

## Écoulements et écrasements de fluides : effet du mouillage et de la rhéologie

Jérémy Ferrand

## ▶ To cite this version:

Jérémy Ferrand. Écoulements et écrasements de fluides : effet du mouillage et de la rhéologie. Dynamique des Fluides [physics.flu-dyn]. Université de Lyon, 2017. Français. NNT : 2017LYSEN048 . tel-01599934

## HAL Id: tel-01599934 https://theses.hal.science/tel-01599934

Submitted on 2 Oct 2017

**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.



Numéro National de Thèse : 2017LYSEN048

## Thèse de Doctorat de l'Université de Lyon

opérée par

l'École Normale Supérieure de Lyon

École Doctorale N°52 École Doctorale de Physique et d'Astrophysique de Lyon

Discipline : Physique

Soutenue publiquement le : 15 septembre 2017

par Jérémy FERRAND

## Écoulements et écrasements de fluides : effet du mouillage et de la rhéologie.

Devant le jury composé de :

Catherine BARENTIN Christophe CLANET Eric FREYSSINGEAS Pascal HEBRAUD Sylvain JOUBAUD Elise LORENCEAU Frédéric RESTAGNO Jacco SNOEIJER Professeure Professeur Maître de Conférences Directeur de recherche Maître de Conférences Directrice de recherche Chargé de recherche Professor Université Lyon 1 École Polytechnique ENS de Lyon Université de Strasbourg ENS de Lyon Université Grenoble Alpes Université Paris-Orsay University of Twente Examinatrice Examinateur Directeur de thèse Rapporteur Co-encadrant de thèse Examinatrice Rapporteur Examinateur

#### Remerciements

Une thèse est une expérience à part entière dans une vie et dans une carrière d'enseignant chercheur. Celle que j'ai pu réaliser au cours de ces trois années au Laboratoire de Physique de l'ENS de Lyon n'a pu se concrétiser que grâce à un certain nombre de personnes que je me dois de remercier ici. Celles-ci ont été un soutien que ce soit dans le domaine scientifique, technique, administratif, financier, moral...

Je tiens tout d'abord à remercier mes deux rapporteurs, Frédéric Restagno et Pascal Hébraud, qui vont lire et juger ce manuscrit. J'espère que la lecture de celui-ci leur sera le plus agréable possible. Je remercie également mes examinateurs, Catherine Barentin, Christophe Clanet, Élise Lorenceau et Jacco Snoeijer pour avoir accepté d'être présents le jour de ma soutenance pour juger et critiquer mes travaux.

Je remercie le Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche pour le financement de ma thèse via un Contrat Doctoral Spécifique Normalien. Je remercie également l'École Normale Supérieure de Lyon ainsi que le département de Physique, et notamment Peter Holdsworth, directeur du département au moment de l'attribution des contrats. Merci également à l'École Doctorale de Physique et d'Astrophysique de Lyon de m'avoir suivi pendant ces trois ans, notamment ses différents directeurs (Christophe Dujardin, Henning Samtleben, Dany Davesne et Jean-Christophe Géminard) mais également sa secrétaire Sylvie Flores qui a toujours été rapide et efficace pour mes diverses interrogations de thésard.

Une des personnes les plus importantes, si ce n'est la plus importante, durant une thèse est son directeur. Je tiens a remercier tout particulièrement Éric qui a su, pendant ces trois années de thèse ainsi que mes 4 mois de stage de M2, être à la fois très présent tout en me laissant une grande liberté et autonomie sur la façon de concevoir, construire et concrétiser mon projet de thèse. Tu m'as également toujours encouragé dans mon projet professionnel qui est l'enseignement en m'autorisant à faire toujours plus d'heures d'enseignement, les encadrements de International Physicists' Tournament ou encore le voyage en Suède pour accompagner notre équipe à la finale internationale. Ma thèse ne se serait pas aussi bien passée si je n'avais pas pu faire autant d'enseignement pendant ces trois années. Mais au delà du directeur de thèse, tu as également été un soutien moral comme un ami (ou comme un papa comme diraient certains!) à la fois au laboratoire et en dehors. La nature et la bienveillance de notre relation ont également fortement contribué à la concrétisation de cette thèse.

