moyenne est calculée en conséquence.

- Le pas de calcul en $\Delta\left(\frac{h}{R}\right)$ est constant au cours du calcul. Il peut correspondre à une valeur numérique d'écart ou un nombre de points entre les h/R successifs du triplet. Le choix du pas de calcul optimal est géré par un compromis entre la précision sur les valeurs locales des paramètres du comportement, la réduction du bruit présent dans le signal expérimental, et la gamme de vitesse de déformation moyenne sur laquelle les résultats sont ensuite exploités. On peut noter que l'utilisation d'un unique triplet reviendrait à une confrontation simple entre la solution analytique de l'écoulement d'un fluide de Bingham et la réponse expérimentale, selon les méthodes d'ajustement traditionnelles.

4.3.2 Exploitation graphique.

La mise en œuvre de l'outil de calcul est réalisée au moyen d'un tableur afin de proposer une interface simple et conviviale pour l'utilisateur. Les données d'entrée sont constituées par les valeurs caractéristiques F*(h/R) de l'essai, les paramètres géométriques que sont la vitesse de compression au cours de l'essai et le rayon des plateaux (voir figure 4.3).
Le fichier d'interprétation de l'essai fournit, en sortie, différentes courbes résultats :

- La courbe d'écoulement équivalente τ en fonction de $\dot{\gamma}$ (en fin de première étape et après le calcul itératif). Ces courbes permettent une exploitation globale du dépouillement des données. Une caractérisation directe du fluide testé est obtenue par visualisation de l'allure de la courbe d'écoulement équivalente. La détermination d'un type de loi de comportement et de ses paramètres peut alors être envisagée par l'exploitation d'une courbe de régression par exemple (figure 4.3).

- L'évolution des paramètres du modèle μ, K, et αK en fonction de la vitesse de déformation moyenne qui permet une lecture locale de chacun de ces paramètres au cours de l'essai (voir figure 4.4).

- L'évolution de τ en fonction de la contrainte normale moyenne aux plateaux $\overline{P} = -\frac{F}{\pi R^2}$.

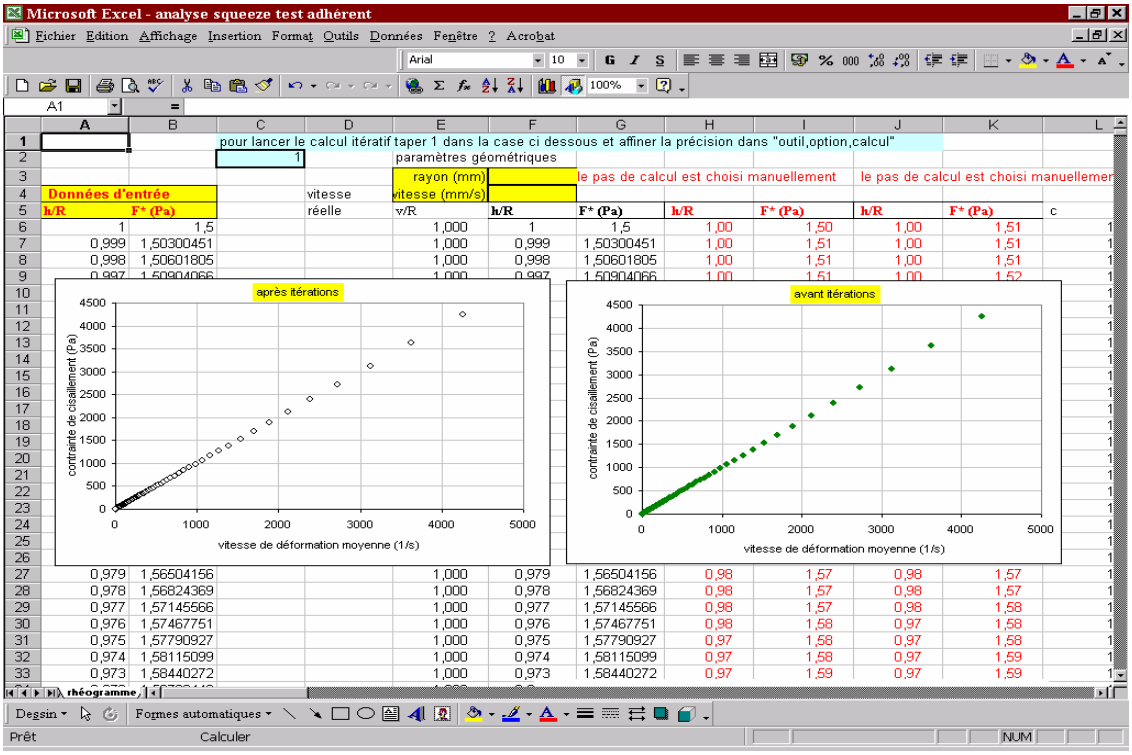


Figure 4.3 : Mise en œuvre de l'algorithme de calcul dans une feuille de calcul – données d'entrée et courbes d'écoulement équivalentes à la fin de la première étape et après le calcul itératif.

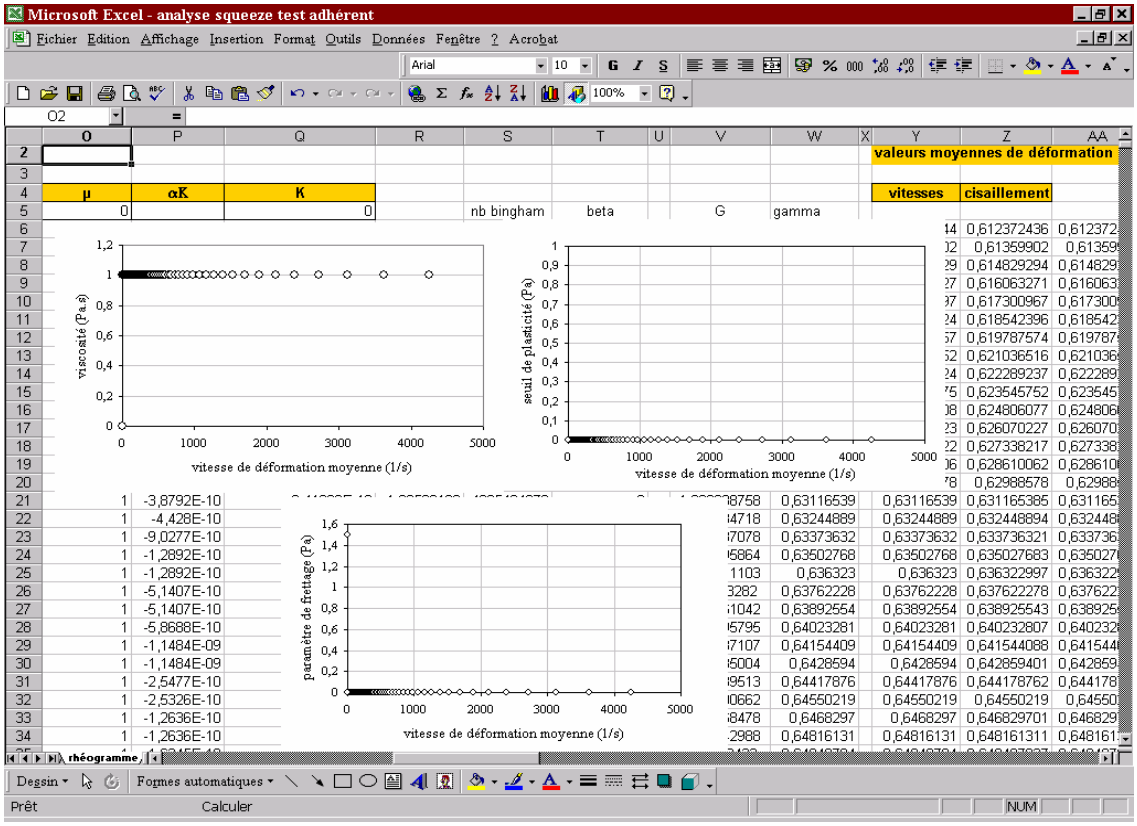


Figure 4.4 : Mise en œuvre de l'algorithme de calcul dans une feuille de calcul – évolution locale des paramètres du modèle et des valeurs moyennes de déformation.

4.4 Validation de l'outil d'analyse de l'écoulement de compression de fluides viscoplastiques adhérents.

L'objectif de cette partie est de déterminer dans quelle mesure notre analyse de l'écoulement de compression aboutissant à la construction d'une courbe d'écoulement équivalente peut permettre d'identifier des propriétés rhéologiques de fluides viscoplastiques. Pour cela, nous allons dans un premier temps tester et valider l'algorithme de calcul développé en exploitant les données simulées d'écoulement de compression adhérent de fluides modèles. La robustesse de l'algorithme vis à vis des fluctuations des données d'entrée liées à la présence de bruit dans le signal est étudiée dans un deuxième temps. Dans une dernière partie, l'influence du frettage sur l'évaluation des paramètres d'un fluide de Bingham en écoulement adhérent simulé est examinée. Ceci permet de proposer une méthode de correction des paramètres du comportement identifiés au moyen de l'algorithme de calcul. L'application de notre analyse aux données d'écoulement de compression issue de la bibliographie, puis aux données expérimentales de différents matériaux sera réalisée dans le dernier chapitre de ce mémoire. Les résultats obtenus selon notre méthode y seront confrontés aux courbes d'écoulement obtenues sur le même fluide par rhéométrie traditionnelle.

4.4.1 Validation dans le cas d'écoulements simulés.

Les cas des fluides newtonien et plastique parfait, des fluides de Bingham et en loi puissance vont être étudiés. Pour l'ensemble de ces fluides, la solution analytique exacte ou approchée de l'effort de compression est connue. Ces solutions, qui ont été largement décrites au chapitre 3 peuvent être exprimées dans le repère caractéristique F*(h/R). Ces solutions vont être exploitées de façon à générer des données d'écoulement de compression simulées pour des conditions d'adhérence aux plateaux. Aucune composante de frettage n'est associée à ces solutions modèles pour générer les données simulées. L'évolution du paramètre traduisant cette contribution apparaît par conséquent comme nulle ou négligeable à la fin du calcul. Par souci de clarté, les solutions utilisées pour générer les données simulées sont rappelées.

Pour un fluide newtonien, l'expression de l'effort caractéristique est la suivante :

$$F^* = \frac{3\mu\dot{h}}{2R}\left(\frac{R}{h}\right)^2 \tag{4.16}$$

avec μ la viscosité (Pa.s).

L'effort caractéristique d'un fluide plastique parfait est donné par la relation (4.17). Cette expression est celle initialement établie au chapitre 3 et exploitée dans le modèle viscoplastique simplifié.

$$F^* = \frac{2}{3}K + \frac{2}{\sqrt{3}}K\frac{h}{R} \tag{4.17}$$

avec K le seuil de plasticité (Pa).

L'effort caractéristique d'un fluide de Bingham est décrit par la relation (4.18). Cette solution est utilisée dans l'algorithme de calcul.

$$F^* = \frac{6\mu\dot{h}R}{(1-\beta)(2+\beta)^2 h^2} + \frac{2\sqrt{3}\beta K}{(2+\beta)}\frac{h}{R} + \frac{2K}{(2+\beta)} \tag{4.18}$$

L'expression (4.19) décrit la solution de l'effort caractéristique d'un fluide en loi puissance.

$$F^* = \frac{2}{(n+3)}\left(\frac{2n+1}{2n}\right)^n \left(\frac{\dot{h}}{R}\right)^n \left(\frac{R}{h}\right)^{2n} \eta \tag{4.19}$$

avec n l'index d'écoulement et η la consistance (Pa.s^n).

4.4.1.1 Paramètres de simulations.

Les données simulées de compression dans le repère caractéristique F*(h/R) sont générées à partir des équations précédentes puis traitées au moyen de l'algorithme de calcul. Les paramètres géométriques, ainsi que les valeurs des paramètres constitutifs de chacun des fluides modèles utilisés sont rassemblés dans le tableau 4.1. Dans tous les cas, l'évolution du rapport h/R décroît de 1 à 10^{-2} avec un intervalle de 10^{-3} entre chaque point. L'allure de chacune des courbes caractéristiques est représentée sur la figure 4.5.

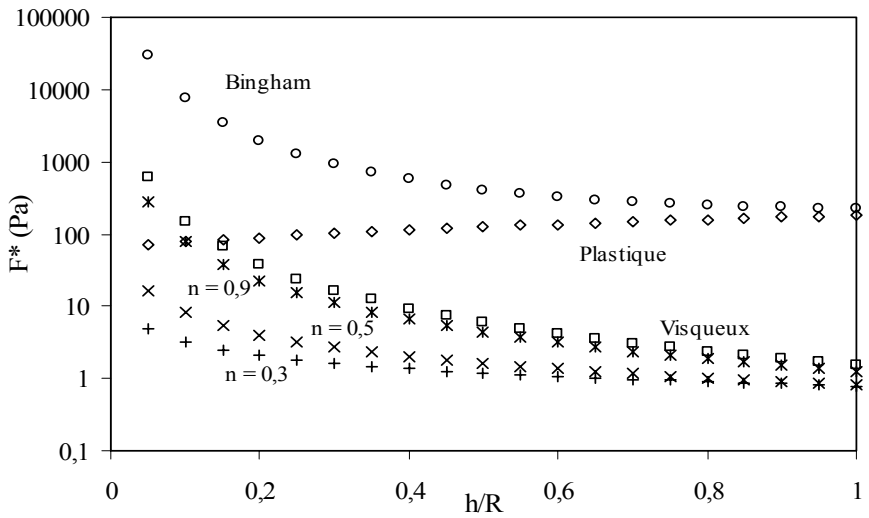


Figure 4.5 : Allure des courbes caractéristiques simulées F(h/R) des fluides modèles pour des conditions d'adhérence aux plateaux; ○: fluide de Bingham (viscosité plastique μ=50 Pa.s et seuil de plasticité K=100 Pa); ◊: fluide plastique (seuil de plasticité K=100 Pa); □: fluide newtonien (viscosité μ=1 Pa.s); ∗ : fluide en loi puissance n=0,9; x : fluide en loi puissance n=0,5; + : fluide en loi puissance n=0,3 (consistance η = 2 Pa.s^n).*

	Fluides			
Paramètres constitutifs	Newtonien	Loi puissance	Plastique parfait	Bingham
Viscosité ou viscosité plastique μ (Pa.s)	1			50
Consistance η (Pa.s^n)		2		
Index d'écoulement n		0.3, 0.5, 0.9		
Seuil de plasticité K (Pa)			100	100
$\dot{h}/R$ (s.m^{-1})	1	1	1	1

Tableau 4.1 : Valeurs des paramètres géométriques et constitutifs utilisées pour les données simulées d'écoulement de compression adhérent.

4.4.1.2 Résultats des simulations.

Les figures 4.6 à 4.10 représentent les courbes d'écoulement équivalentes obtenues pour chacun des fluides modèles simulés. La représentation de ces courbes est caractéristique du comportement rhéologique de chacun des fluides. En effet, la courbe du fluide newtonien est une droite passant par l'origine, et celle du fluide plastique parfait est une droite parallèle à l'axe des vitesses de déformation moyenne. Dans un repère bi-logarithmique, les courbes représentatives des fluides en loi puissance sont des droites dont la pente dépend de l'index d'écoulement. Le fluide de Bingham est bien représenté par une droite avec une ordonnée à l'origine non nulle.
D'autre part, sur la large gamme de vitesses de déformation moyennes, les courbes d'écoulement équivalentes peuvent être modélisées par une courbe de régression. L'identification directe des paramètres constitutifs est alors possible. Les valeurs des paramètres ainsi identifiés sont rassemblés dans le tableau 4.2.

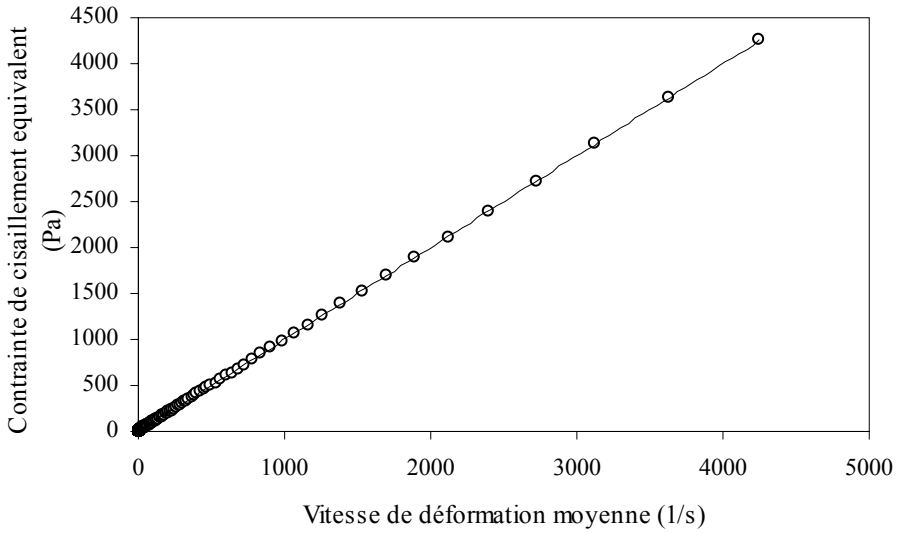


Figure 4.6 : Courbe d'écoulement équivalente du fluide visqueux newtonien simulé en écoulement adhérent (symboles), viscosité μ=1 Pa.s; ligne : courbe de régression.

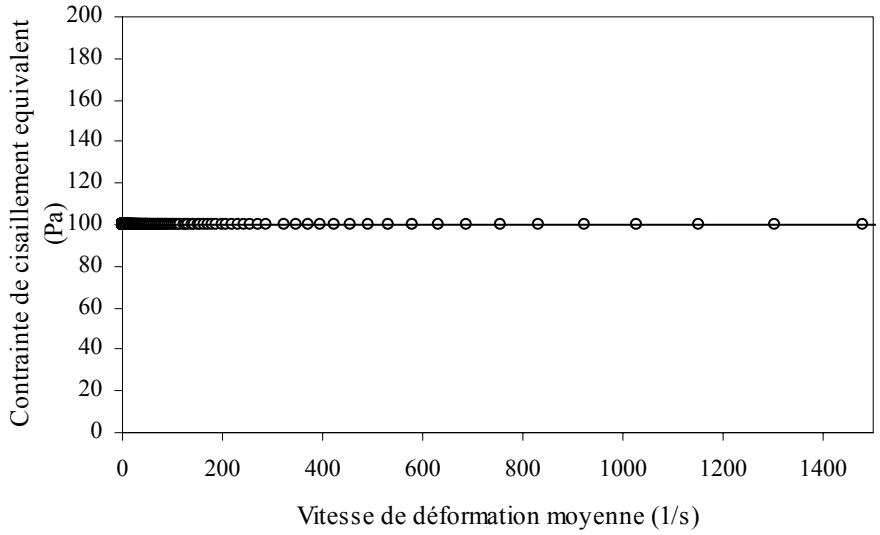


Figure 4.7 : Courbe d'écoulement équivalente du fluide plastique parfait simulé en écoulement adhérent (symboles), seuil de plasticité K=100 Pa; ligne : courbe de régression.

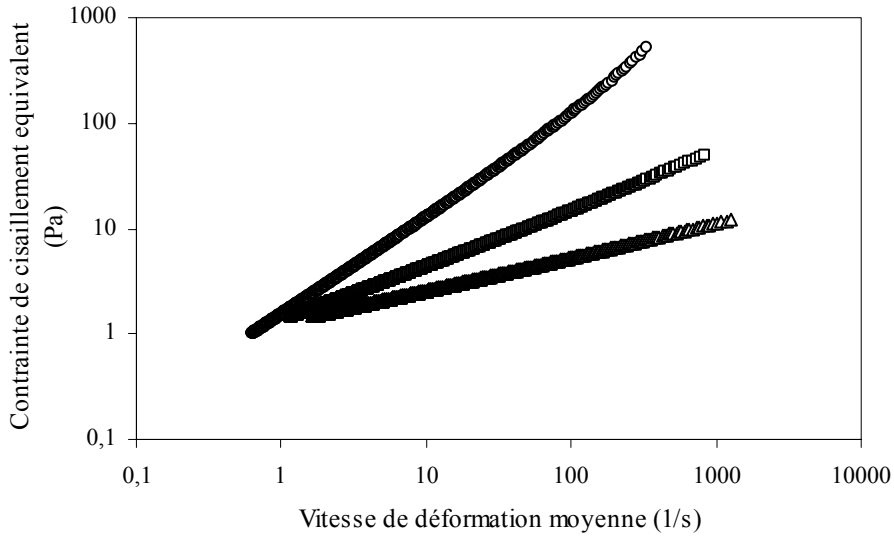


Figure 4.8 : Courbes d'écoulement équivalentes des fluides visqueux en loi puissance simulés en écoulement adhérent ; ○: n = 0,9; □: n = 0,5; Δ:n = 0,3; consistance η = 2 Pa.s^n.

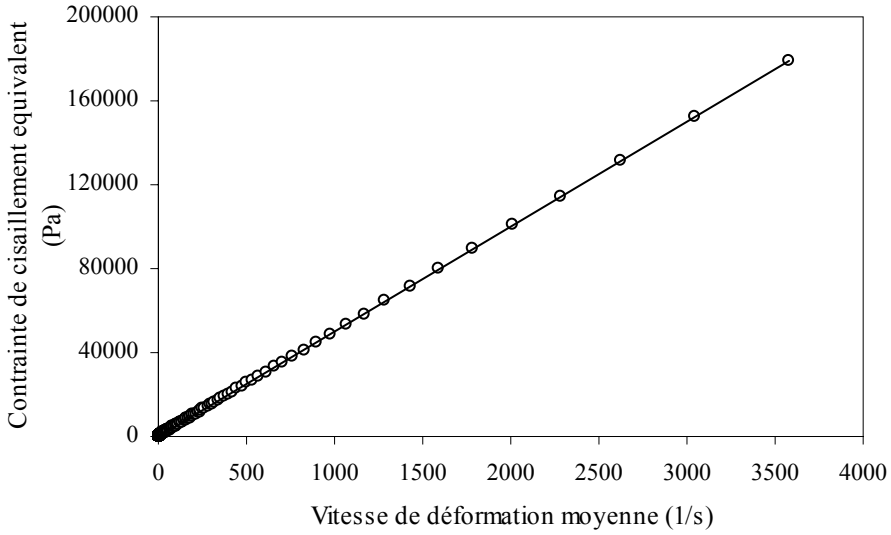


Figure 4.9 : Courbe d'écoulement équivalente du fluide de Bingham simulé en écoulement adhérent (symboles), viscosité plastique μ=50 Pa.s et seuil de plasticité K=100 Pa; ligne: courbe de régression.

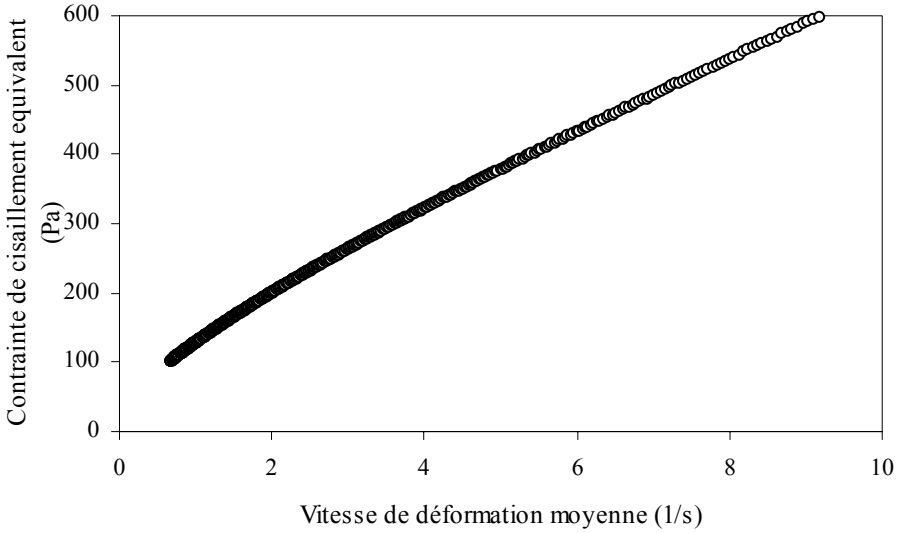


Figure 4.10 : Zoom pour de faibles valeurs de vitesses de déformation moyennes de la courbe d'écoulement équivalente du fluide de Bingham simulé en écoulement adhérent (symboles), viscosité plastique μ=50 Pa.s et seuil de plasticité K=100 Pa.

	Fluides			
Paramètres constitutifs	Newtonien	Loi puissance	Plastique parfait	Bingham
Viscosité ou viscosité plastique μ (Pa.s)	1			50.0032
Consistance η (Pa.s^n)		1.928, 2.186, 1.823		
Index d'écoulement n		0.302, 0.504, 0.905		
Seuil de plasticité K (Pa)			100	106.5
Coefficient de régression R^2	1	1,1,1	0.989	1

Tableau 4.2 : Valeurs des paramètres constitutifs identifiés par régression des courbes d'écoulement équivalentes obtenues à partir des données simulées d'écoulement de compression adhérent.

La confrontation des tableaux 4.1 et 4.2 montre la bonne corrélation entre les valeurs des paramètres constitutifs utilisés pour les simulations et ceux obtenus par les courbes de regression. Dans le cas des fluides newtonien et plastique parfait et du fluide de Bingham, l'écart entre les valeurs est inférieur à 2% et atteint 6% pour la valeur de seuil du fluide de Bingham. En ce qui concerne les fluides en loi puissance, l'écart entre les valeurs est de l'ordre de 10%. Ceci peut s'expliquer par la forme approchée de l'expression de l'effort de compression qui a été utilisée pour simuler les valeurs expérimentales.

4.4.2 Influence du bruit sur l'algorithme de calcul.

Afin de déterminer l'influence de bruits expérimentaux présents dans le signal résultant d'un essai et ses conséquences sur la construction de la courbe d'écoulement équivalente, une perturbation de type sinusoïdale est ajoutée aux signaux modèles précédemment créés. Dans un premier temps, le traitement de ces signaux est réalisé pour un pas de calcul $\Delta\left(\frac{h}{R}\right)$ unitaire. Nous verrons par la suite ce que peut apporter l'utilisation d'un pas de calcul différent.
La forme du signal est la suivante :

$$F^*_b = A\sin(2\pi fh/R) \tag{4.20}$$

avec A le coefficient d'amplitude du signal et f la fréquence d'échantillonnage.
Cette procédure va nous permettre d'étudier la robustesse de l'algorithme de calcul. Une étude préliminaire a permis de mettre en évidence le rôle prépondérant de la fréquence d'échantillonnage devant le coefficient d'amplitude. Les valeurs de fréquence d'échantillonnage finalement retenues sont 1, 10 et 100 Hz. Le coefficient d'amplitude est pris égal à 1. Le fait d'augmenter ou de réduire la valeur de ce coefficient ne fait qu'amplifier ou diminuer les résultats décrits ci-après.

4.4.2.1 Cas du fluide visqueux newtonien.

Le cas μ = 1 Pa.s est pris comme référence. L'étude des courbes d'écoulement obtenues à partir des signaux bruités et décrites par les figures 4.11 et 4.12 permettent d'établir les résultats suivants. Pour f = 1 Hz, la courbe d'écoulement équivalente reste pertinente pour une vitesse de déformation supérieure à 10 s^{-1}. Pour les fréquences supérieures, le caractère normalement linéaire de la courbe d'écoulement équivalente est seulement respecté pour une gamme de vitesse de déformation réduite. La modélisation de cette partie de courbe, conduit à une valeur de viscosité correcte (μ = 1,013 Pa.s) pour f = 10 Hz par rapport à la valeur utilisée pour simuler l'écoulement du fluide visqueux newtonien. La valeur identifiée pour f = 100 Hz conduit à une viscosité surestimée (μ = 1,218 Pa.s).

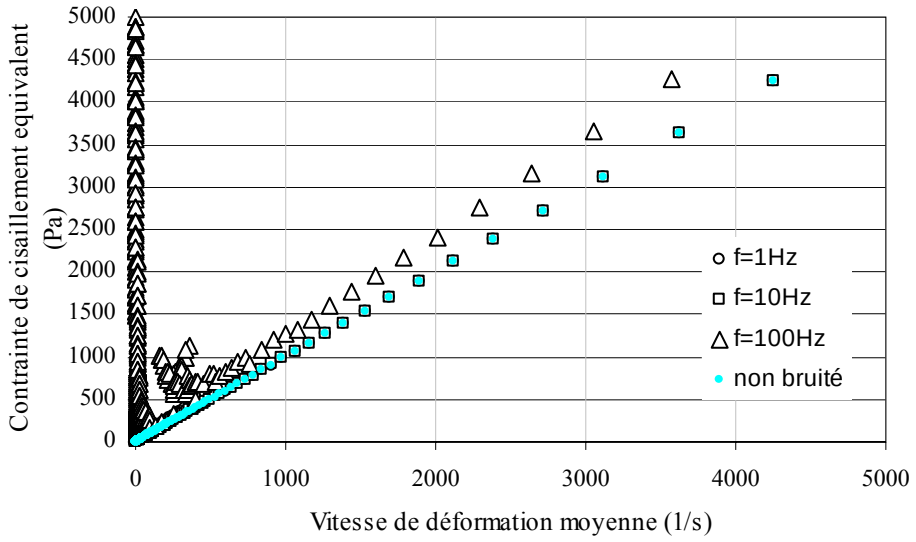


Figure 4.11 : Courbes d'écoulement équivalentes du fluide visqueux newtonien bruité (μ = 1 Pa.s)

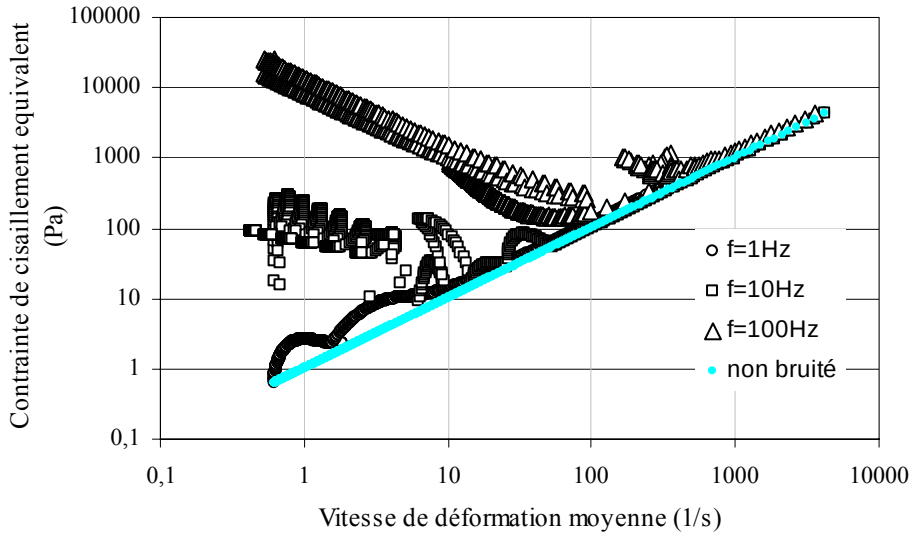


Figure 4.12 : Courbes d'écoulement équivalentes du fluide visqueux newtonien bruité dans un repère bi-logarithmique (μ = 1 Pa.s).

4.4.2.2 Cas du fluide plastique parfait.

Dans le cas du fluide plastique parfait (K = 100 Pa), les figures 4.13 et 4.14 représentant les courbes d'écoulement correspondant aux signaux bruités montrent que le caractère linéaire de la courbe d'écoulement est conservé pour les fréquences 1 et 10 Hz. Dans le second cas, la gamme de vitesse de déformation moyenne sur laquelle la modélisation de la courbe est possible est réduite. La valeur de seuil identifiée est cependant supérieure de 4,5 % par rapport à la valeur utilisée pour simuler la courbe caractéristique du fluide plastique parfait. Dans le cas de la fréquence f = 100 Hz, le caractère linéaire disparaît et aucune identification n'est possible.

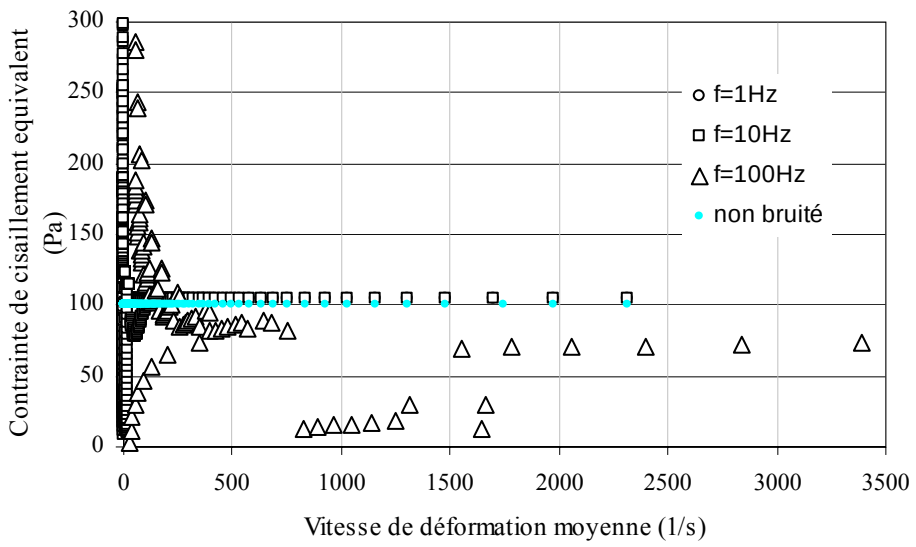


Figure 4.13 : Courbes d'écoulement équivalentes du fluide plastique parfait bruité (K = 100 Pa).

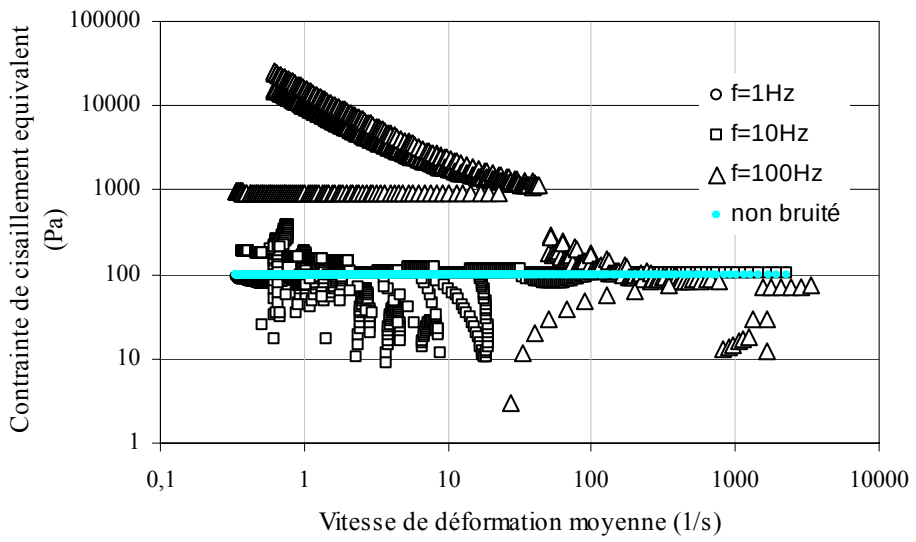


Figure 4.14 : Courbes d'écoulement équivalentes du fluide plastique parfait bruité dans un repère bi-logarithmique (K = 100 Pa).

4.4.2.3 Cas du fluide de Bingham.

Les paramètres constitutifs de référence sont μ = 50 Pa.s et K = 100 Pa. Comme dans les cas précédents, la fréquence f = 1 Hz n'a aucune influence sur la construction et la modélisation de la courbe d'écoulement. Comme le montrent les figures 4.15 et 4.16, le caractère linéaire de la courbe d'écoulement au delà d'une vitesse de déformation moyenne de 20 s^{-1} pour f = 10 Hz et de 100 s^{-1} pour f = 100 Hz est conservé et permet d'identifier une valeur de viscosité plastique en accord avec la valeur initiale utilisée (respectivement 50.05 Pa.s et 49.89 Pa.s). Cependant, la présence de bruit dans le signal ne permet pas d'obtenir une valeur de seuil

correcte. Cette dernière est respectivement estimée au double et au quadruple de sa valeur initiale.

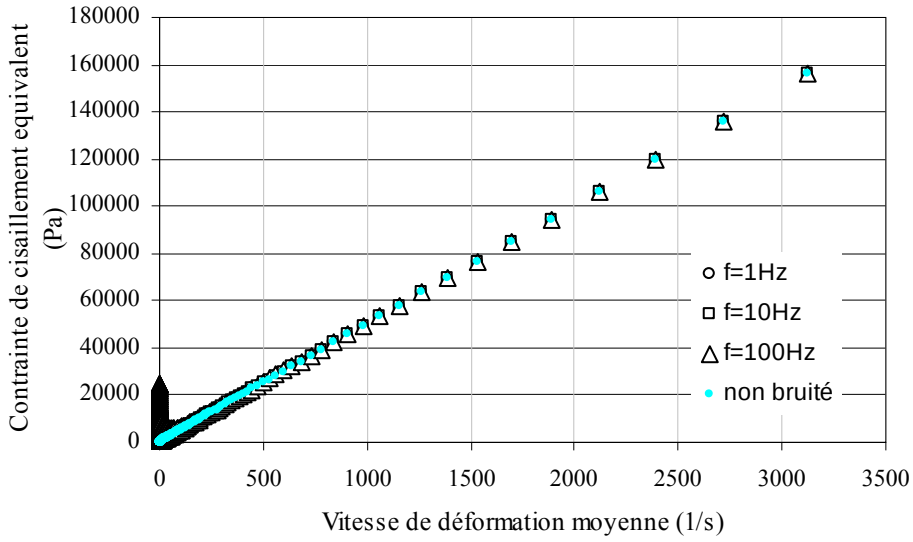


Figure 4.15 : Courbes d'écoulement équivalentes du fluide de Bingham bruité (μ = 50 Pa.s et K = 100 Pa).

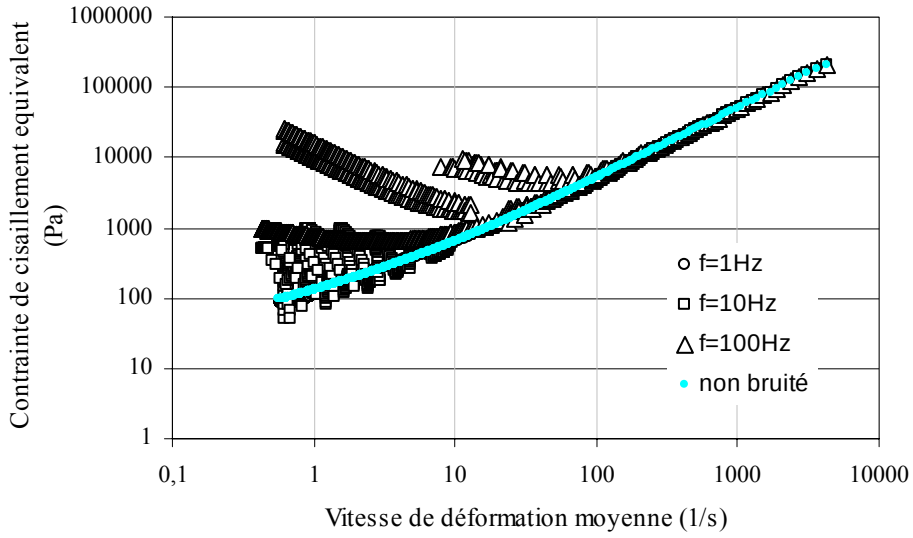


Figure 4.16 : Courbes d'écoulement équivalentes du fluide de Bingham bruité dans un repère bi-logarithmique (μ = 50 Pa.s et K = 100 Pa).

4.4.2.4 Cas du fluide en loi puissance (n=0,5).

Seules les valeurs n = 0,5 et η = 2 Pa.s^n sont ici exploitées, et les résultats décrits ci-après sont présentés sur les figures 4.17 et 4.18. La fréquence f = 1 Hz n'a pas d'influence sur les paramètres constitutifs identifiés. Pour f = 10 Hz, la courbe d'écoulement du fluide en loi puissance ne peut être modélisée qu'au delà de 250 s^{-1}. Cependant, même si la valeur d'index reste correcte (n = 0.45), la valeur de consistance est surestimée (η = 2.92 Pa.s^n). Pour f = 100 Hz, aucune identification n'est possible.

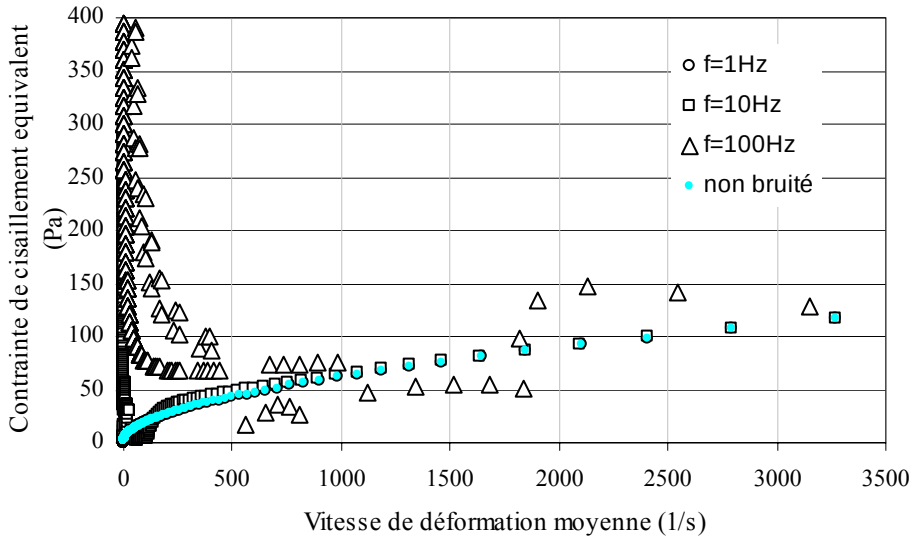


Figure 4.17 : Courbes d'écoulement équivalentes du fluide en loi puissance bruité ($n = 0,5$ et $\eta = 2$ Pa.s^n).

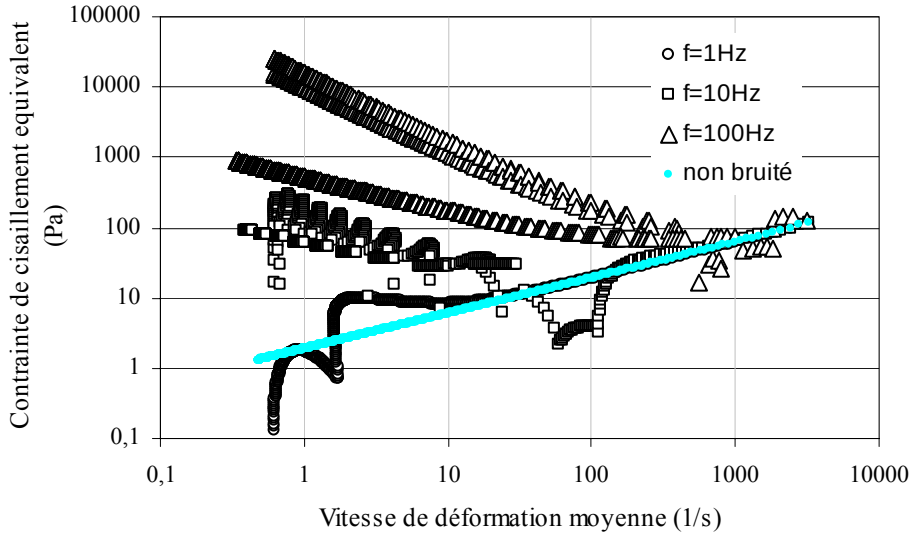


Figure 4.18 : Courbes d'écoulement équivalentes du fluide en loi puissance bruité dans un repère bi-logarithmique ($n = 0,5$ et $\eta = 2$ Pa.s^n).

4.4.2.5 Conclusions.

Cette étude sur l'influence d'un signal parasite dans le signal modèle met en évidence deux conclusions principales.
D'une part, la forme des résultats est fortement dépendante du signal perturbateur.
D'autre part, nous avons remarqué que les perturbations provoquées par la présence du signal représentant le bruit expérimental interviennent pour de faibles vitesses de déformation moyennes, ce qui correspond aux grandes valeurs de h/R, domaine dans lequel est privilégiée la détermination du seuil d'écoulement, les effets visqueux demeurant faibles. Ainsi dans ce domaine, l'identification d'une valeur de seuil correcte et du type de comportement du fluide testé n'est plus envisageable.

Modifier les conditions de calcul ne peut apporter d'amélioration puisque celui-ci s'exécute à partir des données bruitées.
Pour palier ce problème, une solution consiste à augmenter le pas de calcul pour lisser la courbe d'écoulement équivalente et limiter l'influence du signal parasite. La superposition de courbes d'écoulement équivalentes obtenues pour différents pas de calcul constitue alors un moyen de s'affranchir des perturbations et restituer la partie de la courbe d'écoulement contenant l'information pertinente. Ceci contribue cependant à réduire la gamme de vitesse de déformation moyenne sur laquelle peut être modéliser la courbe d'écoulement. L'illustration de la solution que nous venons de décrire est donnée par la figure 4.19. La courbe d'écoulement équivalente du fluide newtonien bruité (μ = 1 Pa.s ; seul le cas f = 10 Hz est traité) sont tracées pour différents pas de calcul (ici, l'écart en nombre de points est pris respectivement égal à 1, 20 et 40). La superposition de ces courbes permet de mettre en évidence l'effet du déplacement du signal parasite tout en réduisant le domaine linéaire de la gamme de vitesse de déformation moyenne dont la modélisation définit ici la valeur de viscosité. Cependant, l'augmentation du pas de calcul contribue à l'obtention de valeurs de vitesses de déformation moyennes plus faibles, ce qui constitue un avantage dans le cas de la détermination de seuils d'écoulement pour les fluides viscoplastiques. De plus, une telle approche est envisageable en multipliant les essais à différentes vitesses pour reconstruire par morceaux une courbe d'écoulement globale.

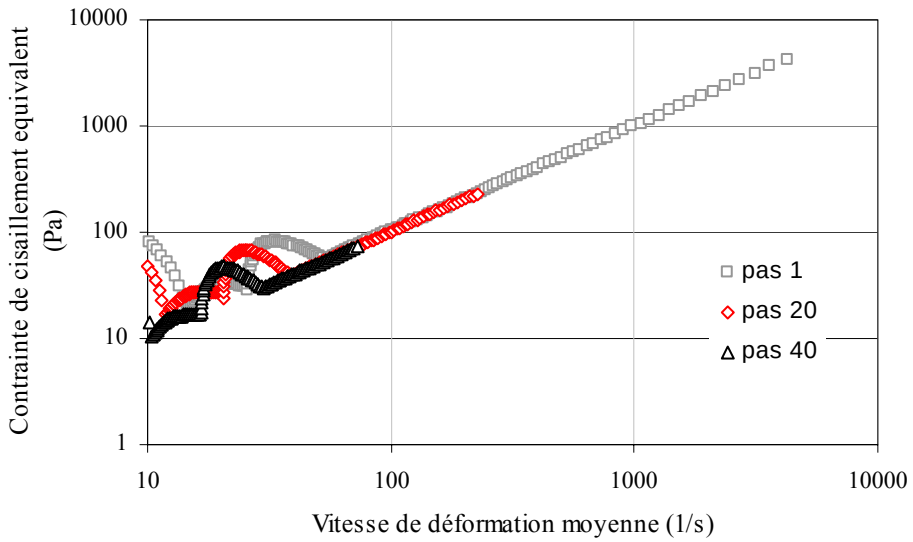


Figure 4.19 : Superposition des courbes d'écoulement équivalentes du fluide visqueux newtonien bruité (μ = 1 Pa.s ; f = 10 Hz) pour différents pas de calcul – mise en évidence de l'effet de déplacement du signal parasite et de la réduction de la gamme de vitesse de déformation moyenne exploitable pour la modélisation.

Face à un signal expérimental bruité, une autre alternative consiste à lisser la courbe selon les méthode traditionnelle de traitement du signal. Une discussion sur ce point est présentée en annexe 2. Le signal lissé peut alors être exploité à l'aide de l'outil de calcul. La courbe d'écoulement équivalente ainsi obtenue sera « en partie » caractéristique du matériau testé, une perte d'information conséquente pouvant résulter du lissage.

4.4.3 Influence du paramètre de frettage.

Lorsque l'on cumule aux courbes simulées F*(h/R) des fluides précédents une composante de frettage $F^* = \alpha K \frac{h}{R}$, avec αK constant, les résultats de l'outil de calcul ne sont pas modifiés. L'identification du comportement du fluide et l'évaluation de ses paramètres restent correctes. La valeur calculée de αK est alors constante et conforme aux attentes. L'étude de l'effet d'un frettage variant an fonction de h/R s'impose.
Pour déterminer l'influence de la contribution de la part émergente du fluide au cours d'un essai et des conséquences sur la construction de la courbe d'écoulement équivalente, un terme de frettage non constant est ajouté à la solution du fluide modèle de Bingham en écoulement adhérent précédemment générée (μ = 50 Pa.s et K = 100 Pa). Un intérêt particulier est porté à l'influence de la forme de ce terme complémentaire sur l'évaluation des paramètres du comportement au moyen de l'algorithme de calcul. Pour ce faire, le paramètre de frettage αK évolue comme une fonction linéaire de h/R, puis de $(h/R)^2$ et de $(h/R)^4$, pondéré par une constante prise arbitrairement égale à -10. Ces trois cas sont désignés respectivement frettage 1, 2 et 3 sur les figures suivantes. L'intégration de cette contribution ne modifie pas profondément l'allure caractéristique du fluide de Bingham dans le repère F*(h/R). Toutefois, les résultats obtenus avec ces courbes après l'application de l'outil de calcul sont radicalement différents.
Ces courbes caractéristiques simulées sont introduites dans l'algorithme de calcul. Plutôt que de comparer les courbes d'écoulement ainsi obtenues, il est plus opportun de suivre l'évolution de αK calculé ainsi que le rapport de la viscosité plastique sur le seuil de plasticité au cours de l'essai. En effet, ces paramètres étant fixés pour modéliser l'écoulement du fluide de Bingham, ce rapport est constant et doit être égale à 1/2 dans le domaine où la convergence de l'algorithme de calcul est assurée. L'évolution de ce rapport pour les différentes contributions de frettage simulées sont données respectivement par les figures 4.20 à 4.22 (courbes avant correction).

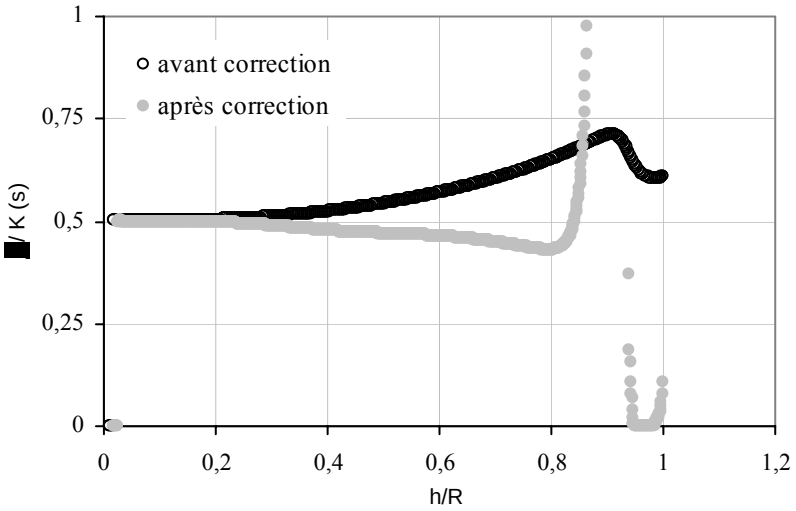


Figure 4.20 : Evolution du rapport de la viscosité plastique sur le seuil de plasticité en fonction de h/R pour le fluide de Bingham avec le frettage 1 – mise en évidence de l'apport de la méthode de correction.

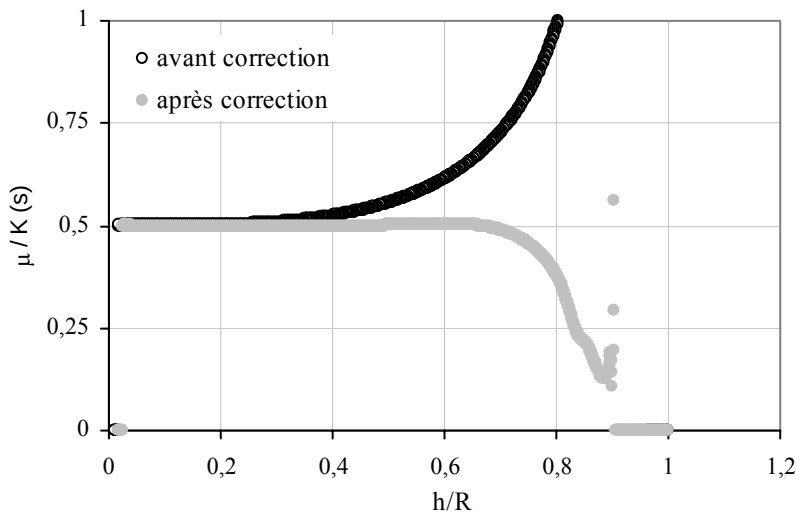


Figure 4.21 : Evolution du rapport de la viscosité plastique sur le seuil de plasticité en fonction de h/R pour le fluide de Bingham avec le frettage 2 – mise en évidence de l'apport de la méthode de correction.

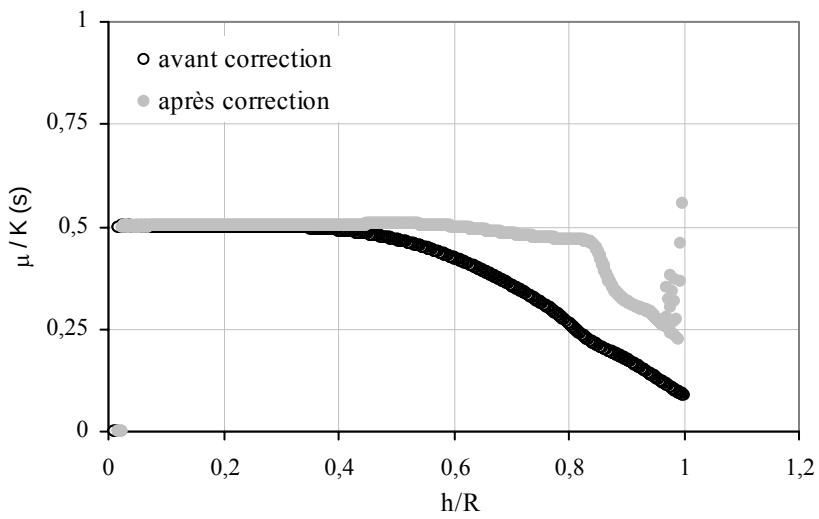


Figure 4.22 : Evolution du rapport de la viscosité plastique sur le seuil de plasticité en fonction de h/R pour le fluide de Bingham avec le frettage 3 – mise en évidence de l'apport de la méthode de correction.

Cette étude met en évidence la part prépondérante de la composante de frettage sur l'identification des paramètres du comportement et sur la convergence de l'algorithme de calcul. A l'image de la figure 4.23, elle montre également que le paramètre le plus affecté est le seuil de plasticité, et qu'il existe une relation caractéristique entre ce paramètre et la composante de frettage. Cette relation linéaire entre les deux paramètres, obtenue ici pour des données de compression simulées, reste valide en présence de données expérimentales, comme nous le verrons dans le dernier chapitre de ce mémoire.

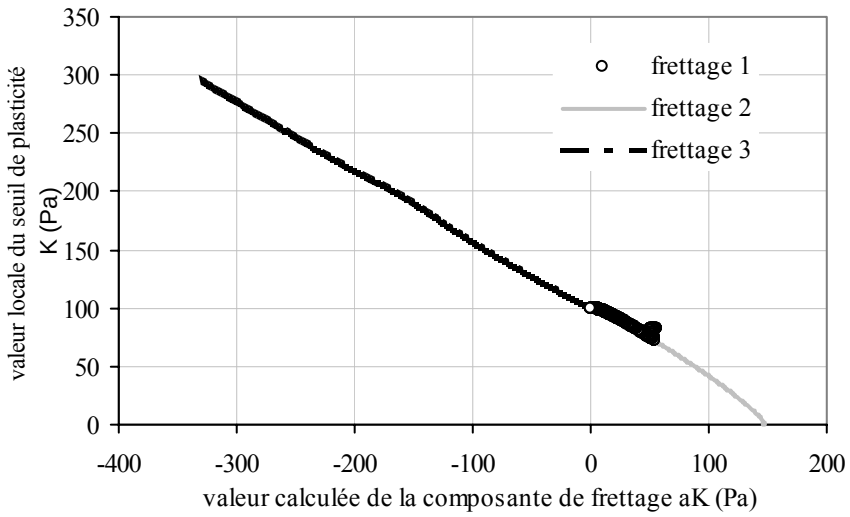


Figure 4.23 : Mise en évidence de la relation linéaire caractéristique entre le seuil de plasticité et le paramètre de frettage en présence de l'écoulement adhérent simulé d'un fluide de Bingham avec frettage.

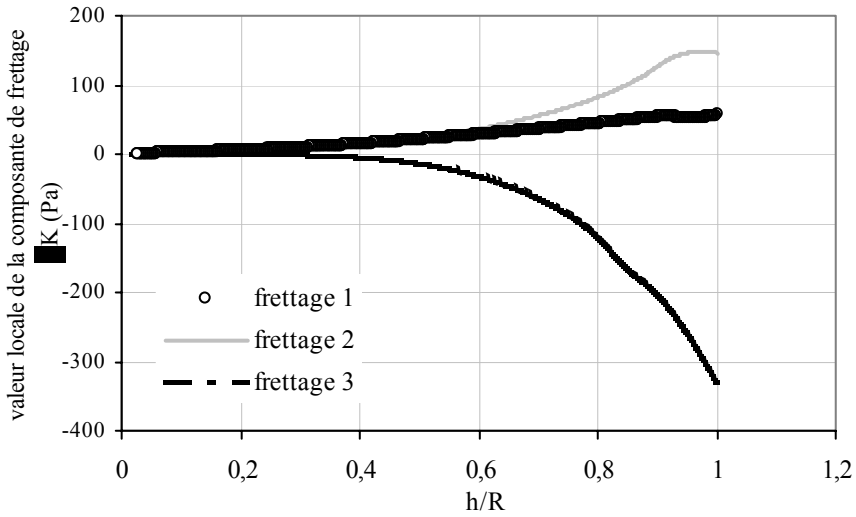


Figure 4.24 : Evolution de la composante de frettage en fonction de la hauteur réduite h/R pour le fluide de Bingham avec frettage en écoulement adhérent simulé.

L'évolution de αK calculé en fonction de h/R est présenté sur la figure 4.24. On constate que la valeur absolue de αK évolue en fonction de h/R avec la même loi d'évolution que la composante de F* associée au frettage et introduite dans les données simulées.
L'influence du frettage apparaît ainsi comme un phénomène d'amplification du signal de données de compression qui pénalise systématiquement l'identification correcte de l'évolution de la viscosité plastique et du seuil de plasticité au cours de l'essai, notamment pour des valeurs de h/R importantes, ce qui est conforme aux remarques décrites au §1.2.4. Il est par conséquent nécessaire d'envisager une méthode de correction de la courbe caractéristique F*(h/R). L'étude des différents cas envisagés de modélisation du frettage, en s'attachant à suivre l'évolution de αK pour chaque triplet de points, permet de proposer la relation (4.21).

$$F^*_c = F^*_i - \frac{\alpha K}{|\alpha K_e|}\rho \tag{4.21}$$

où F^*_c désigne la valeur corrigée de l'effort réduit F^*, F^*_i est la valeur initiale de l'effort réduit F*, αK est la valeur locale du frettage, αK_e son extremum sur le triplet de point exploité et ρ est un coefficient correctif. La recherche de la valeur à retenir pour le coefficient correctif ρ correspond à l'obtention d'une valeur du paramètre de frettage αK calculée nulle ou négligeable à la fin du calcul itératif effectué sur les valeurs corrigées F^*_c.
Cette méthode de correction est appliquée au cas des données simulées du fluide modèle de Bingham avec frettage. Elle permet de retrouver les valeurs caractéristiques F*(h/R) des données simulées sans la contribution du frettage. L'introduction de ces nouvelles valeurs de F*(h/R) dans l'outil de calcul permet d'optimiser l'évaluation des paramètres du comportement. De tels résultats après correction sont donnés par les figures 4.20 à 4.22. Ces figures permettent aussi de comparer l'évolution du rapport de la viscosité plastique sur le seuil de plasticité au cours de l'essai avant et après l'application de la méthode de correction. On constate que cette première correction étend considérablement le domaine sur lequel l'algorithme de calcul aboutit à une identification acceptable des valeurs des paramètres du comportement.

Dans ces exemples, la valeur du coefficient correctif est constante du fait de la forme choisie du paramètre αK pour simuler l'effet de frettage. Dans la pratique, il fort probable d'obtenir une valeur fluctuante du coefficient correctif au cours de l'essai, et son évaluation devra être renouvelée pour chaque triplet de points de la courbe F*(h/R). Le tableur commercial utilisé pour développer l'algorithme de calcul présente sur ce point des limitations. Dans l'état actuel, la méthode de correction est mise en œuvre « manuellement » sur chaque triplet de points de façon à évaluer chaque valeur du coefficient correctif. Cette étape, longue et fastidieuse, est cependant incontournable. Dans l'objectif d'une identification systématique des propriétés rhéologiques de fluides viscoplastiques au moyen de l'écoulement de compression, l'exploitation d'un code de calcul plus performant sera nécessaire pour automatiser cette correction pas à pas.

4.5 Conclusions du chapitre.

Nous avons développé dans ce chapitre, à partir d'une solution approchée de l'écoulement de compression adhérent d'un fluide de Bingham, un algorithme de calcul permettant de construire la courbe d'écoulement équivalente d'un fluide viscoplastique pour des conditions d'adhérence aux plateaux. Un tel outil, mis en œuvre dans une feuille de calcul, permet d'évaluer les valeurs locales des paramètres du modèle de Bingham à chaque instant de l'essai ainsi qu'une vitesse de déformation moyenne.
L'algorithme de calcul a été testé et validé dans le cas de données de compression simulées de fluides modèles. Les résultats sont satisfaisants et indiquent des évaluations précises des paramètres du comportement de chacun des fluides à quelques pour cents.
L'analyse de l'effet du bruit sur le signal expérimental montre que l'interprétation des courbes d'écoulement équivalentes peut être passablement altérée. Pour limiter ces problèmes, différentes dispositions seront prises : le traitement des données sera réalisé avec différents pas de calcul et les essais seront répétés à différentes vitesses de compression. Les résultats expérimentaux obtenus dans de telles dispositions seront présentés au chapitre 7.

Dans une dernière partie, l'influence du frettage sur l'évaluation des paramètres d'un fluide de Bingham en écoulement adhérent simulé a été examinée. Cette étude a permis de montrer l'influence de l'introduction de ce phénomène sur l'évaluation correcte des paramètres du comportement. Une méthode simple de correction des données a été proposée et validée sur le fluide modèle testé.

Dans certains cas, notamment pour des faibles valeurs de la vitesse de déformation moyenne (ce qui correspond à des valeurs importantes de h/R), l'outil de calcul présente des défauts de convergence. Dans de tels cas, les valeurs des paramètres calculés μ, K, et αK changent à chaque répétition du calcul, tout en affichant un cycle de répétition de ces valeurs. Une analyse mathématique plus étendue de ces cas de non convergence ou d'oscillation s'impose pour aboutir à un outil de calcul fiabilisé. Une illustration de résultats ne faisant pas l'objet d'une convergence est donnée sur les figures 4.20 à 4.22 pour des valeurs de h/R comprises entre 0,9 et 1.

L'outil d'analyse construit dans ce chapitre, bien que non encore optimisé, permet malgré tout d'envisager l'identification des propriétés rhéologiques de fluides à seuil en écoulement de compression adhérent. L'application de cet outil à des données expérimentales sera abordée au dernier chapitre de ce mémoire.

La condition d'adhérence aux plateaux n'est cependant pas toujours respectée, soit par la nature même des fluides testés, soit par la nature de la surface des plateaux. Il convient donc, avant d'entreprendre la caractérisation de différents matériaux, de développer un outil de calcul, construit sur le même principe, permettant d'intégrer les problèmes de glissement avec frottement aux plateaux. Ceci fait l'objet du chapitre suivant.

Chapitre 5 – Ecoulement de compression de fluides viscoplastiques glissants avec frottement.

5.1 Introduction.

Le problème majeur en rhéométrie est le phénomène de glissement avec un éventuel frottement aux parois que peut engendrer la mise en écoulement d'un matériau. Ce phénomène, souvent rencontré en rhéométrie de cisaillement, peut conduire à des erreurs importantes dans l'identification des propriétés rhéologiques. C'est le cas notamment avec les suspensions concentrées (Nguyen et Boger, 1983), les émulsions (Barnes, 1995) ou les gels (Walls et al., 2003).

Il existe cependant dans certains cas des méthodes pour identifier la loi de glissement à la surface des outils d'un rhéomètre. Le glissement, qui s'apparente à un effet de surface, a une incidence directe sur la forme des courbes d'écoulement qui diffère selon la géométrie utilisée. Le glissement peut alors être détecté et identifié en comparant les résultats obtenus avec différentes géométries. Mooney (1931) propose par exemple pour un rhéomètre capillaire une méthode d'identification de la loi de glissement en utilisant un minimum de trois géométries de mesure correspondant à différents diamètres. Cette technique de correction a été simplifiée par Yoshimura et Prudhomme (1988) pour deux géométries et étendue à d'autres rhéomètres.

Comme nous l'avons mentionné dans l'introduction de ce mémoire, l'écoulement de compression constitue une méthode alternative à la caractérisation de fluides complexes. Il permet d'engendrer un écoulement adhérent en utilisant des plateaux de rugosité contrôlée. Celle-ci doit être faible devant le rayon des plateaux et grande devant la taille des particules. Sa forme est également importante de façon à éviter un écoulement dans une direction privilégiée et respecter la symétrie de l'essai. L'étude de cette configuration d'écoulement a été abordée aux chapitres précédents dans lesquels nous avons proposé une méthode d'identification des propriétés rhéologiques.

Un écoulement parfaitement glissant peut par ailleurs être obtenu par l'interposition d'un film lubrifiant à la surface des plateaux rectifiés ou lisses. Les solutions théoriques de ce type d'écoulement ont été rappelées au chapitre 3. L'analyse est facilitée lorsque le film lubrifiant et le fluide en écoulement présente le même type de comportement. Lee et al. (1981) proposent une modélisation de ce type d'écoulement en présence d'un comportement visqueux newtonien. Papanastasiou et al. (1986) ont développé une solution numérique en considérant dans les deux couches un champ de vitesse vérifiant la solution de Stefan (1874). Ces travaux ont été étendus et généralisés par Burbidge et Servais (2003). Les auteurs mettent en évidence l'existence de différents régimes de lubrification qui dépendent du rapport des viscosités des deux fluides, de l'épaisseur du film lubrifiant et de l'effort appliqué. Dans ce type d'essai, se pose néanmoins le problème du contrôle, de l'ajustement et de la rémanence du film lubrifiant en fonction de l'évolution du système.

Quand les conditions limites aux plateaux ne sont pas connues ou mal maîtrisées, du fait du glissement apparent des matériaux, il devient nécessaire d'identifier leur loi de comportement à l'interface. Ce phénomène de glissement dépend de l'interaction fluide/paroi et de la taille des particules devant la rugosité de surface des plateaux. La mise en écoulement peut ainsi provoquer une évolution locale de la structure interne du fluide près des plateaux. Cette déstructuration interne entraîne l'apparition d'un film mince qui agit comme un film lubrifiant.

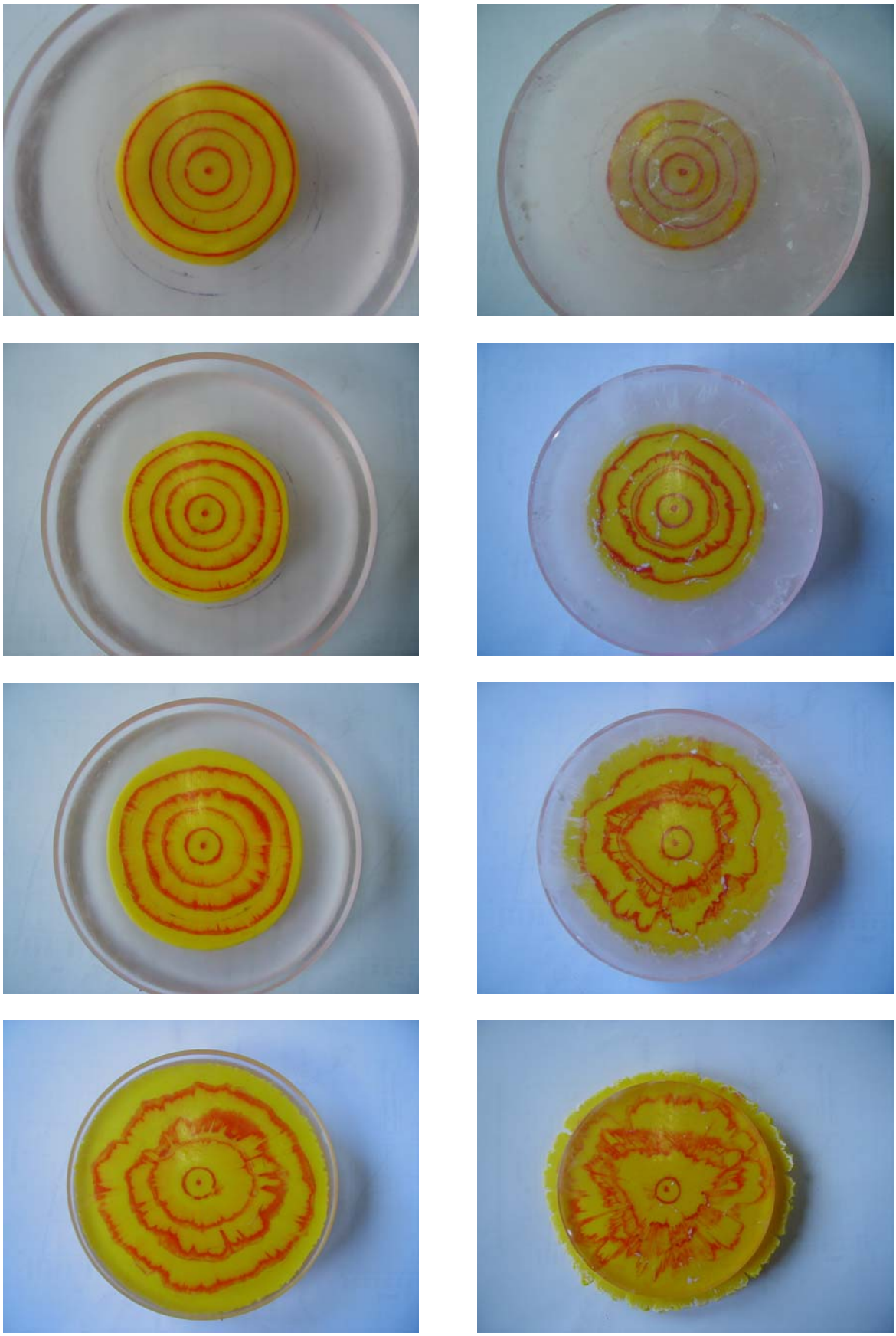
Le but de ce chapitre est de proposer et développer un outil de calcul similaire à celui établit pour traiter des écoulements adhérents de fluides viscoplastiques qui permet d'intégrer le problème du glissement avec frottement aux plateaux. Pour cela, nous allons développer analytiquement la solution de l'écoulement d'un fluide viscoplastique glissant avec frottement en imposant le type de la loi de comportement et la forme de la loi de frottement. Cette analyse s'appuie une fois de plus sur la génération d'un champ de vitesse cinématiquement admissible d'un fluide de Bingham partiellement glissant et la détermination de l'effort de compression associé. Comme au chapitre précédent, un algorithme de calcul sera mis en œuvre afin de pouvoir identifier, d'une part les propriétés rhéologiques du fluide via le tracé d'une courbe d'écoulement, et exprimer d'autre part la loi de frottement du fluide testé en fonction d'une vitesse de glissement moyenne. Un tel outil sera finalement validé.

5.2 Visualisation d'écoulements et identification d'une zone de glissement.

Pour étudier le problème du glissement avec frottement aux plateaux, Il convient de savoir dans quelle zone le glissement peut ou ne peut pas se produire (Fortin et al., 1991). A partir d'essais de visualisation, nous allons mettre en évidence l'existence d'une typologie spécifique d'écoulement glissant. A la surface des plateaux, l'écoulement présente deux régimes distincts : dans la partie centrale, l'écoulement est adhérent et dans la partie adjacente en périphérie, l'écoulement est glissant.

5.2.1 Essais de visualisation.

Le fluide utilisé pour ces essais de visualisation est de la plasticine. Ce fluide est essentiellement plastique, les effets d'élasticité pouvant être négligés au delà d'une amplitude de compression supérieure à 5% de la hauteur de l'échantillon (Adams et al., 1997a). L'écoulement associé à la compression d'un tel fluide est essentiellement élongationnel. Pour permettre de visualiser l'écoulement à la surface des plateaux, ceux-ci sont en Plexiglass (rayon 60 mm). Des lignes circulaires obtenues par le dépôt de pigments colorés sont tracées sur des échantillons cylindriques de plasticine. Ces échantillons, dont le rayon initial et la hauteur initiale sont respectivement de 25 mm et 17 mm, sont ensuite comprimés à différentes vitesses. Des photos de la surface des échantillons sont réalisées à différentes hauteurs de compression (à la hauteur initiale, puis à 75, 50 et 25 % de cette hauteur). La nature de la surface des plateaux est également modifiée par l'application d'une fine couche de poudre sèche de Kaolin. Ceci permet de changer les conditions de contact à la surface des plateaux et d'étudier l'influence d'un tel changement sur le type d'écoulement à l'interface.
Un résultat typique d'essai de visualisation est présenté sur la figure 5.1. La figure 5.1(a) montre le cas d'essais sans modification de la surface des plateaux. Les cercles concentriques croissent durant la compression de façon quasi homothétique. Ce résultat est en accord avec le champ de vitesses élongationnel. Ceci traduit un comportement glissant à la paroi. On note cependant que le cercle central ne subit pas une telle expansion, montrant ainsi que la zone centrale de l'échantillon conserve, pour des pressions importantes, des conditions d'adhérence aux plateaux. En fin d'essai, les niveaux de pression sont élevés, les cercles concentriques se déforment, par distorsion et étalement. Cet essai met ainsi en évidence une zone centrale adhérente, et la présence au-delà d'une frontière stricte, d'une zone glissante.



(a) (b)

Figure 5.1 : Visualisation de l'écoulement à la surface d'échantillons de plasticine, (a) écoulement glissant, (b) écoulement adhérent.

La frontière entre les deux zones d'écoulement identifiées varie, dans le cas étudié, en fonction de la hauteur de compression. La zone adhérente semble croître lorsque la hauteur de l'échantillon diminue.

La figure 5.1(b) montre les résultats d'essais pour lesquels l'état de surface des plateaux est modifiée par la présence d'une pellicule de poudre de kaolin pour favoriser des conditions d'adhérence. L'évolution des cercles concentriques au cours de la compression confirme la nature du contact entre la plasticine et les plateaux. En effet, les cercles se déforment rapidement au cours de la compression, et la distorsion est telle en fin d'essai que les différents cercles ne sont plus identifiables.

On peut remarquer que les directions de distorsion des cercles sont vraisemblablement liées aux points de division en périphérie de l'échantillon. Le cisaillement se produit dans une épaisseur d'échantillon très faible au voisinage des plateaux. Dans la partie centrale de l'échantillon, l'écoulement reste élongationnel.

5.2.2 Modèle d'écoulement partiellement glissant.

A partir des résultats des essais précédents, il est possible de proposer un modèle d'écoulement, comme décrit par la figure 5.2. La décomposition de l'écoulement est la suivante : la partie centrale de l'échantillon est adhérente à la paroi. A la périphérie de cette zone le fluide est en écoulement glissant avec frottement. Ces deux zones sont délimitées par une frontière singulière, définie comme un rayon de glissement R_g. Ce point de transition entre une condition d'adhérence et une condition de glissement avec frottement est similaire à celui décrit dans les travaux numériques de Fortin et al. (1991) ou Jay et al. (1998) dans le cas d'écoulement dans des tubes. Cependant, dans notre cas, la position du point de transition évolue et se déplace au cours de l'essai.

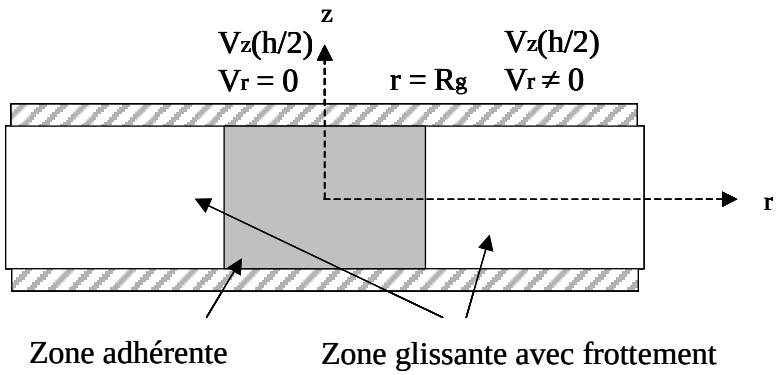


Figure 5.2 : Modèle d'écoulement partiellement glissant avec frottement aux plateaux.

Ces considérations conduisent à modifier l'expression du taux de dissipation d'énergie, qui doit à présent intégrer la dissipation liée au frottement, et dont la relation devient (Huilgol, 1998) :

$$D_e = \int_V \sigma_{ij}^{(d)}.D_{ij}.dv - \int_S \tau_p.V_{rp}ds \tag{5.1}$$

Où τ_p désigne la contrainte de cisaillement au plateau dans la zone glissante et V_{rp} la vitesse de glissement dans cette même zone.

Le champ des vitesses cinématiquement admissible généré par un tel écoulement doit vérifier l'équation de conservation de la masse, en l'absence des forces d'inertie et en négligeant les forces volumiques, ainsi que les conditions aux limites suivantes :

- La continuité de la vitesse axiale imposée aux plateaux.
- La condition de continuité des vitesses axiales et radiales, ainsi que leurs dérivées, entre les deux zones, soit en $r = R_g$.
- les conditions sur les contraintes et sur la vitesse de glissement, si la loi de frottement en dépend, imposées par la relation de frottement dans la zone en glissement.

5.2.3 Incidence du frottement et unicité de la surface caratéristique.

Il est intéressant, dans un premier temps, d'analyser l'incidence du frottement sur l'allure des taux de déformations des points situés à la paroi pour lesquels la condition limite en contrainte doit être respectée.
Considérons une forme générale de la loi de frottement liant les contraintes à la paroi et éventuellement la vitesse de glissement selon la relation suivante :

$$\tau_p = \phi(\sigma_{zp}, V_{rp}) \tag{5.2}$$

où ϕ désigne une fonction dérivable.

Dans le cadre de cette étude, les valeurs de la contrainte de cisaillement à la paroi sont considérées au moins égales au seuil de plasticité de la loi de comportement du fluide testé. En conséquence, le cas de fluides plastiques parfaits en écoulement glissant avec un frottement de type seuil, tel que le seuil de friction soit inférieur au seuil de plasticité, ne pourra être étudié avec le modèle d'écoulement proposé. Il peut cependant être rappelé que la solution d'un tel écoulement est connue et largement utilisée par Roussel et Lanos (2003b). Elle fait partie des solutions décrites au chapitre 3.

En coordonnées cylindriques, le tenseur des taux de déformations s'écrit (du fait de la géométrie de l'écoulement) :

$$D_{ij} = \begin{bmatrix} \frac{\partial V_r}{\partial r} & 0 & \frac{1}{2}\left(\frac{\partial V_z}{\partial r} + \frac{\partial V_r}{\partial z}\right) \\ 0 & \frac{V_r}{r} & 0 \\ \frac{1}{2}\left(\frac{\partial V_z}{\partial r} + \frac{\partial V_r}{\partial z}\right) & 0 & \frac{\partial V_z}{\partial z} \end{bmatrix} \tag{5.3}$$

L'équation de conservation de la masse et les conditions aux limites dans la zone glissante permettent d'écrire :

$$\left(\frac{\partial V_r}{\partial r}\right)_p + \frac{V_{r\,p}}{r} + \left(\frac{\partial V_z}{\partial z}\right)_p = 0 \tag{5.4}$$

$$\left(\frac{\partial V_z}{\partial r}\right)_p = 0 \tag{5.5}$$

L'indice p indiquant que l'expression est écrite au plateau pour z = h/2.

Finalement en remarquant que,

$$\left(\frac{\partial \psi(r;z)}{\partial r}\right)_p = \frac{\partial \psi(r;z)_p}{\partial r} \tag{5.6}$$

où ψ est une fonction quelconque, et avec le changement de variable suivant :

$$V_{r\,p} = Y(r) \tag{5.7}$$

$$\left(\frac{\partial V_z}{\partial r}\right)_p = 2X(r) \tag{5.8}$$

Alors le tenseur des taux de déformation au plateau s'écrit :

$$[D]_p = \begin{bmatrix} Y'(r) & 0 & X(r) \\ 0 & \frac{Y(r)}{r} & 0 \\ X(r) & 0 & -\left(\frac{Y(r)}{r} + Y'(r)\right) \end{bmatrix} \tag{5.9}$$

Dans le cas de l'existence d'une loi de frottement, l'apparition d'un glissement aux plateaux entraîne l'existence de termes diagonaux non nul du déviateur des contraintes. Ainsi, le phénomène de frottement à la paroi modifie l'écoulement interne du fluide en induisant une composante élongationnelle couplée à une composante de cisaillement.

La signification des données d'écoulement de compression en présence d'une telle loi doit être discutée afin de montrer l'unicité de la surface caractéristique. Dans le cas d'un écoulement parfaitement adhérent, il a été montré que les paramètres enregistrés au cours de l'essai sont caractéristiques du comportement du fluide.
Dans le cas d'un écoulement glissant avec frottement, il existe un risque de confusion entre les données de deux fluides de comportement différent, ayant des lois de frottement identiques ou différentes, par exemple. Le cas de données issues d'un même fluide avec deux lois de frottement différentes doit également être abordé avec précaution. En effet, il n'est pas assuré que deux écoulements aux conditions limites différentes ne présentent pas d'équivalence vis à vis de leur dissipation d'énergie. L'égalité des dissipations d'énergie, pour toute géométrie de l'essai, n'est à priori possible que si l'on impose une relation entre les conditions limites. Cette éventualité implique cependant que la loi de frottement dépend de la géométrie d'essai. Une telle indétermination ne pourra être levée qu'en multipliant les essais pour différents rayons de plateaux et différentes vitesses de compression.
Ainsi, dans le cadre de cette étude, nous considèrerons que les données d'essai de compression restent caractéristiques de la loi de comportement et de la loi de frottement.

5.3 Choix d'une loi de frottement.

Afin de développer une solution analytique de l'écoulement partiellement glissant avec frottement d'un fluide viscoplastique comme nous l'envisageons, l'étape suivante consiste à imposer la forme de la loi de frottement dans la zone glissante. Une étude de certains travaux liés à l'écoulement de compression va nous permettre de présenter les types de lois de comportement à l'interface généralement exploitées. Dans un deuxième temps, nous justifierons le choix de la loi de frottement retenue dans cette étude.
Les travaux relatifs à l'écoulement de compression pour des conditions de glissement partiel ou de frottement aux plateaux sont moins nombreux que ceux traitant des conditions d'adhérence ou de glissement parfait. Laun et al. (1999) ont modélisé le glissement de fluides visqueux newtoniens en évaluant la vitesse radiale de glissement en périphérie des plateaux. Ces travaux proposent en particuliers une méthode de séparation entre le cisaillement dans l'échantillon et la vitesse de glissement à partir d'un seul essai. La vitesse de glissement est obtenue à partir d'une relation linéaire suivant la coordonnée radiale avec la contrainte locale de cisaillement. Dans les travaux de Sherwood et Durban (1996) ou Adams et al. (1997b), les auteurs exploitent une condition de Tresca (voir l'équation (5.10)). Cette condition traduit une relation proportionnelle, suivant un coefficient de friction m, entre la contrainte de cisaillement à la paroi et le seuil d'écoulement. Les cas limites adhérent et parfaitement glissant sont obtenus respectivement pour une valeur nulle de ce coefficient de friction et pour une valeur égale à 1.

$$\tau_p = mK \tag{5.10}$$

avec τ_p la contrainte de cisaillement à la paroi.

D'autre part, les résultats de Yilmazer et Kalyon (1989) tendent à prouver quant à eux que la contrainte de cisaillement est une fonction de la vitesse de glissement. Par conséquent, une forme plus générale est proposée (Yilmazer et Kalyon, 1989 ; Adams et al., 1998) et qui s'écrit de façon analogue à la relation constitutive décrivant un fluide d'Herschel-Bulkley :

$$\tau_p = \tau_{0p} + \eta V_p^{\ n} \tag{5.11}$$

Où τ_{0p} désigne le seuil d'écoulement à la paroi, V_p représente la vitesse de glissement, η et n sont des constantes liées au matériau.

A partir de l'équation (5.11), il est possible de retrouver la condition de Navier en imposant $\tau_{0p} = 0$. Ce type de conditions a été considérée, par exemple, par Zhang et al. (1995) et Lawal et Kalyon (1998, 2000) pour modéliser l'écoulement de compression de fluides viscoplastiques pour des conditions de glissement aux plateaux. Les résultats mettent ainsi en évidence l'influence du paramètre η sur la forme du champ des vitesses et de la typologie de l'écoulement.

Pour notre part, nous allons introduire une loi de frottement se traduisant par une contrainte de cisaillement constante à l'interface dans la zone glissante et égale à un seuil de frottement K_p. Le choix d'une forme de loi de frottement plus simple que celles décrites précédemment s'explique par la complexité que constitue la détermination simultanée des paramètres du comportement et de la loi de frottement. En effet, l'estimation conjointe des propriétés rhéologiques et des conditions de glissement est généralement envisagée par la combinaison des données expérimentales de différents rhéomètres (Tang et Kalyon, 2004). De plus, envisager un frottement constant le long de la surface de contact est également une hypothèse souvent utilisée dans les problèmes d'extrusion de mélanges diphasiques en condition d'écoulement non drainée, c'est à dire en conservant localement l'homogénéité du mélange.

$$\tau_p = K_p \tag{5.12}$$

Le type de loi de frottement que nous allons exploiter dans la suite de cette étude ne fait pas intervenir directement la vitesse de glissement aux plateaux dans la zone glissante. Cependant, le comportement rhéologique de Bingham exploité dans cette étude impose la forme du champ de vitesse radial, comme nous allons le présenter dans la partie suivante de ce chapitre. Par conséquent, la vitesse de glissement pourra finalement être déterminée en utilisant les conditions de continuité.

5.4 Solution de l'écoulement de compression partiellement glissant avec frottement d'un fluide de Bingham.

5.4.1 Principe et hypothèses de construction.

Le propos de cette partie est de définir les hypothèses permettant de construire la solution de l'écoulement d'un fluide de Bingham présentant des conditions de glissement aux parois au-delà d'un certain rayon de glissement. Comme dans le cas d'un écoulement adhérent, le volume de fluide placé entre les plateaux est décomposé selon le modèle bi-zone à frontière plane décrit au chapitre 3. Ce modèle est couplé à celui proposé au 5.2.2 décrivant un écoulement partiellement glissant avec frottement. Finalement, le modèle complet est décrit par la figure 5.3.

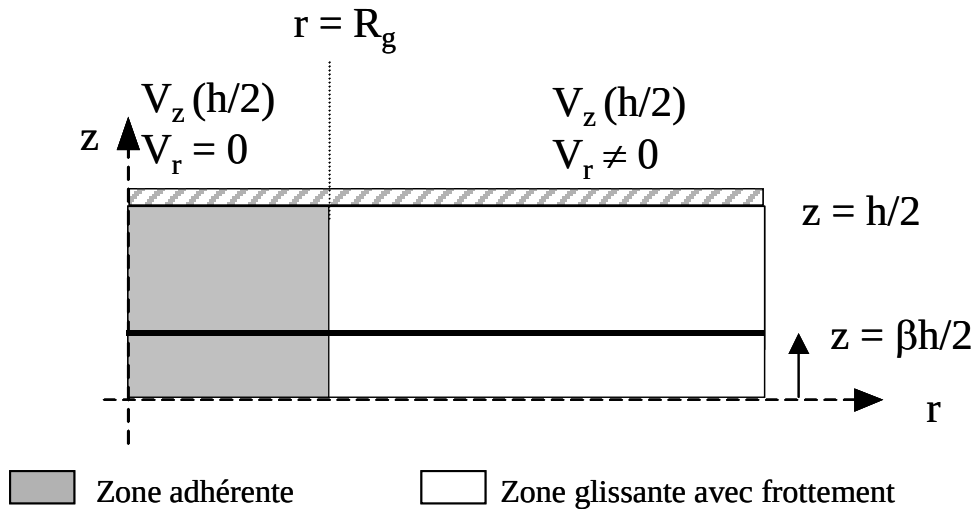


Figure 5.3 : Modèle d'écoulement d'un fluide de Bingham en écoulement partiellement glissant avec frottement (par symétrie, seul le quart supérieur droit de l'échantillon est représenté).

De façon identique au cas du fluide de Bingham en écoulement adhérent, le modèle proposé présente plusieurs zones. Dans la partie de l'échantillon comprise entre $\frac{h}{2} \geq z > \frac{\beta h}{2}$, le seuil plastique selon le critère de Von Mises est atteint et dépassé partout. Dans la zone centrale de l'échantillon, pour $0 \leq z \leq \frac{\beta h}{2}$ le seuil plastique est simplement atteint et l'écoulement est de type élongationnel.

Comme nous l'avons décrit au chapitre 3, les travaux relatifs à l'écoulement de compression adhérent d'un fluide de Bingham sont basés sur une expression parabolique du champ des vitesses radiales dans la zone $\frac{h}{2} \geq z > \frac{\beta h}{2}$ liée à la contribution visqueuse de la part de fluide cisaillé. Si bien que, pour des raisons identiques et par continuité entre la zone en écoulement adhérent et la zone en écoulement glissant avec frottement, la forme retenue du champ des vitesses radiales dans la zone glissante cisaillée est la suivante :

$$V_r(r,z) = az^2 + bz + c(r) \text{ pour } \frac{h}{2} \geq z > \frac{\beta h}{2} \tag{5.13}$$

Par continuité, la forme du champ de vitesses radiales dans la zone glissante élongationnelle s'écrit :

$$V_r(r,z) = a\frac{\beta^2 h^2}{4} + b\frac{\beta h}{2} + c(r) \text{ pour } 0 \le z \le \frac{\beta h}{2} \tag{5.14}$$

où *a, b* et *c(r)* sont des fonctions à déterminer qui dépendent de la géométrie d'essai et du rayon de glissement.

L'objectif est à présent de rendre cinématiquement admissible ce champ de vitesses vis à vis des conditions de continuité entre les zones adhérente et glissante, des conditions limites du problème et des conditions de glissement imposées par la forme de la loi de frottement retenue. Comme nous l'avons également évoqué précédemment, nous considérons dans la zone d'écoulement avec glissement, une loi de frottement se traduisant par une contrainte de friction constante au plateau en $z = \frac{h}{2}$ et égale à un seuil de frottement K_p. La contrainte de friction est alors égale à la contrainte de cisaillement, et la loi de frottement s'exprime :

$$\tau_p = \sigma_{rz}^{(d)} = 2\eta(I_2).D_{rz} = K_p \tag{5.15}$$

avec $2\eta(I_2) = 2\mu + \frac{K}{\sqrt{I_2}}$

μ étant la viscosité plastique et K le seuil de plasticité. Soit finalement,

$$\tau_p = \left(2\mu + \frac{K}{\sqrt{I_2}}\right)\frac{1}{2}\left(\frac{\partial V_r}{\partial z} + \frac{\partial V_z}{\partial r}\right) = cte = K_p \tag{5.16}$$

Il est évident que le champ de vitesses recherché n'est licite que si $K_p > K$. Dans le cas contraire, l'écoulement est totalement élongationnel et la solution correspond à la solution de l'écoulement glissant d'un fluide plastique parfait (Lanos, 1993) cumulée à celle d'un fluide visqueux newtonien.

5.4.2 Rappel du champ de vitesses et du gradient de pression dans la zone adhérente.

Les résultats, décrits au chapitre 3, relatifs à l'écoulement de compression adhérent d'un fluide de Bingham sont utilisés dans la suite de l'étude, et sont rappelés dans cette partie. Le champ de vitesses se réduit aux expressions suivantes dans le cas du découpage des zones d'écoulement selon le modèle bi-zone à frontière plane :

$0 \le z \le \frac{\beta h}{2}$

$$V_r(r,z) = \frac{3\dot{h}r}{2h(\beta+2)} \tag{5.17}$$

$$V_z(r,z) = -\frac{3\dot{h}z}{h(\beta+2)} \tag{5.18}$$

$\frac{h}{2} \geq z > \frac{\beta h}{2}$

$$V_r(r,z) = -\frac{3\dot{h}r\left(4z^2 - 4\beta hz + h^2(2\beta-1)\right)}{2h^3\left(\beta^3 - 2\beta + 2\right)} \tag{5.19}$$

$$V_z(r,z) = \frac{\dot{h}\left(8z^3 - 12\beta hz^2 + 6h^2z(2\beta-1) - \beta^3h^3\right)}{2h^3\left(\beta^3 - 2\beta + 2\right)} \tag{5.20}$$

L'analyse développée au paragraphe 3.4.5 montre que la valeur de β est celle obtenue par la minimisation de la fonctionnelle associée à l'écoulement d'un fluide de Bingham adhérent. Elle permet d'obtenir le champ de vitesses cinématiquement admissible (avec β indépendant de r) le plus proche de la solution réelle. Ainsi l'expression de β correspondante est celle donnée par la relation (3.58). Cependant, le terme R est remplacé par R_g dans l'expression du nombre de Bingham g pour respecter la typologie de l'écoulement.

La première équation d'équilibre (5.21) couplée à la loi de comportement d'un fluide de Bingham (5.22) permet finalement d'exprimer le gradient de pression en z = h/2 dans la zone adhérente :

$$\frac{\partial p}{\partial r} = \frac{1}{r}\frac{\partial\left(r.\sigma_r^{(d)}\right)}{\partial r} - \frac{\sigma_\theta^{(d)}}{r} + \frac{\partial \tau_{rz}}{\partial z} \tag{5.21}$$

$$\sigma_{ij} = \left(2\mu + \frac{K}{\sqrt{I_2}}\right)D_{ij} \tag{5.22}$$

$$\frac{\partial p_a}{\partial r} = -\frac{12\mu\dot{h}r}{h^3(1-\beta)^2(2+\beta)} \tag{5.23}$$

où p_a (Pa) désigne la pression dans la zone adhérente.

5.4.3 Calcul du champ de vitesses cinématiquement admissible dans la zone glissante.

5.4.3.1 Etude de la zone glissante cisaillée.

L'écriture de la composante radiale du champ des vitesses dans cette zone, pour $\frac{h}{2} \geq z > \frac{\beta h}{2}$, est la suivante :

$$V_r(r,z) = az^2 + bz + c(r) \tag{5.24}$$

L'expression de la conservation de la masse nous permet de déterminer la composante axiale du champ des vitesses :

$$\frac{\partial V_z}{\partial z} = -\frac{\partial V_r}{\partial r} - \frac{V_r}{r} \tag{5.25}$$

Et ainsi, après intégration :

$$V_z(r,z) = -c'(r)z - \left(\frac{a\frac{z^3}{3} + b\frac{z^2}{2} + c(r)z}{r} \right) + fonction(r) \tag{5.26}$$

En considérant que dans cette zone, les particules du fluides en contact avec les particules composant la paroi ne sont animées d'aucune vitesse relative suivant l'axe vertical z,

$$V_z\left(r, z = \frac{h}{2}\right) = -\frac{\dot{h}}{2}$$

Ceci permet alors d'exprimer *fonction(r)*,

$$fonction(r) = -\frac{\dot{h}}{2} + c'(r)\frac{h}{2} + \left(\frac{a\frac{h^3}{24} + b\frac{h^2}{8} + c(r)\frac{h}{2}}{r} \right) \tag{5.27}$$

et par conséquent,

$$V_z(r,z) = -\left(\frac{a\frac{z^3}{3} + b\frac{z^2}{2} + c(r)z}{r} \right) + \left(\frac{a\frac{h^3}{24} + b\frac{h^2}{8} + c(r)\frac{h}{2}}{r} \right) - \frac{\dot{h}}{2} + c'(r)\frac{h}{2} - c'(r)z \tag{5.28}$$

5.4.3.2 Etude de la zone en écoulement élongationnel.

L'écriture de la composante radiale du champ des vitesses dans cette zone, pour $0 \le z \le \frac{\beta h}{2}$, est la suivante :

$$V_r(r,z) = a\frac{\beta^2 h^2}{4} + b\frac{\beta h}{2} + c(r) \tag{5.29}$$

Après intégration de l'équation de conservation de la masse, la composante axiale du champ des vitesses s'exprime :

$$V_z(r,z) = -c'(r)z - \left(\frac{a\frac{\beta^2 h^2}{4} + b\frac{\beta h}{2} + c(r)}{r} \right) z + fonction(r) \tag{5.30}$$

De plus, la vitesse axiale est nulle sur le plan de symétrie de l'échantillon. Ceci a pour conséquence :

$$V_z(r, z = 0) = 0 \tag{5.31}$$

Ce qui permet de conclure que *fonction(r)* est nulle.

Par conséquent,

$$V_z(r,z) = -c'(r)z - \left(\frac{a\frac{\beta^2 h^2}{4} + b\frac{\beta h}{2} + c(r)}{r} \right) z \tag{5.32}$$

5.4.3.3 Détermination du champ des vitesses cinématiquement admissible dans la zone en écoulement glissant avec frottement.

La détermination complète du champ des vitesses doit à présent être réalisée afin d'identifier les composantes *a* et *b*, ainsi que la fonction *c(r)*. Pour cela, nous allons utilisé les relations suivantes :

- La conservation globale du débit, qui se traduit, du fait de la symétrie de l'écoulement, par l'équation suivante :

$$\int_0^{\frac{h}{2}} 2\pi r V_r dz = \frac{\dot{h}}{2}\pi r^2 \tag{5.33}$$

- Les conditions de continuité à l'interface, en $z = \frac{\beta h}{2}$, dans la zone glissante.

- La continuité des vitesses radiales entre la zone adhérente et la zone glissante :

$$V_r\left(r = R_g, z = \frac{h}{2} \right) = 0 \tag{5.34}$$

Après intégration et simplification, l'équation de conservation globale du débit s'exprime par :

$$ah^2(2\beta^3+1)+3bh(\beta^2+1)+12c(r)=\frac{6r\dot{h}}{h} \tag{5.35}$$

La continuité du champ des vitesses axiales entre la zone cisaillée et la zone en écoulement élongationnel permet d'obtenir la relation suivante :

$$ah^2(2\beta^3+1)+3bh(\beta^2+1)+12c(r)=12\frac{r\dot{h}}{h}-12c'(r)r \tag{5.36}$$

Remarque : la continuité du champ des vitesses radiales est vérifiée par la construction même du champ des vitesses.

La continuité des dérivées du champ de vitesses radial suivant z s'exprime par :

$$\frac{\partial V_r}{\partial z}\left(r, z=\frac{\beta h}{2}\right)=0 \tag{5.37}$$

Cette expression conduit finalement à une relation entre *a* et *b* telle que,

$$a\beta h+b=0 \tag{5.38}$$

Remarque : la continuité de la dérivée du champ des vitesses axiales par rapport à z est également vérifiée.

La sommation des équations (5.35) et (5.36), et la relation (5.38) permettent de déterminer la composante *c(r)*. Ainsi,

$$c'(r)=\frac{\dot{h}}{2h} \tag{5.39}$$

et donc,

$$c(r)=\frac{\dot{h}r}{2h}+d \tag{5.40}$$

où *d* est une constante.

La forme de *c(r)* permet de constater que les relations (5.35) et (5.36) ne sont pas indépendantes. En utilisant les équations (5.34) et (5.35), il est possible de déterminer *a* et *d* en fonction de β, du rayon de glissement R_g, de la vitesse $\dot{h}$ de compression et de la hauteur *h* de l'échantillon.

$$ah^2(1-3\beta-\beta^3)+12d=0 \tag{5.41}$$

$$ah^3(1-2\beta)+2\dot{h}R_g+4hd=0 \tag{5.42}$$

La résolution de ce système de deux équations à deux inconnues permet de déterminer les expression des composantes *a* et *d*.

$$a=\frac{6\dot{h}R_g}{h^3(\beta-1)^2(\beta+2)} \tag{5.43}$$

et

$$d=-ah^2\frac{(1-3\beta-\beta^3)}{12} \tag{5.44}$$

Remarque : l'égalité des champs de vitesse à la frontière r = R_g est vérifiée, car le champ glissant est construit avec la relation (5.20).

L'exploitation des équations (5.43) et (5.44) fournit, à partir de (5.38) et (5.40), les expressions de *b* et *c(r)*.

$$b=-\frac{6\beta\dot{h}R_g}{h^2(\beta-1)^2(\beta+2)} \tag{5.45}$$

$$c(r)=\frac{\dot{h}r}{2h}-\frac{\dot{h}R_g(1-3\beta-\beta^3)}{2h(\beta-1)^2(\beta+2)} \tag{5.46}$$

Finalement, l'expression du champ de vitesses cinématiquement admissible dans la zone en écoulement glissant avec frottement est la suivante :

$0\le z\le\frac{\beta h}{2}$

$$V_r(r,z)=\frac{\dot{h}\left(R_g(\beta-1)+r(\beta+2)\right)}{2h(\beta+2)} \tag{5.47}$$

$$V_z(r,z)=-\frac{\dot{h}z\left(R_g(\beta-1)+2r(\beta+2)\right)}{2hr(\beta+2)} \tag{5.48}$$

$$\frac{h}{2} \geq z > \frac{\beta h}{2}$$

$$V_r(r,z) = \frac{\dot{h}\left(-12R_g z^2 + 12hR_g z\beta + h^2\left(2r + R_g - 3\left(r + R_g\right)\beta + \left(r - R_g\right)\beta^3\right)\right)}{2h^3(\beta-1)^2(\beta+2)} \tag{5.49}$$

$$V_z(r,z) = -\frac{\dot{h}\left(-8R_g z^3 + 12hR_g z^2\beta + h^3 R_g \beta^3 + 2h^2 z\left(R_g - R_g\beta\left(3+\beta^2\right) + 2r(\beta-1)^2(\beta+2)\right)\right)}{2h^3(\beta-1)^2(\beta+2)}$$

(5.50)

Le seul paramètre restant à présent à identifier pour compléter la détermination du champ des vitesses dans la zone en écoulement glissant est le rayon de glissement R_g.

5.4.3.4 Détermination de l'expression du rayon de glissement R_g.

5.4.3.4.1 Continuité des contraintes entre les deux régimes d'écoulement.

La continuité de la contrainte de cisaillement en r = R_g permet d'exprimer la valeur du rayon de glissement R_g.

$$\tau_{rza} = \tau_p = K_p \tag{5.51}$$

$$\tau_p = \left(2\mu + \frac{K}{\sqrt{I_2}}\right)\frac{1}{2}\left(\frac{\partial V_r}{\partial z} + \frac{\partial V_z}{\partial r}\right) = cte = K_p \tag{5.52}$$

La valeur de la contrainte de cisaillement au plateau dans la zone adhérente τ_{rza} est obtenue à partir de la loi de comportement et du champ des vitesses défini au chapitre 3 et rappelé au 5.4.2. Le développement et la simplification de cette écriture permet finalement de déterminer l'expression du rayon de glissement.

$$R_g = \frac{(K_p - K)h^2}{6\mu\dot{h}}\frac{(2 - 2\beta + \beta^3)}{(1-\beta)} \tag{5.53}$$

Cette relation est valide pour une valeur de β différente de 1 et une valeur de viscosité non nulle. De façon identique, cette relation peut être obtenue à partir du champ des vitesses dans la zone en écoulement glissant.