La seconde personne que je tiens à remercier tout particulièrement est Sylvain. Pendant la thèse, tu es devenu de plus en plus présent, tu t'es intéressé de plus en plus à mon travail, notamment concernant les instabilités, pour, in fine, prendre complètement part à la réalisation et à la rédaction de cette thèse. Tu as toujours été présent pour répondre à mes interrogations ou mes doutes malgré les nombreuses activités que tu pouvais avoir. Au delà de cela, tu es devenu un ami à part entière et les activités que nous avons pu faire ensemble au sein ou en dehors du laboratoire furent toujours un plaisir.

Je tiens également à remercier le reste du laboratoire pour l'ambiance et la bienveillance de chacun. L'ENS de Lyon est une sorte de gros cocon où l'on se sent protégé et en confiance mais au sein de cela le Laboratoire de Physique est également un cercle de personnes très douces et affectueuses. Je remercie plus particulièrement Valérie pour l'encadrement qu'elle a pu m'offrir au début de ma thèse, notamment pour monter mes expériences. Je remercie également Stéphane (futur chef!) pour m'avoir accueilli dans sa salle de manip et m'avoir dégagé quelques mètres de paillasse pour installer mes deux expériences. Merci à Thierry pour sa gestion et sa complaisance envers les thésards du laboratoire. Je remercie également toutes les personnes qui ont pu rythmer ma vie au laboratoire : Alexandre<sup>2</sup>, Angel (pour les matchs de foot), Céleste, Cendrine, Delphine, Denis, Guillem, Ivan, Marion, Pascal, Paco, Raph, Sébastien<sup>2</sup>, Thomas...

Pendant ma thèse j'ai eu l'occasion d'encadrer trois excellents stagiaires provenant de l'ENS de Lyon qui ont tous effectués un travail remarquable. Tout d'abord, merci à Lucile, ma première stagiaire de M1. Elle a effectué un nombre impressionnant d'écoulements ce qui a permis d'aboutir à la publication d'un papier dans Physical Review Letters. Je lui souhaite bonne chance pour la thèse qui poursuivra les travaux que j'ai commencés. Merci ensuite à Guillaume en M1 et Élise en L3 que j'ai eu l'occasion d'encadrer respectivement sur l'expérience d'écoulement et d'écrasement. Leurs travaux sont essentiellement présents dans les chapitres 6 et 7.

Je tiens également à remercier toutes les personnes de "l'ombre". Merci à tout le secrétariat, et notamment Laurence pour toutes les commandes que j'ai pu passer et Fatiha pour s'être occupée de mes nombreux et divers stagiaires qui ont travaillé pour moi. Merci à l'atelier de Mécanique pour la conception et la fabrication des expériences et notamment à Franck pour la manip d'écoulement et à Devis pour la manip d'écrasement. Merci également à l'atelier d'électronique et plus particulièrement à Marius qui m'a aidé à concevoir toutes l'électronique de mes systèmes.

Une partie de mon activité en tant que thésard a également consister à effectuer de l'enseignement à l'ENS de Lyon. Je remercie le département de Physique de m'avoir accordé une Activité Complémentaire d'Enseignement et une certaine confiance dans mon travail d'enseignant. Tout d'abord, merci à Sébastien de m'avoir permis de prendre dès ma première année le TD d'Ondes et Optique, Cendrine de m'avoir donner des mini-projets et la responsabilité d'en rédiger certains en électronique. Merci à Sylvain de m'avoir confié certaines corrections de leçons et montages, un TD à la semaine ski et le cours d'électromagnétisme dans le vide en dernière année. Merci également à Arnaud pour tous les conseils et discussions et pour l'image que tu donnes de l'enseignement supérieur.

J'ai également eu l'occasion en dernière année de participer à la préparation au French Physicists' Tournament et à l'International Physicists' Tournament par la suite. Merci aux Nicolas de m'avoir fait confiance et accueilli dans l'équipe. Merci à tous les étudiants, Ariane, Élise, Flavien, Léa, Jeanne, Louison, Quentin et Tristan, de m'avoir accepté et d'avoir été aussi motivés et enthousiastes tout le long de la préparation. Ce fût un plaisir de travailler avec vous tous, et avec une belle quatrième place au tournoi international à la sortie.