Cette relation permet de constater que l'expression du rayon de glissement R_g dépend des paramètres du comportement, la viscosité plastique μ et le seuil de plasticité K, de la loi de frottement à travers le seuil de frottement K_p, et de la hauteur h de l'échantillon, de la vitesse $\dot{h}$ de compression et du paramètre β qui définissent la géométrie de l'écoulement. Ce résultat est conforme à celui de Lanos (1993) dans le cas d'un fluide plastique parfait.

5.4.3.4.2 Continuité de la relation liée au calcul de minimisation de la fonctionnelle dans la zone adhérente.

Le calcul de minimisation de la fonctionnelle associé à l'écoulement d'un fluide de Bingham en écoulement adhérent, selon le modèle bi-zone à frontière plane, permet de déterminer une relation entre le paramètre β et le nombre de Bingham g (Cf. §3.4.5). L'application de la continuité de cette relation à la frontière entre la zone adhérente et la zone partiellement glissant du fluide de Bingham permet d'établir une seconde expression du rayon de glissement R_g.

$$R_g = \frac{Kh^2}{\mu \dot{h}} \frac{2(\beta-1)^2(\beta+2)}{9\beta} \tag{5.54}$$

Cette dernière relation, valide pour valeur de β différente de 0 et une valeur de viscosité non nulle, fait intervenir les mêmes paramètres que l'équation (5.53) à l'exception du seuil de frottement K_p.

La combinaison des équations (5.53) et (5.54) indique que le seuil de frottement dépend du seuil de plasticité et d'un polynôme en β. Cette relation permet de constater que fixer le seuil de friction aux plateaux revient à imposer β et donc l'altitude de la frontière entre la zone cisaillée et la zone en écoulement élongationnel.

$$\frac{K_p}{K} = \frac{1}{3}\left(-1 + \frac{4}{\beta} + \frac{4(\beta-1)}{(2-2\beta+\beta^3)}\right) \tag{5.55}$$

Cette relation est valide pour des valeurs de β et du seuil de plasticité K non nulles.

L'évolution de la typologie de l'essai au cours du temps peut alors être décrite de la façon suivante :

- L'écoulement est initialement adhérent et la valeur de β évolue en fonction du nombre de Bingham g et donc de la hauteur de compression h.

- Dès l'apparition du glissement et d'un rayon de glissement dans la zone périphérique des plateaux, la valeur de β reste fixe. La valeur du rayon de glissement continue d'évoluer en fonction de h (équations (5.53) et (5.54)).

- Lorsque la hauteur de compression h tend vers 0, l'écoulement est complètement glissant.

La détermination complète du champ des vitesses permet de donner une représentation graphique du profil des vitesses dans la zone en écoulement glissant avec frottement, comme décrit par les figures 5.4 à 5.7. La modification progressive des couleurs sur ces figures, du foncé vers le clair, traduit l'évolution décroissante de la valeur numérique de la composante de la vitesse représentée.

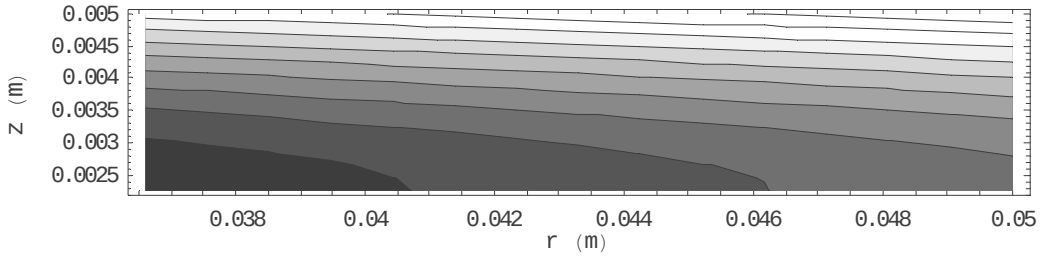


Figure 5.4 : Champ des vitesses radiales dans la zone cisaillée en écoulement glissant avec frottement - h = 0,01 m, $\dot{h}$ = 0,002m/s, R = 0,05 m, μ = 50 Pa.s, K = 100 Pa, K_p = 200 Pa, β = 0,45 et R_g = 0,0366 (m).

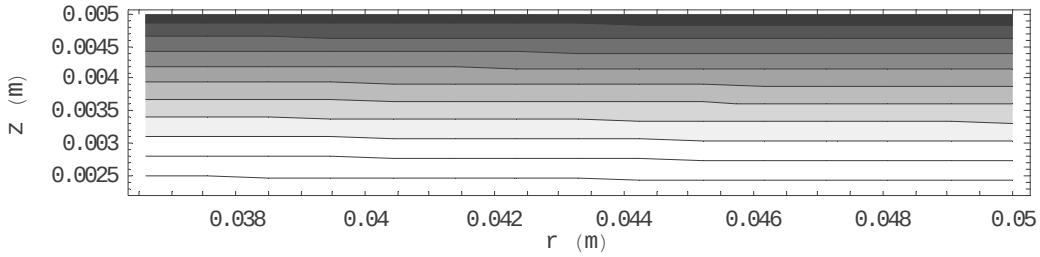


Figure 5.5 : Champ des vitesses axiales dans la zone cisaillée en écoulement glissant avec frottement - h = 0,01 m, $\dot{h}$ = 0,002m/s, R = 0,05 m, μ = 50 Pa.s, K = 100 Pa, K_p = 200 Pa, β = 0,45 et R_g = 0,0366 (m).

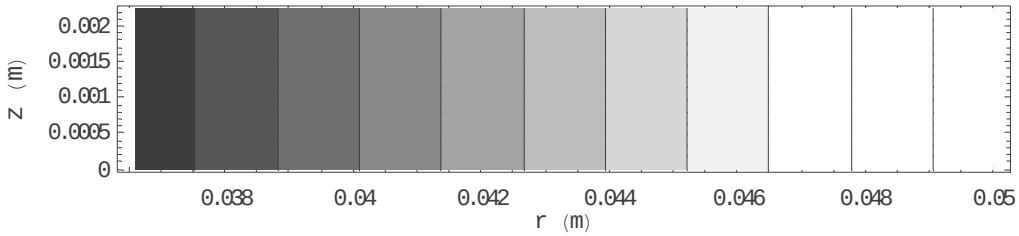


Figure 5.6 : Champ des vitesses radiales dans la zone élongationnelle en écoulement glissant avec frottement - h = 0,01 m, $\dot{h}$ = 0,002m/s, R = 0,05 m, μ = 50 Pa.s, K = 100 Pa, K_p = 200 Pa, β = 0,45 et R_g = 0,0366 (m).

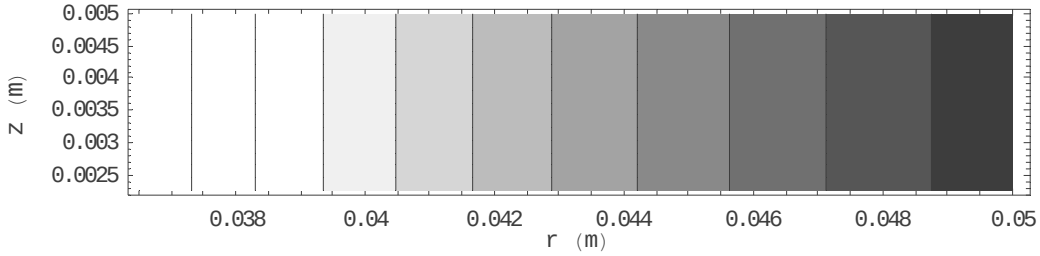


Figure 5.7 : Champ des vitesses axiales dans la zone élongationnelle en écoulement glissant avec frottement - h = 0,01 m, $\dot{h}$ = 0,002m/s, R = 0,05 m, μ = 50 Pa.s, K = 100 Pa, K_p = 200 Pa, β = 0,45 et R_g = 0,0366 (m).

5.4.4 Calcul de l'effort de compression associé à l'écoulement.

5.4.4.1 Gradient et champ de pression dans la zone glissante.

La détermination complète du champ des vitesses dans la zone glissante permet, comme dans le cas d'un écoulement adhérent, d'exprimer le gradient de pression, dont l'intégration définit l'expression du champ de pression, qui sera notée p_g. Les relations (5.21) et (5.22) permettent de calculer le gradient de pression au plateau, en z = h/2, dont l'expression exacte est la suivante :

$$\frac{\partial p_g}{\partial r} = -\frac{R_g hK(\beta-1)(\beta+2)}{2r}\frac{\left(24r^2R_g{}^2(\beta-7)-72r^3R_g(\beta-1)+72r^4(\beta+2)+h^2rR_g(-2+\beta+\beta^2)^2-h^2R_g{}^2(-2+\beta+\beta^2)^2\right)}{\left(36r^2R_g{}^2+h^2(3r^2-3rR_g+R_g{}^2)(-2+\beta+\beta^2)^2\right)^{3/2}} + \frac{R_g\mu\dot{h}(-24r^2+h^2(2-3\beta+\beta^3))}{2h^3r^2(\beta-1)^2(2+\beta)} \tag{5.56}$$

Cette expression est relativement complexe, et ne permet pas d'envisager directement l'écriture d'une solution analytique du champ de pression. La comparaison de l'expression exacte du gradient de pression et d'une forme simplifiée de cette solution, décrite par l'équation (5.58), est réalisée sous *Mathematica* à partir de cas numériques. Les résultats de cette confrontation des deux solutions sont décrits ci-après.

$$\frac{\partial p_g}{\partial r} = \frac{R_g\mu\dot{h}(-24r^2+h^2(2-3\beta+\beta^3))}{2h^3r^2(\beta-1)^2(2+\beta)} \tag{5.57}$$

Soit,

$$\frac{\partial p_g}{\partial r} = -\frac{12R_g\mu\dot{h}}{h^3(\beta-1)^2(2+\beta)} + \frac{R_g\mu\dot{h}}{2hr^2} \tag{5.58}$$

avec p_g (Pa) la pression dans la zone glissante avec frottement.

Les cas numériques envisagés concernent des fluides viscoplastiques dont les paramètres de comportement et la valeur du seuil de frottement sont imposés et définis dans le tableau 5.1, ainsi que les paramètres géométriques (tableau 5.2). Imposer l'ensemble de ces paramètres permet de déterminer la valeur de β et du rayon de glissement R_g qui sont nécessaires pour évaluer le gradient de pression. Il s'agit d'un fluide viscoplastique (noté VP), d'un fluide viscoplastique à dominante visqueuse (noté VP V) et d'un fluide viscoplastique à dominante plastique (noté VP P).

	Type de fluide		
Paramètres du comportement	VP	VP V	VP P
μ (Pa.s)	50	1000	1
K (Pa)	100	1	100
K_p (Pa)	200	100	100.0001
β (-)	0.45	0.013	0.961
R_g (m)	0.0366	0.00165	0.00521

Tableau 5.1 : Paramètres utilisés pour évaluer la pertinence de la forme simplifiée du gradient de pression.

h (m)	R (m)	$\dot{h}$ (m/s)
0.01	0.05	0.002

Tableau 5.2 : Paramètres géométriques utilisés pour évaluer la pertinence de la forme simplifiée du gradient de pression.

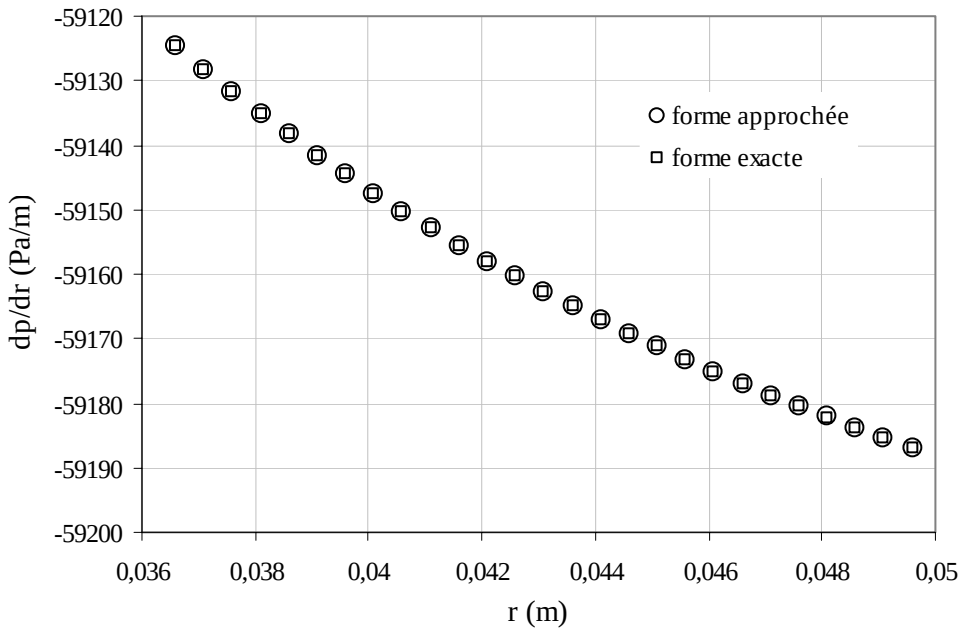


Figure 5.8 : Comparaison de la solution exacte et de la solution approchée du gradient de pression dans la zone glissante dans le cas d'un fluide viscoplastique.

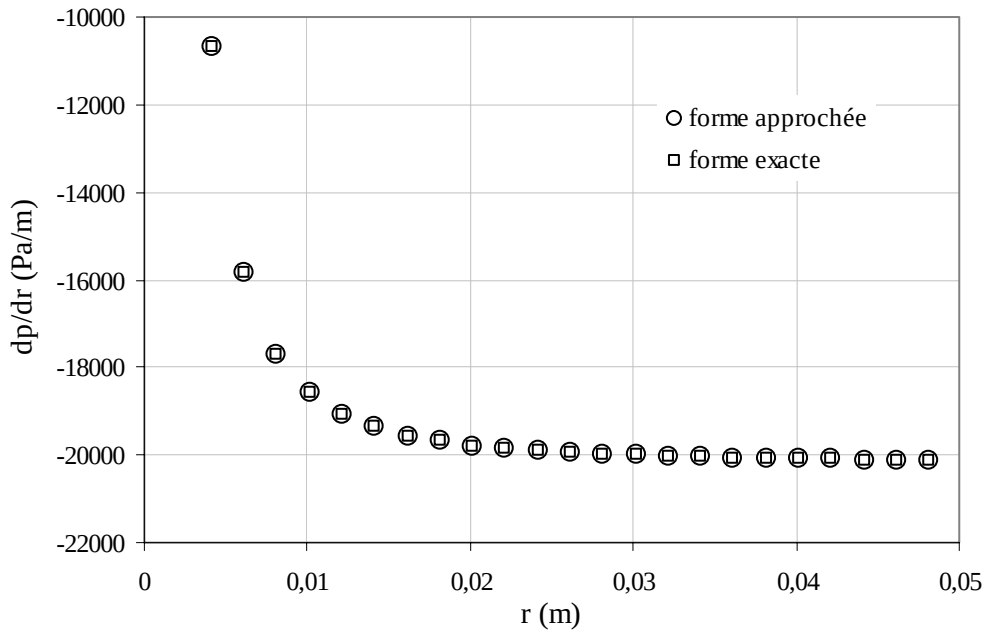


Figure 5.9 : Comparaison de la solution exacte et de la solution approchée du gradient de pression dans la zone glissante dans le cas d'un fluide viscoplastique à dominante visqueuse.

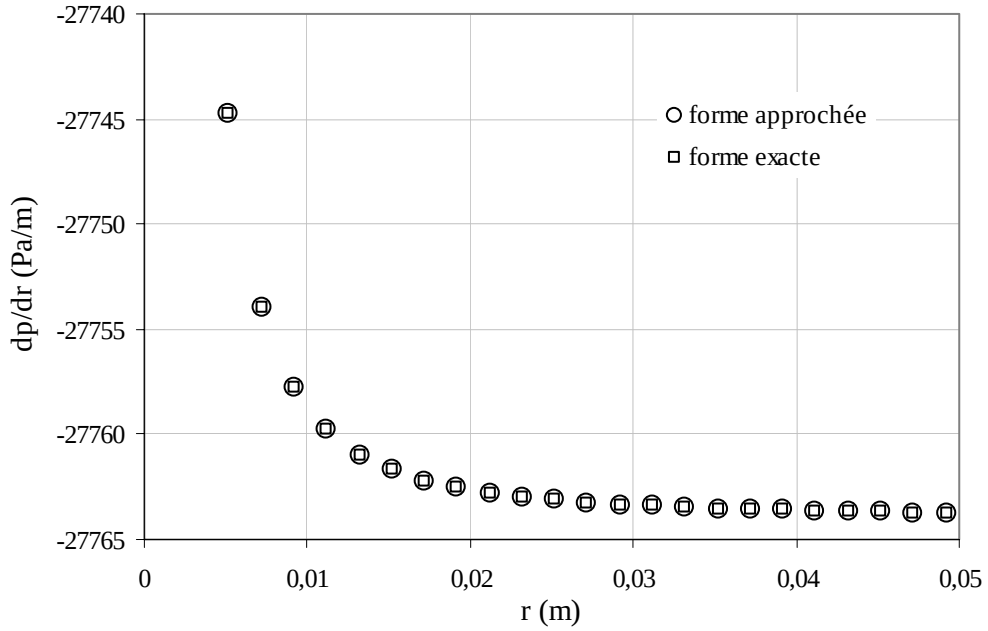


Figure 5.10 : Comparaison de la solution exacte et de la solution approchée du gradient de pression dans la zone glissante dans le cas d'un fluide viscoplastique à dominante plastique.

Comme le montre les figures 5.8 à 5.10 pour les trois types de fluides viscoplastiques envisagés, la forme exacte et la forme approchée du gradient de pression dans la zone glissante sont concordantes. Ainsi, cette étude montre qu'en ne conservant que le terme dominant, la valeur du gradient de pression peut être approchée par la relation (5.58).

L'intégration de cette expression approchée permet d'obtenir le champ de pression à la paroi :

$$p_g(z=h/2) = -\frac{12rR_g\mu\dot{h}}{h^3(\beta-1)^2(2+\beta)} - \frac{R_g\mu\dot{h}}{2hr} + const. \qquad (5.59)$$

En toute rigueur, l'intégration de l'équation (5.58) fait intervenir une fonction du paramètre non intégré z pour z = h/2. Cette fonction indéterminée pour l'instant permet à la pression d'être solution de la seconde équation d'équilibre et ne figure donc ici que sous la forme d'une constante. L'ensemble de nos travaux sur l'écoulement de compression est fondé sur une hypothèse complémentaire : la pression en sortie des plateaux (r = R) est nulle, la pression atmosphérique étant prise comme référence.

Une expression approchée de la pression à la paroi dans la zone en écoulement glissant est par conséquent obtenue.

$$p_g(z=h/2) = (r-R)\left(\frac{-12R_g\mu\dot{h}}{h^3(\beta-1)^2(2+\beta)} + \frac{R_g\mu\dot{h}}{2hrR}\right) \qquad (5.60)$$

5.4.4.2 Champ de pression dans la zone adhérente.

L'expression du gradient de pression dans la zone en écoulement adhérent est donnée par la relation (5.23). Son intégration fournit l'expression du champ de pression dans cette zone.

$$p_a(z=h/2) = -\frac{6\mu\dot{h}r^2}{h^3(1-\beta)^2(2+\beta)} + const. \qquad (5.61)$$

Comme dans le cas précédent, l'intégration fait intervenir une fonction du paramètre non intégré en z = h/2. Afin de respecter la continuité du champ de pression entre les deux zones de régime d'écoulement, l'expression du champ de pression dans la zone adhérente devient :

$$p_a(z=h/2) = \frac{6\mu\dot{h}(R_g{}^2 - r^2)}{h^3(1-\beta)^2(2+\beta)} + p_g(z=h/2; r=R_g) \qquad (5.62)$$

Soit, après développement et simplification,

$$p_a(z=h/2) = -\mu\dot{h}\left(\frac{6(r^2 + R_g(R_g-2R))}{h^3(\beta-1)^2(2+\beta)} + \frac{(R-R_g)}{2hR}\right) \qquad (5.63)$$

La détermination du champ de pression dans les deux zones de régime d'écoulement distinct permet à présent de représenter l'évolution de la pression à la paroi. Cette représentation est donnée par la figure 5.11 dans le cas du fluide viscoplastique (noté VP) dont les caractéristiques sont décrites dans le tableau 5.1 pour la géométrie d'essai correspondant aux valeurs du tableau 5.2. Dans la zone adhérente (r < Rg), la forme de l'évolution de la pression

au plateau est parabolique, conformément aux résultats de Roussel (2001). Dans la zone glissante avec frottement (Rg < r < R), sa forme est linéaire. La continuité est bien assurée en r = Rg.

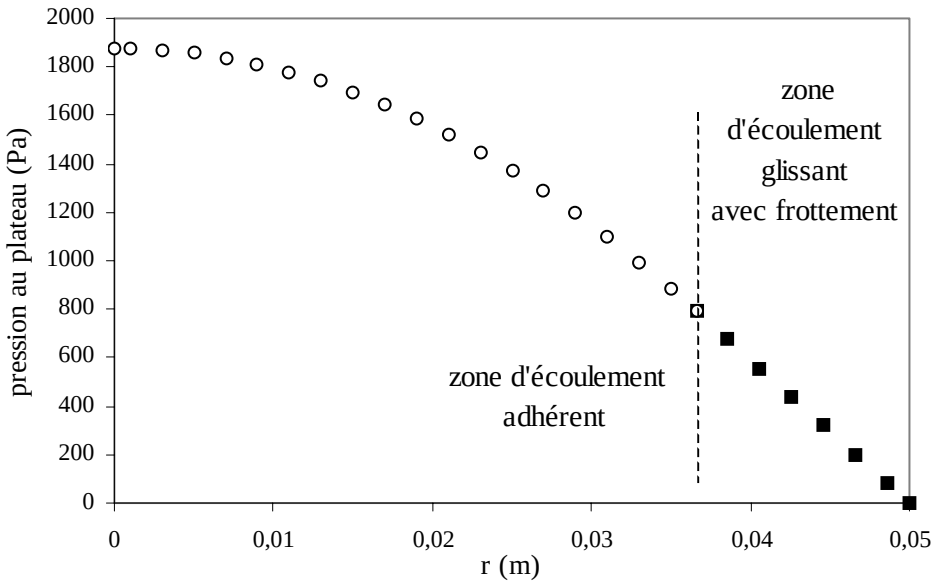


Figure 5.11 : Répartition de pression au plateau lors de la compression d'un fluide de Bingham en écoulement partiellement glissant obtenue pour le modèle à frontière plane – $h = 0{,}01$ m, $\dot{h} = 0{,}002$m/s, $R = 0{,}05$ m, $\mu = 50$ Pa.s, $K = 100$ Pa, $\beta = 0{,}45$ et $R_g = 0{,}0366$ (m).

5.4.4.3 Champ des contraintes déviatoriques.

L'expression de la contrainte déviatorique suivant z au plateau est la suivante :

$$\sigma_z^{(d)}(z = h/2) = \left[\left(2\mu + \frac{K}{\sqrt{I_2}}\right).\frac{\partial V_z}{\partial z}\right]_{z=h/2} \tag{5.64}$$

Dans la zone en écoulement adhérent, cette expression est nulle (Roussel, 2001). Dans la zone en écoulement glissant, les expressions de la dérivée par rapport à z de la vitesse axiale et du second invariant du tenseur des taux de déformation au plateau sont les suivantes :

$$\left[\frac{\partial V_z}{\partial z}\right]_{z=h/2} = \frac{(R_g - 2r)\dot{h}}{2hr} \tag{5.65}$$

$$[I_2]_{z=h/2} = \frac{9\dot{h}^2 R_g^{\ 2}}{h^4(\beta-1)^2(\beta+2)^2} + \frac{\dot{h}^2\left(3r^2 - 3rR_g + R_g^{\ 2}\right)}{4h^2r^2} \tag{5.66}$$

Par conséquent, la contrainte déviatorique suivant z au plateau s'écrit :

$$\sigma_z^{(d)}{}_g(z=h/2)=\frac{\dot{h}\left(R_g-2r\right)}{2hr}\left(\frac{K}{\dot{h}\sqrt{\dfrac{9R_g^{\ 2}}{h^4(\beta-1)^2(\beta+2)^2}+\dfrac{\left(3r^2-3rR_g+R_g^{\ 2}\right)}{4h^2r^2}}}+2\mu\right) \tag{5.67}$$

Cette expression est la forme exacte. Elle demeure cependant complexe dans l'objectif d'établir une expression analytique de l'effort de compression. Comme dans le cas du gradient de pression, la comparaison de la solution exacte de la contrainte déviatorique au plateau et d'une forme simplifiée, à partir des mêmes exemples numériques, est réalisée. Cette étude montre que la relation approchée suivante peut alors être exploitée.

$$\sigma_z^{(d)}{}_g(z=h/2)=\frac{\dot{h}\left(R_g-2r\right)}{hr}\left(\frac{Kh}{\dot{h}\sqrt{3}}+\mu\right) \tag{5.68}$$

L'évolution de la valeur exacte de la contrainte déviatorique au plateau et de sa forme approchée sont confrontées pour les mêmes types de fluide que pour l'étude du gradient de pression. Ces résultats sont décrits par les figures 5.12 à 5.14, respectivement pour le cas du fluide viscoplastique, du fluide viscoplastique à dominante visqueuse et le cas du fluide viscoplastique à dominante plastique. Ces résultats montrent le caractère dominant de la relation simplifiée (5.68) vis à vis de l'expression complète de la contrainte déviatorique au plateau (5.67). L'approximation proposée est jugée acceptable bien qu'elle présente une limite relative dans le cas de fluides essentiellement plastiques. On peut cependant noter que dans le cas limite r = R_g, la relation (5.68) converge vers la valeur de la contrainte déviatorique au plateau d'un fluide plastique parfait dans le cas où μ s'annule.

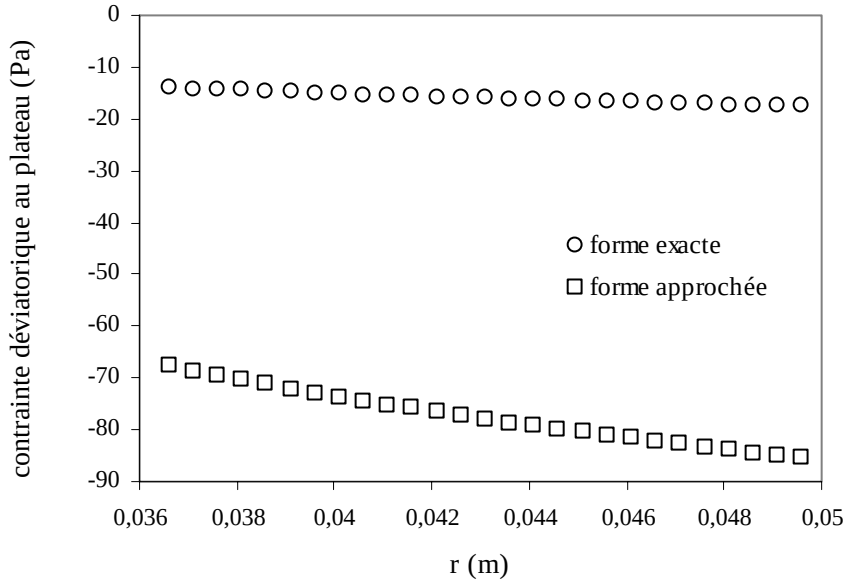


Figure 5.12 : Comparaison de la solution exacte et de la solution approchée de la contrainte déviatorique au plateau dans la zone glissante dans le cas d'un fluide viscoplastique.

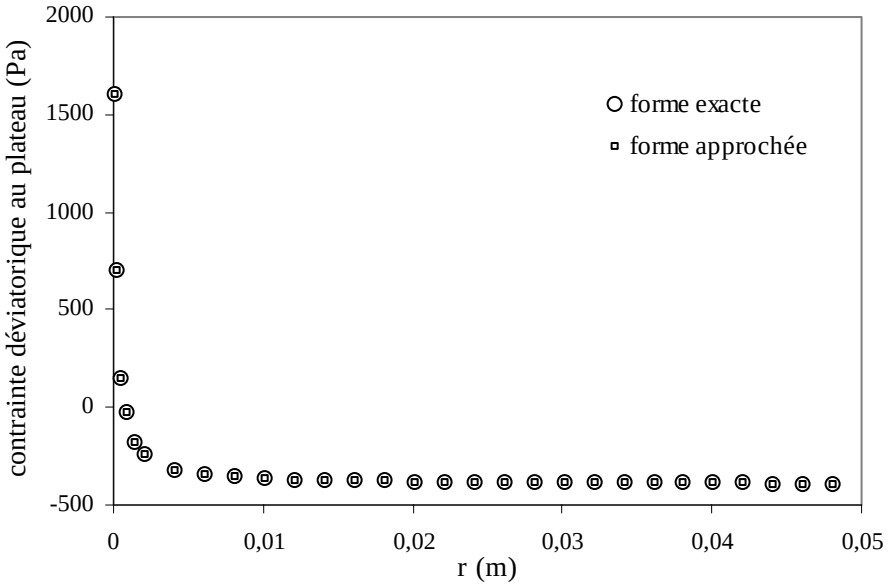


Figure 5.13 : Comparaison de la solution exacte et de la solution approchée de la contrainte déviatorique au plateau dans la zone glissante dans le cas d'un fluide viscoplastique à dominante visqueuse.

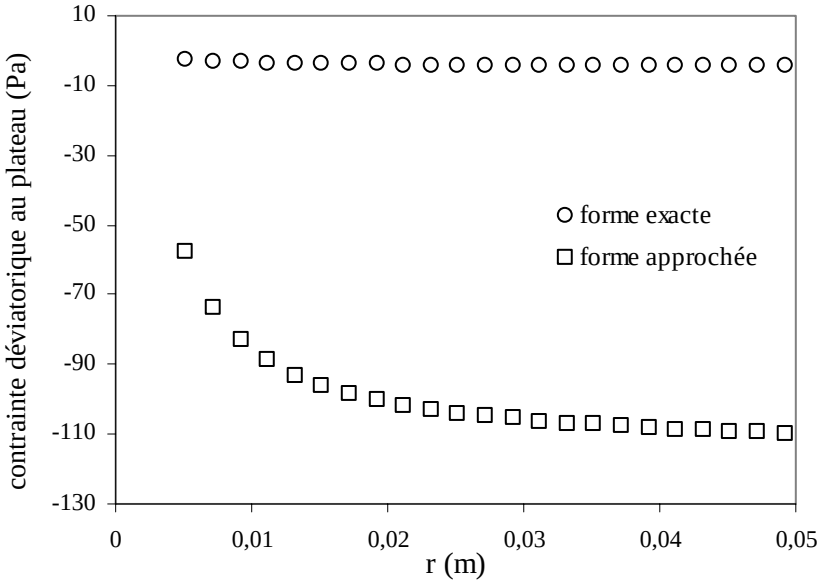


Figure 5.14 : Comparaison de la solution exacte et de la solution approchée de la contrainte déviatorique au plateau dans la zone glissante dans le cas d'un fluide viscoplastique à dominante plastique.

5.4.4.4 Effort de compression.

Connaissant la répartition de pression et le déviateur de contrainte à la paroi (dans les deux zones adhérente et glissante), l'effort exercé sur le plateau est exprimé :

$$F = 2\pi \int_0^R r\left(-p + \sigma_z^{(d)}\right) dr \tag{5.69}$$

$$F = 2\pi \int_0^{R_g} r\left(-p_a\right)dr + 2\pi \int_{R_g}^{R} r\left(-p_g + \sigma_z{}^{(d)}{}_g\right)dr \tag{5.70}$$

$$F = \frac{\left(-2\pi R\left(R - R_g\right)\right)}{\sqrt{3}} K + \left(\frac{-\pi\left(R - R_g\right)\left(4R - R_g\right)\dot{h}}{2h} + \frac{\pi R_g \dot{h}(R_g{}^3 - 4R^3)}{h^3(\beta - 1)^2(2 + \beta)} \right)\mu \tag{5.71}$$

Du fait de la complexité de la géométrie d'écoulement étudiée d'une part, qui présente plusieurs zones d'écoulement avec des conditions aux limites aux plateaux différentes, et par souci de simplicité d'autre part, le calcul de l'effort de compression engendré par l'écoulement partiellement glissant d'un fluide de Bingham a été réalisé par l'intégration du champ de pression et du déviateur de contrainte à la paroi. Il est intéressant de noter que cette solution converge vers la solution d'un fluide de Bingham en écoulement adhérent établie par Lanos (1993) en exploitant le modèle bi-zone à frontière plane (5.72). Une telle convergence est obtenue en faisant tendre R_g vers R. La valeur de β calculée dans le cas d'un écoulement glissant tend naturellement vers celle correspondant au cas adhérent.

$$F = -\frac{3\pi R^4 \dot{h}\mu}{h^3(\beta - 1)^2(2 + \beta)} \tag{5.72}$$

Cependant, comme nous l'avons décrit pour le cas d'un écoulement adhérent, cette méthode de calcul de l'effort de compression ne prend en compte que la dissipation d'énergie liée au cisaillement à l'interface. La solution (5.71) de l'effort de compression engendré par l'écoulement partiellement glissant d'un fluide de Bingham ainsi obtenue n'est pas complètement représentative de la dissipation d'énergie au sein de l'écoulement. Or, en toute rigueur, la solution qui constitue la base du développement de l'algorithme de calcul dédié aux écoulement glissants avec frottement, doit intégrer toute contribution à la dissipation d'énergie, en particulier vis à vis des zones en écoulement élongationnel.
Une fois de plus, la complexité de la typologie de l'écoulement ne rend pas possible le calcul simple et analytique de l'effort de compression par une approche énergétique comme dans le cas d'un écoulement adhérent (Roussel, 2001 ; Roussel et al., 2004). C'est pourquoi, une approche par la décomposition et la combinaison des contributions mises en jeu au cours de la compression, selon un principe assez similaire à celui développé par Mortreuil (1999) dans le cas de l'estimation de la contrainte d'extrusion nécessaire à la mise en forme de fluides essentiellement plastiques, est exploitée ci-après pour enrichir la solution de l'effort de compression.

5.4.4.5 Solution complète de l'effort de compression.

Les efforts mis en jeu pour provoquer l'écoulement partiellement glissant du fluide de Bingham sont de différentes natures. Suivant le modèle bi-zone à frontière plane, ils sont liés à la part d'écoulement cisaillée et à la part d'écoulement élongationnel du fluide dans les deux zones adhérente et glissante.

La solution finale peut être décomposée ainsi :

- La contribution liée à l'écoulement adhérent de la partie centrale de l'échantillon ($r < R_g$), dont la solution peut être écrite à partir de la solution établie par Roussel (2001). Cette solution, comme nous avons pu le voir au chapitre 3, intègre les effets de dissipation à l'interface et la dissipation d'énergie dans le noyau plastique.

$$F_1 = -\frac{6\pi\mu\dot{h}R_g^{\ 4}}{h^3(1-\beta)(2+\beta)^2} - \frac{2\pi K R_g^{\ 2}(\sqrt{3}\beta h + R_g)}{h(\beta+2)} \tag{5.73}$$

où β est une fonction de la viscosité plastique μ, du seuil de plasticité K et du rayon de glissement R_g.

- La contribution liée à la dissipation d'énergie à l'interface dans la zone en écoulement glissant et qui apparaît dans la solution calculée à partir de l'intégration du champ de pression et du déviateur des contraintes à la paroi (5.70).

$$F_2 = 2\pi \int_{R_g}^{R} r\left(-p_g + \sigma_z^{\ (d)}{}_g\right)dr \tag{5.74}$$

- La contribution liée à la dissipation d'énergie dans la zone élongationnelle de la zone en écoulement glissant qui s'exprime à partir de la pression exercée par le volume de fluide en écoulement glissant sur le volume de fluide en écoulement adhérent.

$$F_3 = -\pi R_g^{\ 2} p_g(r = R_g, z = h/2) \tag{5.75}$$

Le développement des équations (5.74) et (5.75) permet d'obtenir la relation suivante :

$$F = \frac{\left(-2\pi R\left(R - R_g\right)\right)}{\sqrt{3}}K + \left(\frac{-\pi\left(R - R_g\right)\left(4R - R_g\right)\dot{h}}{2h} - \frac{4\pi R_g \dot{h}(R^3 - R_g^{\ 3})}{h^3(\beta-1)^2(2+\beta)}\right)\mu \tag{5.76}$$

La combinaison de cette équation avec la relation (5.73) permet finalement de proposer la solution finale suivante pour l'effort de compression d'un fluide de Bingham en écoulement partiellement glissant avec frottement :

$$F = \underset{①}{\frac{2\pi\mu\dot{h}R_g^{\ 4}(1+5\beta)}{h^3(\beta-1)^2(2+\beta)^2}} - \underset{②}{\frac{2\pi K R_g^{\ 3}}{h(\beta+2)}} - \underset{③}{\frac{4\pi\dot{h}R_g R^3\mu}{h^3(\beta-1)^2(2+\beta)}} - \underset{④}{\frac{2\pi K R_g^{\ 2}\sqrt{3}\beta}{(\beta+2)}} - \underset{⑤}{\frac{2\pi R\left(R - R_g\right)}{\sqrt{3}}K - \frac{\pi\left(R - R_g\right)\left(4R - R_g\right)\dot{h}}{2h}\mu} \tag{5.77}$$

① efforts liés à la dissipation d'énergie dans la zone adhérente cisaillée.

② effort lié à la dissipation d'énergie dans la zone glissante cisaillée.

③ effort lié à la dissipation d'énergie de la composante plastique du noyau élongationnel dans la zone adhérente.

④ effort lié à la dissipation d'énergie de la composante plastique de la part élongationnelle dans la zone glissante.

⑤ effort lié à la dissipation d'énergie de la composante visqueuse dans la partie élongationnelle de l'écoulement dans la zone glissante.

Cette solution converge vers la solution de l'écoulement d'un fluide de Bingham adhérent, lorsque R_g tend vers R, puisque dans ce cas le relation (5.76) est nulle.

Remarque :

- *l'effort noté ③ correspond à la contrainte nécessaire à la dissipation plastique liée à la contrainte axiale* $\sigma_z\left(r, z = \frac{\beta h}{2}\right)$. *En toute rigueur, il manque la contribution équivalente de l'effort lié au terme élongationnel visqueux pour* $r < R_g$. *Cette contribution ayant été négligée dans la solution de l'écoulement adhérent du fluide de Bingham, par homogénéité, une telle hypothèse est également adoptée dans le cas de l'écoulement glissant avec frottement de ce même fluide.*
- *Il convient d'ajouter à cette solution une composante identique à celle utilisée dans le cas d'un écoulement adhérent pour traduire la contribution du fluide en écoulement à l'extérieur des plateaux.*

5.5 Développement de l'algorithme de calcul dédié à l'écoulement de compression de fluides viscoplastiques glissants avec frottement.

5.5.1 Introduction.

La détermination complète de la solution de l'écoulement de compression du fluide de Bingham glissant avec frottement permet d'envisager à présent le développement d'un algorithme de calcul selon un procédé identique à celui mis en œuvre dans le cas des écoulements adhérents décrit au chapitre précédent. La finalité d'un tel outil d'analyse repose ici aussi sur l'évaluation locale des paramètres du comportement et sur l'évolution de la loi de frottement au cours de l'essai.
L'écoulement d'un fluide quelconque est également assimilé à chaque instant de l'essai à celui d'un fluide de Bingham avec frettage. Le modèle de Bingham est là encore exploité pour établir la courbe d'écoulement équivalente du fluide testé. L'expression de la vitesse de déformation moyenne doit cependant être reconsidérée. Cette expression sera calculée à partir de la relation (2.29) et de l'expression du taux de dissipation d'énergie dans le volume en écoulement entre les plateaux, qui intègre la dissipation d'énergie à l'interface liée au frottement dans la zone glissante (5.1).
Le développement de l'algorithme de calcul est détaillé ci-après et réalisé, comme pour le cas d'un écoulement adhérent, dans une feuille de calcul de type tableur. Cet outil est ensuite testé et validé par le traitement de données simulés de compression pour des conditions d'adhérence, de glissement parfait et de glissement avec frottement aux plateaux. Cette étape permet notamment de mettre en évidence la pertinence et la polyvalence d'un tel outil.

5.5.2 Algorithme de calcul.

- Etape préliminaire -

Comme le montre l'équation (5.77), la solution proposée de l'écoulement de compression glissant avec frottement d'un fluide de Bingham comporte cinq inconnues à déterminer : la viscosité plastique et le seuil de plasticité liés à la loi de comportement, le rayon de glissement et le seuil de frottement liés à la loi de frottement, ainsi que le terme de frettage qui sera également ajouté de façon à intégrer la contribution du fluide en écoulement à l'extérieur des plateaux. Une telle solution fait que l'identification simultanée de chacun de ces paramètres par une méthode inverse s'avère complexe. Par conséquent, certaines hypothèses relatives aux conditions d'interface et au caractère dominant du fluide sont dans un premier temps nécessaires pour initialiser l'algorithme de calcul. Cependant, elles ne remettent nullement en cause la suite du développement de l'outil de calcul, puisqu'elles n'interviennent plus dans le calcul itératif. Certains des paramètres à évaluer étant liés, nous conserverons la notion de triplet de points de la courbe caractéristique F*(h/R) pour identifier les paramètres du comportement à l'identique de la méthode développée en présence d'un écoulement adhérent.

L'étape préliminaire de l'algorithme de calcul consiste à considérer l'écoulement étudié comme initialement adhérent, comme le préconise l'évolution de β en début d'essai (Cf. 5.4.3.4.2). La solution de l'écoulement est ici aussi approchée par le modèle simplifié obtenu par la combinaison linéaire des solutions du fluide visqueux newtonien, du fluide plastique parfait, et de la composante traduisant le phénomène de frettage. Cette solution est rappelée dans l'équation (5.78).

$$F^* = \frac{2}{3}K + \frac{2}{\sqrt{3}}K\frac{h}{R} + \frac{3\mu\dot{h}}{2R}\left(\frac{R}{h}\right)^2 + \alpha K\frac{h}{R} \tag{5.78}$$

avec μ la viscosité plastique, K le seuil de plasticité, αK le paramètre de frettage, h la hauteur de l'échantillon, R le rayon des plateaux et $\dot{h}$ la vitesse de compression.

- L'exploitation de trois points de la courbe F*(h/R) donne une première évaluation des paramètres μ, K, et αK selon un procédé rigoureusement identique que celui décrit au 4.2.2.

- Ces premières valeurs des paramètres μ et K, ainsi que les paramètres géométriques de l'essai permettent dans un deuxième temps l'estimation du nombre de Bingham g et de β, paramètres caractéristiques de l'écoulement d'un fluide de Bingham, selon les relations suivantes :

$$g = \frac{\mu}{K}\frac{\dot{h}R}{h^2} \tag{5.79}$$

et

$$\beta = \sqrt{2}\sqrt{(3g+2)}\sin\left(\frac{1}{3}\tan^{-1}\left(\frac{2\sqrt{2}(3g+2)^{3/2}\sqrt{\frac{g}{(3g+2)^3}}}{3g\sqrt{(3g^2+6g+4)}}\right)\right) \tag{5.80}$$

A la différence de l'algorithme développé pour analyser l'écoulement adhérent, ces deux valeurs sont calculées pour chacun des points du triplet. Ce choix s'explique par la forte sensibilité du champ des vitesses vis à vis du paramètre β dont dépend le rayon de glissement et le seuil de frottement.

A ce stade du calcul, les valeurs du rayon de glissement R_g et du seuil de frottement K_p sont inconnues, mais sont nécessaires pour initialiser le calcul itératif à venir.

- Etape 1 - Valeurs d'initialisation du rayon de glissement R_g et du seuil de frottement K_p.

Pour permettre le réalisation de cette étape, la composante plastique est « négligée » en première approximation devant la composante de viscosité. Les différents régimes possibles d'écoulement, l'adhérence, le glissement partiel avec frottement puis finalement le glissement parfait, sont alors envisagés. La pertinence de ces différents cas est évaluée pour chaque composante du triplet en fonction des valeurs des différents paramètres calculés à l'étape précédente, des paramètres géométriques et de l'effort caractéristique F*(h/R) correspondant. Une première valeur du rayon de glissement puis celle du seuil de frottement sont calculées en conséquence.

- L'écoulement peut être adhérent, c'est la conséquence directe de l'étape préliminaire. Le rayon de glissement tend alors vers le rayon des plateaux. La valeur de seuil K est de l'ordre de 0, ainsi que celle de β, du fait de la prédominance du caractère visqueux.

Ainsi, dans ce cas, l'expression initiale du seuil de frottement, obtenue à partir de la relation (5.53) s'écrit :

$$K_p = \frac{3\mu \dot{h} R_g}{h^2} \tag{5.81}$$

L'écoulement peut également présenter des conditions de glissement. Deux cas sont alors envisageables. La distinction entre ces deux cas dépend de la valeur des paramètres calculés à l'étape préliminaire, des paramètres géométriques et de l'effort caractéristique F*(h/R) correspondant. En effet, la simplification de la solution (5.77) dans le cas d'un fluide principalement visqueux newtonien donne, dans le repère global F*(h/R), la relation suivante :

$$4h^2R^2\left(\frac{F*R}{2\mu\dot{h}}-1\right) = R_g\left(-R_g{}^3 + 4R^3 - 5h^2R + h^2R_g\right) \tag{5.82}$$

- Les valeurs de la viscosité μ, de l'effort global F*, et des paramètres géométriques R et $\dot{h}$ sont telles que le terme de gauche de l'équation (5.82) s'annule. Cette éventualité correspond à un écoulement parfaitement glissant et la détermination du rayon de glissement est alors liée à la résolution du polynôme de degré 4 en R_g imposée par le terme de droite de l'équation (5.82). Seule la solution nulle pour le rayon de glissement est acceptable, les autres solutions étant complexes ou supérieure à R. Dans ce cas, les valeurs initiales sont donc :

$$R_g = K_p = 0 \tag{5.83}$$

- Si la condition précédente n'est pas vérifiée, l'écoulement est partiellement glissant avec frottement. La résolution de l'équation (5.82) permet de déterminer l'expression du rayon de glissement en fonction de $F*$, μ, h, R, $\dot{h}$. Ici aussi, seule une solution est acceptable et s'écrit :

$$\begin{aligned} R_g = &-\frac{1}{2}\sqrt{-\frac{2h^2}{3}+\frac{2^{1/3}(h^4+12B)}{A^{1/3}}+\frac{A^{1/3}}{3.2^{1/3}}} \\ &+\frac{1}{2}\sqrt{-\frac{4h^2}{3}-\frac{2^{1/3}(h^4+12B)}{A^{1/3}}-\frac{A^{1/3}}{3.2^{1/3}}+\frac{2R(4R^2-5h^2)}{\sqrt{-\frac{2h^2}{3}+\frac{2^{1/3}(h^4+12B)}{A^{1/3}}+\frac{A^{1/3}}{3.2^{1/3}}}}} \end{aligned} \tag{5.84}$$

avec

$$B = 4h^2R^2\left(\frac{F*R}{2\mu\dot{h}}-1\right) \tag{5.85}$$

et

$$A = 2h^6 + 27R^2(4R^2-5h^2)^2 + 72h^2B\sqrt{\left(2h^6+27R^2(4R^2-5h^2)^2+72h^2B\right)^2 - 4(h^4-12B)^3} \tag{5.86}$$

Bien que les valeurs du seuil d'écoulement et de β n'aient pas été utilisées pour le calcul de R_g, elles permettent de fournir, à partir de l'équation (5.87) une valeur d'initialisation pour le seuil de frottement :

$$K_p = \frac{K}{3}\left(-1+\frac{4}{\beta}+\frac{4(\beta-1)}{(2-2\beta+\beta^3)}\right) \tag{5.87}$$

Une première série de valeurs des paramètres μ, K, K_p et αK résulte de cette étape.

- Etapes 2 et 3 - Processus itératif.

L'intégration d'un processus itératif doit conduire à une estimation correcte des paramètres rhéologiques du matériau, du seuil de frottement et de la composante de frettage. L'objectif est de proposer à la fin du calcul itératif le tracé de la courbe d'écoulement et l'évolution du seuil de frottement en fonction de la vitesse de glissement moyenne au cours de l'essai ou de la contrainte normale. Pour cela, l'étape suivante consiste à utiliser l'expression analytique de la solution de l'écoulement glissant avec frottement du fluide de Bingham calculée au (5.4.4.5), à laquelle est ajoutée la composante de frettage. Cette relation devient dans le repère global F*(h/R) :

$$F^*=\left(-\frac{2\dot{h}R_g^{\,4}(1+5\beta)}{h^2R^3(\beta-1)^2(2+\beta)^2}+\frac{4\dot{h}R_g}{h^2(\beta-1)^2(2+\beta)}+\frac{(R-R_g)(4R-R_g)\dot{h}}{2R^3}\right)\mu+\left(\frac{2R_g^{\,2}(\sqrt{3}\beta h+R_g)}{R^3(\beta+2)}+\frac{2h(R-R_g)}{\sqrt{3}R^2}\right)K+\alpha K\frac{h}{R} \tag{5.88}$$

Une nouvelle estimation des paramètres associés à chaque configuration, c'est à dire chaque triplet de points de la courbe F*(h/R), est alors mise en œuvre. La résolution exploite le même triplet de points que précédemment, et s'effectue dans l'ordre suivant :

- Pour chacun des points du triplet, une nouvelle valeur de β est calculée à partir des valeurs d'initialisation de K et K_p, et de l'équation (5.55). Ceci permet de proposer une nouvelle valeur pour le rayon de glissement R_g.

- Dans l'expression (5.88) sont alors injectées les valeurs d'initialisation des paramètres μ, K, αK, et la valeur de R_g calculée précédemment.

- La résolution du nouveau système d'équations de trois équations à trois inconnues conduit à une nouvelle estimation de μ, K, et αK. Une nouvelle valeur de K_p est alors également obtenue à partir de (5.53).

- Ce processus « identification de β à partir des nouvelles valeurs de K et K_p, puis de R_g et finalement de μ, K, αK et K_p » (étape 2) est réitéré jusqu'à obtenir la convergence de la solution (étape 3) dont le critère est défini par l'utilisateur en fonction du nombre d'itérations, de la précision souhaitée sur la valeur de β et sur le calcul. Le choix de ce critère est confirmé par l'égalité des valeurs du rayon de glissement obtenues par les deux relations (5.53) et (5.54) à la fin du calcul itératif.

- Etape 4 - Calcul de la vitesse de déformation moyenne et de la vitesse de glissement moyenne.

L'expression de la vitesse de déformation moyenne du fluide de Bingham en écoulement glissant avec frottement est calculée à partir de l'expression dimensionnelle (2.29), de la loi de comportement du fluide de Bingham (3.45) et du taux de dissipation d'énergie associé à l'écoulement (5.89).

$$D_e = \int_V \sigma_{ij}^{(d)}.D_{ij}.dv - \int_S \tau_p.V_{rp}ds \tag{5.89}$$

Cette expression peut encore s'écrire :

$$D_e = -F\dot{h} - \int_S \tau_p.V_{rp}ds \tag{5.90}$$

L'utilisation de la relation (2.29), en considérant $V = \pi R^2 h$, donne alors :

$$\frac{D_e}{V} = \frac{-F\dot{h}}{\pi R^2 h} - \frac{1}{\pi R^2 h}\int_S \tau_p.V_{rp}ds = 2\left(2\mu + \frac{K}{\dot{\gamma}}\right)\dot{\gamma}^2 \tag{5.91}$$

En remarquant que $F* = -\frac{Fh}{\pi R^3}$, l'expression suivante est finalement obtenue :

$$F*\left(\frac{R}{h}\right)^2\left(\frac{\dot{h}}{R}\right) - \frac{1}{\pi R^2 h}\int_S \tau_p.V_{rp}ds = 2\left(2\mu + \frac{K}{\dot{\gamma}}\right)\dot{\gamma}^2 \tag{5.92}$$

Ainsi, en ne conservant que les termes prédominants, et en considérant h << R, l'expression définie par l'équation (5.93) est finalement obtenue :

$$\left[\frac{2K}{\sqrt{3}}\left(1-\frac{R_g}{R}\right)\left(\frac{h}{R}\right) + \left(\frac{1}{2}\left(1-\frac{R_g}{R}\right)\left(4-\frac{R_g}{R}\right)\frac{\dot{h}}{R} + \frac{\dot{h}}{R}\frac{R_g}{R}\left(\frac{R}{h}\right)^2\left(4-\left(\frac{R_g}{R}\right)^3\right)\frac{1}{(\beta-1)^2(2+\beta)}\right)\mu\right]\left(\frac{R}{h}\right)^2\left(\frac{\dot{h}}{R}\right)$$
$$-\frac{K_p}{3}\left(\frac{R}{h}\right)\left(1-\frac{R_g}{R}\right)^2\left(2+\frac{R_g}{R}\right) = 2\left(2\mu + \frac{K}{\dot{\gamma}}\right)\dot{\gamma}^2 \tag{5.93}$$

Remarque : la notation $\sqrt{\bar{I}_2} = \dot{\gamma}$ définie et utilisée dans le chapitre précédent est ici directement employée. Le calcul de la vitesse de glissement est détaillée dans la partie suivante.

Résoudre cette équation revient à établir les racines d'un polynôme du second degré en $\dot{\gamma}$. Seule la racine positive est conservée et définit la vitesse de déformation moyenne d'un fluide de Bingham en écoulement glissant avec frottement.

$$\dot{\gamma}=\frac{K}{\mu}\left(\frac{1}{2}\sqrt{\frac{1}{4}+\left(\frac{2\dot{h}\mu(R-R_g)}{\sqrt{3}RhK}-\frac{K_p\mu(R-R_g)^2(2R+R_g)}{3hK^2R^2}+\frac{3\dot{h}^2R_g\mu^2(4R^3-R_g{}^3)}{2K^2R^2h^4(\beta-1)^2(\beta+2)}+\frac{3\dot{h}^2\mu^2(R-R_g)(4R-R_g)}{4K^2R^2h^2}\right)}-\frac{1}{4}\right) \tag{5.94}$$

Cette expression converge vers la relation exprimant la vitesse de déformation moyenne d'un fluide de Bingham en écoulement adhérent lorsque l'on fait tendre R_g vers R.

$$\dot{\gamma}=\frac{K}{\mu}\left(\frac{1}{2}\sqrt{\frac{3\beta+8g}{12\beta}}-\frac{1}{4}\right) \tag{5.95}$$

Comme nous l'avons souligné dans la première partie de ce chapitre, la vitesse de glissement est calculée à partir de l'expression de la vitesse radiale dans la zone glissante exprimée au plateau. A titre de rappel, cette expression est la suivante :

$$V_r(r,z)=\frac{\dot{h}\left(-12R_gz^2+12hR_gz\beta+h^2\left(2r+R_g-3\left(r+R_g\right)\beta+\left(r-R_g\right)\beta^3\right)\right)}{2h^3(\beta-1)^2(\beta+2)} \tag{5.96}$$

Par conséquent, la substitution de z par h/2 et la simplification de l'expression (5.96) permet de formuler l'expression de la vitesse de glissement :

$$V_{rp}(r)=\frac{\dot{h}\left(r-R_g\right)}{2h} \tag{5.97}$$

Cette relation est bien évidemment valide pour r > R_g.

Le calcul de la vitesse de glissement moyenne, que nous noterons $\overline{V}_{rp}$, peut être abordé d'un point de vue énergétique ou géométrique. Dans le premier cas, il est lié au travail dû à la dissipation d'énergie par frottement dans la zone glissante. Dans le second cas, la vitesse de glissement moyenne se définit à partir de l'intégration sur la zone glissante de la vitesse de glissement rapportée à la surface en glissement avec frottement. Les deux solutions étant équivalentes, seule la seconde est développée et permet d'obtenir la relation suivante :

$$\overline{V}_{rp}=\frac{2}{\left(R^2-R_g{}^2\right)}\int_{R_g}^{R}V_{rp}rdr \tag{5.98}$$

Soit finalement,

$$\overline{V}_{rp}=\frac{\dot{h}}{6h}\frac{\left(R-R_g\right)\left(2R+R_g\right)}{\left(R+R_g\right)} \tag{5.99}$$

- Etape 5 - Tracé d'un point de la courbe d'écoulement et d'un point de la courbe de frottement.

La dernière étape de l'algorithme consiste à tracer un point de la courbe d'écoulement selon la relation (4.1) et un point de la courbe de frottement $\tau_p(\overline{V}_{rp})$ correspondant au triplet de points étudié. L'ensemble de ce traitement est alors appliqué à l'intégralité de la courbe caractéristique F*(h/R).
Cette analyse permet de déterminer simultanément, à chaque instant de l'essai, un couple de valeurs locales moyennes (μ, K) auquel est associé une valeur de vitesse de déformation moyenne, ainsi que la valeur locale du seuil de frottement K_p en fonction de la vitesse de glissement moyenne aux plateaux.

5.5.3 Restitution des résultats.

5.5.3.1 Traitement numérique et conditions particulières.

De façon analogue au cas adhérent, il est nécessaire d'une part d'assurer la stabilité du calcul, mais également de garantir la polyvalence de l'outil et sa convergence dans les cas limites visqueux et plastique mais aussi pour des conditions d'adhérence. Dans ce cas, la valeur du rayon de glissement doit égaler la valeur du rayon des plateaux, et le modèle doit fournir une valeur du seuil de frottement K_p telle que $K_p = \tau_p(R, h/2)$. Cette dernière éventualité permet ainsi une analyse correcte de l'essai même si celui-ci est envisagé comme glissant par l'utilisateur. Finalement, le calcul doit pouvoir être réalisé quelle que soit la valeur des paramètres μ, K, αK et K_p. Les conditions intégrées dans l'algorithme pour satisfaire ces exigences de calcul peuvent être décomposées en deux groupes distincts.

5.5.3.1.1 Conditions d'initialisation liées à l'étape préliminaire du calcul itératif.

- Si la courbure de la courbe caractéristique F*(h/R) est négative, la valeur de viscosité correspondant au triplet de points considérés est prise égale à la valeur de viscosité du triplet précédent. Cette condition nécessite l'introduction d'une valeur d'initialisation si la courbure est nulle au premier pas de calcul (par défaut cette valeur initiale est nulle).

- Si la valeur de seuil calculée pour le triplet considéré est négative, alors cette valeur est prise égale à la valeur du triplet précédent. Cette condition nécessite l'introduction d'une valeur de seuil d'initialisation si le calcul ne peut s'effectuer au premier pas. Cette valeur initiale de seuil est obtenue par une méthode globale (Lanos, 1993) en considérant qu'en début d'essai le fluide testé est parfaitement plastique.

- La valeur de seuil introduite est prise supérieure à une valeur seuil limite infiniment faible pour rendre toujours possible l'ensemble des calculs. Ainsi, si la valeur de seuil calculée est inférieure à la valeur de seuil minimale, le paramètre β est imposé nul (cas d'un fluide visqueux newtonien) et le rayon de glissement est calculé en conséquence.

- Les conditions relatives au calcul d'initialisation du rayon de glissement et du seuil de frottement ont été détaillées à l'étape 2 de l'algorithme de calcul.

5.5.3.1.2 Conditions de polyvalence du calcul itératif.

- Les cas limites visqueux et plastique, parfaitement adhérent ou glissant, sont dissociés à l'intérieur même du calcul itératif. Des conditions inhérentes à la valeur de β et celles de R_g ont ainsi été intégrées.

- La conséquence directe de la condition précédente est que le calcul doit pouvoir s'exécuter si le nombre d'inconnues est réduit ou si les conditions de signe sur les paramètres ne sont pas respectées. Ainsi, si tel est le cas, le calcul peut s'effectuer à partir d'un unique point ou d'un couple de points de la courbe caractéristique F*(h/R).

- Les remarques concernant le pas de calcul en $\Delta\left(\frac{h}{R}\right)$, qui ont été décrites au chapitre précédent, restent valides.

5.5.3.2 Exploitation graphique.

Pour conserver la simplicité et la convivialité de l'outil d'analyse, celui-ci est développé, comme dans le cas d'un écoulement adhérent, au moyen d'un tableur. Les données d'entrée restent identiques et sont constituées par les valeurs caractéristiques F*(h/R) et les paramètres géométriques de l'essai. En sortie, différentes courbes résultats sont proposées :

- La courbe d'écoulement équivalente τ en fonction de $\dot{\gamma}$ à la fin du calcul itératif. Cette courbe permet une exploitation globale du dépouillement des données ainsi qu'une caractérisation directe du fluide testé par visualisation de l'allure de la courbe d'écoulement. La détermination d'un type de loi de comportement et de ses paramètres est là encore envisageable par l'exploitation d'une courbe de régression par exemple.

- L'évolution des paramètres du modèle μ, K, αK et K_p en fonction de la vitesse de déformation moyenne qui permet une lecture locale de chacun de ces paramètres au cours de l'essai.

- L'évolution de K_p en fonction de la vitesse de glissement moyenne aux plateaux $\overline{V}_{rp}$, qui donne l'allure de la loi de frottement au cours de l'essai. Cette courbe peut être complétée par la courbe traduisant l'évolution de K_p en fonction de $\sigma_{zp}(R_g, h/2)$.

5.5.4 Validation de l'outil d'analyse de l'écoulement de compression de fluides viscoplastiques glissants avec frottement.

L'objectif de cette partie est de tester et valider l'algorithme de calcul développé pour analyser les écoulements de compression présentant des conditions de glissement avec frottement aux plateaux. Ceci est réalisé en exploitant, comme pour le cas d'écoulements adhérents, les données simulées de fluides modèles. Les cas d'un fluide visqueux newtonien, d'un fluide plastique, d'un fluide de Bingham et d'un fluide en loi puissance en écoulement adhérent sont d'abord envisagés. Puis, nous considèrerons le cas d'un fluide visqueux newtonien en écoulement parfaitement glissant puis partiellement glissant avec frottement.

5.5.4.1 Validation dans le cas d'écoulement simulés.

Les données simulées de compression dans le repère caractéristique F*(h/R) sont générées à partir des équations précédemment décrites au §4.4.1 dans le cas des écoulements adhérents, et au 3.2.3 pour le fluide visqueux newtonien parfaitement glissant. Les données simulées de compression du fluide visqueux newtonien en écoulement partiellement glissant avec frottement sont générées en utilisant les équations (5.81) et (5.82), et en imposant la valeur de la viscosité et du seuil de frottement K_p dans la zone en glissement. Comme au chapitre précédent, aucune composante de frettage n'est associée à ces solutions modèles pour générer les données simulées. Ces données sont ensuite traitées au moyen de l'algorithme de calcul. Les paramètres géométriques, ainsi que les valeurs des paramètres constitutifs de chacun des fluides modèles utilisés sont rassemblés dans le tableau 5.3. Dans tous les cas, l'évolution du rapport h/R décroît de 1 à 10^{-2} avec un intervalle de 10^{-3} entre chaque point.

	Fluides				
Paramètres constitutifs	Newtonien adhérent et parfaitement glissant	Plastique parfait	Loi puissance	Bingham	Newtonien partiellement glissant avec frottement
Viscosité ou viscosité plastique μ (Pa.s)	1			50	1
Consistance η ($Pa.s^n$)			2		
Index d'écoulement n			0.5		
Seuil de plasticité K (Pa)		100		100	
Seuil de frottement K_p (Pa)					1
$\dot{h}/R$ ($s.m^{-1}$)	1	1	1	1	1

Tableau 5.3 : Valeurs des paramètres géométriques et constitutifs utilisées pour les données simulées d'écoulement de compression adhérent et glissant.

Pour chacun des fluides envisagés, la courbe d'écoulement générée par l'outil de calcul donne une représentation caractéristique de son comportement. Les résultats sont là aussi obtenus sur une large gamme de vitesses de déformation moyenne. La modélisation de ces courbes d'écoulement par une courbe de régression permet d'identifier les valeurs des paramètres du comportement des différents fluides et de les confronter aux données initiales.

La figure 5.15 donne l'allure de la courbe d'écoulement du fluide visqueux newtonien en écoulement adhérent obtenue à l'aide de l'outil de calcul. Sa représentation correspond à une droite passant par l'origine, de pente 1, conformément à notre attente. Le rayon de glissement est systématiquement égal à R, ce qui se traduit par $K_p = \tau_p(R, h/2)$ quelle que soit la valeur de h/R.

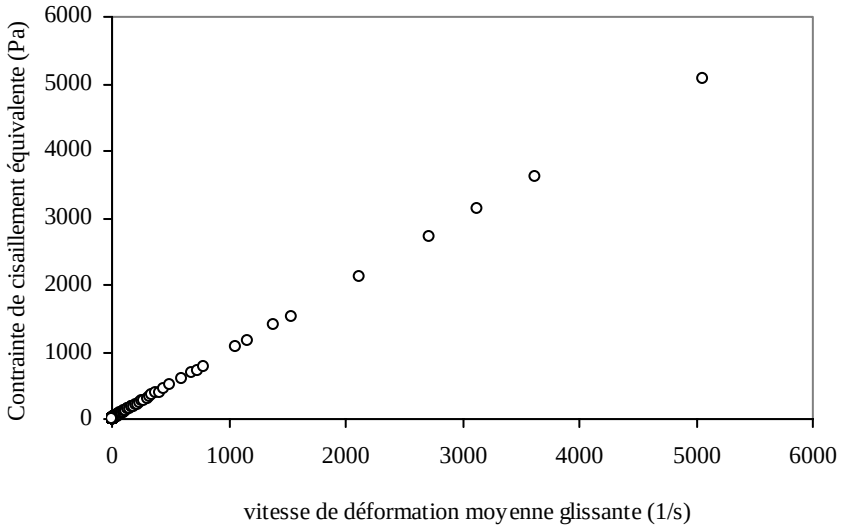


Figure 5.15 : Courbe d'écoulement du fluide visqueux newtonien simulé en écoulement adhérent (viscosité μ=1 Pa.s) générée par l'outil de calcul dédié aux fluides glissants avec frottement.

La courbe d'écoulement obtenue pour le fluide plastique parfait en écoulement adhérent est représentée sur la figure 5.16. C'est une droite parallèle à l'axe des vitesses de déformation moyenne caractéristique du comportement de ce fluide. Il est intéressant, dans ce cas, de comparer l'évolution du seuil de plasticité et du seuil de frottement. Comme le montrent les figures 5.17 et 5.18, ces deux paramètres sont constants et égaux. Ce résultat est conforme à la solution de l'écoulement de compression d'un fluide plastique parfait décrite au chapitre 3.

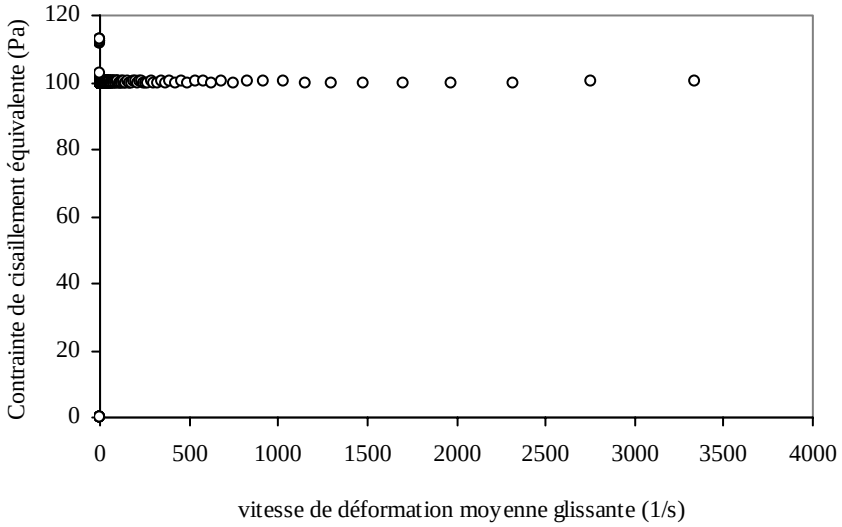


Figure 5.16 : Courbe d'écoulement équivalente du fluide plastique parfait simulé en écoulement adhérent (seuil de plasticité K=100 Pa.s) générée par l'outil de calcul dédié aux fluides glissants avec frottement.

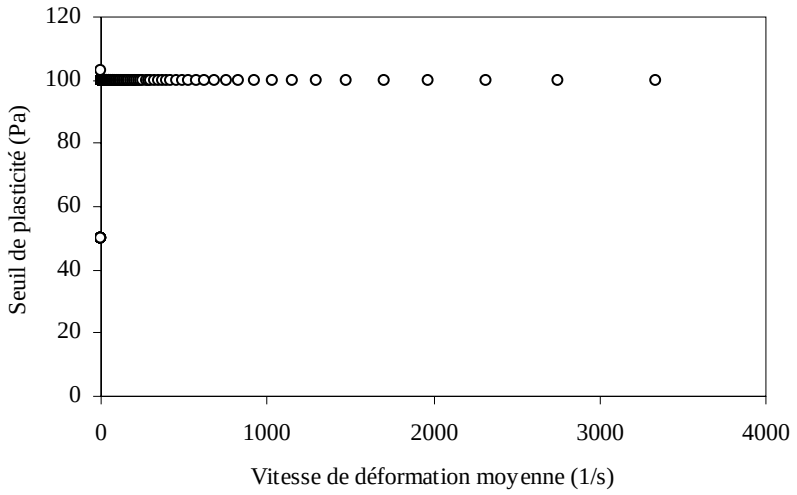


Figure 5.17 : Evolution du seuil de plasticité du fluide plastique parfait simulé en écoulement adhérent générée par l'outil de calcul dédié aux fluides glissants avec frottement.

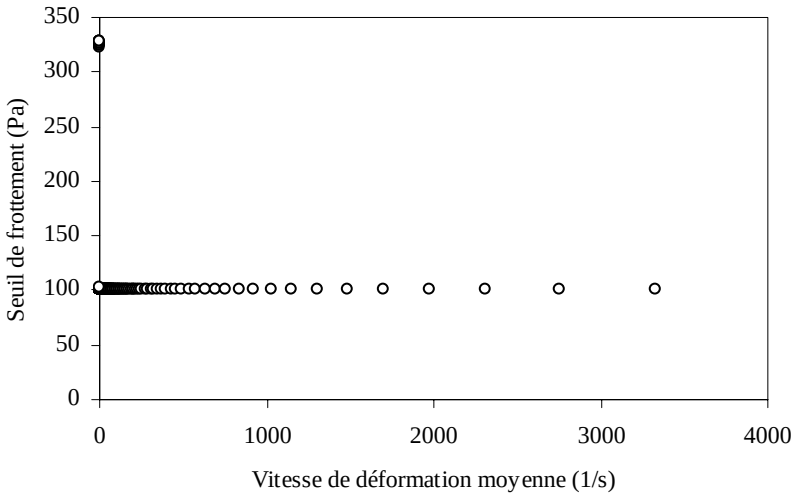


Figure 5.18 : Evolution du seuil de frottement du fluide plastique parfait simulé en écoulement adhérent générée par l'outil de calcul dédié aux fluides glissants avec frottement.

Les courbes d'écoulement correspondant aux cas du fluide en loi puissance et du fluide de Bingham sont présentées, respectivement, par les figures 5.19 et 5.20. Leur allure est ici encore caractéristique du comportement du fluide. Dans un repère bilogarithmique, la courbe représentative du fluide en loi puissance est une droite dont la pente dépend de l'index d'écoulement. Le fluide de Bingham est bien représenté quant à lui par une droite dont l'ordonnée à l'origine est non nulle. Les valeurs des paramètres du comportement associés à ces courbes et estimées par régression sont présentées dans le tableau 5.4.

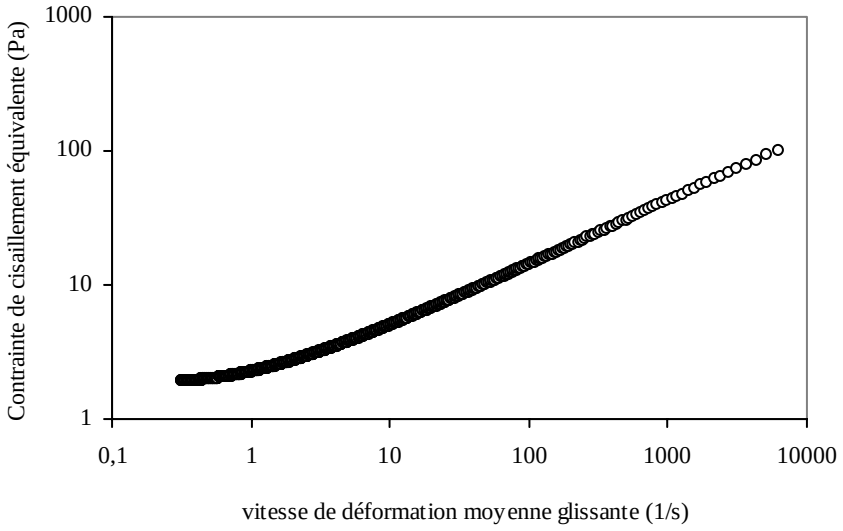


Figure 5.19 : Courbe d'écoulement du fluide visqueux en loi puissance simulé en écoulement adhérent (n = 0,5; consistance η = 2 Pa.s^n) générée par l'outil de calcul dédié aux fluides glissants avec frottement.

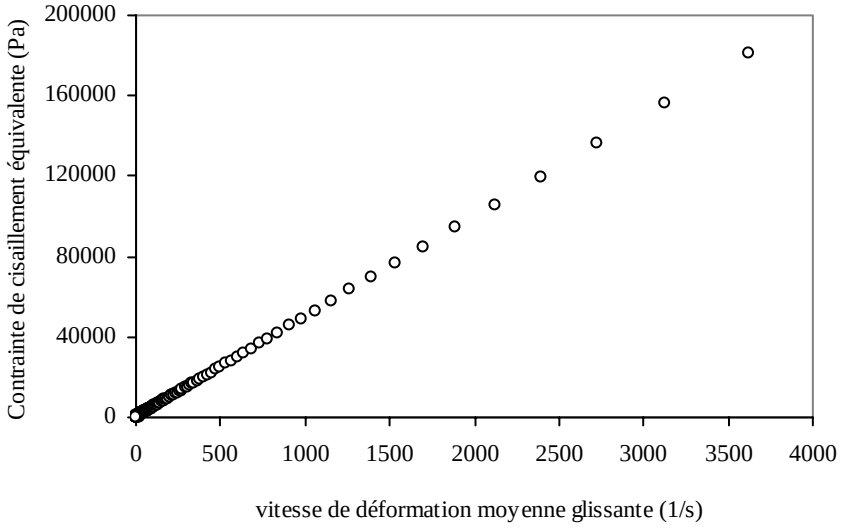


Figure 5.20 : Courbe d'écoulement du fluide de Bingham simulé en écoulement adhérent (viscosité plastique μ=50 Pa.s et seuil de plasticité K=100 Pa) générée par l'outil de calcul dédié aux fluides glissants avec frottement.

Comme le montre la figure 5.21, l'outil de calcul permet au moyen de la courbe d'écoulement, dans le cas du fluide visqueux newtonien parfaitement glissant de fournir une représentation caractéristique du comportement rhéologique de ce fluide. Exception faite de la viscosité, l'outil de calcul affecte des valeurs nulles pour les autres paramètres (K, K_p, R_g) quelle que soit la valeur de h/R. Ceci correspond bien aux résultats attendus du modèle.

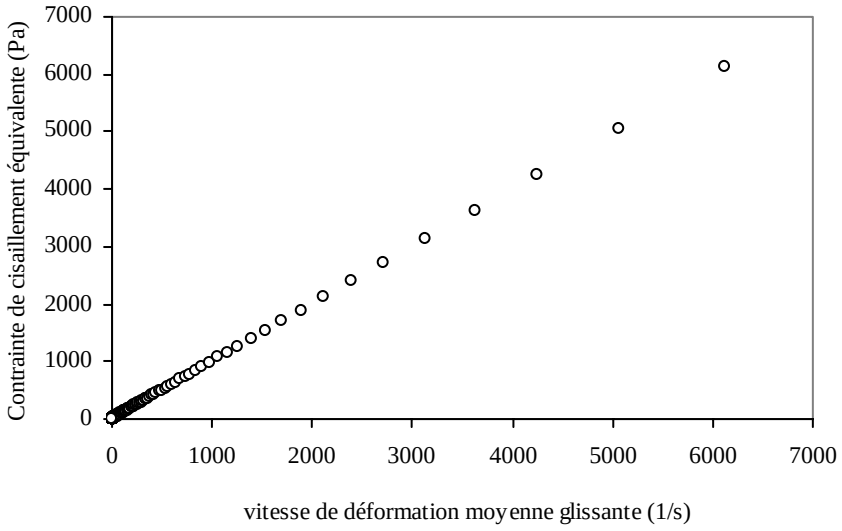


Figure 5.21 : Courbe d'écoulement du fluide visqueux newtonien simulé en écoulement parfaitement glissant (viscosité μ=1 Pa.s) générée par l'outil de calcul dédié aux fluides glissants avec frottement.

Le dernier cas envisagé concerne le fluide visqueux newtonien partiellement glissant avec frottement. La courbe d'écoulement obtenue à partir de l'outil de calcul est décrite par la figure 5.22. Cette courbe est ici aussi caractéristique d'un fluide visqueux newtonien. L'évolution du seuil de frottement au cours de l'essai est donnée par les figure 5.23 et 5.24 en fonction respectivement de la vitesse de déformation moyenne et de la vitesse de glissement moyenne. Ces figures permettent de retrouver une valeur du seuil de frottement au cours de l'essai proche de la valeur initiale utilisée (K_p = 1) et d'autre part une valeur qui reste constante pendant la compression.

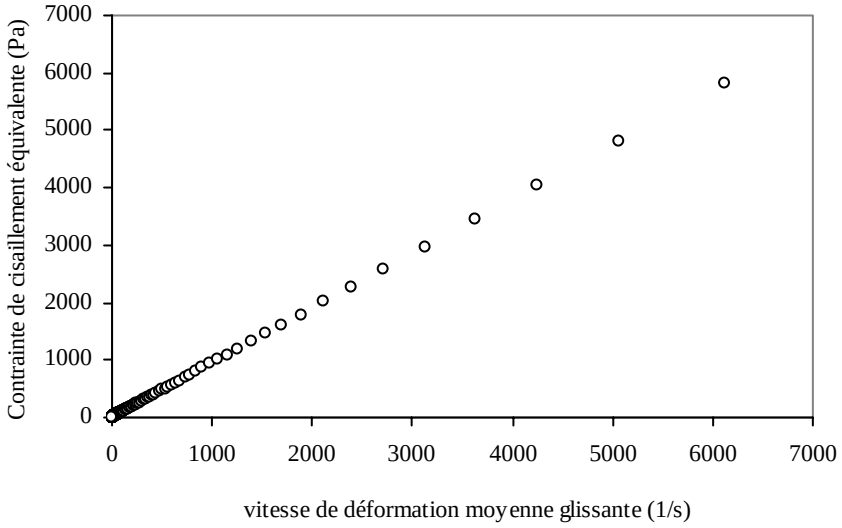


Figure 5.22 : Courbe d'écoulement du fluide visqueux newtonien simulé en écoulement partiellement glissant avec frottement (viscosité μ=1 Pa.s, seuil de frottement K_p=1 Pa) générée par l'outil de calcul dédié aux fluides glissants avec frottement.

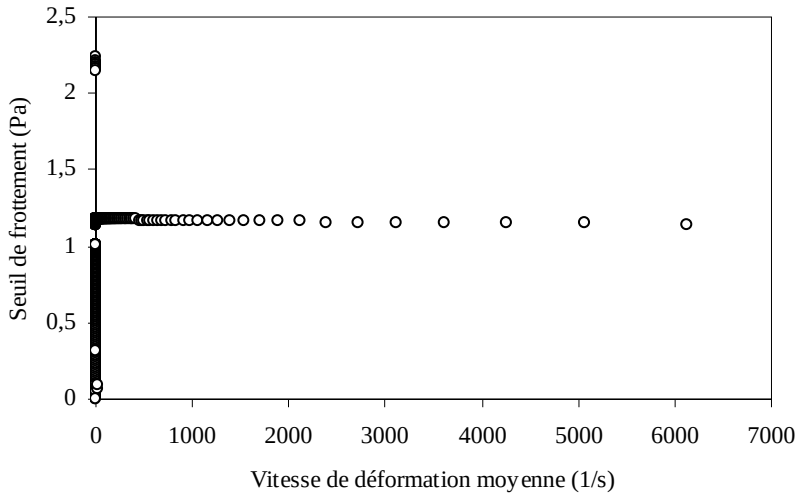


Figure 5.23 : Evolution du seuil de frottement du fluide visqueux newtonien simulé en écoulement partiellement glissant avec frottement (viscosité μ=1 Pa.s, seuil de frottement K_p=1 Pa) en fonction de la vitesse de déformation moyenne générée par l'outil de calcul dédié aux fluides glissants avec frottement.

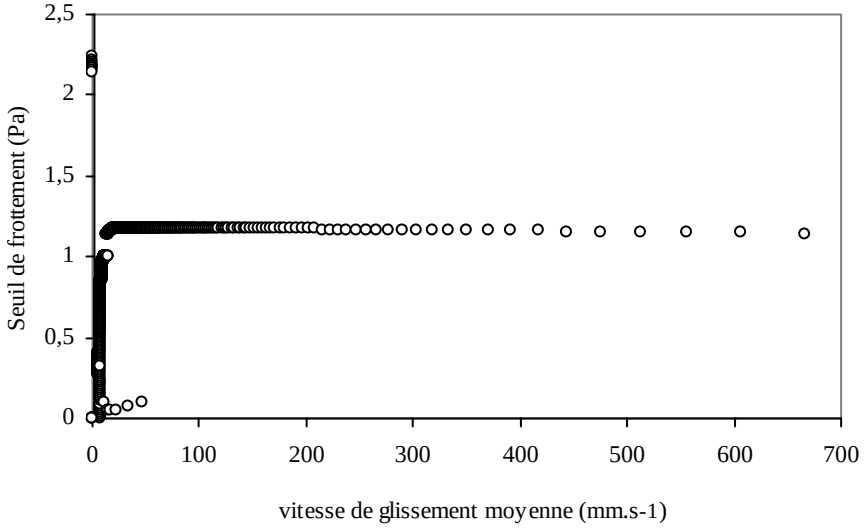


Figure 5.24 : Evolution du seuil de frottement du fluide visqueux newtonien simulé en écoulement partiellement glissant avec frottement (viscosité μ=1 Pa.s, seuil de frottement K_p=1 Pa) en fonction de la vitesse de glissement moyenne générée par l'outil de calcul dédié aux fluides glissants avec frottement.

L'ensemble des paramètres obtenus par la modélisation des courbes d'écoulement des différents fluides testés est consigné dans le tableau 5.4. La confrontation de ces paramètres avec ceux utilisés pour générer les données simulées de compression permettent d'établir les conclusions suivantes.

Dans le cas du fluide visqueux newtonien en écoulement adhérent ou parfaitement glissant, ainsi que celui du fluide plastique parfait, la concordance est parfaite. Ceci se justifie par l'intégration de ces cas limites au sein même du calcul itératif, comme nous l'avons décrit au §5.5.3.1. Dans le cas du fluide de Bingham, la valeur de viscosité identifiée est correcte.

En ce qui concerne la valeur du seuil de plasticité, un écart de 8 % est noté. Un écart légèrement plus important, de l'ordre de 9 % pour la valeur de consistance, apparaît pour le fluide visqueux en loi puissance. Ceci peut également s'expliquer par la forme approchée de l'expression de l'effort de compression qui a été utilisée pour simuler les valeurs expérimentales de ce fluide. Dans le cas du fluide visqueux newtonien en écoulement partiellement glissant avec frottement, la valeur de viscosité identifiée est inférieure de 5 % à la valeur utilisée pour simuler les données de compression. Un écart plus important est atteint pour la valeur du seuil de frottement, qui reste cependant constante au cours du traitement.

	Fluides				
Paramètres constitutifs	Newtonien adhérent et parfaitement glissant	Plastique parfait	Loi puissance	Bingham	Newtonien partiellement glissant avec frottement
Viscosité ou viscosité plastique μ (Pa.s)	1			49.97	0.95
Consistance η ($Pa.s^n$)			1.82		
Index d'écoulement n			0.471		
Seuil de plasticité K (Pa)		100		108.35	
Seuil de frottement Kp (Pa)					1.17
Coefficient de régression R^2	1	1	0.99	1	1

Tableau 5.4 : Valeurs des paramètres constitutifs identifiés par régression des courbes d'écoulement obtenues à partir des données simulées d'écoulement de compression.

5.5.4.2 Remarques complémentaires.

Il est important de noter d'autre part, que dans le cas des fluides en écoulement adhérent, les valeurs du rayon de glissement obtenues par les équations (5.53) et (5.54) convergent simultanément vers la valeur du rayon des plateaux à la fin du calcul. La convergence de la vitesse de déformation moyenne calculée pour un écoulement glissant avec frottement vers la valeur de la vitesse de déformation moyenne d'un écoulement adhérent est également assurée. De même, dans le cas du fluide visqueux newtonien parfaitement glissant, la valeur du rayon de glissement est nulle quelle que soit la valeur de h/R. Dans le cas du fluide visqueux newtonien en écoulement partiellement glissant avec frottement, l'évaluation du rayon de glissement, dont les valeurs estimées à partir des équations (5.53) et (5.54) coïncident à chaque instant de l'essai, permet le calcul de la vitesse de glissement moyenne.

Les solutions modèles exploitées pour simuler les données de compression n'intègrent pas la contribution de la part émergente du fluide en écoulement (paramètre de frettage αK). L'évolution du paramètre traduisant cette contribution apparaît par conséquent systématiquement nulle ou négligeable à la fin du calcul.

Comme nous l'avons montré au chapitre 4, l'étude de données de compression avec une composante de frettage non constante et évoluant en fonction de h/R nécessite l'intégration d'une méthode de correction. La méthode développée précédemment reste applicable dans le cas de l'outil de calcul dédié aux écoulements glissants avec frottement.

Les remarques relatives à l'effet du bruit sur le signal expérimental, qui ont été mises en évidence au chapitre précédent, restent valides. D'une façon identique, l'analyse des données d'essai de compression de fluides en écoulement glissant avec frottement devra être réalisée avec différents pas de calcul $\Delta\left(\frac{h}{R}\right)$ et différentes vitesses de compression.

5.6 Conclusions du chapitre.

Nous avons proposé en introduction de ce chapitre, une typologie spécifique d'écoulement glissant. A la surface des plateaux, l'écoulement présente deux régimes distinct d'écoulement : une partie centrale adhérente et une partie adjacente qui présente des conditions de glissement. Cette modélisation a été proposée à partir de résultats expérimentaux et couplée au modèle bi-zone à frontière plane. Par conséquent, en présence d'une loi de comportement de type Bingham et pour des conditions de frottement imposées, un champ de vitesses radiales a été calculé dans la zone glissante avec frottement. De ce champ de vitesses radiales a été déduit un champ de vitesses axiales par l'écriture de la conservation de la masse et en exploitant les conditions aux limites, les conditions de symétrie et de continuité du problème.
Cette étape a permis ensuite de proposer une solution de l'effort de compression d'un fluide de Bingham selon le modèle proposé d'écoulement glissant avec frottement. Initialement calculée par l'intégration du champ de pression et du déviateur des contraintes au plateau, certaines hypothèses ont été nécessaires afin d'obtenir une forme analytique de cette solution. Pour enrichir cette solution, une étude plus précise des contributions énergétiques mises en jeu au cours de la compression a été réalisée.
Ceci a permis le développement d'un outil de calcul, bâti sur le même principe que celui dédié aux écoulement adhérents. Un tel outil s'est révélé apte à déterminer la courbe d'écoulement de fluides modèles pour des conditions d'adhérence, de glissement parfait et de glissement partiel avec frottement aux plateaux en fonction d'une vitesse de déformation moyenne appropriée. Dans le dernier cas, l'outil de calcul permet de retrouver également l'évolution de la loi de frottement en fonction de la vitesse de glissement moyenne.

Des méthodes d'analyse de l'écoulement de compression pour des conditions de glissement avec frottement et d'adhérence aux plateaux ont été développées au cours de ce chapitre et du précédent. Elles permettent d'envisager la caractérisation de différents fluides à seuil dont la compression sera réalisée à partir d'un analyseur de texture modifié de façon à reproduire une géométrie d'écoulement de compression. La description, l'étalonnage et l'optimisation d'un tel outil expérimental sont exposés dans le prochain chapitre.

Chapitre 6 - Outil expérimental dédié à l'étude.

6.1 De l'analyseur de texture au rhéomètre de compression.

6.1.1 Introduction.

L'analyseur de texture est un appareil commercial courant. Couplés à la gamme de sondes proposées par les constructeurs, ils permettent d'évaluer les réponses mécaniques liées à la surface ou à la structure interne des matériaux testés. De tels résultats ne sont pas indépendants du type de sonde utilisée et sont essentiellement comparatifs. Dans l'industrie alimentaire, ce type d'étude est complétée par des analyses physico-chimiques et calorimétriques. Elles sont ensuite souvent confrontées aux informations d'analyse sensorielle fournies par un panel d'experts.
Les analyseurs de texture sont principalement utilisés en développement de produits et en contrôle de qualité (Barnes, 1995). Dans cette étude, nous envisageons d'adapter une géométrie d'écoulement de compression sur ce type d'appareil. Ce choix est motivé par deux raisons principales : d'une part, par le faible coût d'investissement et la simplicité d'utilisation de ce type d'appareil. D'autre part, leur présence dans les industries agroalimentaires et cosmétiques est plus répandue que celle des presses de grandes capacités utilisées dans les industries métallurgiques et du génie civil.
Le but de ce chapitre est donc d'évaluer le potentiel que présente un analyseur de texture pour être utilisé comme rhéomètre de compression. De façon à étudier le comportement rhéologique de différents matériaux au moyen de cet appareil modifié, une étude critique et complète de l'appareil et de ses performances est nécessaire dans un premier temps. Ceci est réalisé et commenté dans la suite de ce chapitre. L'exploitation de cet appareil associée aux méthodes de dépouillement des résultats proposées dans les chapitres précédents fait l'objet du prochain chapitre de ce mémoire.

6.1.2 Description de l'appareil.

L'étude est basée sur l'analyseur de texture TA-XT2i distribué par Stable Micro System®. Une vue schématique de l'appareil est donnée par la figure 6.1. Le capteur d'effort à jauges de déformation est placé dans le bras mobile. La capacité est de 25 kg, la précision de 1g (données constructeur). Le bras mobile, monté en porte à faux, se déplace verticalement le long d'une colonne de guidage. Son déplacement est réalisé à l'aide d'un système vis-écrou à filet sphérique (vis à bille) relié à un moteur pas à pas par une courroie crantée. La modulation de la vitesse de déplacement est obtenue par la modification de la vitesse de rotation de la vis. Le déplacement du bras est limité et sécurisé par deux capteurs de fin de course. Les caractéristiques techniques, détaillées dans le guide d'utilisation de l'appareil (Stable Micro System, 1997) sont les suivantes :

Dimension de la plate-forme d'essai :	280 mm * 395 mm
Hauteur de la plate-forme d'essai :	660 mm
Poids total :	20 kg
Alimentation :	220V 50 Hz
Fixation d'une géométrie de mesure sur le bras mobile pour un diamètre taraudé	M6
Capacité de la tête de mesure :	***25 kg sensibilité 1g***
Capacité de déplacement :	0,1 mm à 250 mm

Résolution en déplacement :	0,0025 mm
Capacité en vitesse :	0,1 à 10 mm/s
Durée d'un essai :	0,1 à 999999 s

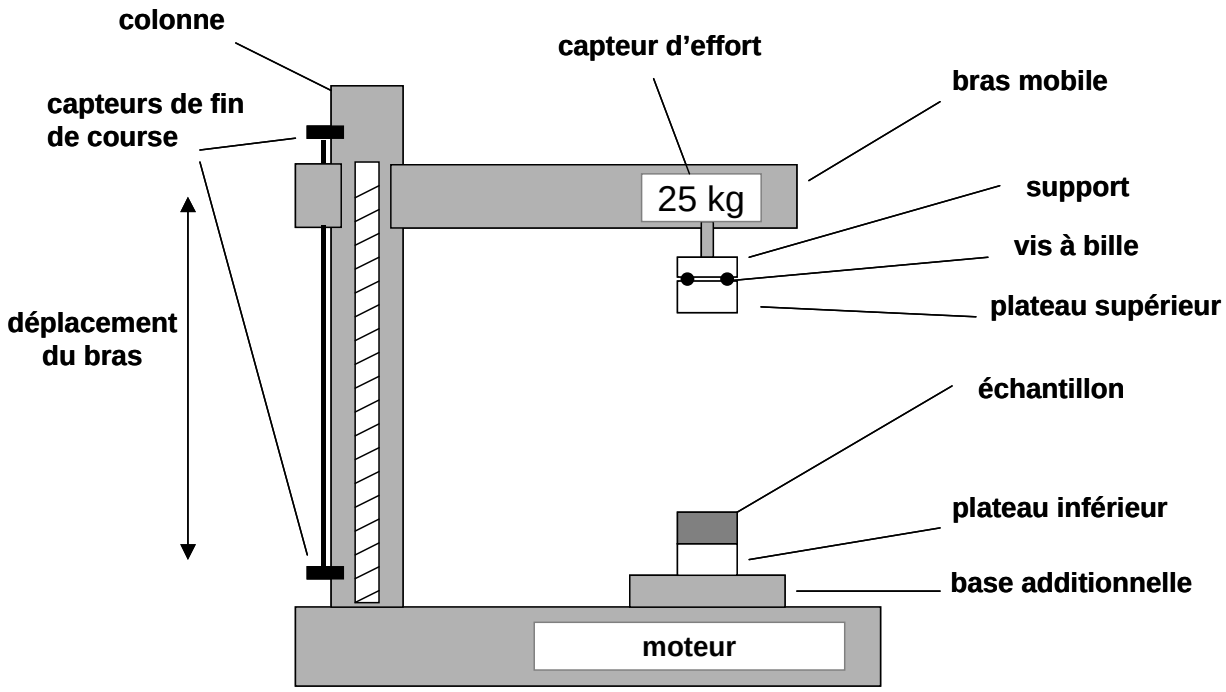


Figure 6.1 : Vue schématique de l'analyseur de texture TA-XT2i de Stable Micro System® adapté pour reproduire une géométrie d'écoulement de compression. Le plan de travail original est modifié par une base additionnelle sur laquelle est fixé le plateau inférieur.

La chaîne d'essai est complétée par un micro-ordinateur équipé d'une carte d'acquisition et d'un logiciel spécifique de pilotage du système (Texture Expert Exceed©). Comme pour la plupart des équipements récents, ce logiciel permet à l'utilisateur de contrôler l'analyseur de texture, de configurer et d'analyser différents types de tests.

Comme le montre la figure 6.1, le plan de travail original de l'analyseur de texture est modifié par une base additionnelle de façon à symétriser l'appareil. Cette base permet en effet de supporter le plateau inférieur. Sa conception est telle qu'elle garantit une installation simple et rapide des différentes géométrie d'essais. La base additionnelle et les plateaux sont conçus en acier.
Ce type d'analyseur de texture a déjà été utilisé par Hoffner et al (1997) pour tester des fluides alimentaires. La géométrie d'essai utilisée par ces auteurs diffère de la nôtre, puisque le plateau inférieur est remplacé par un récipient. Comme nous l'avons mentionné en introduction, cette géométrie créée des effets de bord supplémentaires qui compliquent l'analyse des données expérimentales (Campanella et Peleg, 2002).

6.1.3 Etalonnage du système.

6.1.3.1 Capteur d'effort.

6.1.3.1.1 Principe de fonctionnement.

Comme le préconise le fabricant, le calibrage du capteur d'effort doit être réalisée en plaçant, dans le cas d'un capteur d'effort d'une capacité de 25 kg, une masse de 5 kg sur la plate-forme de calibrage située sur la partie supérieure du bras mobile. Cette procédure doit être réalisée pour chaque géométrie de mesure.
La mesure de l'effort est basée sur le contrôle de la déformation d'un profil complexe au moyen de jauges de déformation (figure 6.2)

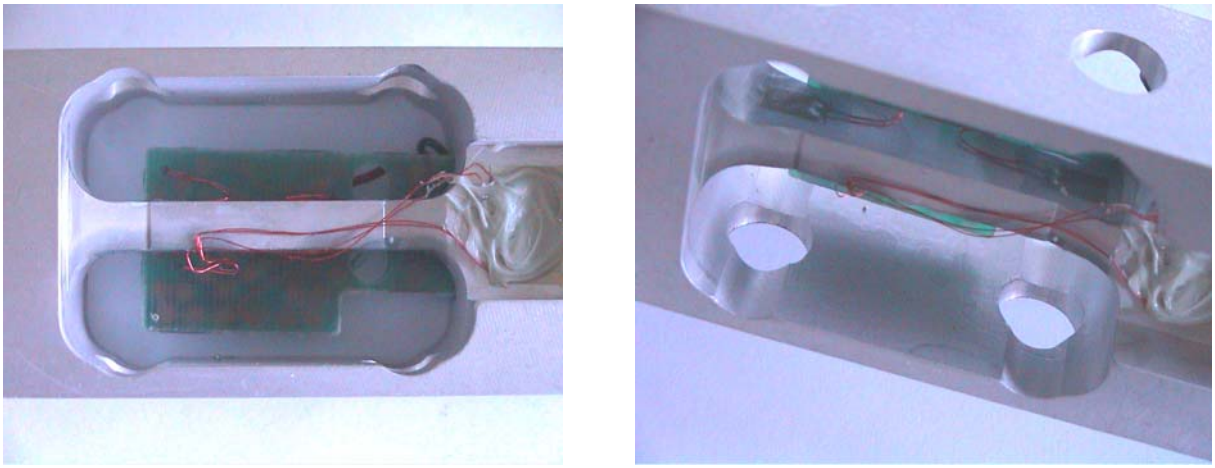


Figure 6.2 : Structure du capteur d'effort et implantation des jauges de déformation.

La structure et le principe de fonctionnement d'une jauge de déformation sont les suivants (Bellet et Barrau, 1990). Une jauge de déformation est constituée d'une « grille » fabriquée avec un fil électrique et d'un support très fin (figure 6.3). Ce capteur est collé en un point de la structure où l'on souhaite déterminer la valeur d'une composante du tenseur des contraintes. Si le collage est correct, le capteur se déforme comme la structure. La mesure de la variation de résistance du fil, à partir d'un pont de Wheastone, permet alors d'accéder à la valeur de l'allongement relatif de la structure à une direction parallèle au fil de jauge. Comme le montre la figure 6.2, une telle mesure est réalisée pour trois directions différentes, grâce à une rosette, et permet ainsi de déterminer le tenseur des déformations. La loi de comportement du matériau permet finalement de déterminer le tenseur des contraintes. Dans le cas présent, la loi de comportement est considérée comme élastique linéaire.
Le choix technologique de jauges de déformation pour équiper le capteur d'effort est ici satisfaisant du fait de la faible gamme de vitesse de compression de l'appareil. Ceci permet une adaptation correcte du temps de réponse du capteur vis à vis de la vitesse d'essai.

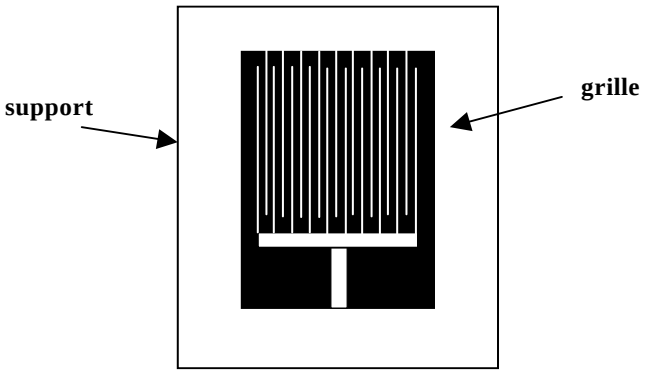


Figure 6.3 : Schématisation d'une jauge de déformation.

6.1.3.1.2 Etalonnage.

L'étalonnage de l'instrumentation consiste à vérifier la loi de passage entre la tension délivrée par le capteur et la grandeur physique, l'hystérésis et la reproductibilité de la mesure. De façon à étalonner le capteur d'effort, une pesée répétée de masses marquées (5, 10, 100, 1000 g) est réalisée par des étapes de chargements et déchargements du capteur d'effort. Les variations enregistrées conduisent aux résultats suivants. La procédure d'étalonnage du capteur d'effort permet de déterminer la courbe d'étalonnage, comme le montre l'équation 6.1 et la figure 6.4. Cependant, les tests de reproductibilité réalisés dans la gamme 5-1000 g montrent que l'erreur associée à cette mesure peut seulement être négligée au delà de 100g (figure 6.5).

$$\text{masse}_{\text{réelle}} = 0{,}9987 * \text{masse}_{\text{lue}} + 1{,}3455 \quad (g) \qquad (6.1)$$

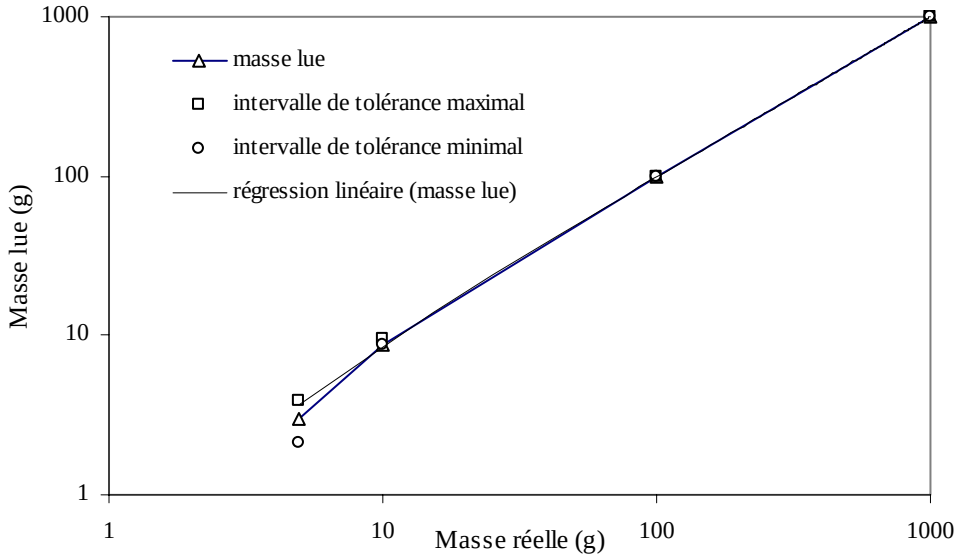


Figure 6.4 : Etalonnage du capteur d'effort.

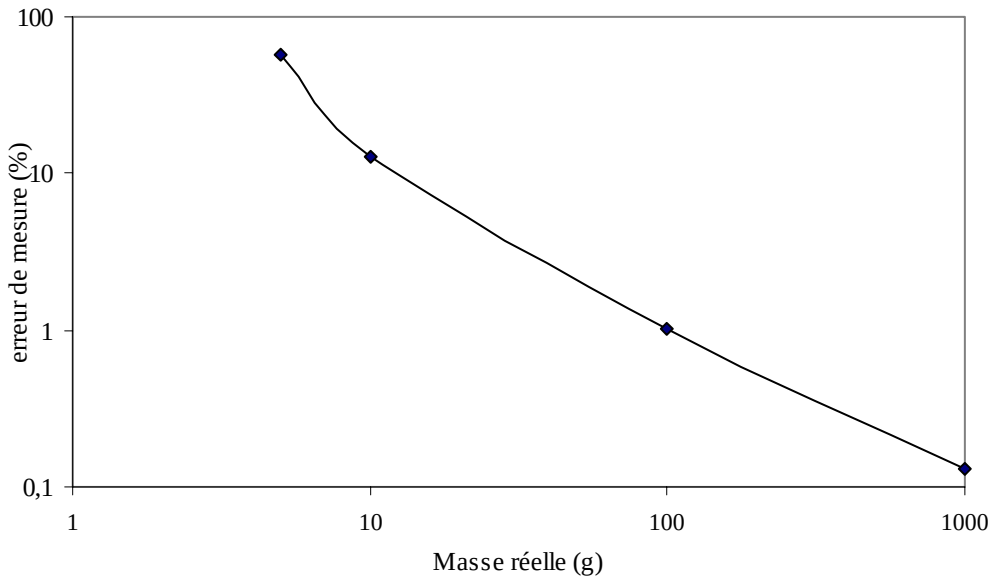


Figure 6.5 : Etalonnage du capteur d'effort – erreur sur la valeur d'effort enregistrée.