Merci à tout le Laboratoire Junior DéMesures pour toutes les actions et les événements de vulgarisation scientifique que nous avons effectués pendant presque 2 ans. L'aventure continue l'année prochaine (au moins).

J'aimerais également remercier l'École Normale Supérieure de Lyon dans son ensemble. Cela fait 7 ans que je suis dans cette École et j'ai vécu des expériences incroyables et très enrichissantes. Mes années en tant qu'étudiant, à m'occuper du BDE, puis de la Fédération m'ont permis de gagner grandement en maturité et de m'épanouir dans des activités profitables à tous. J'ai eu l'occasion de rencontrer énormément de personnes différentes : différents responsables d'associations pouvant avoir des points de vue et des opinions très diverses, des personnels de l'administration toujours prêt à encourager et à aider les étudiants pour la plupart, les différentes directions successives... Je tiens particulièrement à remercier toute l'équipe de la communication de l'École avec qui c'est toujours un plaisir de travailler : Amélie, Aude, Marie-Christine, Nathalie, Raphaëlle et plus récemment Julie.

Bien entendu, même si la thèse a pris la plupart de mon temps pendant ces 3 années, la vie à côté est très importante. Tout d'abord, la pratique d'un sport régulier a été important pour moi afin de me défouler régulièrement. Le handball que je pratique depuis le M1 a été mon exutoire. Merci aux équipes de handball masculine et féminine de l'ENS de Lyon avec qui nous avons toujours formé une grande famille. Merci également à notre coach Matthieu toujours très motivé et présent.

Merci à mes parents et à mon frère de m'avoir toujours soutenu dans tout ce que je peux faire de ma vie. J'ai la chance de les avoir encore près de moi comme je n'ai jamais quitté Lyon. Merci de m'avoir appris et inculqué de telles valeurs qui me sont utiles tous les jours. Merci également à tout le reste de ma famille et notamment à Mamie Louise d'avoir été là toute mon enfance. Merci également à tous mes amis plus ou moins proches. Merci à toute la promotion de 2010, à mes camarades de BDE et notamment à Arthur, Aude, Diane, Elo, Florent, Jean-Loup, Mäelle, Mathilde, Olivier, Paco, Raph, Sarah, Thomas et à Arthur (pas le même !), Baba, Olivier et Nicolas pour la coloc'. Merci à la promotion d'agreg de 2013 pour cette année riche en émotion et notamment à Charlotte, Stéphane et Thomas qui se sont très bien intégrés. Merci également aux (plus ou moins) vieux avec qui j'ai passé pas mal de temps et de soirées : Aurélien, Fabien et Clément, Florent, JD, Lise, Loïc, Martin, Nathalie, Olivier, Pauline<sup>2</sup>, Pinouz...

Merci également à ceux qui m'ont supporté de manière (quasi-)quotidienne pendant plusieurs années. Merci à Christopher pour ta franchise et ta joie de vivre. Merci à Alexandre pour être toi tout simplement (et ça veut tout dire!). Merci à toi, Naomi, d'être toujours là pour moi. Merci, à toi, ma Léo, pour toutes ces années passées et futures à se supporter et se soutenir mutuellement dans les bons comme dans les mauvais moments.

## Table des matières

In	itroduction	<b>5</b>
1	Capillarité : tension de surface et mouillage         1.1       Tension de surface         1.2       Mouillage statique         1.3       Mouillage dynamique         1.4       Propriétés des fluides et surfaces utilisés	7 8 13 17 18
2	Propriétés rhéologiques des systèmes utilisés         2.1       Solide ou liquide?	<ul> <li>25</li> <li>26</li> <li>27</li> <li>32</li> <li>35</li> <li>46</li> </ul>
3	Vidange d'un réservoir : dispositif et mesures         3.1       Dispositif expérimental	<b>49</b> 50 52 59
4	Vidange d'un réservoir de fluides simples         4.1       Modèle de Torricelli : du modèle à la réalité	63 64 76 85 104 109
5	Instabilités du jet15.1Description des différents régimes15.2Diagramme des phases15.3Influence de l'instabilité sur l'écoulement15.4Mécanismes macroscopiques des instabilités15.5Étude du ménisque15.6Étude approfondie de l'instabilité de jet15.7Conclusion1	L13 114 115 120 130 136 140 148
6	Vidange d'un réservoir de fluides complexes       1         6.1       Étude qualitative       1         6.2       Caractérisation des écoulements de fluides complexes       1         6.3       Influence des paramètres sur l'écoulement       1         6.4       Conclusion       1	l <b>51</b> 152 156 162 173

<b>7</b>	Écra	asement de fluides complexes	177		
	7.1	Dispositif expérimental	178		
	7.2	Un fluide mou et à seuil : la mousse à raser	181		
	7.3	Un fluide non homogène : le milieu granulaire humide	193		
	7.4	Un fluide dur et cassant : le gel d'agar-agar	195		
	7.5	Conclusion	197		
Conclusion 2					
Bibliographie 24					
A Classification des polymères <i>Floerger</i> 213					
B Rhéologie des polymères <i>Floerger</i> 214					
$\mathbf{C}$	Visc	cosité effective des polymères <i>Floerger</i>	217		

## Notations dans l'ordre du texte

$\gamma_{ m vide}$	:	Tension superficielle
$\gamma_{AB}$	:	Tension interfaciale entre les corps $A$ et $B$
$\gamma$	:	Tension interfaciale entre le liquide considéré et l'air
W	:	Travail (thermodynamique)
$\gamma_{L/\mathrm{ext}}$	:	Tension interfaciale entre le liquide et le milieu extérieur
U	:	Énergie interne (thermodynamique)
F	:	Énergie libre (thermodynamique)
T	:	Température (thermodynamique)
V	:	Volume (thermodynamique)
$n_m$	•	nombre de moles de molécules (thermodynamique)
$\Delta n$		Différentiel de pression entre l'intérieur et l'extérieur de la goutte
$\underline{-}_{P}$		Pression dans la goutte d'huile
<i>P</i> nulle <i>n</i>		Pression dans l'equ
Peau	:	Tansion interfaciale entre l'huile et l'eau
/huile/eau D	•	Person de la goutte d'huile
$\mathbf{P}$ $\mathbf{P}$	:	Rayon de acurbure nour la lei de Laplace
$n_1, n_2$	•	Longueun conilleire
$\ell_c$		
ho	:	Masse volumique
g	:	Acceleration de pesanteur
V D	:	Vitesse du fiuide
P	:	Pression du fluide
$\eta$	:	Viscosité dynamique du fluide
V	:	Vitesse du fluide
$L_c$	:	Longueur caractéristique de l'écoulement
$v_c$	:	Vitesse caractéristique de l'écoulement
We	:	Nombre de Weber
$\operatorname{Ca}$	:	Nombre capillaire
n	:	Nombre de monomères non chargés dans le polymère <i>Floerger</i>
m	:	Nombre de monomères chargés dans le polymère <i>Floerger</i>
S	:	Paramètre d'étalement
E	:	Énergie
$\gamma_{SG}$	:	Tension interfaciale entre le solide et le gaz
$\gamma_{SL}$	:	Tension interfaciale entre le solide et le liquide
$ heta_S$	:	Angle de contact statique
$V_q$	:	Volume de la goutte déposée
$z_m$	:	Hauteur du ménisque sur une paroi
$P_0$	:	Pression ambiante
$R_m$	:	Rayon de courbure du ménisque sur une paroi
$h_m$	:	Hauteur du ménisque sur une paroi
$\alpha$	:	Angle avec la verticale
s	:	Abscisse curviligne
b	:	Ravon de la fibre
$\theta_{A}$	:	Angle d'avancée
$\theta_{R}$	:	Angle de reculée
$\Delta \theta$	•	Angle d'hystérésis
$\frac{-}{\theta_D}$		Angle de contact dynamique
$F_{+}$		Force de traction de la ligne de contact
$\frac{1}{V}$	•	Vitesse de la ligne de contact
r	:	Ravon de la goutte pendant l'étalement
'g G	:	Contrainte appliquée
о Д	•	Épaisseur du système déformé
u	•	Déformation transverse du système
u	:	Déformation
$\gamma_s$	:	Deformation