En pratique, l'utilisateur conditionne l'acquisition des données de l'analyseur de texture pour une valeur d'effort minimale. Cette valeur d'effort correspond à la détection d'un contact entre la sonde (ici le plateau supérieur) et le matériau testé. Les résultats liés à l'étalonnage du capteur d'effort nécessitent de réviser cette valeur minimale, qui par défaut est fixée à 5 g, et qui est généralement utilisée pour déterminer la position relative des plateaux mais également l'origine en déplacement.
Par conséquent, les résultats obtenus nous ont amené à réviser cette valeur minimale d'effort, et nous préconisons une valeur égale à 100 g. En effet, comme nous l'avons mentionné, avec cette valeur l'erreur de mesure est inférieure à 1% et nous allons montrer ci-après qu'à cette condition d'effort correspond une déformation faible du bâti de l'appareil.

6.1.3.2 Déplacement.

Le déplacement du bras mobile de l'analyseur de texture est contrôlé par un système vis-écrou à filet sphérique piloté et contrôlé au moyen d'un moteur pas à pas. La référence et les caractéristiques de ce moteur qui entraîne la courroie permettant le déplacement du bras sont les suivantes.

Moteur pas à pas Mc Lennan - Pt n°23HS108MK2,
1,8 degré par pas, 400 pas = 1 tour, 1 tour = 1 mm.

La mesure répétée d'une distance de consigne est réalisée et contrôlée par un comparateur avec une précision de 10^{-2} mm. Les variations électriques induites sont enregistrées. Les résultats montrent que le type de plateau et la vitesse de compression n'ont pas d'influence sur la qualité de la mesure. Ainsi en terme de consigne de déplacement, les instructions données à l'appareil sont fiables et respectées au 100ème de millimètres. L'étude statistique et fréquentielle du signal de déplacement, développée en annexe 2, montre que l'erreur associée à la vitesse d'essai est du même ordre de grandeur. Cette analyse met cependant en évidence une phase d'accélération et de décélération du bras mobile dont il convient de tenir compte lors de l'analyse d'un essai de compression.

6.1.3.3 Déformation du bâti de l'appareil.

Comme nous avons pu le constater dans les chapitres précédents, la hauteur de l'échantillon est un paramètre sensible et sa valeur doit être connue avec exactitude afin d'interpréter correctement les données d'essais d'écoulement de compression. Du fait de la solution technique adoptée pour la conception de cette version de l'analyseur de texture (figure 6.1), en particulier le montage du bras mobile en porte à faux sur la colonne de guidage, la déformation du bâti doit être corrigée sur la gamme accessible du capteur d'effort. Dans ce but, la déformation totale de l'appareil en fonction de la charge appliquée est déterminée en réalisant un essai de compression à vide (sans échantillon). Les plateaux sont mis au contact et le déplacement apparent du plateau supérieur est enregistré jusqu'à ce que l'effort maximal admissible soit atteint. La vitesse de compression ainsi que le type de plateau utilisés sont identiques à ceux d'un essai réel. On peut, de cette manière, estimer la hauteur réelle de l'échantillon au cours d'un essai. Pour un effort de compression donné, *F*, la hauteur réelle d'un échantillon peut être obtenue par la relation suivante :

$$h_{\text{réelle}} = h_{\text{mesurée}} - h_{\text{déformation}}(F) \quad (\text{mm}) \qquad (6.2)$$

avec $h_{\text{mesurée}}$ la hauteur mesurée durant un essai de compression et $h_{\text{déformation}}(F)$ la déformation de l'instrument correspondant à la charge appliquée.

La figure 6.6 montre que pour une charge appliquée voisine de la capacité maximale du capteur d'effort, la déformation de l'instrument est proche de 1mm. Cette valeur est réduite de moitié pour la version de l'analyseur de texture à double colonne (TA-HDi). Ce type de correction ne peut être automatisé par le logiciel couplé à l'analyseur de texture, mais ceci peut être réalisé à posteriori dans la phase de traitement des données de compression.

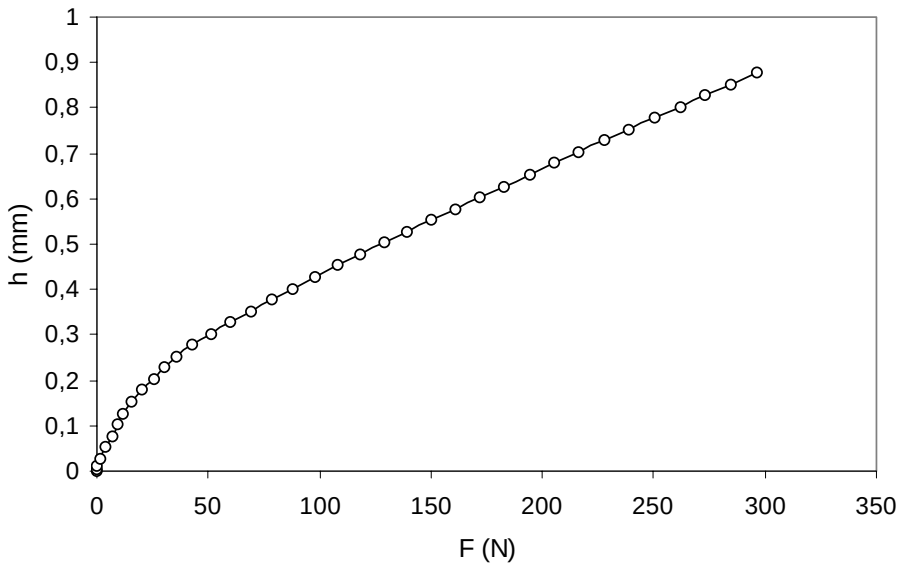


Figure 6.6 : Courbe d'essai à vide – évaluation de la déformation de l'appareil ($\dot{h}$ = 1mm.s^{-1}, R = 25 mm, plateaux striés).

6.1.3.4 Parallélisme des plateaux.

Le parallélisme des plateaux est nécessaire pour assurer la symétrie radiale induite par la géométrie de l'écoulement de compression. Un défaut de parallélisme provoque l'écoulement dans une direction préférentielle et ne permet plus l'identification correcte des propriétés rhéologiques du fluide testé puisque la géométrie d'essai évolue au cours du temps (Adams et al, 1994). Pour s'affranchir de ce problème, la partie supérieure de la géométrie d'essai est conçue en deux éléments. Le premier élément est vissé sur le capteur d'effort. Cet élément sert de support au plateau supérieur dont l'orientation est réalisée par trois vis à contact sphérique disposées à 120 degrés. La liaison entre ces deux éléments est finalement assurée par trois vis M6 à tête hexagonale (voir figure 6.7). Toutefois, cette précaution peut s'avérer incomplète à cause de la flexibilité du bras mobile, qui peut engendrer au cours de l'essai, un défaut de parallélisme. Par conséquent, le parallélisme des plateaux doit également être vérifié en phase d'essai.

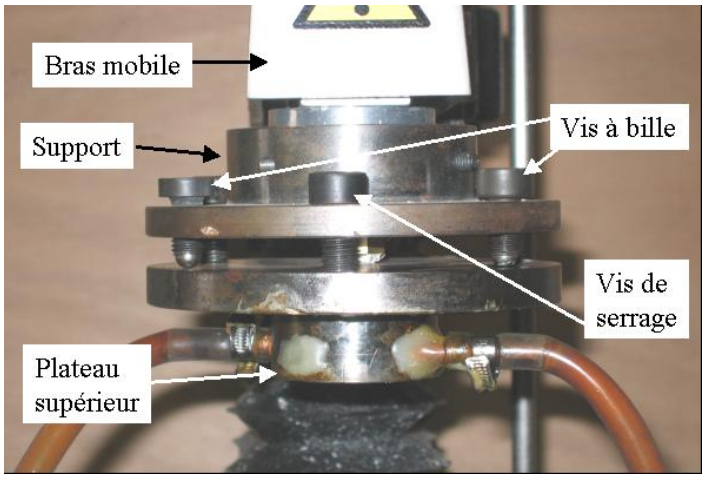


Figure 6.7 : Système assurant le parallélisme des plateaux.

Le dispositif expérimental développé à cet effet est décrit par la figure 6.8. Ce dispositif comprend quatre capteurs d'effort miniatures (ELW B1 Entran 0-1000N) disposés à 90 degrés sur un plateau de 50 mm de rayon. Ces capteurs à jauges semi-conductrices fonctionnent principalement en compression et agissent comme des ressorts. Leur raideur est assumée constante et correspond à un déplacement de 0,013 mm pour un effort de 1000 N (données constructeur). Ils sont reliés à un boîtier d'alimentation et d'amplification MSC6 Entran. Les signaux délivrés par les capteurs sont enregistrées au moyen d'une station d'acquisition (Schlumberger SI 3535F) puis stockés sur un micro-ordinateur. La fréquence d'échantillonnage est de 4,5 Hz.
Le positionnement des capteurs est tel que deux d'entre eux sont confondus avec l'axe de symétrie du bras mobile de l'analyseur de texture (leur position est désignée par F1 et F3 sur la figure 6.8). Cet alignement constitue la direction la plus sensible, car du fait de la conception de l'appareil, ces deux capteurs subissent au cours de l'essai les plus grands écarts d'effort. Dans la mesure où le montage est correctement réalisé, les deux autres capteurs (F2 et F4) placé suivant un axe perpendiculaire à cette direction privilégiée doivent délivrer une réponse identique.

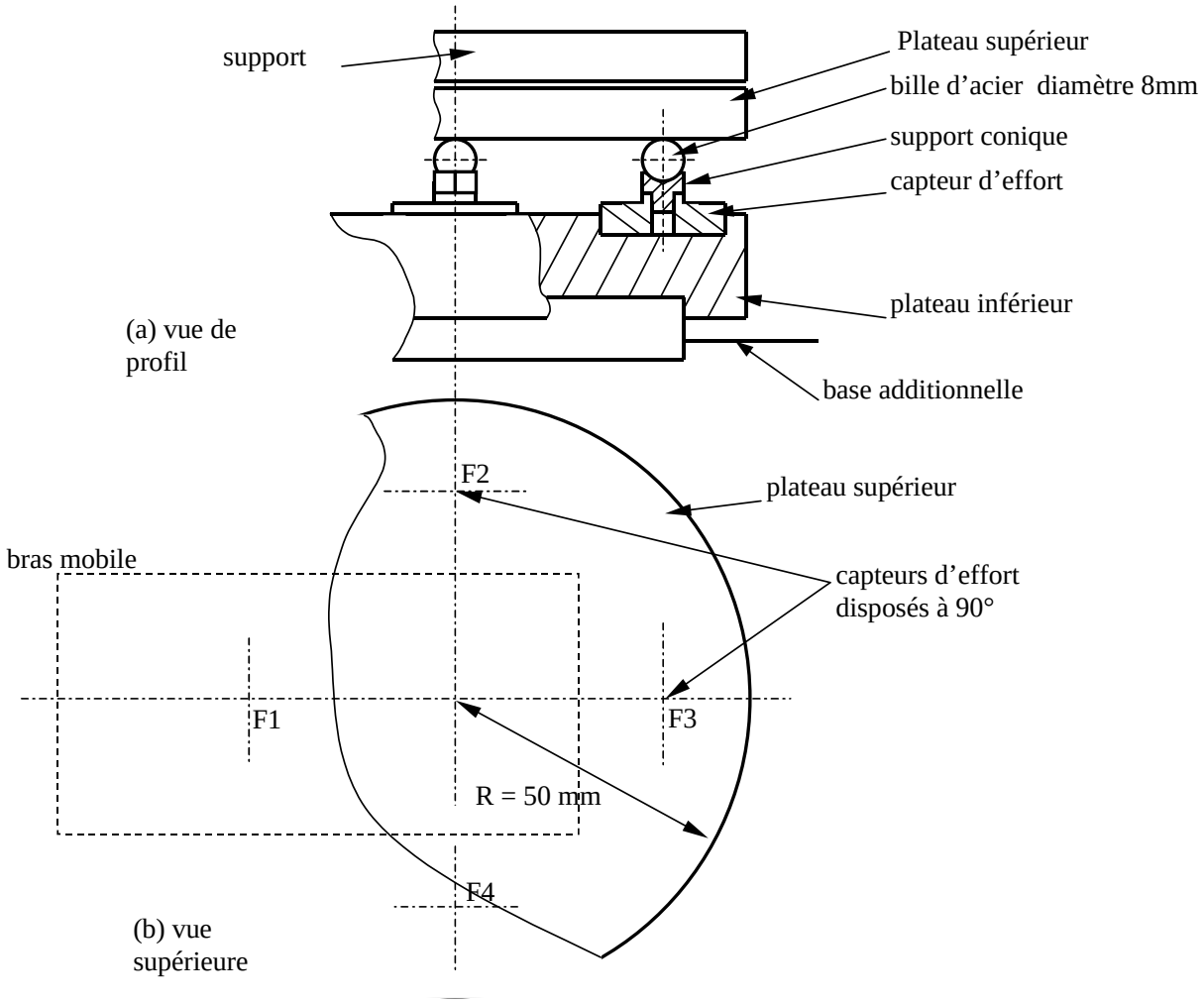


Figure 6.8 : Vue du système développé pour vérifier le parallélisme des plateaux en phase d'essai (a) vue de profil, (b) vue supérieure – les Fi dénotent la position des capteurs d'effort.

Les essais de performance sont réalisés sans échantillon à cinq reprises et en utilisant deux vitesses de compression distinctes (0,2 et 0,5 mm.s^{-1}). Les résultats étant identiques pour les deux vitesses, seuls ceux obtenus pour la vitesse la plus faible sont présentés. La distance initiale entre le plateau supérieur et le sommet des capteurs d'effort est de 5 mm.
La figure 6.9 montre que l'effort mesuré par l'analyseur de texture et celui enregistré par les quatre capteurs sont identiques. De plus, la distribution d'effort n'est pas équivalente pour chaque capteur. Une déflection est estimée à partir de ces valeurs, qui prend en compte la déformation de l'instrument et de l'ensemble support/vis/plateau de la partie supérieure de la géométrie d'essai. En conclusion, l'erreur mesurée sur le parallélisme des plateaux est représentée sur la figure 6.10. Cette figure montre que le défaut de parallélisme entre les plateaux est reproductible et de très faible amplitude, avec les hypothèses retenues et quelle que soit la vitesse de compression. Ainsi, la déformation de l'instrument ne remet pas en cause le parallélisme des plateaux en phase d'essai. Cependant, l'utilisation de plateaux de rayon important peut être pénalisante vis à vis de la distribution des efforts.

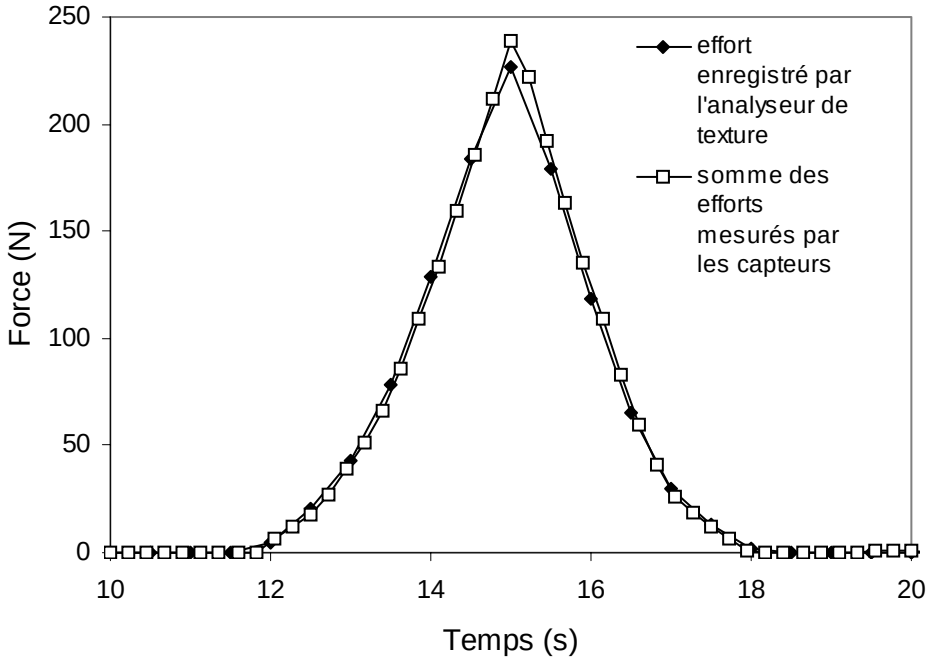


Figure 6.9 : Comparaison de l'effort mesuré par l'analyseur de texture et par les quatre capteurs.

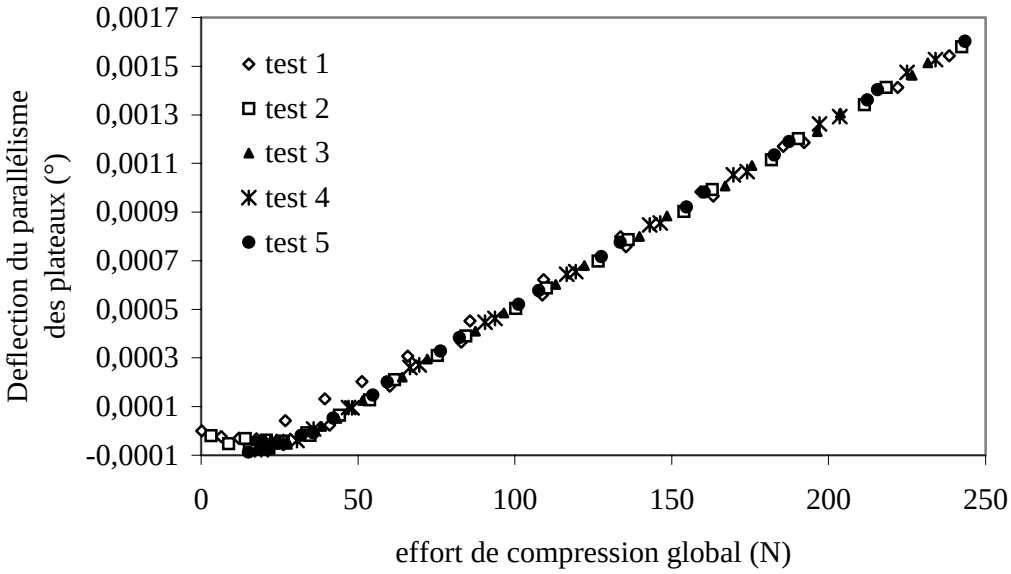


Figure 6.10 : Déflection du parallélisme des plateaux en fonction de l'effort appliqué.

6.1.3.5 Régulation thermique des plateaux.

Afin de pouvoir tester des fluides dont les propriétés rhéologiques peuvent être thermiquement dépendantes, la température des plateaux et celle de l'échantillon doivent être parfaitement contrôlées. Un système de régulation thermique des plateaux a été développé à cette fin. En effet, l'installation du moteur de l'analyseur de texture sous la plate-forme d'essai provoque son échauffement jusqu'à une température de 25°C si l'appareil est placé

dans une pièce à 18°C. Ceci a été mesuré sur une journée de fonctionnement de l'appareil au moyen de thermocouples de type K (diamètre 0.2 mm), comme le montre la figure 6.11.

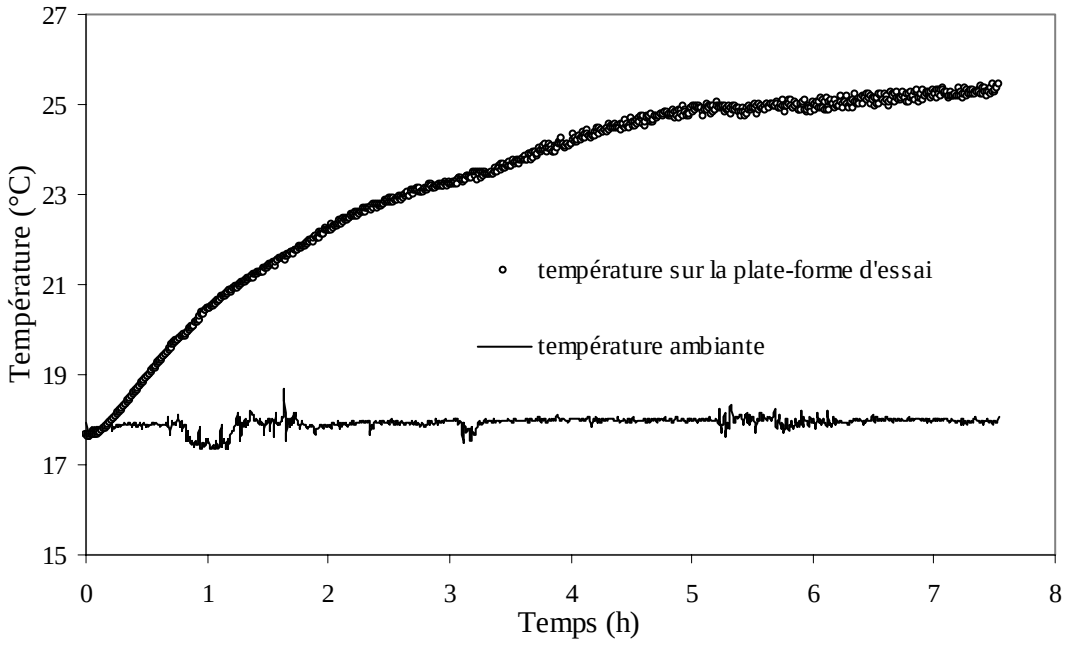


Figure 6.11 : Mise en évidence de l'échauffement de la plate-forme d'essai lié à la présence du moteur de l'analyseur de texture.

Des matériaux isolants, tels que de la laine de roche et du Téflon® de différentes épaisseurs ont été placés entre la plate-forme d'essai et la base additionnelle. Cette solution est insuffisante pour fournir une isolation thermique acceptable. Pour plus d'efficacité, un système de régulation de la température des plateaux, basé sur le principe d'un échangeur de chaleur, a été développé (figure 6.12). Un réseau de 5 mm de diamètre a été usiné dans l'épaisseur des plateaux à proximité de la face active. Ce réseau est distribué uniformément afin de minimiser les variations de température sur la surface destinée à être au contact des matériaux. L'alimentation de ce réseau par un fluide à température contrôlée est réalisée au moyen d'un bain thermostaté (Haake C35, système réfrigérant et chauffant) équipé d'un groupe de pompage. Les plateaux sont connectés au bain thermostaté au moyen de tubes flexibles (figure 6.13). Un tel système nécessite une phase d'étalonnage qui est présentée ci-après.

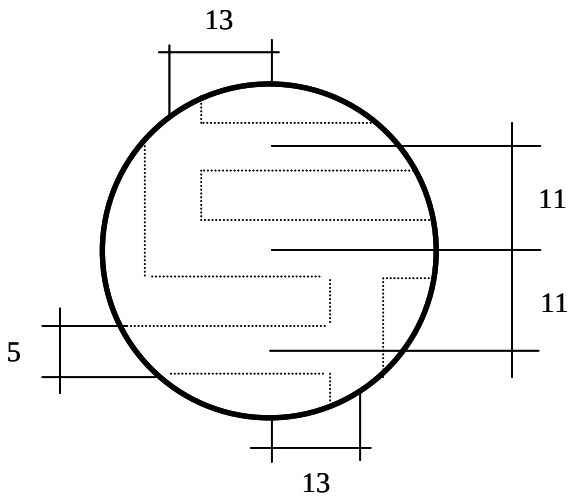


Figure 6.12 : Vue supérieure du réseau usiné dans chacun des plateaux (R = 25 mm).

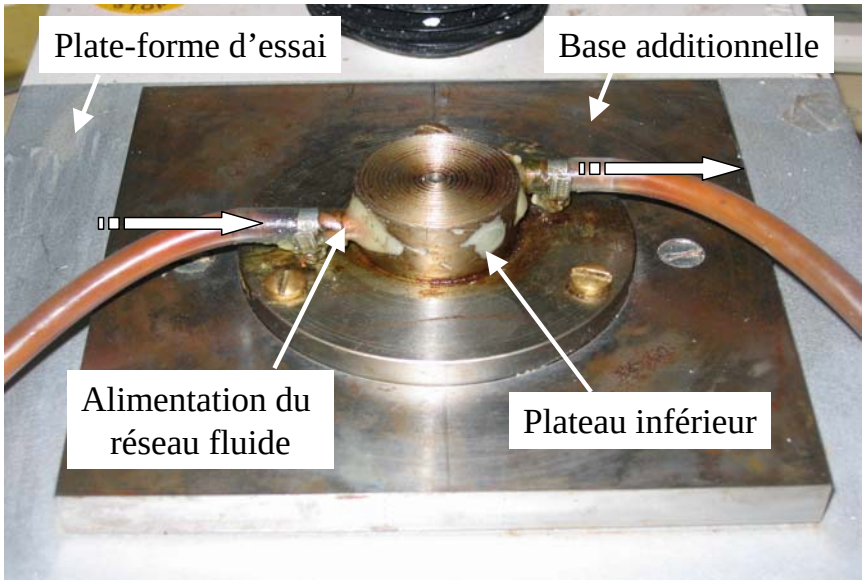


Figure 6.13 : Dispositif d'alimentation du réseau fluide usiné dans chacun des plateaux.

6.1.3.5.1 Validation préalable.

La première étape de validation consiste à vérifier le système de régulation avant qu'il soit mis en place sur l'analyseur de texture. Deux thermocouples de type K sont implantés au centre de la surface active de chacun des plateaux. Les thermocouples sont noyés dans un bouchon de colle pour éviter qu'ils soient au contact direct de l'air ambiant et de la surface des plateaux. Ce procédé de mise en œuvre des capteurs est retenu afin d'éviter respectivement d'effectuer la mesure dans une zone d'échange de type couche limite au voisinage des plateaux et la création de couples supplémentaires par contact direct. Ce procédé impose cependant une durée d'essai suffisante pour que le bouchon de colle soit à la température des plateaux. Chaque thermocouple est relié à une boîte de compensation dont le contrôle en température est également assuré. Les essais sont réalisés à température ambiante.

La tension délivrée par les thermocouples est initialement enregistrée avant d'alimenter les plateaux pour déterminer l'erreur systématique délivrée par la mesure. Celle-ci est de 0.49 °C à température ambiante. Le système de régulation est ensuite testé à différentes températures de consigne : 15, 20, 25, 30 et 35 °C. L'évolution de la température des plateaux est enregistrée pendant 20 minutes pour chaque température de consigne, après une attente de 20 minutes également pour permettre aux plateaux d'être parfaitement à température. Les résultats de cette étape préliminaire sont consignés dans le tableau 6.1.

Température de consigne (°C)	Température du plateau inférieur (°C)	Température du plateau supérieur (°C)
15	14.981	14.446
20	18.655	18.256
25	22.455	22.236
30	25.98	26.036
35	29.77	30.154

Tableau 6.1 : Vérification préalable du système de régulation des plateaux (température ambiante de 21.5 °C).

Ces premiers résultats permettent de valider le système développé. En effet, bien qu'un écart soit constaté entre la température moyenne des deux plateaux, celui-ci est inférieur ou du même ordre de grandeur que l'erreur de mesure.

6.1.3.5.2 Validation en phase de test sur l'analyseur de texture.

Le système est à présent implanté sur l'analyseur de texture pour vérifier dans quelle mesure celui-ci peut contribuer à s'affranchir de l'échauffement de la plate-forme d'essai et assurer une température identique pour les deux plateaux. Le protocole expérimental et les températures de consigne sont rigoureusement similaires à ceux de l'étape précédente (le cas de la température de consigne de 35°C n'est pas traité). L'analyseur de texture est en fonctionnement actif durant cette phase, la température limite d'échauffement étant ainsi atteinte. La température ambiante moyenne est de 22 °C. Les températures moyennes enregistrées sont récapitulées dans le tableau suivant.

Température de consigne (°C)	Température du plateau inférieur (°C)	Température du plateau supérieur (°C)
15	16.022	14.52
20	19.064	17.905
25	22.67	22.046
30	26.412	27.874

Tableau 6.2 : Vérification du système de régulation des plateaux en phase de test sur l'analyseur de texture (température ambiante de 22 °C).

La première conclusion à la vue de ces résultats est que le système développé permet de s'affranchir de l'échauffement de la plate-forme d'essai. La température moyenne obtenue est effectivement de l'ordre de la température de consigne. D'autre part, le système permet de

contrôler la température des deux plateaux à condition que la température de consigne corresponde à la température ambiante. L'écart est alors seulement de l'ordre de l'erreur de mesure. Pour des températures différentes, l'écart peut être supérieur à 1 °C et le système de régulation thermique n'est plus assez performant.
Dans tous les cas, les pertes thermiques engendrées par l'utilisation de tubes flexibles rend nécessaire l'étalonnage de la température des plateaux, loi qui peut être établie à partir des résultats du tableau 6.2.

Le système de régulation thermique développé fournit une solution appropriée pour réduire les effets d'échauffement liés à la position du moteur de l'analyseur de texture. Il permet de maintenir les deux plateaux à une température de consigne contrôlée dans la mesure où la température de consigne est proche de la température ambiante. Pour envisager des essais sur une plus large gamme de température, il convient de mener les essais dans une pièce dont la température peut également être contrôlée. Notons que pour réaliser des essais à des températures extrêmes, le système proposé doit être remplacé par une enceinte thermostatée.
La forme du réseau permet également une répartition homogène de la température à la surface des plateaux, qui est nécessaire pour les essais d'écoulement de compression. En effet, la présence d'un gradient de température à la surface peut causer une asymétrie du champ de vitesse (Hess et Sow, 2002).

6.1.4 Conclusions.

Ce travail d'étalonnage a permis d'évaluer le potentiel d'utilisation d'un analyseur de texture pour être adapté en rhéomètre de compression. Une étude complète de l'appareil et de ses performances a été réalisée. Les résultats sur l'étalonnage du capteur d'effort nous ont conduit à modifier la valeur d'effort initialement utilisée dans le logiciel de façon à déterminer correctement une position de référence des plateaux. La raison principale conduisant à cette modification est d'assurer une mesure correcte de la hauteur de l'échantillon. Une autre considération importante est la déformation du bâti de l'appareil et son effet sur le parallélisme des plateaux et la distribution de l'effort à leur surface. Les résultats montrent la nécessité de mesurer cette déformation pour déterminer la valeur réelle de la hauteur d'échantillon par un post-traitement des enregistrements à partir d'une courbe d'étalonnage de l'appareil. D'autre part, l'ajustement du parallélisme des plateaux obtenus par un système de vis à bille ne perturbe pas le parallélisme et ne remet pas en cause cette déformation.
Un système de régulation thermique des plateaux a également été développé. En effet, la localisation du moteur de l'appareil sous la plate-forme d'essai provoque l'échauffement de la partie inférieure de la géométrie de mesure. Afin de réguler et de contrôler la température des plateaux, un réseau a été usiné dans chacun d'entre eux. Ce réseau, alimenté par un fluide thermostaté, permet finalement d'améliorer la stabilité de la température des plateaux lorsque celle-ci correspond à la température ambiante et de compenser l'échauffement de la plate-forme d'essai de l'analyseur de texture.

L'ensemble des essais de compression réalisé au cours de cette étude et présenté dans le prochain chapitre ont été mis en oeuvre avec cet appareil commercial et l'ensemble des adaptations développées (figure 6.14). Dans la mesure où la nature des fluides testés le permettait, les essais ont été exécutés à température ambiante et pour une température de consigne correspondante. La dernière partie de ce chapitre décrit le protocole expérimental suivi.

Figure 6.14 : Outil expérimental complet dédié à l'étude.

6.2 Protocole expérimental.

Le protocole expérimental suivi au cours de cette étude est détaillé ci-après. Il permet de mettre en évidence les différentes étapes nécessaires à la réalisations des essais et les fonctions principales du logiciel de pilotage de l'analyseur de texture qui ont été utilisées.

① Calibrage de l'appareil.

1. Calibrage en effort.

Lancer la commande *TA–Calibrate Force* puis placer la masse de calibrage associée au capteur d'effort (5 kg dans notre cas) sur la plate-forme de calibrage. Cette étape doit être réalisée après un changement de géométrie de mesure, un déplacement ou un arrêt d'urgence de l'appareil.

2. Calibrage en déplacement.

Cette étape permet de fixer l'origine en déplacement à partir de la position de contact entre les plateaux obtenue pour une valeur d'effort au moins égale à 100 g (Cf. 6.1.3.1.2). La commande correspondant à cette opération est *TA–Calibrate Probe*. Cette procédure est nécessaire à chaque changement de géométrie de mesure.

② **Configuration de l'essai.**

La configuration d'essai utilisée, dont la mise en œuvre avec le logiciel de pilotage de l'analyseur de texture est décrit par la figure 6.15 et réalisée à partir de la fonction *TA–Settings*, est la suivante. Le plateau supérieur, dont la position de départ est fixée par l'utilisateur est supérieure à la hauteur initiale de l'échantillon. Il se déplace verticalement vers le plateau inférieur à vitesse imposée. L'échantillon est comprimé jusqu'à ce que la valeur d'effort fixée soit atteinte (la valeur est ici légèrement inférieure à la capacité du capteur d'effort). Le plateau supérieur revient ensuite à sa position de départ à la même vitesse. Cette configuration permet de réaliser un essai de compression / traction bien que seule la première phase fasse l'objet de notre étude. Ce choix permet également d'éviter que l'appareil dépasse la capacité du capteur d'effort et ne se bloque en fin de phase de compression. Dans ce cas, l'étape ① de calibrage devrait être renouvelée. Il faut noter que les données sont enregistrées durant toute la phase de test et pas seulement à partir du contact entre l'échantillon et le plateau supérieur. Cette précaution est nécessaire du fait de l'amplitude de l'erreur associée au capteur d'effort (§6.1.3.1.2).

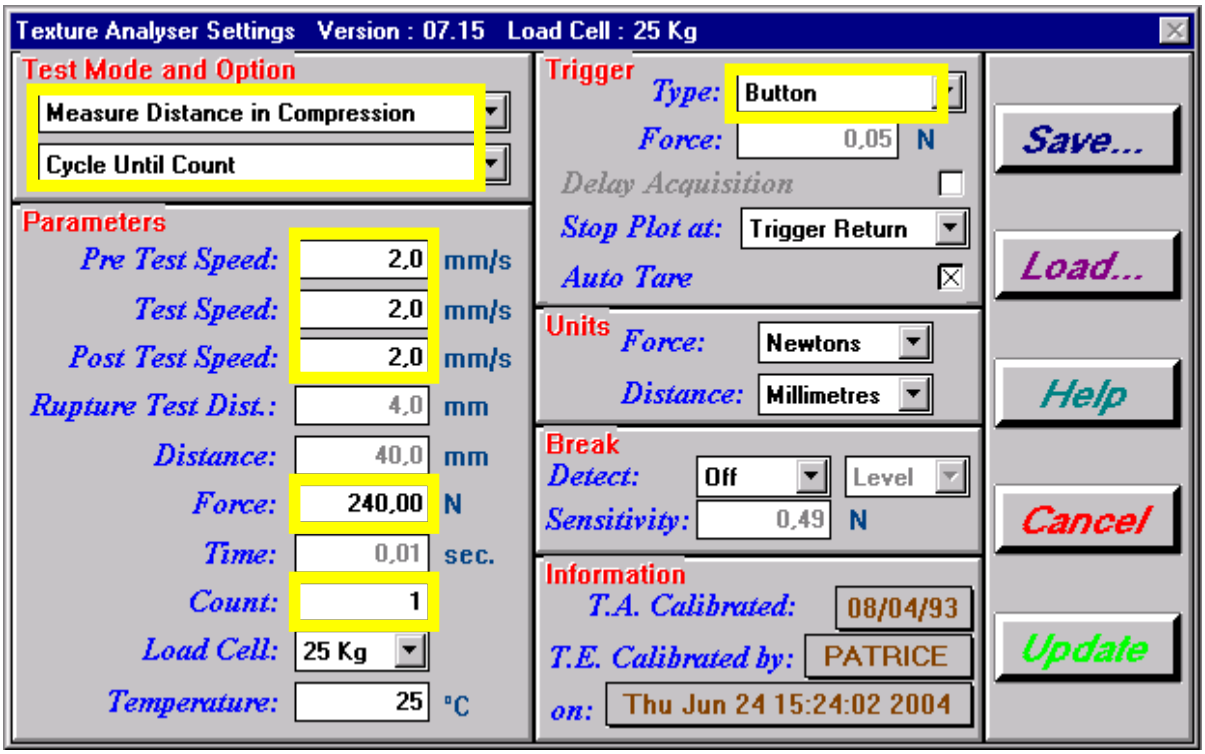


Figure 6.15 : Fenêtre de configuration de l'essai.

③ **Réalisation de l'essai à vide** *TA – Run a test***.**

Cette étape est nécessaire pour déterminer la déformation du bâti et permettre une évaluation correcte de la hauteur de l'échantillon, comme nous l'avons montré au préalable.

④ Vérification de la température des plateaux et mise en place de l'échantillon.

Suivant la nature des matériaux testés, les échantillons sont mis en œuvre par découpage ou moulage, puis déposés sur le plateau inférieur.

⑤ Réalisation de l'essai de compression *TA – Run a test***.**

L'essai est ensuite réalisé suivant la configuration définie à l'étape ②. L'utilisateur décide à ce moment du nombre de point d'acquisition par seconde adéquat, c'est à dire de la fréquence d'échantillonnage, afin de conserver l'information pertinente du signal. Une étude complémentaire du signal d'effort est développée en annexe 2, permettant de proposer une valeur limite de la fréquence d'échantillonnage.

⑥ Exportation des données en vue de leur traitement par les outils développés.

La courbe résultat apparaît dans une fenêtre graphique. Toutes ou une partie de ces données peuvent ensuite être exportées sous la forme de fichiers de points (*Process data – Export to spreadsheet*).

⑦ Corrections des valeurs avant traitement.

Bien que cette étape ne rentre pas dans le protocole expérimental, il convient de mentionner les corrections nécessaires des données obtenues avant leur exploitation au moyen des outils de calcul développés. Ces corrections concernent

- Le calcul de la hauteur réelle de l'échantillon.
- La vérification de la vitesse réelle d'essai à partir de la distance parcourue par le plateau supérieur en fonction du temps, dans le domaine compris entre la phase d'accélération et de décélération du bras mobile.

Remarque : il est évident que les plateaux sont nettoyés et séchés entre deux essais. Cette opération est tout de même réalisée avec précaution de façon à ne pas déplacer les plateaux ou modifier les conditions d'essai.

Chapitre 7 – Application et complément de validation des outils développés.

7.1 Introduction.

L'objectif de ce dernier chapitre est de montrer dans quelle mesure nos méthodes d'analyse de l'écoulement de compression permettent d'identifier les propriétés rhéologiques de fluides viscoplastiques qui soient en adéquation avec les résultats obtenus par des mesures classiques de rhéologie.
Dans un premier temps, les outils de calcul développés sont appliqués aux données d'écoulement de compression d'un polymère. Ces données sont issues de la bibliographie. Les résultats obtenus selon notre méthode sont confrontés aux courbes d'écoulement et de viscosité de cisaillement obtenues sur le même fluide par rhéométrie traditionnelle.
Dans un deuxième temps, les matériaux que nous nous proposons d'étudier dans ce chapitre sont une pâte de dentifrice commercial, une graisse universelle, ainsi qu'une suspension de sucre et d'huile de tournesol. Les essais de compression de ces différents matériaux sont mis en œuvre sur l'analyseur de texture modifié, et selon le protocole expérimental décrit au chapitre précédent.
Les résultats de l'analyse de ces différents essais au moyen des deux algorithmes de calcul sont confrontés aux données rhéométriques de ces mêmes matériaux établies à l'aide d'essais conventionnels. D'une part, un essai au vane test est utilisé pour déterminer le seuil d'écoulement apparent des matériaux. D'autre part, l'évolution de la viscosité apparente est quant à elle identifiée au moyen d'un viscosimètre à cylindre coaxiaux, pour des contraintes de cisaillement importantes.
L'ensemble de ces résultats permet de valider les méthodes d'analyse de l'écoulement de compression développées dans ce mémoire et de montrer que l'optimisation des algorithmes de calcul doit être envisagée par l'utilisation d'un support de calcul mieux adapté.

7.2 Etude de données expérimentales issues de la bibliographie.

7.2.1 Cas d'un écoulement adhérent.

Malgré la simplicité de mise en œuvre d'essais d'écoulement de compression, relativement peu d'études font état de la comparaison entre les données de compression et celles obtenues par rhéométrie traditionnelle. Dans le cas d'un polymère et pour des conditions d'adhérence aux parois, Laun (1992) a obtenu une bonne concordance de ces résultats, sur une gamme de vitesse de déformation de trois décades, entre des mesures de compression et des mesures de rhéométrie capillaire. Dans une étude récente, Chan et Baird (2002) ont comparé les propriétés rhéologiques d'un polymère obtenues par compression et géométrie cône-plan. Ces données vont à présent être exploitées pour compléter la validation de notre méthode d'analyse en présence de données expérimentales (non simulées).
Dans les travaux de Chan et Baird (2002), les essais de compression ont été réalisés à rayon constant (R = 25,4 mm) et à une température de 29°C (le polymère étudié peut être caractérisé à température ambiante). La vitesse de compression est relativement faible ($\dot{h} = 1{,}49 mm.s^{-1}$), de telle façon que les effets d'élasticité et d'inertie puissent être négligés (Lawal et Kalyon, 2000). De plus, les auteurs ont vérifié qu'aucun phénomène de glissement ne se produit à l'interface échantillon/plateaux au cours des essais. Par conséquent, les conditions d'adhérence et de géométrie d'essai nécessaires pour appliquer notre analyse sont satisfaites.

Devant le faible nombre de points expérimentaux et la qualité du signal expérimental, un pas de calcul unitaire (en nombre de points) sera utilisé dans le dépouillement des essais de Chan et Baird (2002).
Les données expérimentales de compression extraites des travaux de Chan et Baird (2002) sont présentées dans le tableau 7.1. La courbe caractéristique correspondante est décrite par la figure 7.1. Ces données sont introduites dans la feuille de calcul. La courbe d'écoulement équivalente ainsi obtenue est présentée sur la figure 7.2 et confrontée aux courbes d'écoulement de cisaillement fournies par un rhéomètre cône-plan. Les courbes d'écoulement de cisaillement sont obtenues par l'ajustement de différents modèles rhéologiques aux données expérimentales de cisaillement dans la gamme de vitesse de cisaillement 10^{-3} – 0.56 s^{-1}. Les valeurs des paramètres constitutifs de ces modèles sont décrites dans le tableau 7.2. Afin de comparer les courbes au delà de cette gamme de vitesse de cisaillement - le couple devient trop important pour le capteur du rhéomètre utilisé par Chan et Baird (2002) - les courbes de cisaillement sont extrapolées à partir des modèles rhéologiques identifiés par Chan et Baird (2002).

h (mm)	F (N)	h/R	F* (Pa)
9,877	87,05	0,38885827	16701,0127
9,491	96,85	0,37366142	17855,0297
8,999	111,68	0,35429134	19521,745
8,696	122,37	0,3423622	20670,1424
8,345	136,65	0,32854331	22150,5725
7,948	155,73	0,31291339	24042,472
7,632	173,69	0,30047244	25749,106
7,132	208,34	0,2807874	28862,4353
6,834	233,64	0,26905512	31014,9546
6,522	264,78	0,25677165	33544,0078
6,134	312,23	0,24149606	37202,0933
5,762	369,59	0,22685039	41365,8967
5,404	438,98	0,21275591	46079,6373
4,963	552,28	0,1953937	53241,7803
4,654	656,63	0,18322835	59360,2986
4,198	866,83	0,16527559	70684,6879
3,879	1072,53	0,15271654	80812,4374
3,461	1457,23	0,13625984	97966,7454
3,163	1857,43	0,12452756	114119,701
2,786	2617,66	0,10968504	141658,724
2,417	3840,14	0,09515748	180290,435
2,015	6273,18	0,07933071	245534,078
1,629	11116,99	0,06413386	351768,767
1,24	23205,62	0,0488189	558938,26

Tableau 7.1 : Données de compression d'un polymère en écoulement adhérent extraites des travaux de Chan et Baird (2002).

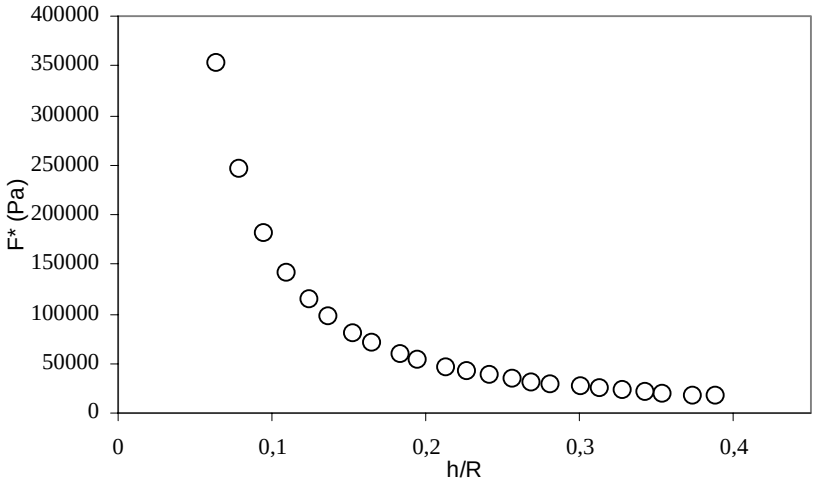


Figure 7.1 : Courbe caractéristique F(h/R) correspondant aux données de compression d'un polymère en écoulement adhérent extraites des travaux de Chan et Baird (2002).*

	Modèles		
Paramètres constitutifs	Loi puissance	Bingham	Herschel-Bulkley
Viscosité plastique μ (Pa.s)		43743.2	
Consistance η (Pa.s^n)	18061.8		26508.7
Index d'écoulement n	0.64		0.85
Seuil de plasticité K (Pa)		281.4	255.3

Tableau 7.2 : Valeurs des paramètres constitutifs des modèles obtenues par régression des courbes de cisaillement dans la gamme de vitesse de cisaillement 10^{-3} – 0.56 s^{-1} (Chan et Baird, 2002).

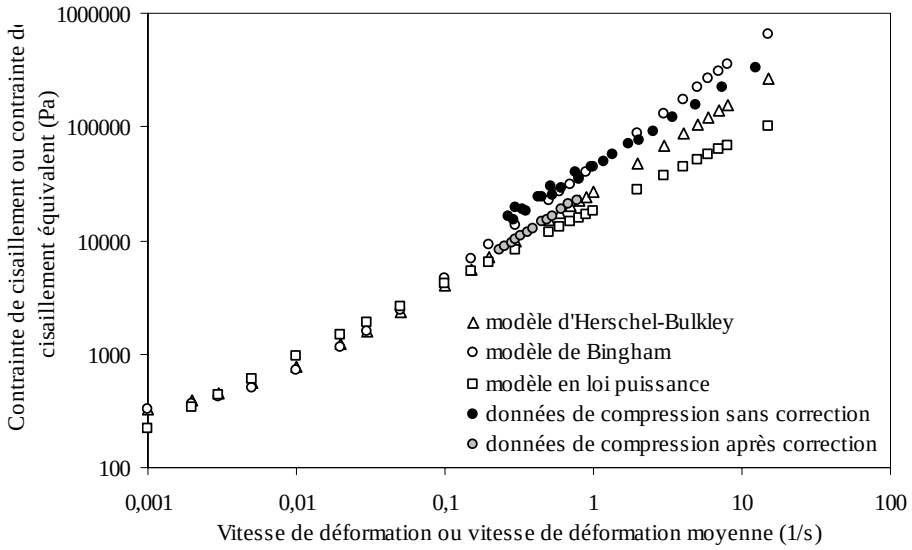


Figure 7.2 : Comparaison de la courbe d'écoulement équivalente obtenue à partir des données de compression d'un polymère issues des travaux de Chan et Baird (2002) et les courbes d'écoulement de cisaillement issues des modèles décrits dans le tableau 7.2.

Comme le montre la figure 7.2, la courbe d'écoulement construite à partir des données de compression du polymère, obtenue sans la méthode de correction du frettage décrite au chapitre 4, est comprise entre la courbe d'écoulement de cisaillement correspondant au modèle de Bingham en début d'essai et celle correspondant au modèle d'Herschel-Bulkley en fin d'essai.
De leurs travaux, Chan et Baird (2002) ont conclu que le modèle d'Herschel-Bulkley donne la meilleure prédiction pour les données de cisaillement et de compression. Notre premier résultat ne coïncide pas avec cette conclusion. La mise en place d'une correction des données de compression selon le principe décrit au chapitre 4 doit être envisagée. De plus, elle se justifie par l'évolution caractéristique du seuil de plasticité en fonction du paramètre de frettage décrit par la figure 7.3. Cette correction permet d'aboutir à la construction d'une courbe d'écoulement sur une gamme de vitesses de déformations moyennes plus réduite mais qui est en concordance avec les conclusions de Chan et Baird (2002). Le faible nombre de points bibliographiques a permis de réaliser cette correction pas à pas « manuellement ». Ce dernier résultat permet de valider le principe de construction d'une courbe d'écoulement équivalente et le principe de correction des données sur un cas expérimental.

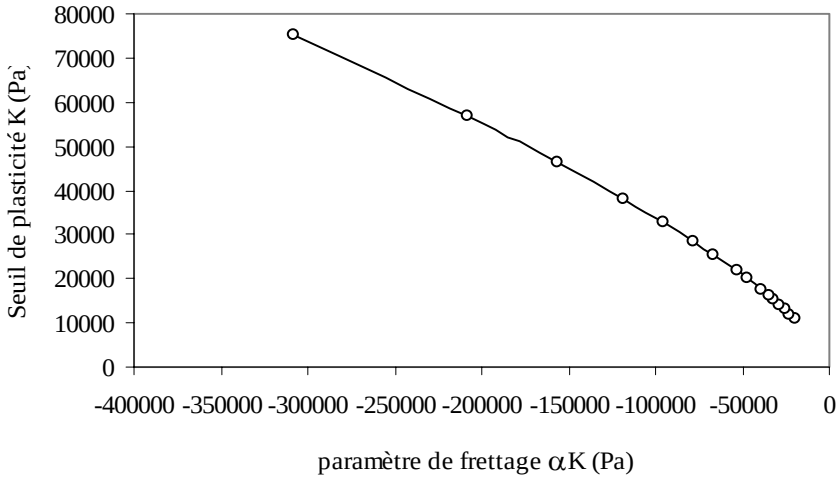


Figure 7.3 : Mise en évidence de la relation linéaire entre le seuil de plasticité et le paramètre de frettage dans le cas des données de compression du polymère étudié par Chan et Baird (2002).

L'outil de calcul fournit une courbe d'écoulement en adéquation avec la courbe d'écoulement de cisaillement. La modélisation de la courbe issue de l'outil de calcul par un modèle visqueux en loi puissance permet de donner des valeurs de consistance (η = 27938,79 Pa.s^n) et d'index d'écoulement (n = 0.846) qui sont en accord avec les valeurs du tableau 7.2 dans le cas du modèle d'Herschel-Bulkley. Le seuil d'écoulement étant faible, la régression choisie est tout à fait satisfaisante. L'écart relatif par rapport aux données du tableau 7.2 est de 0,5 % pour l'index d'écoulement et de 5,5 % pour la consistance.
La figure 7.4 montre d'autre part l'évolution de la viscosité de cisaillement mesurée par Chan et Baird (2002) et l'évolution locale de la viscosité plastique identifiée à partir des données de compression au moyen de l'algorithme de calcul. Ce dernier résultat est bien représentatif du type de comportement du polymère testé. La bonne correspondance de ces deux courbes confirme que la composante plastique du comportement est mineure au regard de la composante visqueuse.