G	:	Module élastique
$\dot{\gamma}$	:	Taux de cisaillement
$\eta$	:	Viscosité dynamique
$\mathrm{d}\mathbf{S}$	:	Surface élémentaire
n	:	Vecteur normal à la surface
$\mathbf{F}$	:	Force subie par le matériau
$\sigma$	:	Tenseur des contraintes
u	:	Champ des déformations
$\mathrm{d} au$	:	Volume élémentaire
$\gamma$	:	Tenseur des déformations
÷		Tenseur des taux de déformation
		Controinte eritique
$\sigma_c$	•	Contrainte critique
$\sigma_s$	•	Contrainte seun
$\sigma_{\nu_r}$	•	Amplitude de la contrainte cinuçaïdele
$O_0(\nu_r)$	•	Enérgyon de la collicitation gingesïdele du rhéemètre
$\nu_r$	:	Déformation sinusaïdale
$\gamma_{\nu_r}$	:	Deformation sinusoidale
$\gamma_0(\nu_r)$	:	Amplitude de la deformation sinusoidale
$\varphi_r$	:	Contrainte sinusoidale
$O_{\nu_r}$	:	Déformation cinucaïdale complexe
$C^*(\mu)$	•	Madula visco álacticua
$G(\nu_r)$	•	Module viscoelastique
$G(\nu_r)$	:	Module elastique
$G(\nu_r)$	:	
$J(\nu_r)$	:	Complaisance Dantia néalla da la complaisance
$J(\nu_r)$	•	Partie imaginaire de la compleisance
$G(\nu_r)$	•	Compleisence de fluere
J(t)	:	Défermention de l'engemble du gustème de Meuruell
$\gamma_{\rm tot}$	:	Déformation de le partie électione de maxwell
$\gamma_{ m e}$	:	Déformation de la partie elastique du système de Maxwell
$\gamma_{\mathbf{v}}$	:	Teur de défermention de l'angemble du système de Maxwell
$\gamma_{\rm tot}$	•	Taux de déformation de la partie électique du système de Maxwell
γe	•	Taux de déformation de la partie visqueuse du système de Maxwell
γv	•	Taux de deformation de la partie visqueuse du système de Maxweir
	·	Couple du phéomètre
L D	•	Desition angulaine
ò	·	Viterre angulaire
D	•	Pavon de la géométrie gêne
$n_{co}$	•	Angle de la géométrie cône
$(\zeta A \sim)$	•	Coordonnées sylindriques
$(\zeta, 0, z)$	•	Taille de l'entrefer au rayon é
$\frac{\log(\zeta)}{R}$	•	Paren de la géométrie plan plan
$n_p$ $D_1$	÷	Rayon de la géométrie de Couette
$n_i$ D	•	Rayon artérieur de la géométrie de Couette
$\Gamma_e$	•	Couple des forces viscueuses
	•	Viscosité cinématique
N N	•	Nombre de monomères dans un polymère
$h^{1}m$	•	Longueur d'un polymère
M	•	Masse molaire du polymère
$\mathbf{R}$	•	Vecteur hout-à-hout d'un polymère
h.	•	Vecteur unitaire du i-ème monomère
$B_{i}$	•	Taille d'une pelote de polymère
$\frac{1}{R}$	•	Rayon de giration
$\mu_g$	•	nayon de gnation