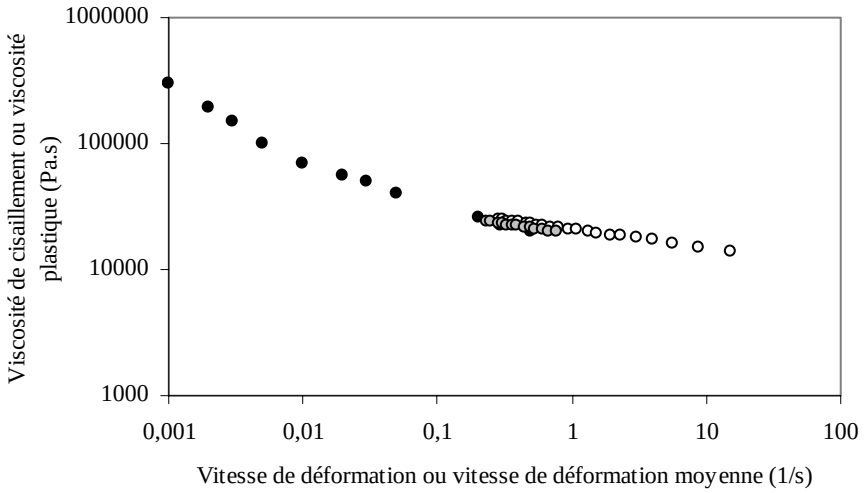


Figure 7.4 : Evolution de la viscosité de cisaillement du polymère obtenue au rhéomètre cône-plan – symboles noirs - (Chan et Baird, 2002) et évolution de la viscosité plastique calculée par l'algorithme de calcul – les symboles vides correspondent aux données de compression sans correction et les symboles gris aux données après correction.

7.2.2 Cas d'un écoulement parfaitement glissant.

Les travaux de Chan et Baird (2002) sur l'étude des propriétés rhéologiques d'un polymère obtenues par écoulement de compression et une géométrie cône-plan permettent de compléter la validation de notre méthode d'analyse en présence d'écoulement adhérent. Dans ces mêmes travaux, le même matériau a été étudié en écoulement de compression lubrifié, soit en écoulement parfaitement glissant. Les conditions expérimentales utilisées dans ce cas (essai à rayon constant et vitesse de compression imposée constante et prise égale à 1,54 mm/s) nous permettent d'envisager l'étude de ces données de compression au moyen de l'analyse développée en présence de conditions de glissement avec frottement. Comme pour le cas de l'écoulement adhérent, les courbes d'écoulement et de viscosité plastique ainsi obtenues sont confrontées aux données de cisaillement.
Les données expérimentales de compression en écoulement lubrifié extraites des travaux de Chan et Baird (2002) sont présentées dans le tableau 7.3. La courbe caractéristique issue de ces données est décrite par la figure 7.5. Ces données sont introduites dans la feuille de calcul dédié aux écoulements glissants avec frottement. La courbe d'écoulement équivalente ainsi obtenue est présentée sur la figure 7.6 et confrontée, sur cette même figure, aux courbes d'écoulement de cisaillement du rhéomètre cône-plan.

h (mm)	F (N)	h/R	F* (Pa)
7,271	40,57	0,28625984	5729,91434
6,883	42,47	0,27098425	5678,17807
6,421	45	0,25279528	5612,60089
6,113	46,88	0,24066929	5566,61232
5,651	50,06	0,22248031	5494,96752
5,343	52,46	0,21035433	5444,55561
4,881	56,58	0,19216535	5364,39474
4,573	59,75	0,18003937	5307,4766
4,111	65,32	0,16185039	5216,06062
3,803	69,73	0,14972441	5151,04054
3,341	77,75	0,13153543	5045,75142
3,033	84,33	0,11940945	4968,25054
2,571	96,91	0,10122047	4839,71344
2,263	107,91	0,08909449	4743,4598
1,801	130,84	0,07090551	4577,23516
1,493	153,3	0,05877953	4445,81043
1,031	209,66	0,04059055	4198,78101

Tableau 7.3 : Données de compression d'un polymère en écoulement lubrifié extraites des travaux de Chan et Baird (2002).

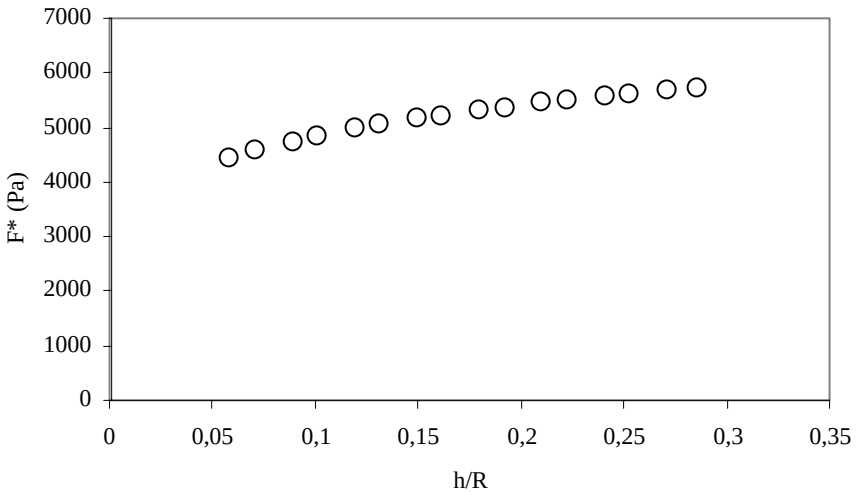


Figure 7.5 : Courbe caractéristique F(h/R) correspondant aux données de compression d'un polymère en écoulement lubrifié extraites des travaux de Chan et Baird (2002).*

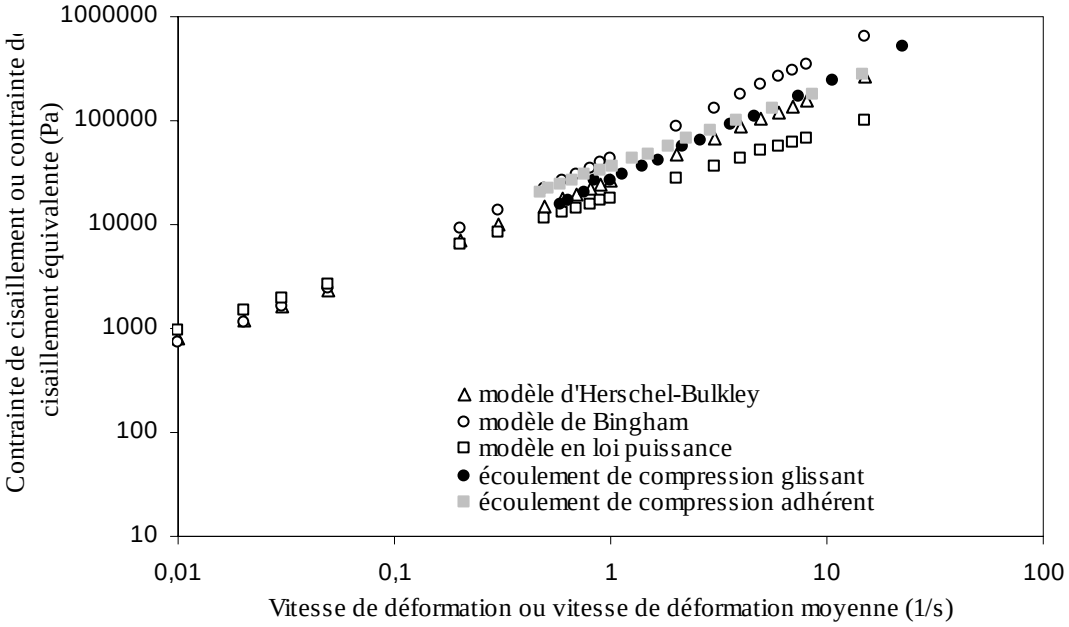


Figure 7.6 : Comparaison entre la courbe d'écoulement équivalente obtenue à partir des données de compression lubrifiée (symboles pleins) et adhérente (symboles carrés clairs) d'un polymère issues des travaux de Chan et Baird (2002) et les courbes d'écoulement de cisaillement issues des modèles décrits dans le tableau 7.2.

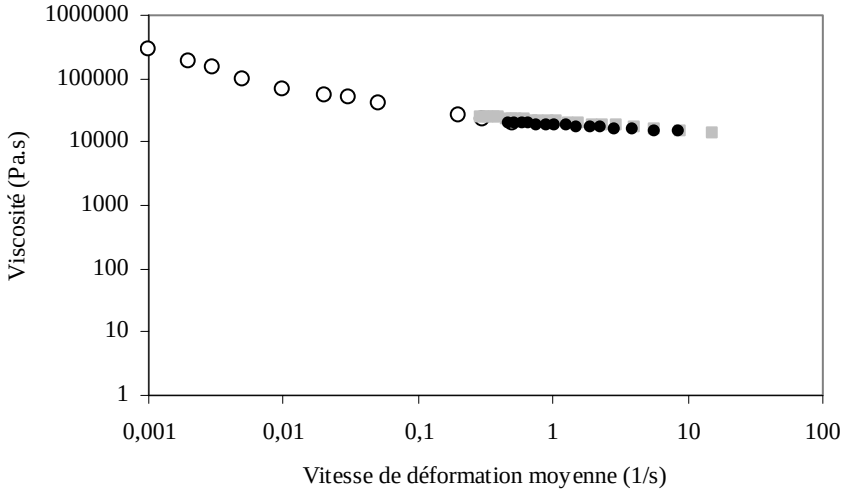


Figure 7.7 : Evolution de la viscosité apparente du polymère obtenue au rhéomètre cône-plan – symboles vides - (Chan et Baird, 2002) et évolution de la viscosité plastique par l'algorithme de calcul dédié aux écoulements glissants avec frottement – les symboles pleins gris sont relatifs aux données de compression adhérente et les symboles pleins noirs à celles des données de compression lubrifiée.

Comme le montre la figure 7.6, l'outil de calcul fournit une courbe d'écoulement en adéquation avec la courbe d'écoulement de cisaillement. Ce résultat est établi sans la méthode de correction des données. Ceci s'explique par le caractère visqueux prédominant du polymère. Le calcul s'effectue alors sur un doublet de points de la courbe caractéristique

F*(h/R) plutôt que sur un triplet de points. Les valeurs locales de la viscosité plastique sont alors correctement identifiées.
La modélisation de cette courbe par un modèle visqueux en loi puissance, comme pour le cas précédent, permet de donner des valeurs de consistance (η = 27002,43 Pa.s^n) et d'index d'écoulement (n = 0.92) en bon accord avec les valeurs du tableau 7.2 dans le cas du modèle d'Herschel-Bulkley.
L'écart relatif par rapport aux données du tableau 7.2 est de 8 % pour l'index d'écoulement et de 2 % pour la consistance. Comme dans le cas de l'étude des données de compression adhérente (figure 7.4), l'évolution de la valeur locale de la viscosité plastique du polymère est conforme à l'évolution de la viscosité de cisaillement mesurée par Chan et Baird (2002). L'ensemble de ces résultats confirme, dans ce cas des données issues de la bibliographie, l'applicabilité de notre méthode d'analyse à la caractérisation du comportement de fluides complexes.
Il est intéressant de noter que le rayon de glissement calculé pour cet essai, présente une valeur initiale de l'ordre de 0,65 mm en début d'essai, puis décroît pour atteindre finalement 0,01 mm en fin d'essai. Son évolution au cours de l'essai est donnée par la figure 7.8 en fonction de la hauteur de l'échantillon. Ceci se traduit par une condition de glissement parfait non respectée au centre de l'échantillon en début d'essai qui tend à disparaître au cours de la compression. Ce schéma est conforme à celui envisagé au §5.4.3.4.2.

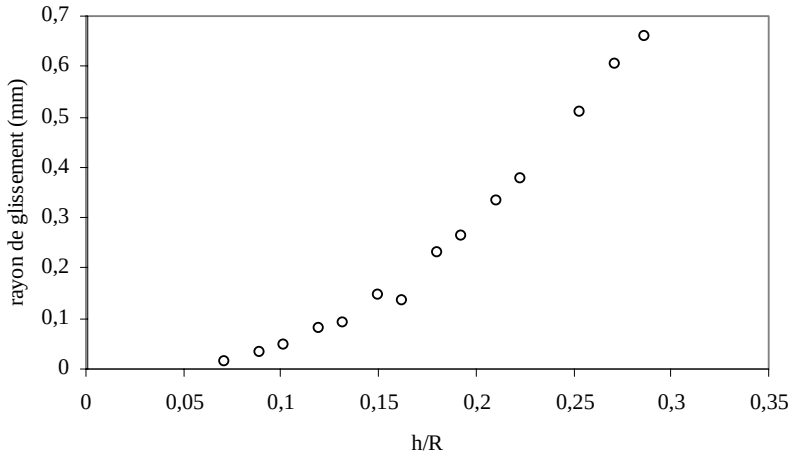


Figure 7.8 : Evolution du rayon de glissement en fonction de la hauteur de l'échantillon pour les données de compression lubrifiée du polymère.

De façon à évaluer la polyvalence de l'outil de calcul relatif aux écoulements glissants avec frottement, cet outil est également exploité pour traiter les données de compression du polymère en écoulement adhérent. Les courbes d'écoulement et de viscosité plastique sont produites respectivement sur les figures 7.6 et 7.7. Cette analyse permet de retrouver les résultats décrits et commentés dans la partie précédente de ce chapitre sans la méthode de correction. Elle confirme, d'autre part, l'aptitude de l'outil de calcul tel que nous l'avons conçu, à analyser l'écoulement de compression pour différentes conditions d'écoulement aux plateaux. Il sera bien évidemment nécessaire de mettre en place la méthode de correction pour permettre une analyse correcte des données de compression.
L'étude de ces données bibliographiques de compression d'un polymère a permis de valider les outils de calcul développés. Les différentes courbes établies par l'analyse des données de

compression, qui sont en accord avec les données de cisaillement, assurent l'applicabilité des outils de calcul développés pour l'identification des paramètres du comportement du fluide.
Dans la suite de ce chapitre, pour compléter notre étude et mettre en évidence l'influence de la part émergente du fluide en écoulement, on se propose d'étudier différents fluides viscoplastiques.

7.3 Etudes de données expérimentales de différents fluides viscoplastiques.

7.3.1 Domaine d'exploitation des données expérimentales de compression.

La figure 7.9 présente la réponse typique d'une courbe d'écoulement de compression d'un fluide viscoplastique dans le repère réduit F*(h/R). Une telle courbe est obtenue à partir des données brutes d'essai (effort de compression *F* enregistré au cours de l'essai en fonction de l'écartement *h* entre les plateaux) corrigées pour déduire la déformation de l'appareil et intégrer les fluctuations de la vitesse de compression, comme nous l'avons expliqué au chapitre précédent. Les données expérimentales sont ensuite exprimées en fonction des paramètres réduits h/R et F*. Cette représentation permet ainsi une première identification globale du comportement du fluide testé, puisque, comme nous l'avons montré au chapitre 3, l'allure de cette courbe est caractéristique du comportement.
La figure 7.9 met également en évidence le domaine des valeurs d'essais (délimité en pointillés) qui peuvent être exploitées dans les outils d'analyse. D'une part, la phase de mise en forme de l'essai (pour des valeurs importantes de h/R) ne doit pas être prise en compte puisque l'écoulement n'est pas encore symétrisé. L'écoulement doit en effet être complètement développé et le phénomène de fracture et de division en périphérie de l'échantillon doit s'être produit afin d'obtenir une bonne reproductibilité des enregistrements. Ce domaine de valeurs d'essai peut cependant être propice, dans certaines situations, à la détermination d'un module de compression (Servais et coll., 2003). D'autre part, la fin de l'essai doit être étudiée avec précaution (très faibles valeurs de h/R). En plus des limitations liées à la taille des particules composant le fluide, une orientation particulière ou une hétérogénéité de l'écoulement peut se produire. Ceci a pour conséquence une rapide évolution de l'écartement des plateaux et des vitesses radiales qui peut alors modifier les conditions d'écoulement aux plateaux. Par exemple, un écoulement initialement adhérent peut devenir glissant et frottant lorsque les plateaux sont proches. Ce phénomène se produit avec les suspensions très concentrées. L'exploitation de ce domaine de valeurs d'essai permet également de s'affranchir des phénomènes d'accélération et de décélération décelés au démarrage et à l'arrêt du bras mobile de l'analyseur de texture (Cf. chapitre 6 et annexe 2).

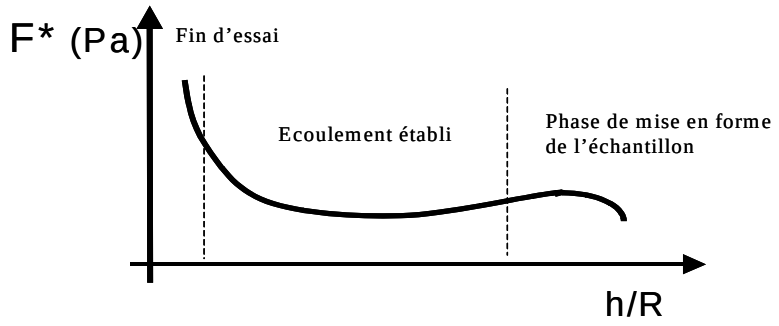


Figure 7.9 : Domaine des valeurs caractéristiques F(h/R) exploitables dans les outils de construction des courbes d'écoulement.*

7.3.2 Définition des paramètres expérimentaux et des différentes géométries d'essai.

- Les essais de compression sont réalisés avec des plateaux dont les propriétés de la surface peuvent constituer un paramètre d'essai. Une rugosité contrôlée est supposée assurer un écoulement adhérent. A cette fin, des stries concentriques de 1 mm de hauteur et d'espacement sont usinées à la surface des plateaux. L'utilisation d'une surface lisse ou rectifiée, qui n'est pas considérée dans ce travail, est supposée engendrer selon la nature du fluide testé, un écoulement glissant. Pour chacune de ces configurations, une gamme de plateaux en acier de différents rayons, de 10 à 35 mm, a été développée au sein du laboratoire et permet ainsi de s'adapter aux différents échantillons. Pour chacun des matériaux étudiés, les essais sont réalisés pour un rayon fixé et pour différentes vitesses de compression. De cette façon, il est possible de balayer une large gamme de vitesse de déformation moyenne et d'obtenir une courbe d'écoulement significative.

- Les essais au vane test, mis en œuvre sur un rhéomètre Haake Rheostress RS 150, sont réalisés avec une ailette de 22 mm de diamètre et de hauteur 16 mm (géométrie FL 22 – voie annexe 3). Les résultats de ces essais sur les différents matériaux étudiés dans ce chapitre sont rassemblés dans le tableau 7.4.

- Les essais au viscosimètre à cylindre coaxiaux sont mis en œuvre sur un rhéomètre Haake Rheostress RS 150. Le diamètre du cylindre extérieur qui est immobile est de 21,7 mm, et l'intervalle avec le cylindre interne en rotation est de 1,7 mm. La hauteur de la géométrie de mesure est de 30 mm (géométrie Z20 DIN – voir annexe 3). Les différentes courbes d'écoulement et de viscosité identifiées par ces essais sont comparées aux courbes construites à partir de nos méthodes d'analyse de l'écoulement de compression dans la suite du chapitre.

	Dentifrice	Graisse	Sucre 50%
Seuil d'écoulement apparent (Pa)	100	460 +- 10	150

Tableau 7.4 : Seuil d'écoulement apparent des différents matériaux étudiés obtenu par un essai au vane test.

7.3.3 Choix d'un pas de calcul optimal.

Nous avons pu juger au cours du chapitre 4 de l'influence et du rôle prépondérant du pas de calcul $\Delta\left(\frac{h}{R}\right)$ dans la stabilité de l'algorithme de calcul et dans la réduction du bruit éventuellement présent dans le signal des données de compression. Le choix d'une valeur optimale du pas de calcul repose sur un compromis entre la précision des valeurs locales des paramètres du comportement, la réduction du bruit expérimental et la gamme de vitesse de déformation moyenne. Ce résultat a été préalablement illustré au chapitre 4 par l'étude d'un signal modèle newtonien bruité. Avant d'étudier le comportement rhéologique de différents matériaux, on se propose de mettre en évidence le rôle du pas de calcul dans un cas

expérimental concret de compression d'un échantillon de pâte de dentifrice pour une vitesse de compression de 10 mm/s et un rayon des plateaux de 10 mm.
Les courbes d'écoulement équivalentes générées pour différentes valeurs du pas de calcul, exprimées en nombre de points entre les différents points du triplet, sont données par la figure 7.10.

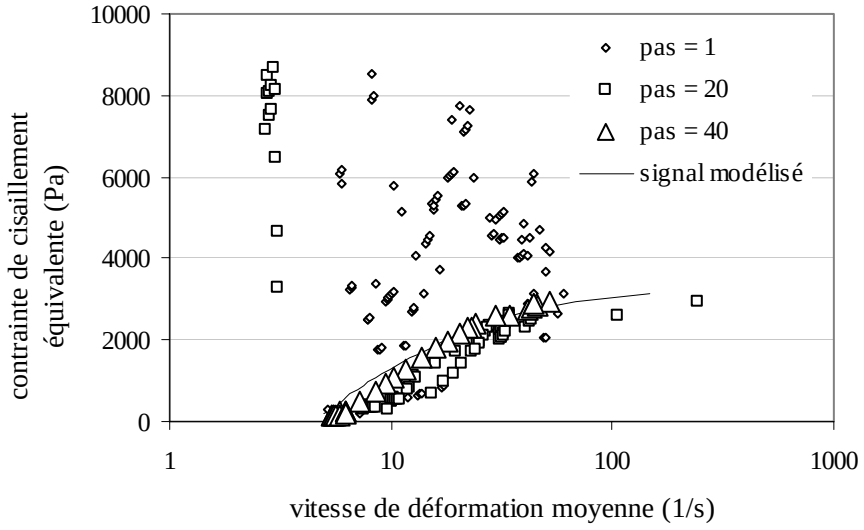


Figure 7.10 : Influence de la valeur du pas de calcul sur la construction de la courbe d'écoulement équivalente d'une pâte de dentifrice ($\dot{h}$ = 10 mm/s, R = 10 mm).

Sur l'exemple traité, la courbe d'écoulement équivalente obtenue par l'outil de calcul dédié aux écoulements adhérents est stable à partir d'une valeur de pas de 40. En dessous de cette valeur, l'influence du bruit sur la forme de la réponse est trop importante pour que la courbe d'écoulement équivalente soit significative et exploitable pour l'identification d'un comportement. Cette courbe étant construite à partir des valeurs locales des paramètres du modèle de Bingham identifiées à chaque instant de l'essai, le résultat est identique lorsqu'on analyse l'influence du pas de calcul sur l'évolution de ces paramètres.
Comme le montre la figure 7.10, la courbe d'écoulement équivalente ainsi obtenue est proche de celle qui est établie en soumettant à l'outil de calcul une fonction polynomiale initialement ajustée sur les données expérimentales F*(h/R).
Le choix du pas de calcul optimal reste cependant à identifier pour chaque essai et donc pour chaque matériau. L'utilisateur des algorithmes de calcul doit rechercher cet optimum en balayant un ensemble de valeurs de pas de calcul de façon à stabiliser l'allure des résultats. Le recours à une fonction ajustée sur l'enregistrement F*(h/R) constitue une alternative intéressante mais conduisant à une certaine perte d'information vis à vis du « bruit » associé au signal expérimental enregistré.

7.3.4 Cas d'une pâte de dentifrice.

Les essais de compression des échantillons de pâte de dentifrice ont été réalisé à température ambiante et pour différentes vitesses de compression (7, 4 et 1 mm/s). Afin de favoriser l'adhérence de ce matériau aux parois, les plateaux utilisés (R = 10 mm) sont striés et thermostatés de façon à obtenir en surface une température de l'ordre de la température ambiante. Les résultats de ces essais dans le repère caractéristique F*(h/R) sont rassemblés sur la figure 7.11.

Ces données de compression sont à présent introduites, pour chacune des vitesses d'essai, dans l'outil de calcul dédié aux écoulements adhérents. Les différentes courbes d'écoulement et de viscosité ainsi obtenues sont présentées sur les figures 7.12 et 7.13.

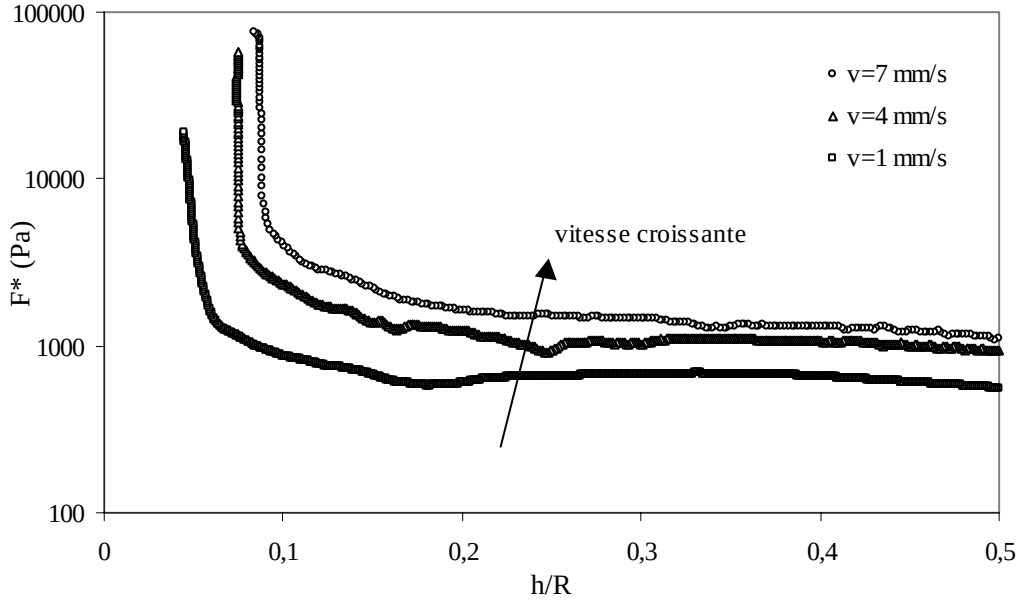


Figure 7.11 : Données d'essai de compression d'une pâte de dentifrice pour différentes vitesses d'essai, respectivement 7, 4 et 1 mm/s (R = 10 mm – plateaux striés).

Comme le montre la figure 7.12, et comme nous l'avions envisagé au chapitre 4, les résultats de notre analyse permettent d'obtenir une courbe d'écoulement équivalente par morceaux à partir des essais de compression à différentes vitesses, et ce pour une gamme de vitesses de déformation moyenne relativement importante. Ce résultat est conforme à celui présenté dans le cas d'un gel cosmétique (Estellé et al., 2003b).

Ce premier résultat permet de valider un principe important de notre analyse, à savoir la possibilité qu'offre la réalisation d'essai à différentes vitesses de compression pour identifier au final le comportement du fluide testé sur une large gamme de vitesses de déformation moyenne.

A l'image de la figure 7.13, et comme dans le cas de la courbe d'écoulement équivalente, les différentes courbes de viscosités plastiques obtenues par l'algorithme de calcul s'associent pour former une courbe globale de viscosité sur une large gamme de vitesse de déformation moyenne.

La confrontation de la courbe d'écoulement équivalente à la courbe d'écoulement de cisaillement obtenue par rhéométrie traditionnelle (figure 7.12) conduit aux conclusions suivantes. L'allure générale de la courbe d'écoulement équivalente, définissant un comportement de type fluide à seuil, est respectée. Un écart conséquent d'un ordre de grandeur est cependant noté entre les valeurs des contraintes de cisaillement obtenues par l'algorithme de calcul et la courbe d'écoulement de cisaillement.

L'explication de l'écart constaté sur la figure 7.12 entre les différentes courbes d'écoulement liée à une estimation erronée des valeurs locales des paramètres calculés par l'algorithme de calcul provient de la pénalisation de leur identification induite par le phénomène de frettage au cours de l'essai.

Un constat visant à justifier ce phénomène est fondée sur l'analyse de la relation qui lie le seuil de plasticité et la composante de frettage. Comme pour le cas théorique du chapitre 4 et celui du polymère traité précédemment, l'allure linéaire des courbes de la figure 7.14 est

significative de l'effet du frettage sur l' interprétation des données de compression. La mise en œuvre d'une correction des résultats selon la méthode décrite précédemment doit être envisagée.

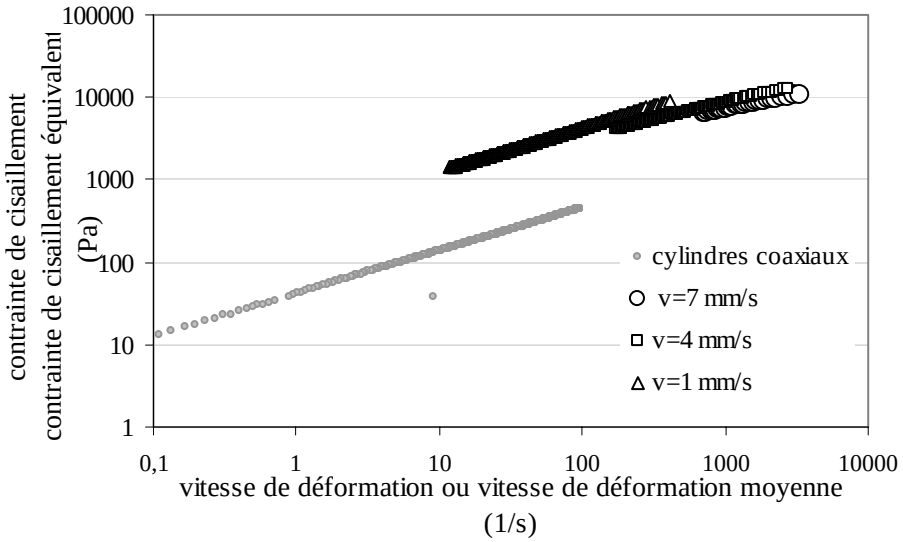


Figure 7.12 : Courbe d'écoulement équivalente de la pâte de dentifrice construite à partir des données d'essai de compression à différentes vitesses – confrontation avec la courbe d'écoulement établie par un viscosimètre à cylindres coaxiaux.

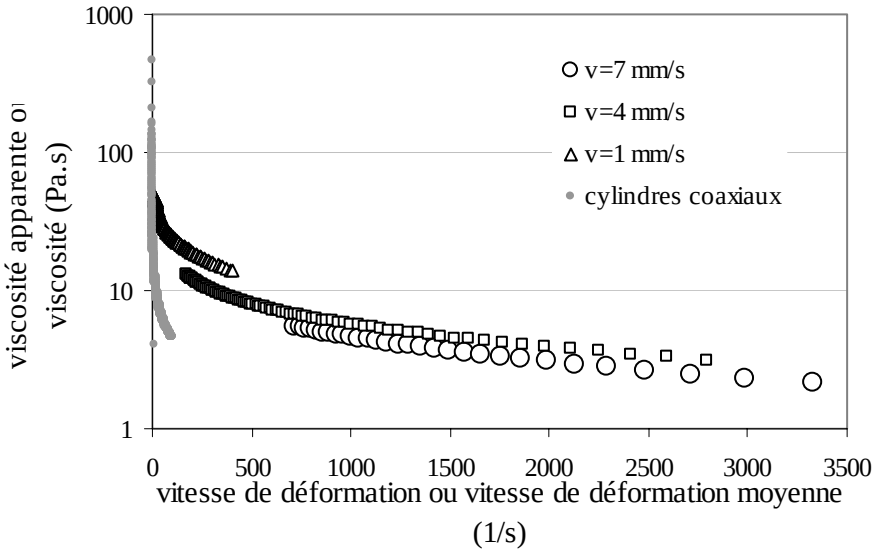


Figure 7.13 : Courbes de viscosité plastique de la pâte de dentifrice obtenues à partir des données d'essai de compression à différentes vitesses et courbe de viscosité de cisaillement établie par un viscosimètre à cylindres coaxiaux.

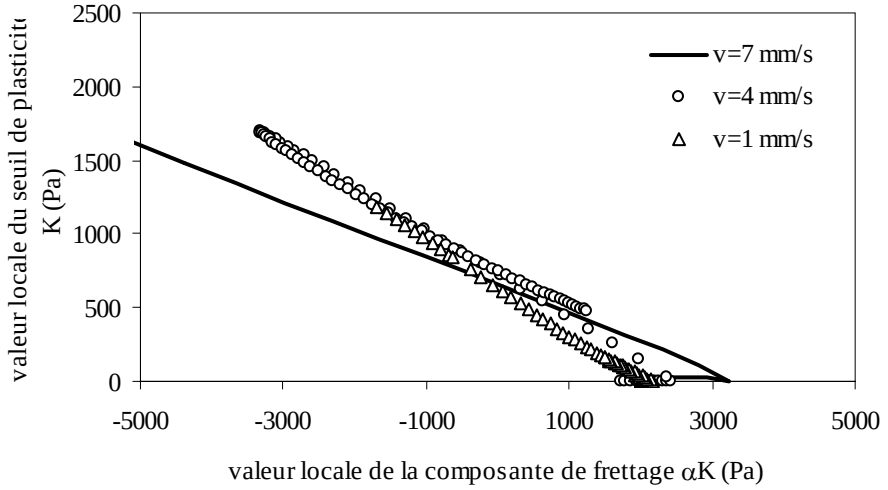


Figure 7.14 : Mise en évidence de l'influence du frettage sur l'interprétation des données de compression par le caractère linéaire des courbes traduisant l'évolution du seuil de plasticité en fonction du paramètre de frettage.

Afin de confirmer le rôle prépondérant que peut présenter le phénomène de frettage sur la construction de la courbe d'écoulement équivalente, une série d'essais complémentaires réalisés pour une même vitesse de compression ($\dot{h}$ = 5 mm/s) et différents rayons de plateaux est mise en œuvre. Les résultats sont décrits par la figure 7.15. Ce protocole expérimental permet de modifier les conditions de morcellement et de frettage à l'échappement des plateaux, tout en conservant des intervalles comparables de vitesses de déformation moyenne.

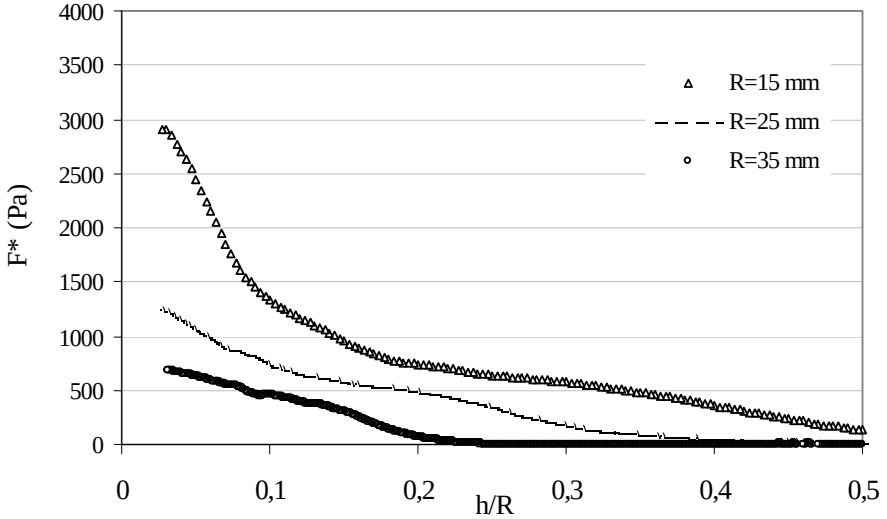


Figure 7.15 : Données d'essai de compression d'un échantillon de pâte de dentifrice pour différentes valeurs du rayon des plateaux ($\dot{h}$ = 5 mm/s).

Comme le montre la figure 7.15, les efforts réduits F* engendrés sont d'autant plus importants que le rayon des plateaux est faible. On constate ainsi que l'influence de la contribution du matériau à l'extérieur des plateaux sur les conditions d'écoulement entre les plateaux est dépendante de la quantité de matériau compressé et de la géométrie d'essai.

La confrontation des courbes d'écoulement équivalentes obtenues à partir de ces différents essais est donnée par la figure 7.16. Cette figure montre que la courbe d'écoulement tend à se rapprocher de la courbe d'écoulement de cisaillement avec l'augmentation du rayon des plateaux. La modification expérimentale des conditions de frettage influence donc considérablement l'allure et la position des courbes d'écoulement. On constate donc que le calcul de ce paramètre à l'aide de l'outil de calcul n'est pas optimum, ce qui pénalise l'exploitation des résultats.

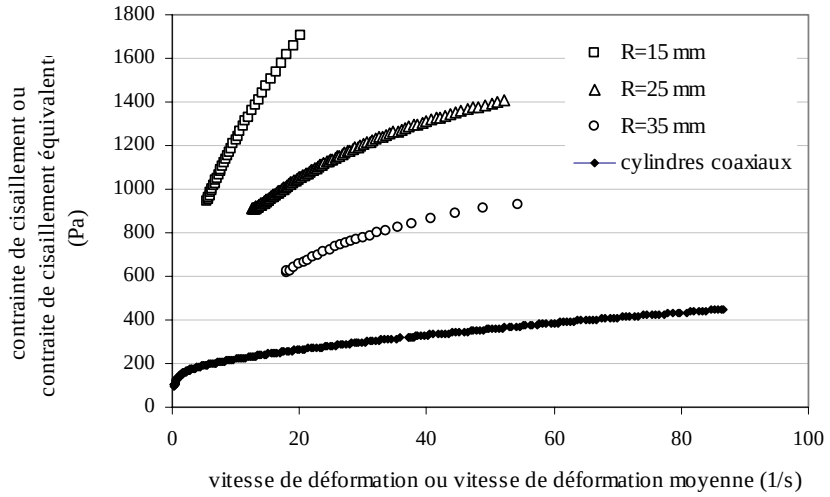


Figure 7.16 : Courbes d'écoulement équivalentes d'une pâte de dentifrice pour différentes valeurs du rayon des plateaux ($\dot{h}$ = 5 mm/s).

La figure 7.17 met en évidence l'influence de la géométrie d'essai sur le lien qu'il existe entre le seuil de plasticité et la composante de frettage calculés par l'algorithme. On constate une fois de plus que le seuil de plasticité évolue linéairement avec la composante de frettage, et que les valeurs de ces deux paramètres diminuent avec l'augmentation du rayon des plateaux.

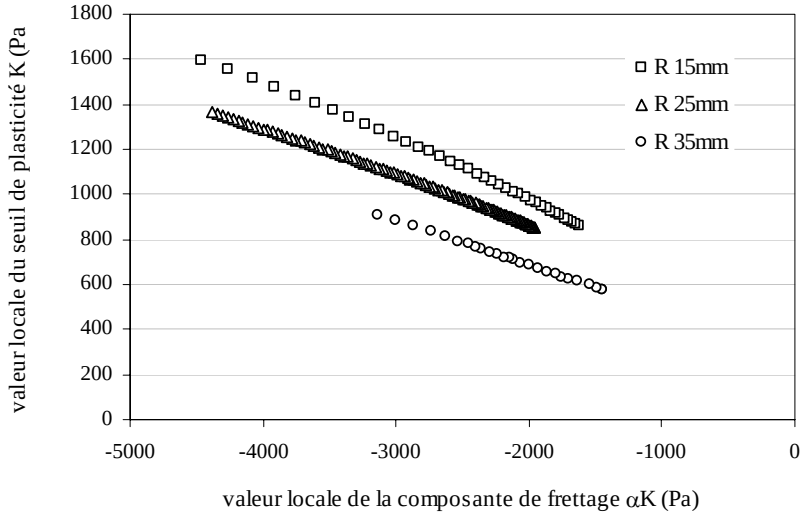


Figure 7.17 : Evolution du seuil de plasticité K en fonction de la composante de frettage pour les différents rayons de plateaux testés.

Cette analyse complémentaire des données de compression de la pâte de dentifrice montre la sensibilité de l'algorithme de calcul à la géométrie d'essai, et par conséquence à l'influence du paramètre de frettage sur l'évaluation des paramètres du comportement et la convergence de l'outil de calcul vers des valeurs des paramètres adéquates. Ce résultat, basé sur une analyse expérimentale rejoint le problème de correction du paramètre de frettage comme nous l'avons mis en œuvre au chapitre 4 et dans le cas du polymère. Afin d'obtenir des courbes d'écoulement en adéquation avec la courbe de cisaillement, notre méthode de correction doit être appliquée. Il n'est techniquement pas raisonnable de mettre en œuvre « manuellement » cette correction comme dans les cas précédents, du fait d'un nombre de points à traiter et d'un temps de calcul particulièrement importants.

7.3.5 Cas d'une graisse universelle.

Les essais de compression des échantillons de la graisse universelle ont été réalisé à température ambiante et pour différentes vitesses de compression (10, 5, 3, 1 et 0.2 mm/s). Afin de favoriser l'adhérence de ce matériau aux parois, les plateaux utilisés (R = 20mm) sont striés et thermostaté de façon à obtenir en surface une température de l'ordre de 18 °C. Les résultats de ces essais dans le repère caractéristique F*(h/R) sont rassemblés sur la figure 7.18. Comme on peut le constater, ces données sont reproductibles et la forme des courbes est typique d'un fluide viscoplastique. Après la phase de mise en forme de l'échantillon (h/R > 0,35), les courbes présentent une évolution quasi linéaire significative d'un fluide essentiellement plastique puis, en fin d'essai et pour des valeurs de h/R inférieures à 0,15, une augmentation de la valeur de F* dont l'importance dépend considérablement de la vitesse de compression.
Ces données de compression sont à présent introduites, pour chacune des vitesses d'essai, dans l'outil de calcul dédié aux écoulements adhérents. Les différentes courbes d'écoulement et de viscosité ainsi obtenues sont présentées sur les figures 7.19 et 7.20.

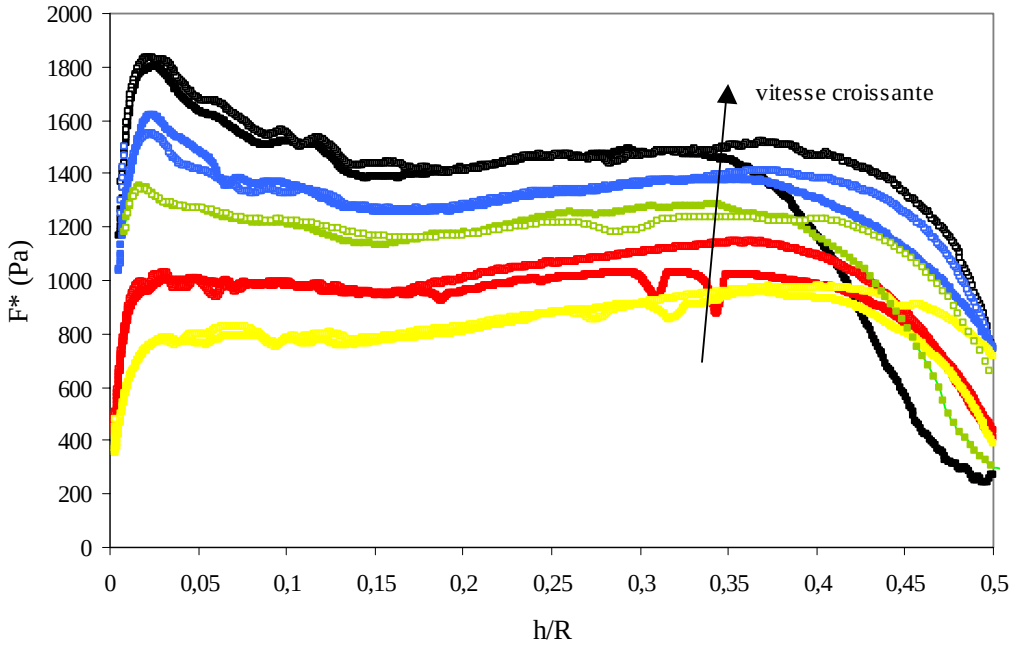


Figure 7.18 : Données d'essai de compression d'une graisse universelle pour différentes vitesses d'essai, respectivement 10, 5, 3, 1 et 0.2 mm/s (R = 20 mm – plateaux striés).

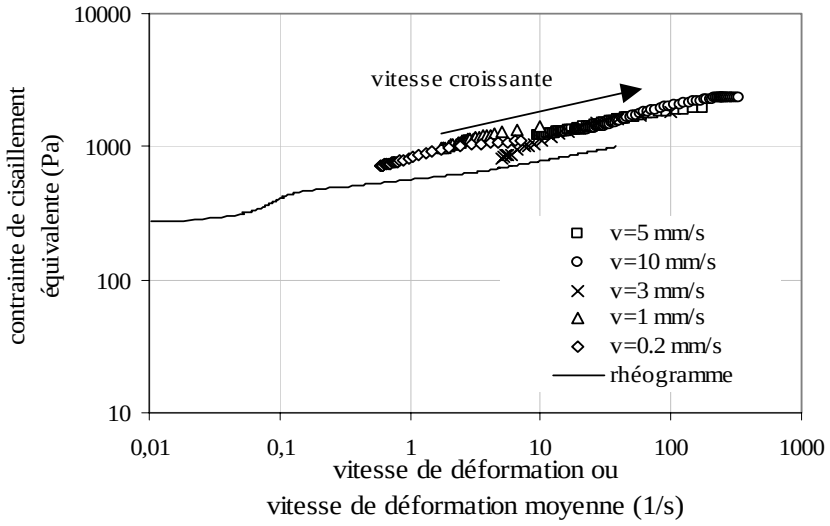


Figure 7.19 : Courbe d'écoulement équivalente de la graisse universelle construite à partir des données d'essai de compression à différentes vitesses – confrontation avec la courbe d'écoulement établie par un viscosimètre à cylindres coaxiaux.

Comme le montre la figure 7.19, et comme dans le cas de la pâte de dentifrice, les résultats de notre analyse permettent d'obtenir une courbe d'écoulement équivalente par morceaux à partir des essais de compression à différentes vitesses, et ce pour une gamme de vitesses de déformation moyenne relativement importante. Ce résultat est lui aussi conforme à celui présenté dans le cas d'un gel cosmétique (Estellé et al., 2003b). Cette caractéristique est cependant plus marquée ici du fait de la gamme plus étendue de vitesses de compression utilisées. L'ajustement entre les différents segments de courbes d'écoulement confirme d'autre part la relative adhérence du matériau aux plateaux dues aux précautions expérimentales mises en oeuvre et décrites précédemment.
La courbe d'écoulement équivalente présente, comme dans l'exemple précédent, un décalage avec la courbe d'écoulement de cisaillement.

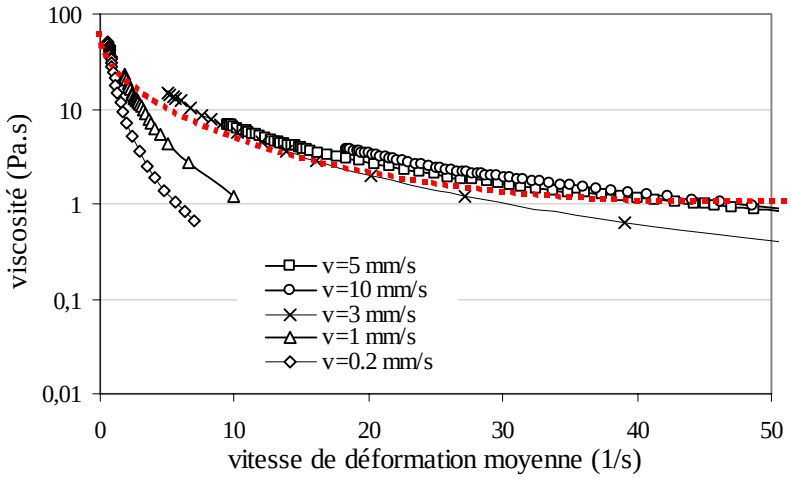


Figure 7.20 : Courbes de viscosité plastique de la graisse universelle obtenues à partir des données d'essai de compression à différentes vitesses.

Comme le montre la figure 7.20, les courbes de viscosité construites à partir des données de compression pour les différentes vitesses d'essai s'associent à l'image des courbes d'écoulement équivalentes correspondantes. Un ajustement est très correct entre les segments de courbes liés aux vitesses les plus rapides. Un écart plus important est noté pour les vitesses les plus faibles. Un tel écart est sans doute lié à l'effet plus marqué des conditions aux limites aux plateaux en fin d'essai, d'une possible évolution des conditions d'adhérence vers du glissement, du fait des faibles valeurs de vitesses de compression et de la nature du fluide. Il est cependant possible de mettre en évidence une évolution globale de la viscosité sur une large gamme de vitesses de déformation moyenne, décrite en pointillée sur la figure 7.20.
Cette courbe est significative du comportement rhéofluidifiant de la graisse universelle. Sur cet exemple, on peut remarquer que les essais de compression permettent de compléter la gamme de vitesse de déformation dans laquelle la viscosité peut être évaluée (figure 7.21).

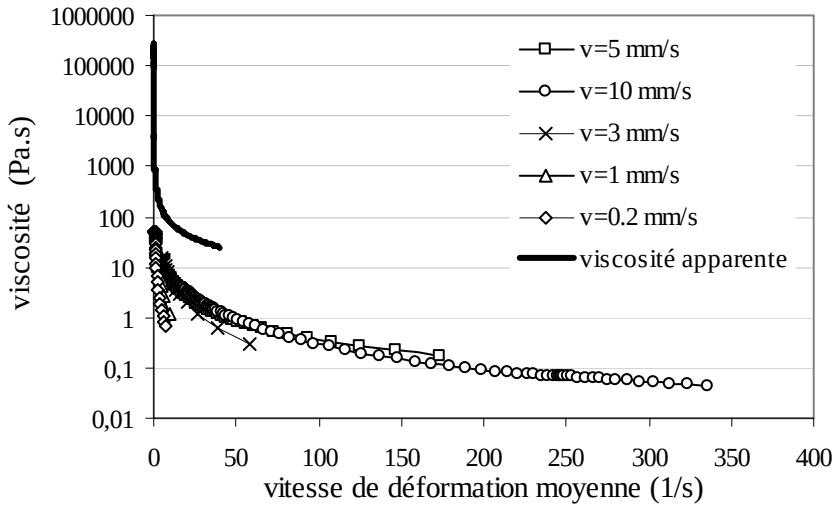


Figure 7.21 : Courbes de viscosité plastique de la graisse universelle obtenues à partir des données d'essai de compression à différentes vitesses et de la courbe de viscosité de cisaillement établie par un viscosimètre à cylindres coaxiaux.

Comme dans le cas de la pâte de dentifrice, l'écart noté entre les courbes d'écoulement est probablement lié à l'évolution de la composante de frettage. Comme nous l'avons fait précédemment, nous allons étudier l'évolution du seuil de plasticité K en fonction du paramètre de frettage αK.
Les résultats correspondant aux différentes vitesses d'essai utilisées pour caractériser la graisse sont donnés par la figure 7.22. Cette figure montre une liaison quasi fonctionnelle de ces deux paramètres au cours de la compression, caractéristique de l'influence du frettage sur l'interprétation des données.
Il est intéressant de noter que pour ce type de matériau, l'anneau de matière expulsé pendant la compression n'a pas présenté de fracture ou de rupture au cours de l'essai. Le fluide expulsé des plateaux s'est comporté comme un anneau de matière en expansion radiale.

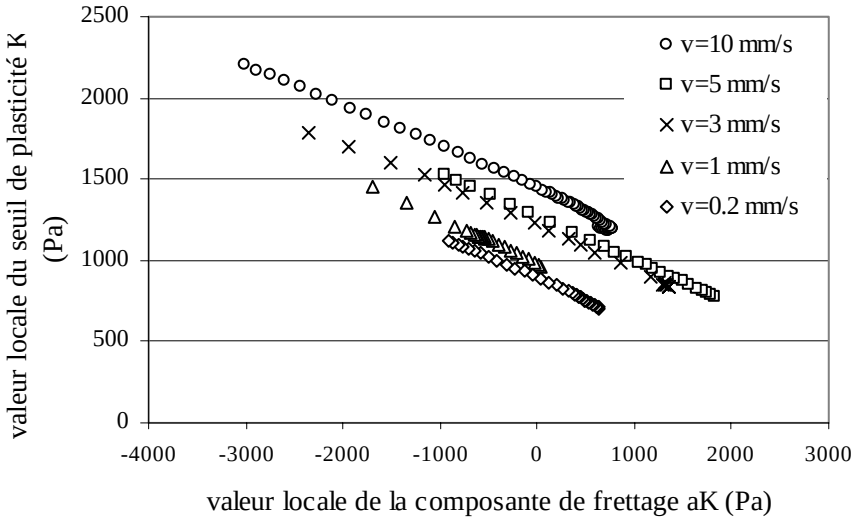


Figure 7.22 : Evolution du seuil de plasticité K en fonction de la composante de frettage αK dans le cas des essais de compression de la graisse universelle.

Ce résultat évoque à nouveau la nécessité de la mise en œuvre de la méthode de correction du frettage comme nous l'avons évoqué précédemment. Pour les mêmes raisons que celles évoquées dans le cas de la pâte de dentifrice, notre méthode de correction n'a pu être appliquée, le support actuel de l'outil de calcul n'étant pas adapté.

7.3.6 Cas d'une suspension de sucre et d'huile de tournesol.

7.3.6.1 Matériaux.

- Sucre : les particules de sucre, non sphériques, sont fournies par Nestlé. Leur densité est de 1,58 $g.cm^{-3}$, la superficie de la surface spécifique est 0,66 $m^2.g^{-1}$. Les diamètres moyens des particules sont décrits en annexe 3.
- Une huile de tournesol commerciale.

7.3.6.2 Préparation de la suspension.

Les particules de sucre sont mélangées à l'huile de tournesol au moyen d'un mélangeur de cuisine, à température ambiante. L'huile est ajoutée progressivement et par intermittence au sucre, et la vitesse du mélangeur est augmentée graduellement de façon à réduire la dispersion des particules de sucre et rendre le mélange final homogène. Les différents essais rhéométriques sont réalisés à température ambiante.
Une suspension de sucre est ainsi fabriquée, dont la proportion massique de sucre représente 50 % de la masse d'huile. Cette proportion a été retenue pour formuler une suspension avec un seuil d'écoulement apparent suffisant pour assurer la mise en place et la tenue de l'échantillon sur le plateau inférieur, et s'affranchir d'un phénomène de ségrégation trop prononcé au cours de la compression.

7.3.6.3 Expériences et analyse des résultats.

Les essais de compression des échantillons de suspension de sucre ont été réalisé à température ambiante et pour différentes vitesses de compression (10, 1 et 0.2 mm/s). Afin de favoriser l'adhérence de ce matériau aux parois, les plateaux utilisés (R = 20mm) sont striés et thermostaté de façon à obtenir en surface une température proche de la température ambiante (de l'ordre de 19 °C). Les résultats de ces essais dans le repère réduit caractéristique F*(h/R) sont rassemblés sur la figure 7.23. La reproductibilité des essais étant respectée, seule une série est représentée. La phase linéaire précédent l'augmentation de la valeur de F* pour les faibles valeurs de h/R est moins visible du fait d'un seuil d'écoulement faible (voir tableau 7.4).

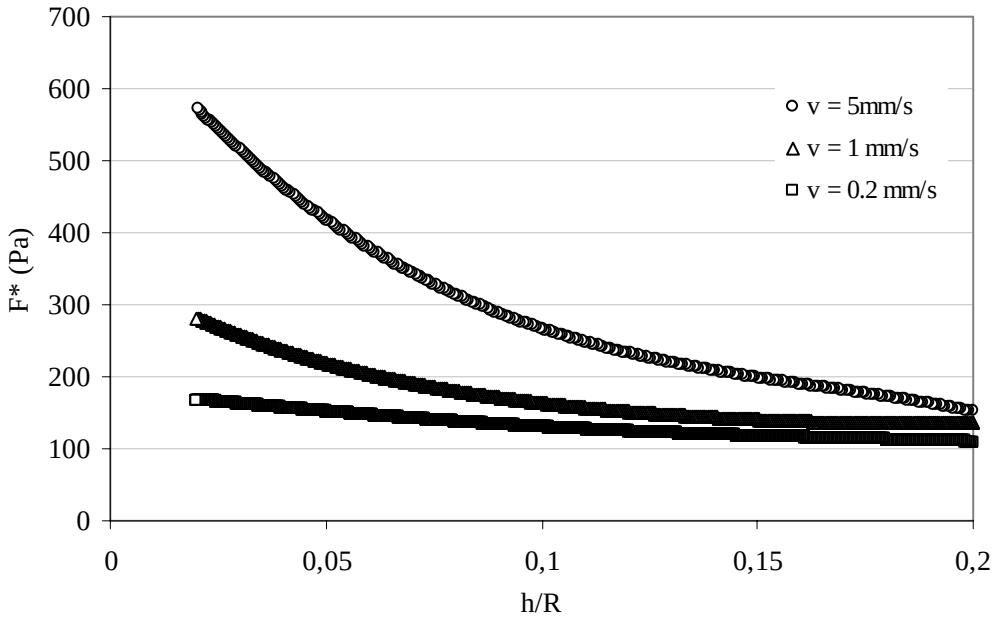


Figure 7.23 : Données d'essai de compression d'une suspension de sucre (50%) pour différentes vitesses d'essai, respectivement 10, 1 et 0.2 mm/s (R = 20 mm – plateaux striés).

Selon un procédé identique au cas de la graisse universelle, ces données sont analysées au moyen de l'outil de calcul dédié aux écoulements adhérents, du fait de la nature des plateaux utilisés. Comme le montre la figure 7.24, et contrairement au cas de la graisse, les courbes d'écoulement obtenues pour les différentes vitesses d'essai ne se superposent pas ou ne se complètent pas. Un tel résultat est synonyme du non respect des conditions d'adhérence aux plateaux et constitue dans ce cas un critère de limitation de l'algorithme de calcul. De la même façon, la comparaison des courbes de viscosité données par la figure 7.25, aboutit à la même conclusion. Bien qu'elles soient construites sur une large gamme de vitesses de déformation moyenne, qu'elles soient représentatives du comportement rhéofluidifiant de la suspension de sucre, les courbes de viscosité ne s'ajustent pas entre elles. L'évolution de la viscosité calculée au cours de chacun des essais est dépendante de la valeur de la vitesse de compression.
Du fait de ces résultats, et de la présence de glissement aux plateaux malgré l'utilisation de surfaces rugueuses, il convient à présent d'analyser ces données de compression avec l'algorithme de calcul dédié aux écoulements glissants avec frottement.

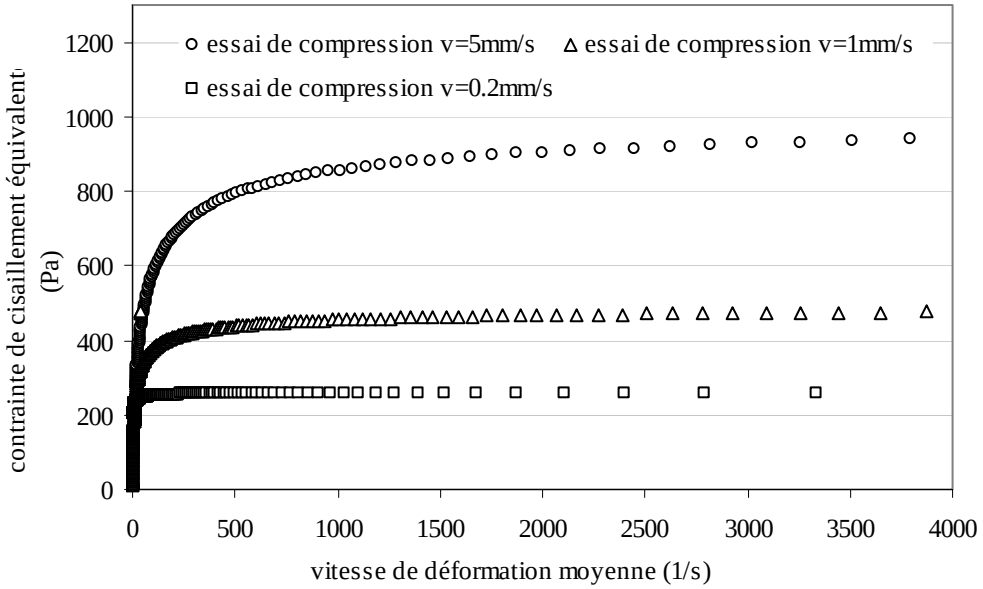


Figure 7.24 : Courbes d'écoulement équivalentes de la suspension de sucre (50%) obtenues à partir des données d'essai de compression à différentes vitesses – la non superposition de ces courbes met en évidence la probable présence de glissement aux parois.

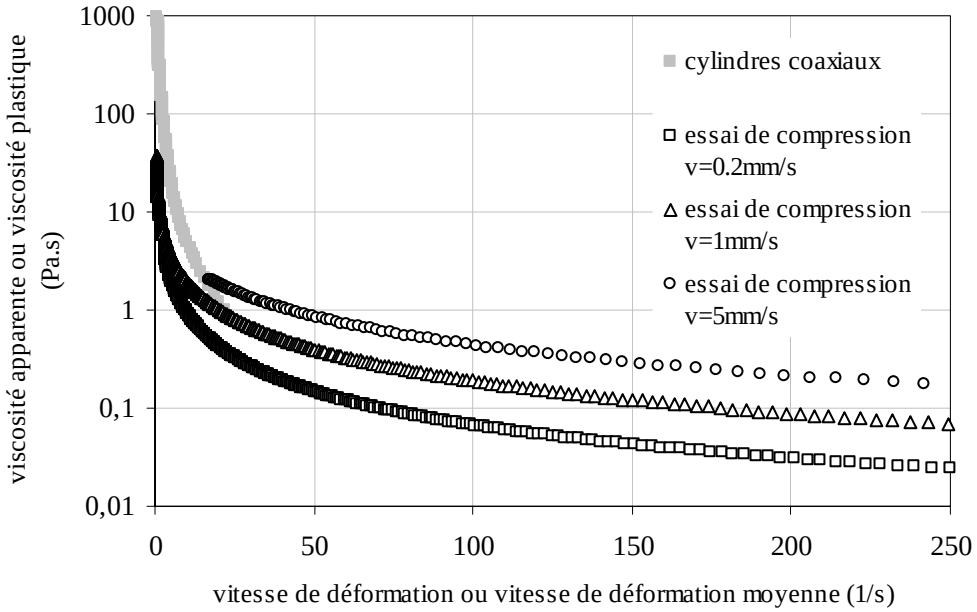


Figure 7.25 : Courbes de viscosité plastique de la suspension de sucre (50%) obtenues à partir des données d'essai de compression à différentes vitesses et courbe de viscosité de cisaillement établie par un viscosimètre à cylindres coaxiaux – mise en évidence de la probable présence de glissement.

Les résultats de l'analyse des données d'essai de compression de la suspension de sucre avec l'algorithme de calcul dédié aux écoulements glissants avec frottement sont donnés par les figures 7.26 à 7.28. Les deux premières permettent de montrer la courbe globale d'écoulement équivalente obtenue à partir des trois essais à différentes vitesses de compression.
Comme le montre la figure 7.28, les courbes de viscosité plastiques construites à partir des données de compression pour les différentes vitesses d'essai s'associent à l'image des courbes d'écoulement équivalentes correspondantes.
Cette étape permet de valider le principe de construction par morceaux des courbes d'écoulement et de viscosité sur l'outil de calcul dédié aux écoulements glissants avec frottement.

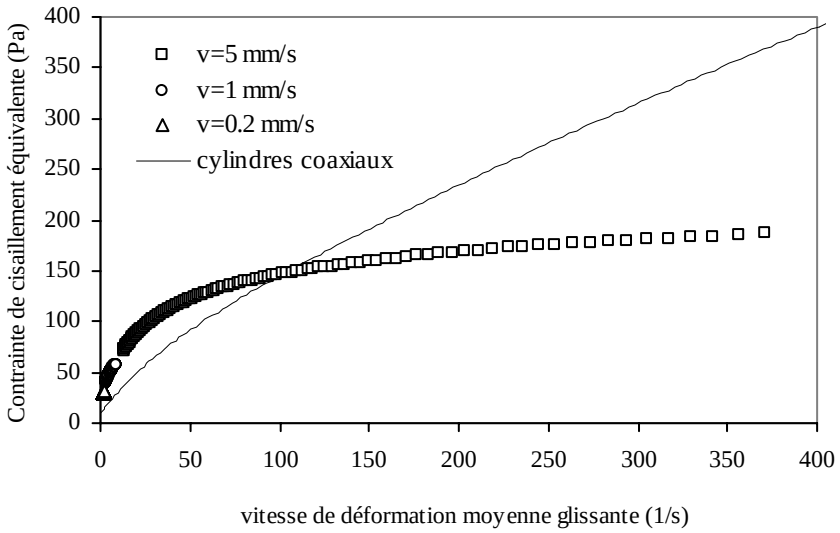


Figure 7.26 : Courbes d'écoulement équivalentes de la suspension de sucre (50%) obtenues à partir de l'outil de calcul dédié aux écoulements glissants avec frottement.

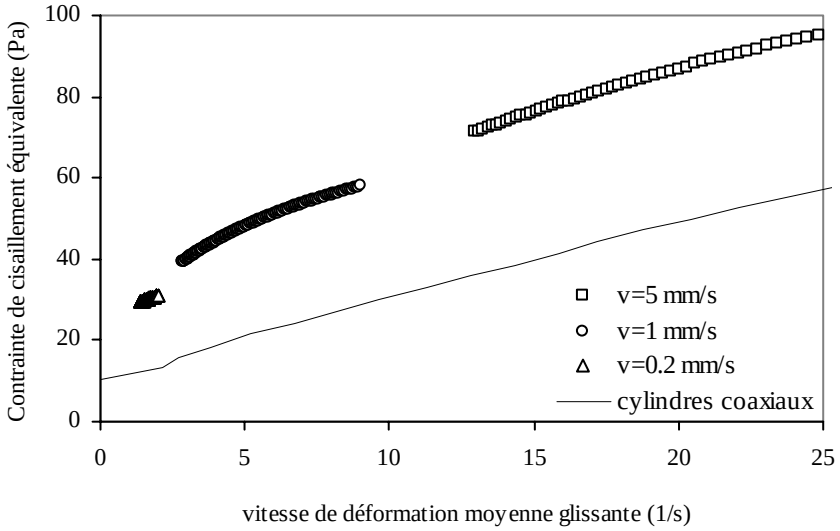


Figure 7.27 : Courbes d'écoulement équivalentes de la suspension de sucre (50%) obtenues à partir de l'outil de calcul dédié aux écoulements glissants avec frottement – zoom sur les faibles valeurs de vitesses de déformation moyenne.

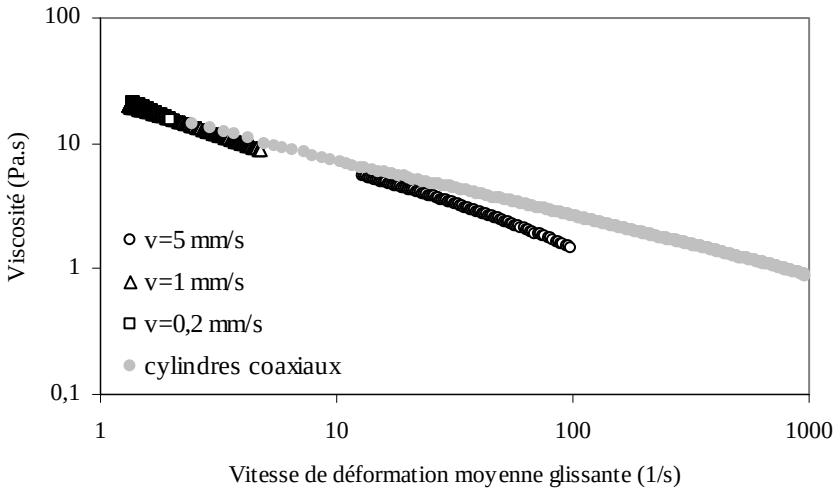


Figure 7.28 : Courbes de viscosité plastique de la suspension de sucre (50%) obtenues à partir de l'outil de calcul dédié aux écoulements glissants avec frottement et courbe de viscosité de cisaillement établie par un viscosimètre à cylindres coaxiaux.

D'une façon identique aux exemples précédents, la courbe d'écoulement, bien que caractéristique du comportement du fluide, présente un écart avec la courbe de cisaillement. On retrouve ici encore l'influence du frettage sur l'évaluation correcte des différents paramètres du comportement et de la loi de frottement.
Poursuivre plus avant l'identification du comportement de ce fluide et de ses conditions d'écoulement à l'interface fluide/plateaux ne peut être envisagé à présent que par la mise en place systématique de notre méthode de correction. Cette étape nécessite cependant le transfert des algorithmes sous un code de calcul plus adapté qu'un tableur commercial.

7.4 Conclusions du chapitre.

Il ressort de cette étude expérimentale de différents fluides complexes au moyen des outils d'analyse de l'écoulement de compression plusieurs résultats fondamentaux.
Les outils de calcul ont été appliqué dans un premier temps au traitement de données expérimentales issues de la bibliographie. La confrontation des courbes d'écoulement et des courbes de viscosité issues des données de compression et des données de cisaillement a permis de montrer la bonne concordance des résultats. Cette étape a montré notamment la validité de notre analyse et de notre méthode de correction, ainsi que la polyvalence de l'outil de calcul conçu pour interpréter les écoulements présentant des conditions de glissement avec frottement.
La deuxième partie de ce chapitre a consisté à étudier les données de compression de différents fluides viscoplastiques. Les résultats de cette étude montre qu'il est possible d'obtenir, à partir d'essais de compression réalisés pour différentes vitesses d'essai, une courbe d'écoulement et de viscosité par morceaux. Ces courbes globales sont caractéristiques du comportement du fluide testé et sont obtenues sur une large gamme de vitesses de déformation moyenne. La confrontation de ces différentes courbes avec les données issues d'essais de cisaillement a néanmoins montré un écart sur la valeurs identifiées par les outils d'analyse développés. L'explication de cet écart se justifie par l'influence du paramètre de

frettage calculé qui ne permet pas d'aboutir, dans la forme actuelle du support des algorithmes de calcul, à l'estimation des valeurs adéquates des paramètres du comportement. L'exploitation d'un support plus approprié permettra à terme de proposer un outil performant d'analyse systématique des données d'écoulement de compression.

Conclusion générale.

L'essai de compression constitue un moyen de caractériser le comportement rhéologique de fluides complexes, notamment en présence de fluides fermes, de fluides de structure fragile, ou de fluides présentant un caractère glissant aux parois. Il constitue ainsi un outil complémentaire aux appareils traditionnels de rhéométrie, ce qui se traduit par la généralisation de son utilisation et de l'étude de l'écoulement qui en résulte. L'intérêt de cette géométrie d'essai réside également dans sa facilité de mise en œuvre et dans la richesse des informations enregistrées au cours d'un essai. Ceci contribue cependant à complexifier le traitement des données d'écoulement.

Les travaux présentés dans ce mémoire s'inscrivent dans la continuité des développements analytiques et expérimentaux de l'essai de compression réalisés au sein du laboratoire depuis plusieurs années. Ils s'inscrivent également dans le cadre d'une collaboration industrielle, visant ainsi à développer des méthodes d'analyse systématiques des données d'écoulement de compression de fluides complexes homogènes.

Pour atteindre cet objectif, nous avons dans un premier temps dressé une synthèse bibliographique des études relatives à l'écoulement de compression. Cette étape nous a permis de positionner l'essai de compression vis à vis des essais conventionnels de rhéométrie et de définir la géométrie d'essai à rayon constant exploitée dans ce travail et les problématiques qui lui sont liées.

Notre travail s'appuie, comme nous l'avons rappelé ensuite dans le deuxième chapitre, sur une méthode d'identification du comportement basée sur une approche énergétique. Cette méthode met ainsi en évidence la relation qu'il existe entre des paramètres réduits adéquats et caractéristiques de l'écoulement, la loi de comportement du fluide testé et un taux de déformations moyen. Cette relation permet alors d'envisager la spécification d'un état de déformations moyen et de cisaillement associé au sein de l'échantillon testé à condition de présupposer la forme de la loi de comportement du fluide. Notre choix s'est porté sur le modèle de Bingham et se justifie par la forme simple et générale de ce modèle, et la possibilité qu'il offre de développer des solutions analytiques de l'écoulement pour des conditions d'adhérence et de glissement avec frottement aux plateaux. Cette même notion de taux de déformations moyen confère à la méthode d'identification du comportement la propriété de pouvoir analyser et approcher la loi de comportement quelconque d'un fluide par une combinaison linéaire de comportement fondamentaux. Ce principe important est également décrit en vue de son exploitation dans la suite de l'étude.

Une application classique des méthodes exploitées lors du traitement analytique de l'écoulement de compression de fluides de comportement et de conditions d'écoulement donnés a été développée dans un troisième chapitre. Le cas particulier du fluide visqueux newtonien en écoulement adhérent et parfaitement glissant a été rappelé. Le profil des vitesses contrôlable pour ces typologies d'écoulement permet d'obtenir des solutions analytiques déjà largement décrites dans la bibliographie. L'écoulement d'un fluide plastique parfait, dont le profil de vitesses est ici aussi contrôlable, a également été analysé pour différentes conditions d'écoulement. L'étude de l'écoulement d'un tel fluide a permis de discuter de l'influence des conditions aux limites au bord des plateaux sur la forme de la solution analytique.

Le cas du fluide de Bingham en écoulement adhérent a été abordé de façon plus approfondie, car ce type de comportement est exploité dans la suite de ce travail pour développer les algorithmes de calcul devant permettre une identification locale des paramètres du comportement. L'écoulement de ce type de fluide a été modélisé par un modèle bi-zone à frontière plane. La détermination d'un champ de vitesses cinématiquement admissible associé à cette typologie d'écoulement, qui à la différence des cas précédents fait intervenir les paramètres de la loi de comportement, est ensuite assurée par l'application du principe variationnel. Le calcul de l'effort de compression est finalement réalisé à partir de la dissipation d'énergie dans le volume de matière inscrit entre les plateaux. Cette solution a été confrontée avec succès à la solution établie par la combinaison linéaire des comportements visqueux newtonien et plastique. Pour chacun de ces fluides, et pour des conditions d'adhérence et de glissement parfait, le taux de déformation moyen a été calculé. Cette étape a permis notamment de renforcer le principe de décomposition d'un comportement par une combinaison linéaire de comportement fondamentaux.
La notion de frettage a ensuite été introduite et discutée. Ceci nous a permis de proposer une modélisation de la contribution de la part émergente du fluide traduisant l'état de contraintes de l'échantillon à l'échappement des plateaux au cours de l'essai.

Dans l'optique d'une identification systématique des paramètres du comportement du fluide testé en écoulement de compression adhérent, un algorithme de calcul a été développé. Cet algorithme de calcul est destiné à assimiler localement l'écoulement d'un fluide quelconque à celui d'un fluide Bingham et à évaluer à chaque instant de l'essai les paramètres constitutifs de ce modèle en fonction du taux de déformations moyen associé. Partant d'une solution approchée bâtie sur la combinaison linéaire des comportements visqueux newtonien et plastique, et de la composante de frettage, une première estimation de ces paramètres est donnée. L'intégration d'un calcul itératif utilisant la solution de l'écoulement du fluide de Bingham la plus complète permet ensuite d'évaluer les valeurs des paramètres du modèle et du taux de déformation moyen.
Cet algorithme de calcul a été testé et validé avec succès dans le cas de données de compression simulées de fluides modèles (fluides visqueux newtonien et en loi puissance, fluide plastique parfait et fluide de Bingham). Cette validation a permis en particulier de montrer la licité d'assimiler localement et à un instant donné l'écoulement d'un fluide quelconque à celui d'un fluide de Bingham.
La robustesse de l'algorithme de calcul a ensuite été contrôlée par l'analyse de l'effet d'un bruit sur le signal de données de compression. Cette étude a montré le rôle prépondérant du pas de calcul et la nécessité de réaliser les essais de compression pour différentes vitesses d'essai. L'étude de l'influence du paramètre de frettage sur la construction de la courbe d'écoulement équivalente a été réalisée à partir des données simulées d'un fluide de Bingham en écoulement adhérent. La contribution de la part émergente du fluide se traduit ainsi par une amplification du signal des données de compression qui pénalise la correcte identification des paramètres du comportement et la convergence de l'algorithme de calcul. Une méthode de correction a finalement été proposée et validée afin d'optimiser l'algorithme de calcul.

Afin de généraliser notre méthode d'analyse, le développement d'un outil de calcul dédié aux écoulements glissants avec frottement a été envisagé et mise en œuvre selon un principe identique à celui utilisé en présence d'écoulements adhérents. Dans un premier temps, et à l'issue de l'étude pratique de la forme de l'écoulement à la surface des plateaux, il a été proposé une typologie spécifique d'écoulement glissant. A la surface des plateaux, l'écoulement présente deux régimes distinct d'écoulement : une partie centrale adhérente et une partie adjacente qui présente des conditions de glissement. Cette modélisation a ensuite

été couplée au modèle bi-zone à frontière plane. En présence d'une loi de comportement de type Bingham et pour des conditions de frottement imposées, un champ de vitesses radiales a ainsi été calculé dans la zone glissante avec frottement. De ce champ de vitesses radiales a été déduit un champ de vitesses axiales par l'écriture de la conservation de la masse et en exploitant les conditions aux limites, les conditions de symétrie et de continuité du problème. A partir du champ de vitesses solution et de l'écriture de la loi de comportement, une forme approchée des champs de contraintes et de pression se développant au sein de l'échantillon a été calculée. La forme analytique de la solution de l'effort de compression du fluide de Bingham en écoulement glissant avec frottement obtenue par l'intégration de ces champs a été enrichie par l'étude des contributions énergétiques mises en jeu au cours de la compression.
La deuxième étape de ce chapitre a consisté plus spécifiquement au développement de l'algorithme de calcul associé à la typologie de l'écoulement. Le développement de cet algorithme de calcul s'est révélé complexe du fait de l'identification simultanée des paramètres du modèle de Bingham et de la loi de frottement. Un tel outil a finalement été validé par la correcte détermination de courbes d'écoulement de fluides modèles simulés pour des conditions d'adhérence et de glissement parfait aux plateaux en fonction d'une vitesse de déformation moyenne appropriée.
Dans le cas d'un fluide visqueux newtonien en écoulement partiellement glissant avec frottement, l'obtention de résultats corrects est également assurée. Ainsi, le traitement de ces données simulées au moyen de l'outil de calcul permet d'estimer une valeur et une évolution correcte du seuil de frottement.

Le développement et l'optimisation d'une géométrie d'essai d'écoulement de compression implantée sur un analyseur de texture a fait l'objet du sixième chapitre. Le choix de cet appareil pour réaliser les essais de compression s'est justifié par son faible coût d'investissement, par sa présence assez systématique dans les laboratoires ou les industries, et par une prédisposition à la caractérisation de fluides à faible seuil d'écoulement. Une étude complète et critique de cet appareil et de ses performances a ainsi été réalisée. Ce travail a montré la nécessité de modifier la valeur d'effort initialement utilisée dans le logiciel de l'appareil de façon à déterminer correctement la position de référence des plateaux et d'assurer une mesure correcte de la hauteur de l'échantillon. Il a également mis en évidence l'importance de la déformation du bâti lors de la compression, qui doit être pris en compte pour évaluer avec justesse la hauteur réelle de l'échantillon.
De meilleures conditions de fonctionnement ont été obtenues par l'addition d'un système d'ajustement du parallélisme des plateaux et le développement d'un système de régulation thermique des plateaux. Un réseau, usiné dans chacun des plateaux et alimenté par un fluide thermostaté, a permis d'améliorer la stabilité de la température des plateaux lorsque celle-ci correspond à la température ambiante et de compenser l'échauffement constaté de la plate-forme d'essai de l'analyseur de texture. Un dispositif expérimental compétitif et un protocole d'essai adapté ont finalement été proposés.

Nos méthodes d'analyse de l'écoulement de compression ont finalement été appliquées au traitement de données expérimentales issues de la bibliographie. Le cas d'un polymère en écoulement adhérent puis en écoulement parfaitement glissant a ainsi été étudié. La confrontation des différentes courbes d'écoulement a permis de montrer la bonne concordance des résultats.
Le dispositif expérimental ainsi que les méthodes d'analyses de l'écoulement de compression développées dans ce mémoire ont ensuite été mis en œuvre pour proposer une évaluation des propriétés rhéologiques de différents matériaux. Cette étude à permis de valider le principe de construction par morceaux de la courbe d'écoulement équivalente. Elle montre aussi qu'afin

de compléter le développement des outils de calcul en vue de leur exploitation systématique, il convient d'envisager un support plus performant qu'un tableur commercial notamment pour permettre l'estimation pas à pas du coefficient correctif et assurer l'évaluation correcte des paramètres du comportement.

La transposition des outils de calcul développés dans ce mémoire à une géométrie d'essai à volume constant peut facilement être réalisée. Ceci nécessite la modification des solutions d'effort de compression utilisées, du fait d'un changement des conditions aux limites aux bords des plateaux, comme nous l'avons montré. L'adaptation de certains calculs est également nécessaire. Une telle adaptation sera toutefois plus complexe en mettre en œuvre dans le cas des écoulements glissants avec frottement à cause de la relative complexité des calculs mis en jeu. Cette transposition ne remet pas en cause le phénomène de fracture qui peut se produire en périphérie de l'échantillon, et la nécessité d'intégrer ce phénomène dans le développement des solutions.

Une autre perspective possible consisterait, dans le cas des écoulements glissants avec frottement, à exploiter une forme de loi de frottement différente. Du fait de la multiplication des paramètres à identifier, la confrontation de l'analyse d'essais de compression avec des résultats issus d'un rhéomètre complémentaire sera vraisemblablement indispensable. L'essai de compression apparaît ainsi comme un outil complet de rhéométrie et de tribométrie. Sur ce dernier point, peu de données sont connues tant vis à vis des fluides agroalimentaires que des polymères ou des géo-fluides. L'écoulement capillaire et l'écoulement de compression apparaissent ainsi complémentaires.

En dernier lieu, ce travail montre à nouveau le potentiel d'une exploitation judicieuse des paramètres globaux d'un essai, ainsi que l'intérêt et l'apport d'une méthode d'identification inverse. Les bases de la méthode inverse proposée sont par ailleurs tout à fait transposables à d'autres écoulements non viscosimétriques. L'extension de ce travail vers l'étude d'un écoulement convergent tel que celui engendré par l'extrusion de pâtes peut être envisagée.

Références Bibliographiques

Abdali S.S., Mitsoulis E., Markatos N.C., Entry and exit flows of Bingham fluids, *Journal of Rheology* **36** (2) (1992) 389-407.

Adams M.J., Briscoe B.J., Kamjab M., The deformation and flow of highly concentrated dispersions, *Advances in Colloid and Interface Science* **44** (1993) 143-182.

Adams M.J., Edmondson B., Caughey D.G., Yahya R., An experimental and theoretical study of the squeeze film deformation and flow of elastoplastic fluids, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **51** (1994) 61-78.

Adams M.J., Aydin L., Briscoe B.J., Sinha S.K., A finite element analysis of the squeeze flow of an elasto-viscoplastic paste material, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **71** (1997a) 41-57.

Adams M.J., Briscoe B.J., Corfield G.M., Lawrence C.J., An analysis of the plane strain compression of viscoplastic materials, *Journal of Applied Mechanics ASME* **64** (1997b) 420-424.

Adams M.J., Briscoe B.J., Corfield G.M., Lawrence C.J., The wall yield of rate-dependent materials, in: M.J. Adams, R.A. Mashelkar, R.A Pearson, J.R.A. Rennie (Eds.), *Dynamics of Complex Fluids*, Imperial College Press, The Royal Society, London, 1998, pp. 394-398.

Ak M.M., Gunasekaran S., Simulation of lubricated squeezing flow of a Herschel-Bulkley fluid under constant force, *Applied Rheology* **10** (6) (2000) 274-279.

Alderman N.J., Meeten G.H., Sherwood J.D., Vane rheometry of Bentonite gels, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **39** (1991) 291-310.

Barnes H.A., Carnali O.J., The vane-in-cup as a novel rheometer geometry for shear thinning and thixotropic materials, *Journal of Rheology* **34** (1990) 841.

Barnes H.A., A review of the slip (wall depletion) of polymer solutions, emulsions and particle suspensions in viscometers: Its cause, character and cure, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **56** (1995) 221-251.

Barnes H.A., The yield stress – A review or "παντα ρει" – everything flows?, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **81** (1999) 133-178.

Barnes H.A., Nguyen Q.D., Rotating vane – A review, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **98** (1) (2001) 1-14.

Bates A.J.D., Bridgewater J., The radial flow of pastes and gels, *Chemical Engineering Science* 55 (2000) 3003-3012.

Bellet D., Barrau J.J., *Cours d'élasticité*, Cepadues Eds (1990).

Bird R. B., Armstrong R. C., Hasager O., *Dynamics of Polymeric Liquids. Vol. 1. Fluid Mechanics*, John Wiley and Sons, Inc, New-York (1987).

Brindley G., Davies J.M., Walters K., Elasto-viscous squeeze films-part 1, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 1(1) (1976) 19-37.

Burbidge A. S., Servais C., Squeeze flows of apparently lubricated thin film, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **124**(1-3) (2004) 115-127.

Carozza S., Servais C., Roberts I., Oscillatory vane rheometry for complex materials, in: *Proceedings of the XIIIth International Congress on Rheology*, Cambridge, UK, Vol. 3 (2000) 321-323.

Campanella O.H., Peleg M., Squeezing flow viscometry of peanut butter, *Journal of Food Science* 52 (1987) 180-184.

Campanella O.H., Peleg M., Squeezing flow viscometry for non elastic and semi liquid foods – theory and applications, *Critical Reviews in Food Science and Nutrition* **42** (3) (2002) 241-64.

Chaari F., Racineux G., Poitou A., Chaouche M., Rheological behavior of sewage sludge and strain-induced dewatering, *Rheologica Acta* **42** (2003) 273-279.

Chan T.W., Baird D.G., An evaluation of a squeeze flow rheometer for the rheological characteriation of a filled polymer with a yield stress, *Rheologica Acta* **41** (2002) 245-256.

Chatraei Sh., Macosko C.W., Lubricated squeezing flow: A new biaxial extensional rheometer, *Journal of Rheology* **25** (4) (1981) 433-443.

Couarraze G., Grossiord J-L., *Initiation à la rhéologie*, Lavoisier, Paris (1983).

Coussot P., Ancey C., Rheophysical classification of concentred suspensions and granular pastes, *Physical Review* **E 59** (1999) 4445-4457.

Covey G.H., Application of the parallel-plate plastometer to brown coal rheometry, thèse Melbourne Australie (1977).

Covey G.H., Stanmore B.R., Use of the parallel-plate plastometer for the characterisation of viscous fluids with a yield stress, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **8** (1981) 249-260.

Debbaut B., Non-isothermal and viscoelastic effects in the squeeze flow between infinite plates, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **98** (2001) 15-31.

Denn M.M., Marrucci G., Squeeze flow between finite plates, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **87** (1999) 175–178.

Dienes G.J., Klemm H.F., Theory and Application of the Parallel Plate Plastometer, *Journal of Applied Physics* 17 (1946) 458-471.

Doustens A., Laquerbe M., Exploitation rhéométrique du test d'écrasement entre plateaux parallèles, *Journal de Mécanique Théorique et Appliquée* **6** (2) (1987) 315-332.

Dukes W.A., *Rheological measurement on lutings*, Rheology of disperse systems, Chapitre 8, Mill CC, Pergamon, London, (1957).

Duvaut G., Lions J.L., *Inequalities in mechanics and physics*, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg (1976).

Ericsson K.A., Toll S., Manson J-A. E., The two-way interaction between anisotropic flow and fiber orientation in squeeze flow, Journal of Rheology 41 (3) (1997) 491-511.

Estellé P., Lanos C., Mélinge Y., Servais C., Squeezing flow for rheological characterisation of food materials, in : *Proceedings of the 3rd Int. Symposium on Food Rheology and Structure*, Fischer, Marti, Windhab Ed. Zürich (2003a) 115-118.

Estellé P., Lanos C., Mélinge Y., Servais C., Le test de compression simple : mise en œuvre sur un analyseur de texture et exploitation en présence de fluides viscoplastiques, *Rhéologie* **3** (2003b) 39-45.

Fortin A., Côté D., Tanguy P.A., On the imposition of friction boundary conditions for the numerical simulation of Bingham fluid flows, *Computer methods in Applied Mechanics and Engineering* **88** (1991) 97-109.

Franco J.M., Gallegos C., Barnes H.A., On slip effects in steady-state flow measurements of oil-in-water food emulsions, *Journal of Food Engineering* **36** (1998) 89-102.

Gartling D.K., Phan-Thien N., A numerical simulation of a plastic fluid in parallel-plate viscosimeter, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **14** (1984) 347-360.

Gent A.N., Theory of the parallel plate viscometer, *British Journal of Applied Physics* **11 (2)** (1960) 85-87.

Germain P., *Mécanique Tome 2*, Ellipses (1986).

Hanayneh B., Approche de l'étude rhéologique des pâtes épaisses pour l'industrie des matériaux de construction, Thèse INSA Rennes (1983).

Healey, *Trans. Inst. Rubber Ind.* **1** (1929) 334.

Hess S., Sow A., Squeeze-flow in the presence of a temperature gradient: effective attraction between asperites in the friction zone of two solids, *Journal of Non-Equilibrium Thermodynamics* **27**(2) (2002) 121-130.

Hill R., *Mathematical Theory of Plasticity*, Clarendon Press, Oxford (1950).

Hoffner B., Gerhards C., Peleg M., Imperfect lubricated squeezing flow viscometry for foods, *Rheologica Acta* **36** (1997) 686-693.

Hoffner B., Gerhards C., Peleg M., Method to assess the ability of rough surfaces to eliminate slip in food viscometry, *Journal of Texture Studies* **29** (1998) 527-536.

Huang X., Oliver D.R., Processing properties of ceramic paste in radial flow, *British Ceramic Transactions* **98** (1) (1999) 1-5.

Huilgol R.R., Variational principle and variational inequality for a yield stress fluid in the presence of slip, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **75** (1998) 231-251.

Jay P., Piau J-M., El Kissi N., Cizeron J., Numerical simulation of the transition from adhesion to slip with friction in generalized Newtonian Poiseuille flow, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **77** (1998) 233-251.

Johnson M.W., Some variational theorems for non Newtonians flow, *Physics of Fluids* **3** (1960) 871-878.

Kalyon D.M., Yaras P., Aral B., Yilmazer U., Rheological behavior of a concentred suspension: a solid rocket fuel simulant, *Journal of Rheology* **37** (1) (1993) 35-53.

Kendall K., Interparticle friction in slurries, in : *Tribology in Particle Technology*, Edited by Briscoe and Adams, 91-103 (1987).

Kompani M., Venerus D.C., Equibiaxial extensional flow of polymer melts via lubricated squeezing flow. I. Experimental analysis, *Rheologica Acta* **39** (2000) 444-451.

Krieger I., L'écoulement plastique et le rhéomètre rotatif à plateaux parallèles, Les Cahiers de Rhéologie 8 (1) (1989).

Lanos C., Méthode d'identification non viscosimétrique de comportements de fluides, thèse INSA Rennes (1993).

Lanos C., Doustens A., Rhéométrie des écoulements entre plateaux parallèles: Réflexions, *European Journal of Mechanical Engineering* **39** (2) (1994) 77-89.

Lanos C., Casandjian C., Laquerbe M., Reverse identification method associate to compression test , in : *Proceedings of the XIIIth International Congress on Rheology*, Cambridge, UK, Vol. 2 (2000) 312-314.

Lanos C., Identification of the rheological behaviour of mineral pastes by using compression test, in : *Proceedings of the XIIIth International Congress on Rheology*, Cambridge, UK, Vol. 2 (2000) p.415-417.

Laun H.M., Rheometry towards complex flows: squeeze flow technique, Macromolecular Symposium **56** (1992) 55-66.

Laun H.M., Rady M., Hassager M., Analytical solutions for squeeze flow with partial wall slip, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **81** (1999) 1-15.

Lawrence C.J., Corfield G.M., Non-viscometric flow of viscoplastic materials: squeeze flow, in: M.J. Adams, R.A. Mashelkar, R.A Pearson, J.R.A. Rennie (Eds.), *Dynamics of Complex Fluids*, Imperial College Press, The Royal Society, London, 1998, pp. 379-393.

Lawal A., Kalyon D.M., Squeezing flow of viscoplastic fluids subject to wall slip, *Polymer Engineering and Science* **38** (11) (1998) 1793-1804.

Lee S.J., Denn M.M., Crochet M.J., Metzner A.B., Compressive flow between parallel disks: 1. Newtonian flui with a transverse viscosity gradient, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **10** (1981) 3-30.

Liscomb G.G., Denn M.M., Flow of Bingham fluids in complex geometries, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **14** (1984) 337-346.

Longworth R., Morawetz H., Polymer association. IV. Hydrogen bonding and melt viscosities in copolymers of styrene with methacrylic acid, *Journal of Polymer Science* **29** (119) (1958) 307-319.

Lorenzo M.A., Gerhards C., Peleg M., Imperfect squeezing flow viscosimetry of selected tomato products, *Journal of Texture Studies* **28** (1997) 543-567.

Macosko C.W., *Rheology: Principles, measurements and applications*, VCH Publishers, Inc. (1994).

Matsoukas A., Mitsoulis E., Geometry effects in squeeze flow of Bingham plastics, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **109** (2003) 231-240.

Meeten G.H., Yield stress of structured fluids measured by squeeze flow, *Rheologica Acta* **39** (2000) 399-408.

Meeten G.H., Squeeze flow between plane and spherical surfaces, *Rheologica Acta* **40** (2001) 279-288.

Meeten G.H., Constant force squeeze flow of soft solids, *Rheologica Acta* **41** (2002) 557-566.

Meeten G.H., Squeeze flow of soft solids between rough plates, *Rheologica Acta* 43 (2004) 6-16.

Mooney M., Explicit formula for slip and fluidity, *Journal of Rheology* **2** (2) (1931) 210-222.

Mortreuil F-X., Développement d'une méthode d'étude d'écoulements de pâte céramique dans des filières d'extrusion de forme complexe, thèse INSA Rennes (1999).

Nadaï A., *Plasticity*, Mcgraw-Hill, New-York (1931).

Nasseri S., Bilston L., Fasheun B., Tanner R., Modelling the biaxial elongational deformation of soft solids, *Rheologica Acta* **43** (2004) 68-79.

Nguyen Q.D., Boger D.V., Yield stress measurement for concentred suspensions, *Journal of Rheology* **27** (4) (1983) 321-349.
O'Donovan E.J., Tanner R.I., Numerical study of the Bingham squeeze film problem, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **15** (1) (1984) 75-83.

Oldroyd J.G., A rational formulation of the equations of plastic flow for bingham solid, Proceedings of the Cambridge Philosophical Society **43** (1947) 100-105.

Oliver D.R., Huang X., Squeeze film testing of ceramic pastes, *British Ceramic Transactions* **99** (3) (2000) 101-108.

Papanastasiou A.C., Macosko C.W., Scriven L.E., Analysis of lubricated squeezing flow, *International Journal of Numerical Methods in Fluids* **6** (1986) 819-839.

Papanastasiou T.C., Flows of materials with yield, *Journal of Rheology* **31** (5) (1987) 385-404.

Pastor J., Turgeman S., Limit analysis in axisymetrical problems : Numerical determination of complete statical solutions, *International Journal Mechanical Science* **24** (1982) 95-117.

Peek R.L., Parallel plate plastometry, *Journal of Rheology* **3** (1932) 347-372.

Petrov A.G., The plane problem of the extrusion of a viscoplastic medium by parallel plates, *Journal of Applied Mathematics and Mechanics* **62** (4) (1998) 565-573.

Phan-Thien N., Sureng F., Tanner R.I., The squeeze-film flow of a viscoelastic fluid, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **24** (1987) 97-119.

Poitou A., Racineux G., A squeezing experiment showing binder migration in concentred suspension, *Journal of Rheology* **45** (3) (2001) 609-625.

Prager W., *Studies in Mathematics and Mechanics*, R. Von Mises Presentation Volume, Academic Press, New York, p.208-216 (1954).

Reynolds O., On the theory of lubrication and its application to Mr. Beauchamp Tower's experiments, *Philosophical Transactions of Royal Society* **A177** (1886) 157-234.

Roussel N., Analyse des écoulements de fluides homogènes complexes et plastiques diphasiques : application à l'essai de compression simple, thèse INSA Rennes (2001).

Roussel N., Lanos C., Mélinge Y., Induced heterogeneity in saturated flowing granular media, *Powder Technology* **138** (2003a) 68-72.

Roussel N., Lanos C., Plastic fluid flow parameters identification using a simple squeeze test, *Applied Rheology* **13** (3) (2003b) 132-141.

Roussel N., Lanos C., Toutou Z., Bingham fluid flow parameters identification using a simple squeeze test, soumis au *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* (2004).

Scott J.R., Theory and application of the parallel-plate plastimeter, *Trans. Inst. Rubber Ind.* **7** (1931) 169-175.

Scott J.R., Theory and application of the parallel-plate plastimeter part 2, *Trans. Inst. Rubber Ind.* **10** (1935) 418-493.

Servais C., Luciani A., Manson J-A. E., Squeeze flow of concentred long fibre suspensions: experiments and model, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **104** (2002) 165-184.

Servais C., Ravji S., Sansonnens C., Bauwens I., Oscillating vane geometry for soft solid gels and foams, *Journal of Texture Studies* **33** (2003) 487-504.

Sherwood J.D., Meeten G.H., Farrow C.A., Alderman N.J. , Squeeze-film rheometry of non-uniform mudcakes, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 39 (1991) 311-334.

Sherwood J.D., Durban D., Squeeze flow of a power-law viscoplastic solid, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **62** (1996) 35-54.

Sherwood J.D., Durban D., Squeeze flow of a Herschel-Bulkley fluid, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **77** (1998) 115-121.

Sherwood J.D., Liquid-solid relative motion during squeeze flow of pastes, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **104** (2002) 1-32.

Sherwood J.D., Squeeze flow of a dry foam, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **112** (2003) 115-128.

Smyrnaios D.N., Tsamopoulos J.A., Squeeze flow of Bingham plastics, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **100** (2001) 165-190.

Stable Micro Systems, *User manual of Texture Expert Exceed*, Stable Micro Systems Ltd, England (1997).

Stefan J., Versuche über die scheinbare Adhäsion, Akademie der Wissenschaften, Mathematish-Naturwissenschaftliche Class, Abteilung Wien **69** (1874) 713-735.

Steffe J.F., *Rheological methods in food process engineering*, Freeman Press, East Lansing, USA (1996).

Tang H.S., Kalyon D.M., Estimation of the parameters of Herschel-Bulkley fluid under wall slip using a combination of capillary and squeeze flow viscometers, *Rheologica Acta* **43** (2004) 80-88.

Törnqvist R., Servais C., Ebinger J-C., Månson J-A. E., The role of fiber bundle interaction forces in non-isothermal compression molding of thermoplastic composites, *Polymer Composites* **22** (1) (2001) 1-10.

Toutou Z., Rhéologie et formulation des géosuspensions concentrées : évaluation des conditions d'extrudabilité, Thèse INSA Rennes (2002).

Toutou Z., Roussel N., Lanos C., The squeezing test : a tool to identify firm cement-based material's rheological behaviour and evaluate their extrusion ability, *Cement and Concrete Research*, accepté pour publication (2004).

Varadan P., Solomon M. J., Direct visualisation of flow-induced microstructure in dense colloidal gels by confocal laser scanning microscopy, *Journal of Rheology* **47** (4) (2003) 943-968.

Walls H.J., Brett Caines S., Sanchez A.M., Khan S.A., Yield stress and wall slip phenomena in colloidal silica gels, *Journal of Rheology* **47** (4) (2003) 847-868.

Wilson S.D.R., Squeezing flow of a Bingham material, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **47** (1993) 211-219.

Winther G., Almdal K., Kramer O., Determination of polymer melt viscosity by squeezing flow with constant plate velocity, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **39** (1991) 119-136.

Yang, F., Exact solution for compressive flow of viscoelastic fluids under prefect slip wall boundary conditions, *Rheologica Acta* **37** (1998) 68-72.

Yilmazer U., Kalyon D.M., Slip effects in capillary et parallel disk torsional flows of highly filled suspensions, *Journal of Rheology* **33** (8) (1989) 1197-1212.

Yoshioka N., Adachi K., On variational principle for a non-newtonian fluid, *Journal of Chemical Engineering of Japan* **4** (1971) 217.

Yoshimura A., Prud'homme R.K., Wall slip corrections for Couette and parallel disk viscometers, *Journal of Rheology* **32** (1988) 53-67.

Zhang W., Silvi N., Vlachopoulos J., Modeling and experiments of squeezing flow of polymer melts, *International Polymer Processing* **10** (2) (1995) 155-164.

Zwick K.J., Ayyaswany P.S., Cohen I.M., Variational analysis of the squeezing flow of a yield stress fluid, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **63** (1996) 179-199.

Annexe 1

Justifications de l’unicité du comportement objet d’une surface caractéristique

A1. Justifications de l'unicité du comportement objet d'une surface caractéristique (Lanos, 1993).

La surface caractéristique représente la traduction d'un comportement dans un repère constitué de paramètres globaux (F^*, h/R, $\dot{h}/R$). Cette surface est considérée comme caractéristique du comportement, autrement dit à une surface donnée correspond un et un seul comportement image.
La bijection de cette relation peut être vérifiée par l'utilisation d'un principe variationnel appliqué à une famille exemple de lois de comportement. Par souci d'homogénéité, dans la construction du principe variationnel, certains points déjà développés précédemment seront rappelés.

A1.1 Principe variationnel.

L'ensemble des relations régissant l'écoulement sont des équations différentielles, traduisant une conservation de la masse ou de la quantité de mouvement, voire d'énergie, couplées à la loi de comportement et aux conditions aux limites.
L'écriture de la loi de comportement est reprise.

$$\sigma_{ij}^{(d)} = \frac{\partial \Gamma\left(D_{ij}\,;x\right)}{\partial D_{ij}} \tag{A1.1}$$

avec toujours

$$D_{ij} = \frac{1}{2}\left(V_{i,j} + V_{j,i}\right) \tag{A1.2}$$

La loi de la conservation de la masse se traduit par

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + div\left(\rho \vec{V}\right) = 0 \tag{A1.3}$$

soit, si le matériau testé est considéré comme incompressible,

$$div\left(\rho \vec{V}\right) = 0 \tag{A1.4}$$

et homogène

$$div\left(\vec{V}\right) = 0 \tag{A1.5}$$

ce qui peut être écrit sous la forme suivante

$$V_{i,i} = 0 \tag{A1.6}$$

L'équation de conservation de la quantité de mouvement s'écrit en régime permanent

$$\sigma_{ij,j} + \rho.f_i = \rho.V_{i,j}.V_j \tag{A1.7}$$

Les termes d'inertie seront négligés par la suite, les essais de compression se déroulant à des vitesses de rapprochement des plateaux relativement faibles. L'écoulement est considéré comme une succession de phases en équilibre statique.

L'équation d'équilibre devient donc

$$\sigma_{ij,j} + \rho.f_i = 0 \tag{A1.8}$$

Les conditions aux limites se résument simplement à des conditions de vitesses sur les plateaux et le respect des symétries de l'écoulement. Ce champ de conditions aux limites sera noté (Jonhson, 1968)

$$V_i = \overline{\overline{V_i}} \tag{A1.9}$$

Les équations différentielles précédentes constituent les équations d'Euler correspondant à la fonctionnelle suivante

$$J = \int_v \left\{ \left[\frac{1}{2}\left(V_{i,j} + V_{j,i}\right) - D_{ij} \right].\sigma_{ij}^{(d)} - \rho.f_i.V_i + \Gamma - p.V_{i,i} \right\} dv - \int_s \left(\sigma_{ij}^{(d)}.n_j - p.n_i\right)\left(V_i - \overline{\overline{V_i}}\right) ds \tag{A1.10}$$

Tout comme le propose Johnson (1968), il est préférable de simplifier l'écriture de la fonctionnelle J en considérant que les équations (A1.2), (A1.6) et (A1.9) permettent d'établir une famille de champs de vitesses cinématiquement admissibles.
Un principe variationnel dérivé du précédent peut donc être écrit en posant

$$J_v = \int_v \left(\Gamma - \rho.f_i.V_i\right) dv \tag{A1.11}$$

Le champ de vitesse solution sera alors le champ cinématiquement admissible minimisant cette fonctionnelle.

A1.2 Problème de l'unicité.

Le mouvement de compression suffisamment lent lors de l'écoulement rend possible l'enregistrement du taux de dissipation d'énergie en fonction de la géométrie de l'essai au travers de l'enregistrement de l'effort de compression en fonction des paramètres géométriques suivants

$$\frac{\dot{h}}{R} \text{ et } \frac{h}{R}$$

Le champ de vitesses, rendu cinématiquement admissible en respectant les équations (A1.2), (A1.6) et (A1.9), solution de l'écoulement, sera le champ qui, couplé à la loi de comportement, minimise la fonctionnelle et rend à chaque instant la valeur du taux de dissipation égal à la puissance fournie.

Par la suite, les forces massiques sont négligées ($f_i = 0$), ce qui permet d'écrire la fonctionnelle à minimiser sous la forme

$$J_v = \int_v \Gamma dv \tag{A1.12}$$

L'étude est poursuivie à partir d'un exemple, en considérant que la loi de comportement se met sous la forme suivante, forme classiquement employée pour exprimer la loi de comportement d'un fluide quelconque.

$$\sigma_{ij}^{(d)} = 2\eta(I_2).D_{ij} \tag{A1.13}$$

avec $I_2 = D_{ij}.D_{ij}/2$.

Cette formulation permet de faire apparaître une viscosité apparente fonction du deuxième invariant du tenseur des taux de déformations. Dans ce cas, Johnson (1968) montre que

$$\Gamma = \int 2\eta(I_2).dI_2 \tag{A1.14}$$

Afin de discuter de l'unicité du couple (champ de vitesses, loi de comportement) solution de l'écoulement correspondant à un enregistrement, un certain nombre d'hypothèses vis à vis des formes mathématiques prises par la loi de comportement et le taux de dissipation d'énergie moyen sont nécessaires.

- Le taux de dissipation d'énergie volumique moyen pourra s'écrire sous forme polynomiale des paramètres géométriques suivants

$$\frac{\dot{h}}{R} \text{ et } \frac{h}{R}$$

- La loi de comportement peut s'écrire sous la forme

$$4\eta(I_2) = \sum_i \alpha_i . I_2^{\,i} \tag{A1.15}$$

Vis à vis de l'analyse dimensionnelle, la vitesse relative des plateaux est le seul paramètre faisant intervenir le temps dans le second invariant du tenseur des taux de déformation, il est donc possible d'écrire

$$\mathrm{I}_2(\mathrm{r}, \mathrm{z}, \mathrm{h}, \dot{\mathrm{h}}) = \left(\frac{\dot{\mathrm{h}}}{\mathrm{R}}\right)^2 \varphi\left(\frac{\mathrm{r}}{\mathrm{R}}, \frac{\mathrm{z}}{\mathrm{R}}, \frac{\mathrm{h}}{\mathrm{R}}\right) \tag{A1.16}$$

- La dissipation d'énergie sur l'ensemble du volume de l'échantillon est peu différente de celle produite par le volume compris entre les plateaux.

Ceci a pour conséquence sur la dissipation

$$D_e = \int_v \sigma_{ij}^{(d)}.D_{ij}.dv = \int_v 2\eta(I_2)D_{ij}.D_{ij}.dv = \int_v 4\eta(I_2)I_2 dv \qquad (A1.17)$$

Cette relation peut encore s'écrire en substituant la loi de comportement par sa forme polynomiale du second invariant

$$D_e = \sum_i \alpha_i . \int_v I_2^{i+1}.dv \qquad (A1.18)$$

(Jusqu'à la fin de cette annexe, les conventions de sommation sur les indices ne seront plus utilisées)

En se servant de l'analyse dimensionnelle

$$D_e = \sum_i \alpha_i \left(\frac{\dot{h}}{R}\right)^{2(i+1)} . \int_V \varphi^{i+1}.dv \qquad (A1.19)$$

Le terme intégral peut être remplacé par sa valeur moyenne sur le volume entre plateaux. Sachant que la fonction φ ne fait uniquement intervenir que des variables adimensionnelles, l'intégration de 0 à R et de 0 à h/2 sera une fonction faisant intervenir des nombres et le seul paramètre géométrique *h/R*.
De plus l'hypothèse selon laquelle le taux de dissipation d'énergie volumique moyen peut être mis sous une forme polynomiale de *h/R* permet d'écrire

$$\int_V \varphi^{i+1} dv = \sum_j \beta_{ij} \left(\frac{h}{R}\right)^j .V \qquad (A1.20)$$

l'expression finale suivante est alors obtenue

$$\frac{D_e}{V} = \sum_i \sum_j \alpha_i \beta_{ij} \left(\frac{\dot{h}}{R}\right)^{2(i+1)} \left(\frac{h}{R}\right)^j \qquad (A1.21)$$

La structure d'espace vectoriel des taux de dissipation volumiques complétée par le caractère polynomial en *h/R* de l'enregistrement de F impose que les $(h/R)^j$ forment une base vectorielle.
En effectuant le même travail sur la fonctionnelle dans laquelle la forme de loi de comportement choisie a été injectée, l'expression suivante est obtenue.

$$J_v = \sum_i \frac{\alpha_i}{2(i+1)} \left(\frac{\dot{h}}{R}\right)^{2(i+1)} \int_V \varphi^{i+1} dv \qquad (A1.22)$$

L'expression du terme intégral précédemment développé permet d'écrire

$$\frac{J_v}{V} = \sum_i \sum_j \frac{\alpha_i \beta_{ij}}{2(i+1)} \left(\frac{\dot{h}}{R}\right)^{2(i+1)} \left(\frac{h}{R}\right)^j \tag{A1.23}$$

Le champ de vitesses cinématiquement admissible solution est le champ qui minimise la fonctionnelle J_v et ce quel que soit le volume de l'échantillon considéré. Donc ce champ solution minimisera également J_v / V.

Si deux fluides caractérisés respectivement par les coefficients α_i et α'_i fournissent le même enregistrement au plastomètre, cela se traduit au regard de l'équation (A1.21) par l'existence de deux champs de vitesses cinématiquement admissibles caractérisés par des coefficients β_{ij} et β'_{ij} tels que

$$\alpha_i \beta_{ij} = \alpha'_i \beta'_{ij} \tag{A1.24}$$

De plus, chaque champ de vitesses associé à chaque loi de comportement doit minimiser la fonctionnelle J_v donc

$$J_v(\alpha_i, \beta_{ij}) \leq J_v(\alpha_i, \beta'_{ij}) \tag{A1.25}$$
$$J_v(\alpha'_i, \beta'_{ij}) \leq J_v(\alpha'_i, \beta_{ij}) \tag{A1.26}$$

Or les équations (A1.23) et (A1.24) permettent d'écrire que

$$J_v(\alpha_i, \beta_{ij}) = J_v(\alpha'_i, \beta'_{ij}) \tag{A1.27}$$

Donc, le système d'équations (A1.25) et (A1.26) se transforme en

$$J_v(\alpha'_i, \beta'_{ij}) \leq J_v(\alpha_i, \beta'_{ij}) \tag{A1.28}$$
$$J_v(\alpha_i, \beta_{ij}) \leq J_v(\alpha'_i, \beta_{ij}) \tag{A1.29}$$

Ceci doit être vrai quelles que soient les valeurs de $\frac{\dot{h}}{R}$ et $\frac{h}{R}$.

Au regard de l'équation (A1.23), ceci se traduit par

$$\alpha'_i \leq \alpha_i \tag{A1.30}$$
$$\alpha_i \leq \alpha'_i \tag{A1.31}$$

La seule solution est alors l'égalité des paramètres α_i et α'_i.

Ainsi, dans le cadre des hypothèses émises au sujet de la forme de la loi de comportement ainsi que sur la forme polynomiale de l'enregistrement de l'effort de compression appliqué aux plateaux de la géométrie d'essai, les enregistrements des écoulements de compression transcrits dans le repère global d'identification sont bien caractéristiques d'un comportement unique. Cet ensemble constitue la surface caractéristique de ce comportement.

Annexe 2

Etude du signal d’effort et de déplacement de l’analyseur de texture

A2.1 Introduction.

L'étude de l'étalonnage statique du capteur d'effort, décrite au chapitre 6, a permis de définir son mode de fonctionnement ainsi que la courbe d'erreur du capteur. Il apparaît ainsi une valeur limite d'effort (100 g) en dessous de laquelle il n'est pas opportun d'analyser les données de compression.
Avec l'utilisation qui est faite du capteur d'effort, une analyse fréquentielle complémentaire, développée dans cette annexe, permet d'adapter la mesure en fonction de la nature du fluide et des propriétés de l'écoulement sans l'appréhension d'une contribution du capteur d'effort. Il sera admis dans cette étude, par manque d'information, que la fréquence de résonance du capteur d'effort est de l'ordre de quelques kHz.
D'autre part, les essais de compression étant réalisés à vitesse constante, il est nécessaire de vérifier le respect de cette condition imposée au cours d'une compression. Les essais ont été menés à différentes vitesses de compression de façon à balayer la gamme de vitesse accessible de l'analyseur de texture. Le nombre de points enregistré par seconde du signal d'essai est de 500, ce qui correspond à une fréquence d'échantillonnage de 500 Hz.
Comme nous le verrons, cette fréquence d'échantillonnage est suffisante pour restituer correctement et fidèlement les données d'essais. Cependant, pour de simples raisons de volume de fichier, ce paramètre d'acquisition est modifié pour les plus faibles vitesses.
Malgré le caractère lent des vitesses de compression accessibles sur l'analyseur de texture, le choix d'une fréquence d'échantillonnage élevée doit permettre d'analyser la distribution d'énergie sur les signaux enregistrés. Ce choix implique que les bruits alentours et les bruits liés à l'électronique sont intégrés dans cette analyse.

L'étude du signal de déplacement et d'effort de l'analyseur de texture, décrite ci-après, est réalisée à partir des résultats d'essais de compression d'une pâte de dentifrice.

A2.2 Etude du signal d'effort.

A2.2.1 Analyse fréquentielle : détermination de la fréquence d'échantillonnage.

Le traitement du signal résultant de la mise en compression d'un fluide est réalisé au moyen d'une analyse de Fourier, ce qui sous entend que le signal étudié présente un caractère périodique. La dépendance au temps du signal d'effort impose sa décomposition en un signal moyen (signal porteur) combiné à un signal fluctuant dans lequel l'énergie du signal est essentiellement contenue. Par convention, cette décomposition s'exprime par la relation suivante.

$$F = \overline{F} + F' \quad \text{(N)} \tag{A2.1}$$

où F désigne la valeur d'effort instantanée, $\overline{F}$ est sa valeur moyenne et F' sa valeur fluctuante.
Avec d'autre part,

$$\overline{F'} = 0 \tag{A2.2}$$

où

$$\overline{F'} = \frac{1}{T}\int_0^T F'\,dt \tag{A2.3}$$

et T est une période de temps statistiquement représentative.

L'évolution de la valeur d'effort instantanée d'un essai de compression et de sa valeur fluctuante est donnée par les figures A2.1 et A2.2 dans le cas de la compression d'une pâte de dentifrice pour une vitesse d'essai de 0,2 mm/s.

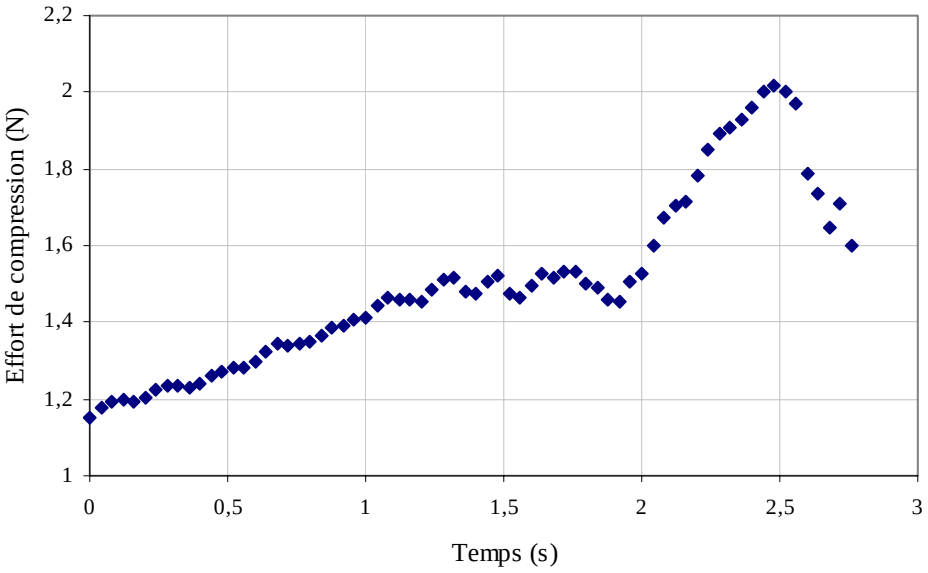


Figure A2.1 : Evolution de la valeur d'effort instantanée de compression d'une pâte de dentifrice pour une vitesse d'essai de 0,2 mm/s.

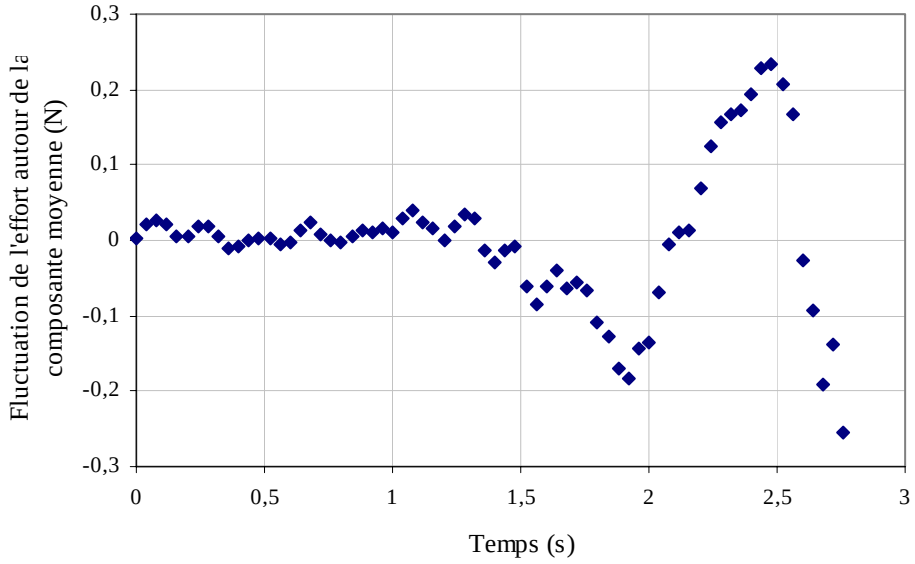


Figure A2.2 : Evolution de la valeur de fluctuation de l'effort de compression d'une pâte de dentifrice pour une vitesse d'essai de 0,2 mm/s.

En fonction du signal étudié, la durée de la période *T* est modulable. Du fait que la valeur moyenne de l'effort est une fonction temporelle, l'analyse fréquentielle est réalisée sur différents intervalles de temps constants et successifs du signal d'effort. Ceci permet d'autre part de juger de l'évolution fréquentielle du signal au cours de l'essai.
L'analyse de Fourier du signal d'effort est réalisée par un algorithme de transformation rapide en puissance de 2. Ainsi la longueur des intervalles de temps à étudier est de 2^n, avec *n* un entier représentant le nombre de points du signal correspondant à l'intervalle considéré. Lorsque la fenêtre de temps liée au choix de *n* est jugée satisfaisante, les intervalles de temps sont conditionnés par glissement. La puissance moyenne du signal d'effort *E*, ainsi que sa fonction d'autocorrélation sont calculées respectivement à partir des équations (A2.4) et (A2.5).

$$E = \frac{1}{T}\int_0^T F'^2\, dt \qquad \text{(A2.4)}$$

$$R_{F'F'} = \frac{1}{T}\int_0^T F'(t)F'(t-\tau)dt \qquad \text{(A2.5)}$$

L'équation (A2.4) est toujours valide puisque F'^2 est positive ou nulle. D'autre part, la fonction d'autocorrélation est adimensionnée par la puissance moyenne du signal d'effort *E*. L'algorithme de transformée rapide de Fourier est ensuite appliqué à cette grandeur, définissant une densité spectrale de puissance.

Les figures A2.3 et A2.4 permettent de montrer l'évolution de la fonction d'autocorrélation adimensionnée par la puissance moyenne du signal d'effort et de la densité spectrale de puissance, ici encore dans le cas de la compression d'une pâte de dentifrice à vitesse de compression de 0,2 mm/s.

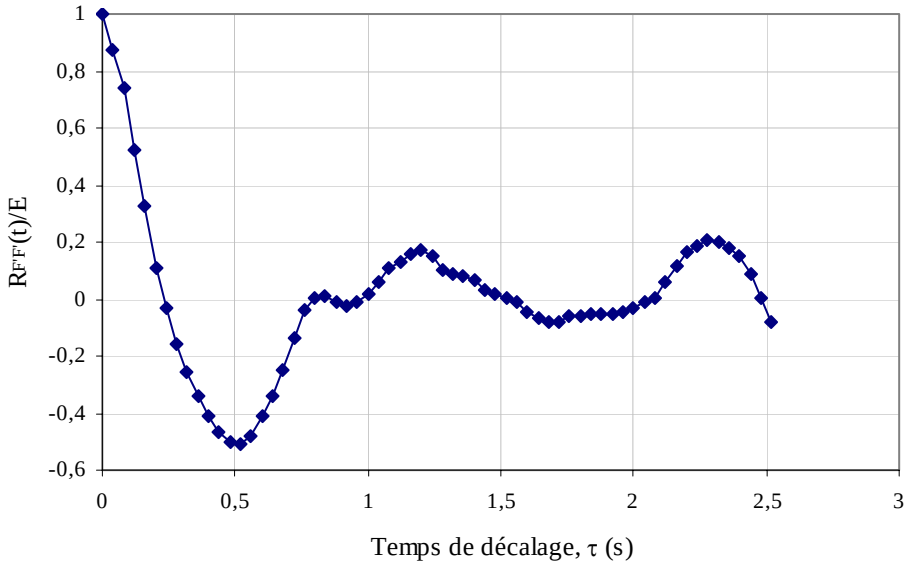


Figure A2.3 : Evolution du rapport de la fonction d'autocorrélation sur la puissance moyenne du signal fluctuant de l'effort de compression d'une pâte de dentifrice pour une vitesse d'essai de 0,2 mm/s.

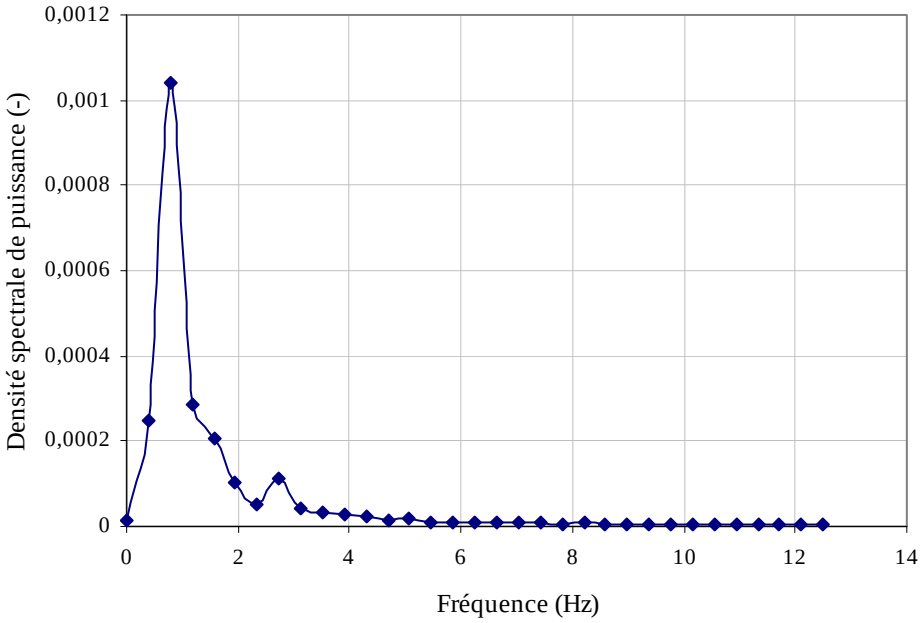


Figure A2.4 : Evolution de la densité spectrale de puissance du signal fluctuant de l'effort de compression d'une pâte de dentifrice pour une vitesse d'essai de 0,2 mm/s.

Cette étude est menée sur des signaux de compression d'une pâte de dentifrice qui servent de référence. Les résultats permettent d'identifier la fréquence d'échantillonnage optimale, au sens du théorème de Shannon, des différents essais entrepris dans ce travail de thèse. La vitesse de compression constitue un paramètre de l'étude.

Ainsi, par la lecture des densités spectrales de puissance obtenues pour différentes vitesses de compression, il est possible de déterminer l'énergie prépondérante du signal ainsi que les fréquences porteuses les plus significatives. La fréquence d'échantillonnage suffisante f_e peut alors être calculée à partir de la fréquence limite f_c identifiée selon la relation (A2.6).

$$f_e = 2 f_c \qquad \text{(A2.6)}$$

Ainsi, comme le montre la figure A2.5, l'énergie du signal est principalement associée aux basses fréquences. Cette même figure permet de montrer que l'analyse du signal d'effort développée pour une fréquence d'échantillonnage de 500 Hz est correcte, et que sa réduction pour les faibles vitesses de compression est justifiée. On note également que la densité spectrale est dépendante de la vitesse d'essai : le spectre de puissance du signal d'effort s'élargit avec l'augmentation de la vitesse d'essai. D'autre part, la présence d'un pic d'énergie autour de 120 Hz émerge pour les grandes vitesses de compression. Cependant, ce pic est lié au début de la mise en compression du fluide testé et s'atténue progressivement avec l'augmentation de l'effort. Dans le cas de la vitesse d'essai de 1mm/s, une troncature du spectre est notée pour une fréquence de 100 Hz. Ce résultat, qui pourrait constituer une problématique, est néanmoins acceptable devant l'écart de deux ordres de grandeur entre la valeur de la densité spectrale pour les basses fréquences et au niveau de la troncature.

En conclusion, cette analyse du signal d'effort montre qu'une fréquence d'échantillonnage au moins égale à 400 Hz est suffisante et nécessaire pour une acquisition optimale des données de compression.

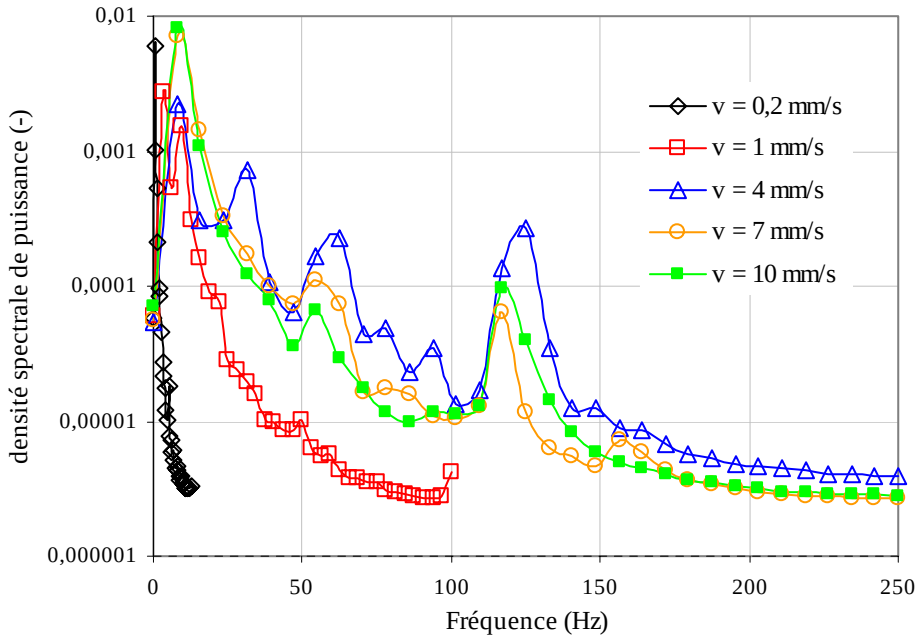


Figure A2.5 : Evolution de la densité spectrale de puissance de signaux d'effort de compression d'une pâte de dentifrice pour différentes vitesses de compression.

A2.3 Etude du signal de déplacement.

A2.3.1 Notion d'inertie du système en mouvement.

Le propos de cette partie est de mettre en évidence le phénomène d'accélération et de décélération que subit le bras mobile de l'analyseur de texture au moment du démarrage et de l'arrêt d'un essai de compression. Le phénomène d'accélération se traduit par le temps nécessaire pour que le bras mobile de l'appareil atteigne la vitesse de consigne. Le phénomène de décélération est mis en évidence par le temps nécessaire à l'arrêt complet du bras en fin d'essai. L'illustration de ces deux cas peut être décrite par la figure A2.6.

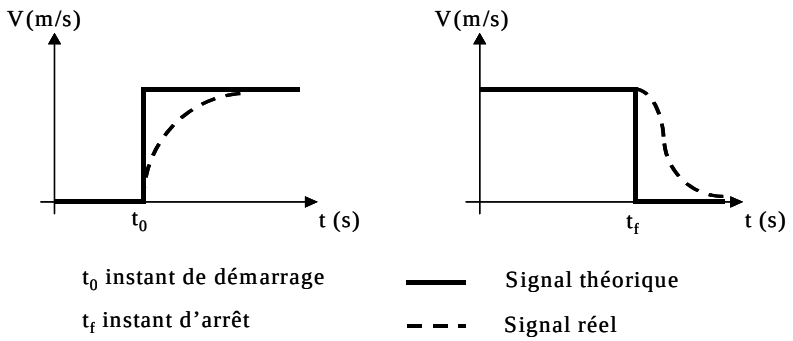


Figure A2.6 : Mise en évidence de l'influence de l'inertie du système en mouvement par la représentation des signaux de vitesse théorique et réelle.

En situation réelle, la présence de ces deux phénomènes au cours des essais est mise en évidence par les figures A2.7 et A2.8. La configuration d'essai est la suivante : la compression est réalisée à partir d'une distance initiale de 30 mm entre les plateaux. L'effort , la distance parcourue sont enregistrés au cours du temps. L'éventail de vitesses envisagées (0,2 ,1, 4, 7 et 10 mm/s) montre l'influence de la vitesse d'essai sur la capacité de l'appareil à respecter les consignes de mise en mouvement et d'arrêt. Seul le cas de la vitesse d'essai la plus lente ne fait pas apparaître d'effets d'accélération et de décélération. Dans ce cas également, la fréquence d'échantillonnage est réduite, pour les raisons évoquées précédemment. Bien que les résultats concernent un seul essai pour chacune des vitesses envisagées, la répétition des essais a mis en évidence la reproductibilité des phénomènes.

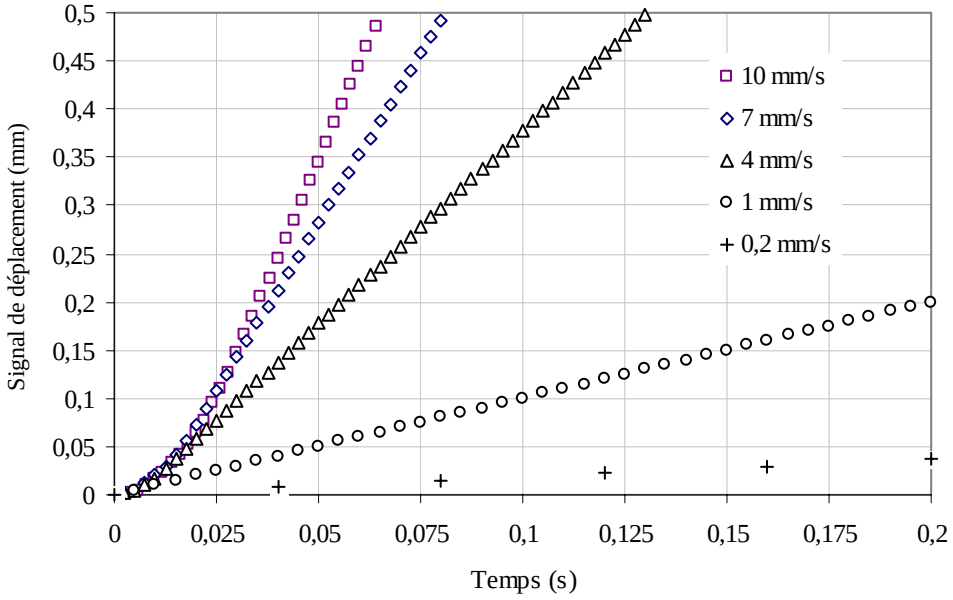


Figure A2.7 : Mise en évidence d'une phase d'accélération – influence de la vitesse d'essai.

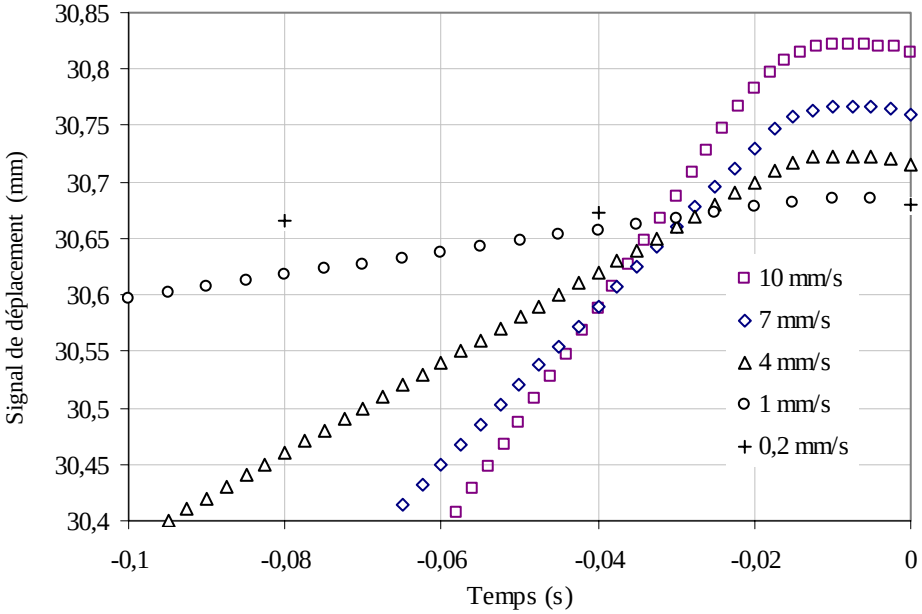


Figure A2.8 : Mise en évidence d'une phase de décélération – influence de la vitesse d'essai.

A2.3.2 Notion d'erreur sur le déplacement.

A2.3.2.1 Approche statistique de l'écart sur la valeur de vitesse de consigne.

Dans la suite de cette étude, les analyses proposées sont mise en œuvre sur le corps du signal, pour s'affranchir des phases d'accélération et de décélération. Les essais sont réalisés à vitesse de compression constante, la représentation du signal de déplacement en fonction du temps est donc linéaire. L'utilisation de la méthode de régression des moindres carrés permet d'ajuster un signal modèle sur le signal réel. La détermination de l'erreur est basée sur l'écart existant entre le signal réel et le signal modèle.
La représentation de la fonction de distribution de l'écart, donnée par la figure A2.9 pour chacune des vitesses d'essais, permet de juger du caractère probabiliste de l'erreur et de mettre en évidence l'intervalle de l'erreur. Comme le montre la figure A2.9, la fonction de distribution est symétrique par rapport à zéro. L'intervalle s'étend de –0,0015 à +0,0015 mm au maximum pour l'ensemble des vitesses d'essais exploitées. D'autre part, il n'existe pas réellement de loi probabiliste de la distribution de l'écart. L'écart apparaît ainsi être caractéristique d'un phénomène déterministe qui peut être attribuer très probablement à l'électronique du système du fait de la fréquence d'échantillonnage retenue pour l'acquisition de ces données d'essai.
Par conséquent, selon ces hypothèses, la distribution probable peut être assimilée à une erreur globale sur la valeur de déplacement de l'ordre de +/- 0,0015 mm par rapport à la position recherchée.

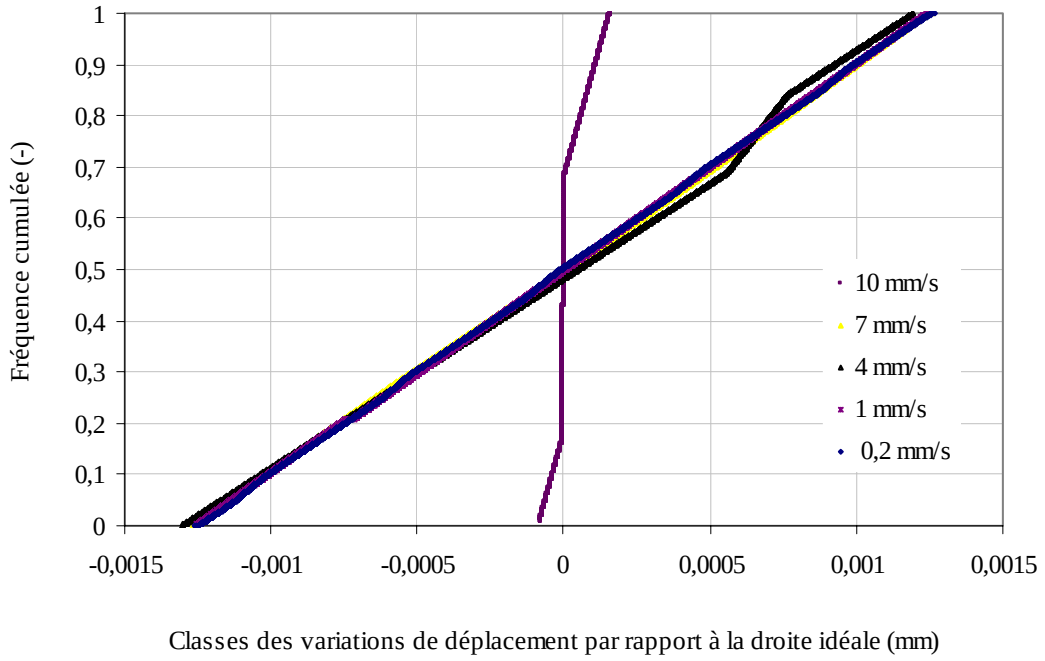


Figure A2.9 : Fonction de distribution de l'écart sur la vitesse de consigne – influence de la vitesse d'essai.

A2.3.2.2 Distribution fréquentielle de l'écart sur la valeur de vitesse de consigne.

Une méthode d'analyse basée sur la décomposition du signal, identique à celle développée au début de cette annexe, est appliquée au signal de déplacement. Le signal moyen est cependant calculé sur la durée totale de l'essai, en s'affranchissant des phases d'accélération et de décélération mise en évidence précédemment. La figure A2.10 donne l'évolution du signal instantané de déplacement pour une vitesse d'essai de 10 mm/s. Le résultat décrit par la figure A2.11 permet de conclure que le signal fluctuant correspondant présente un caractère propre à un système électronique et son amplitude est également très faible comme l'a montré l'analyse statistique précédente.

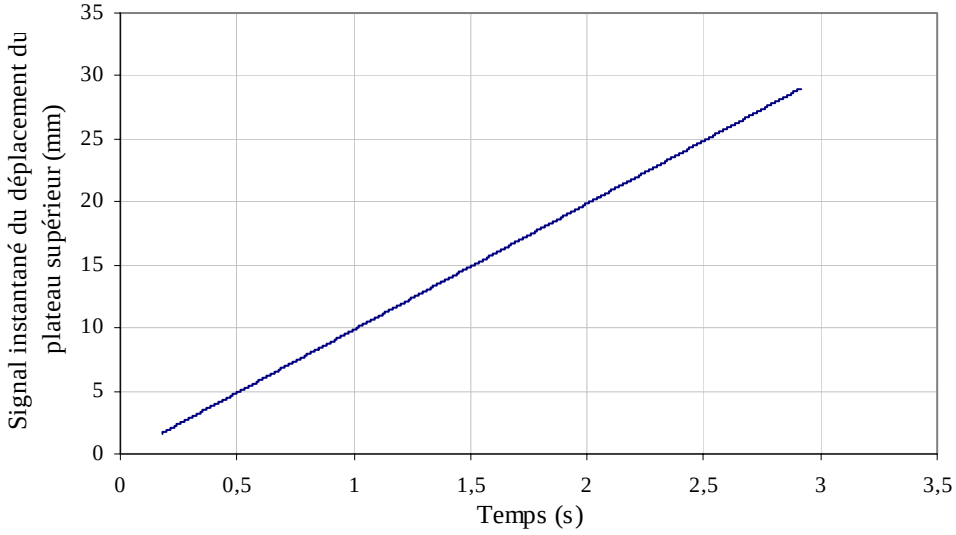


Figure A2.10 : Evolution du signal instantané de déplacement lors de la compression d'une pâte de dentifrice pour une vitesse d'essai de 10 mm/s.

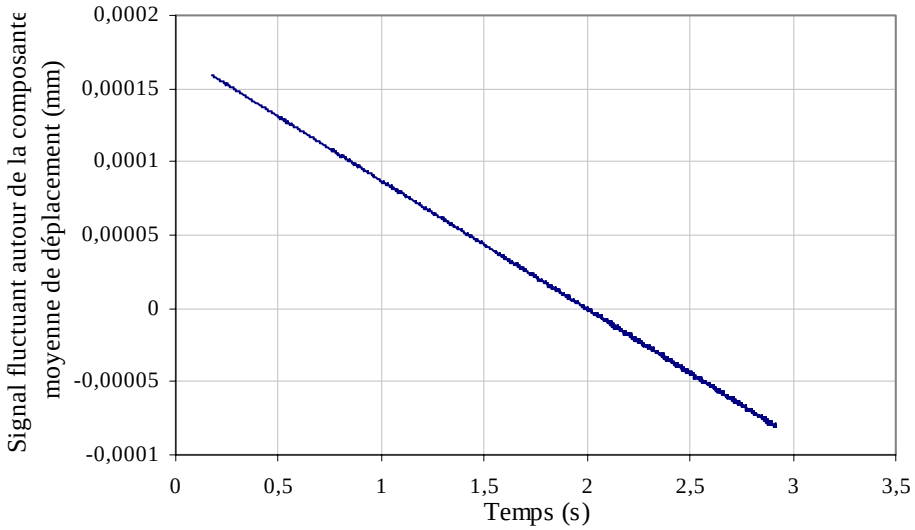


Figure A2.11 : Evolution du signal fluctuant de déplacement lors de la compression d'une pâte de dentifrice pour une vitesse d'essai de 10 mm/s.

Les résultats liés à l'étude du signal d'effort ont montré que l'énergie présente dans le signal est plus importante pour les grandes vitesses d'essai, avec un maximum pour la vitesse la plus rapide, soit 10 mm/s. Par hypothèse, il est admis que ce résultat est également valable pour le signal de déplacement. Ainsi, si on se limite au cas d'une vitesse d'essai de 10 mm/s, la densité spectrale de puissance est significativement représentée dans une gamme de fréquence inférieure à 200 Hz, comme le montre la figure A2.12. Dans cette gamme de fréquence, le niveau d'énergie lié à cet exemple est très faible, ce qui nous permet de conclure que la valeur de la fréquence d'échantillonnage optimale mis en évidence dans la première partie de cette annexe est très suffisante pour que le signal de déplacement soit lui aussi correct.
Afin d'éviter l'apparition de bruit expérimental dans le signal de déplacement, il peut être envisagé de modéliser ce signal en vue du traitement numérique des données de compression.

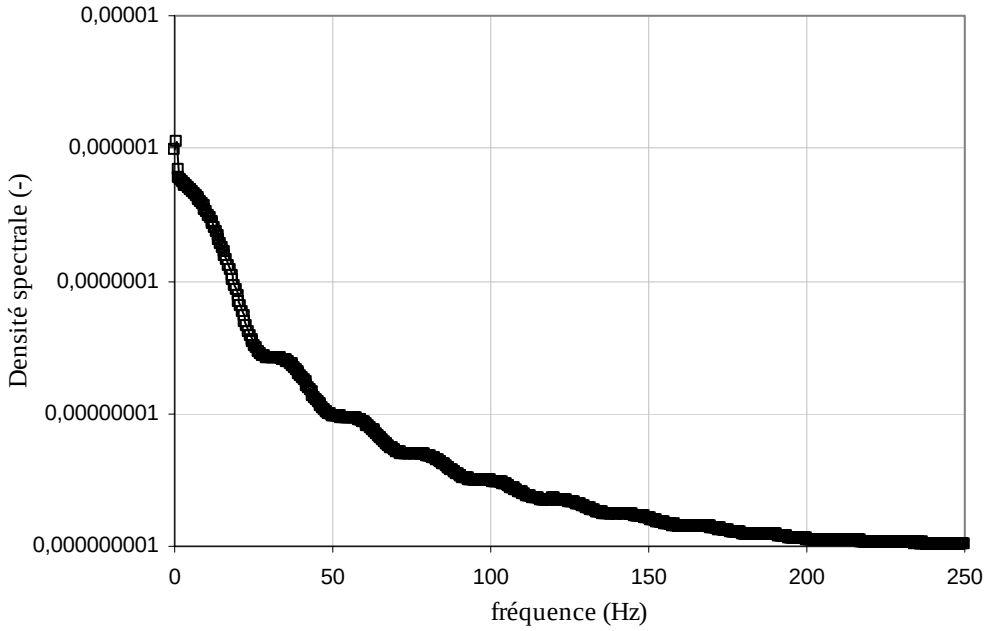


Figure A2.12 : Evolution de la densité spectrale de puissance du signal de déplacement lié à la compression d'une pâte de dentifrice pour une vitesse d'essai de 10 mm/s.

Annexe 3

Caractéristiques des géométries de cisaillement

Caractéristiques des géométries de cisaillement :

Geometry Haake 150	Stress factor A (Pa/Nm)	Strain factor M	Inertia	height H (mm)	inner diameter D (mm)
Z20 DIN Ti	44609,810	12,3267	1,29E-06	30	20
FL22 surface	66881,192	2	1,07E-06	16	22
	outer diameter (mm)	**H/D -**	**blade thickness (mm)**	**nb blades**	**radius ratio Rout/Rin**
Z20 DIN Ti	0				1,0850
FL22 surface	>2xD	0,727	1	4	

Etalonnage de la géométrie de cisaillement entre deux cylindres coaxiaux :

SUIVI RS150 - E2000 - GEOMETRY Z20

Results of repeatability and reproductibility obtained with Ester
(see Trueness method RS150 - ester)

median x	0.99858		Performed on 21.06.02
SD(x)	0.006		
SD®	0.0024		
CV ®	0.24		
SD(R)	0.00629		
CV(R)	0.629		
Bias	1.00%	0.01	

Data used for analytical method monitoring in ESTER2

DATE	cosity certif (mPa.s)	N°	Viscosity measured Rheowin (mPa.s)	Relative viscosity	**Relative viscosity corrected**
25.06.02	1990	1	1979	0.994	**1.004**
	1990	2	1978	0.994	**1.004**
19.08.02	1990	1	1960	0.985	**0.995**
	1990	2	1963	0.986	**0.996**
8.10.02	1990	1	1981	0.995	**1.005**
	1990	2	1982	0.996	**1.006**
4.12.02	1990	1	1982	0.996	**1.006**
	1990	2	1978	0.994	**1.004**
3.02.03	1910	1	1919	1.005	**1.015**
	1910	2	1910	1.000	**1.010**
7.04.03	1910	1	1925	1.008	**1.018**
	1910	2	1927	1.009	**1.019**
11.06.03	1910	1	1903	0.996	**1.006**
	1910	2	1899	0.994	**1.004**
25.08.2003	1850	1	1814	0.981	**0.991**
	1850	2	1812	0.979	**0.989**
06.10.2003	1850	1	1821	0.984	**0.994**
	1850	2	1822	0.985	**0.995**

Enter the results of the last column in Ester in "Analytical method monitoring"

Annexe 4

Analyse granulométrique des particules de sucre

Nestlé

R & D Center Lausanne
Quality & Safety Department

Result: Analysis Report

User Name: Security Level: 0

Sample Details

Sample ID: sucre 004
Sample File: (Result Not Saved)
Sample Path: C:\SIZERMP\DATA\DIVERS\
Sample Notes: medium: peanut oil
room temperature

Run Number: 7

Measured: Thu 13. Mar 2003 11:03
Analysed: Thu 13. Mar 2003 11:18
Result Source: Analysed

System Details

Sampler: MS1
Presentation: 5$$D [Fraunhofer]
Analysis Model: Polydisperse
Modifications: None

Measured Beam Obscuration: 23.8 %
Residual: 0.752 %

Result Statistics

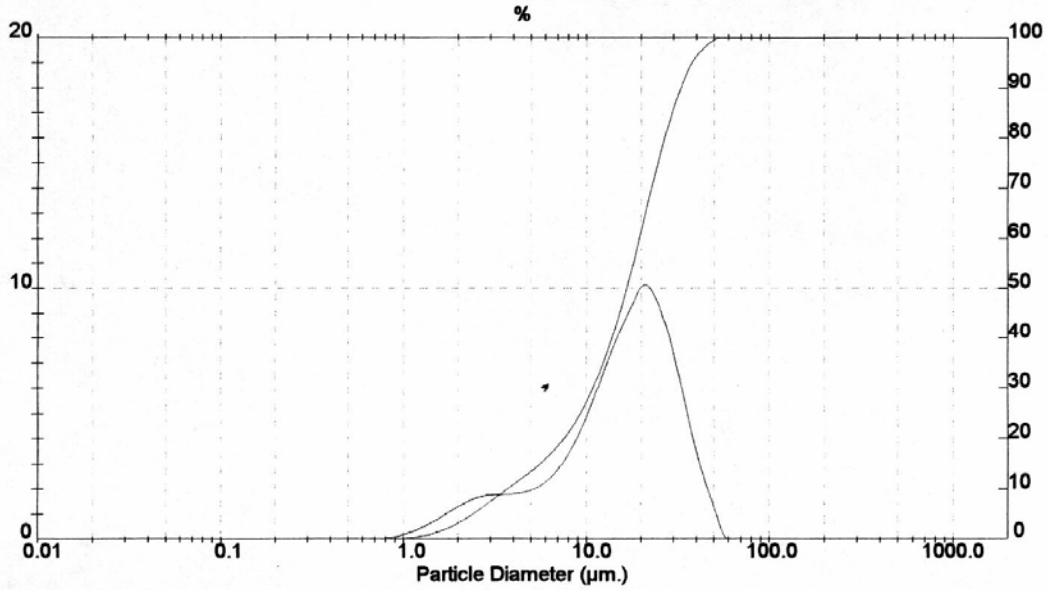
Distribution Type: Volume
Mean Diameters:
D [4, 3] = 18.02 um

Concentration = 0.0413 %Vol
D (v, 0.1) = 3.78 um
D [3, 2] = 9.10 um

Density = 1.000 g / cub. cm
D (v, 0.5) = 16.83 um
Span = 1.753E+00

Specific S.A. = 0.6594 sq. m / g
D (v, 0.9) = 33.29 um
Uniformity = 5.319E-01

Size (um)	Volume Under%	Size (um)	Volume Under%	Size (um)	Volume Under%	Size (um)	Volume Under%
0.05	0.00	0.58	0.00	6.63	17.35	76.32	100.00
0.06	0.00	0.67	0.00	7.72	20.14	88.91	100.00
0.07	0.00	0.78	0.00	9.00	23.68	103.58	100.00
0.08	0.00	0.91	0.06	10.48	28.20	120.67	100.00
0.09	0.00	1.06	0.22	12.21	33.91	140.58	100.00
0.11	0.00	1.24	0.55	14.22	40.89	163.77	100.00
0.13	0.00	1.44	1.08	16.57	49.10	190.80	100.00
0.15	0.00	1.68	1.87	19.31	58.36	222.28	100.00
0.17	0.00	1.95	2.96	22.49	68.46	258.95	100.00
0.20	0.00	2.28	4.34	26.20	78.02	301.68	100.00
0.23	0.00	2.65	5.93	30.53	86.20	351.46	100.00
0.27	0.00	3.09	7.65	35.56	92.46	409.45	100.00
0.31	0.00	3.60	9.42	41.43	96.66	477.01	100.00
0.36	0.00	4.19	11.21	48.27	99.01	555.71	100.00
0.42	0.00	4.88	13.06	56.23	100.00		
0.49	0.00	5.69	15.05	65.51	100.00		



Malvern Instruments Ltd.
Malvern, UK
Tel:=+[44] (0)1684-892456 Fax:+[44] (0)1684-892789

Mastersizer Microplus Ver. 2.18
Serial Number: 33370-57

p. 6
13 Mar 03 11:18

Résumé

L'écoulement de compression peut permettre de caractériser le comportement rhéologique de fluides complexes, notamment en présence de fluides fermes, de fluides de structure fragile, ou de fluides présentant un caractère glissant aux parois. Ce test s'avère complémentaire aux appareils traditionnels de rhéométrie et trouve son intérêt dans la facilité de sa mise en œuvre et dans la richesse des informations enregistrées au cours d'un essai. Cependant, le caractère non viscosimétrique de l'écoulement induit contribue à complexifier le traitement des données.

Nos travaux visent à développer une méthode d'identification inverse du comportement rhéologique fondée sur une approche énergétique de l'écoulement, afin d'identifier les propriétés de fluides homogènes à seuil. Cette approche met en évidence la relation qu'il existe entre les paramètres caractéristiques de l'essai - effort de compression, vitesse, hauteur de l'échantillon -, les paramètres de la loi de comportement du fluide testé et un taux de déformations moyen. Cette relation permet de proposer l'estimation du taux de déformations moyen caractéristique du cisaillement moyen au sein de l'échantillon testé. Cette estimation est réalisée à chaque instant de l'essai en présupposant la forme de la loi de comportement du fluide. Notre choix s'est porté sur un modèle rhéologique simple et général : le modèle de Bingham dont les solutions analytiques des écoulements adhérent et glissant avec frottement sont construites.

Le processus d'identification inverse de l'état de contrainte et de taux de déformation équivalent associé à chaque configuration du test est mis en œuvre sous la forme d'algorithmes intégrant un calcul itératif. De tels algorithmes de calcul ont été développés de façon à construire point par point la courbe d'écoulement caractéristique du comportement apparent du fluide testé en présence d'un écoulement adhérent ainsi que son comportement tribologique dans le cas d'un écoulement glissant avec frottement.

Le principe de la méthode inverse, ainsi que les algorithmes de calcul ont été testés et validés dans un premier temps en ayant recours à des données simulées de compression de fluides modèles en écoulement adhérent ou glissant. Dans un deuxième temps, les outils d'analyse ont été appliqués avec succès aux données expérimentales de compression de différents fluides, en étudiant l'influence de la configuration d'essai (tests à rayon et volume constant, variation de la vitesse de compression et de la hauteur de l'échantillon).

Ces essais ont été réalisés sur un analyseur de texture commercial dont l'utilisation n'a pu être envisagée qu'après optimisation de son fonctionnement.

Les résultats obtenus, confrontés aux données traditionnelles de rhéométrie, montrent la pertinence de la méthode inverse développée et en complètent la validation. Finalement, une optimisation des algorithmes de calcul est proposée.

Mots clés : écoulement de compression, rhéologie, adhérence, glissement, frottement, taux de déformations moyen, courbes d'écoulement, fluides à seuil, méthode inverse, algorithmes de calcul, frettage.