$\mathbf{R}_{G}$	:	Vecteur position du centre de gravité d'un polymère		
$v_{\rm exclu}$	:	Paramètre de volume exclu		
$v_{\rm exclu}^0$	clu : Préfacteur du paramètre de volume exclu			
Θ	:	Paramètre du solvant pour les polymères		
T	:	Température		
$L_P$	:	Longueur de persistance d'un polymère		
$L_D$	:	Longueur de Debye		
$C^*$	:	Concentration critique d'un polymère		
$N_A$	:	Nombre d'Avogadro		
$m_m$	:	Masse d'un monomère		
c	:	Concentration en solution		
$\eta_0$	:	Viscosité pour un taux de cisaillement nul		
$\eta_{\infty}$	:	Viscosité pour un taux de cisaillement infini		
$\tau_c$	:	Temps caractéristique du modèle de Cross		
$\tilde{p}$	:	Exposant du modèle de Cross		
$m_0$	:	Consistance du modèle d'Ostwald		
$\tau_{cu}$	:	Temps caractéristique du modèle de Carreau-Yasuda		
$a_1 \cdot a_2$	:	Exposants du modèle de Carreau-Yasuda		
$C_{o}$	:	Concentration d'enchevêtrement des polymères		
$\mathcal{V}_{m0}$	•	Fréquence caractéristique du fluide complexe lors de l'étude en oscillation		
$\tau_0$	•	Temps caractéristique du fluide complexe lors de l'étude en oscillation		
A		Anionicité du polymère		
a	•	Dimensions latérales du réservoir		
e e		Épaisseur de la plaque trouée		
r		Bayon du trou pour la vidange		
$h_{0}$	•	Hauteur initiale du fluide		
h(t)	•	Hauteur du fluide au cours du temps		
m(t)	:	Masse de fluide écoulée au cours du temps		
V(t)	:	Volume écoulé au cours du temps		
$\Lambda V$	•	Incrément de volume écoulé		
$\Delta v$	•	Temps de vidange du réservoir		
$O_{\rm N}$	•	Débit volumique		
$\frac{\langle V}{N}$	•	Nombre de points - Paramètre pour la dérivation de courbes		
La	•	Intensité claire pour la détection de contour		
$I_C$ $I_a$	:	Intensité sombre pour la détection de contour		
1S dr	:	Paramètre pour la détection de contour		
$\varphi_I$	:	Altitude après la sortie du trou		
~ B~	:	Bord gaucho do la dótaction du jot		
$D_G$ $B_{re}$	:	Bord drait de la détection du jet		
$D_D$ $R_0$	:	Nombro de Reynolds		
Ile V-	•	Vitesse meyenne de l'écoulement		
$v_0$	•	Distance exectéristique		
$u_c$	•	Section de l'orifice		
$S_0$	•	Vitesse du jet par le modèle de Terricelli		
$v_T$	•	Vitesse de la surface libre		
$O_h$	•	Débit de fluide à travers le trav		
Ç	•	Debit de liuide à travers le trou		
$\frac{\varsigma}{V(z)}$	•	Vitosso au rayon C		
$V(\zeta)$	•	$\dot{\nabla}$ here is a figure $\dot{\nabla}$		
$L_c$	:	Volume d'intégration du gustème		
	:	Coordonnées aphériques		
$(\zeta, \sigma, \phi)$	:	Éporcio potentiello		
$L_p$	:	Energie potentiene Deremètres de l'ajustement sus dratique		
$\alpha_T, \rho_T$	:	r arametres de l'ajustement quadratique		
$r_{\rm eff}$	:			
$h_{0\mathrm{eff}}$	:	nauteur initiale effective		

$\delta V$	:	Écart de volume entre l'ajustement et les données expérimentales
$\delta Q_V$	:	Écart de débit volumique entre l'ajustement et les données expérimentales
$r_{\rm eff}^{ m stb}$	:	Rayon effectif pour le régime stable
$h_{0,\mathrm{eff}}^{\mathrm{stb}}$	:	Hauteur initiale effective pour le régime stable
$r_{\rm off}^{\rm ins}$	:	Rayon effectif pour le régime instable
$h_{0,a}^{ins}$	:	Hauteur initiale effective pour le régime instable
$r^{A}_{r}$		Bayon effectif pour le régime instable A
$h^{\text{eff}}_{\text{A}}$		Hauteur initiale effective nour le régime instable A
$r_{0eff}$	:	Bayon effectif nour le régime instable $B$
$_{hB}^{\prime eff}$	:	Hautour initiale effective neur le régime instable B
$h_{0\mathrm{eff}}$	•	Discriminant
$\Delta$	•	Temps nécessire neur qu'une heuteur h de fluide ceule selen le modèle de Temicelli
$\iota_T[\iota]$	•	V l l l l l l l l l l l l l l l l l l l
$V_f$	:	volume de nuide restant dans la cuve après la vidange
$h_f$	:	Hauteur de fluide restant dans la cuve après la vidange
R	:	Rayon du menisque du jet
L	:	Longueur du menisque du jet
$r_{ m jet}(z)$	÷	Profil du jet dans le ménisque par rapport au centre, en fonction de la distance au trou $z$
$r_{ m jet}^{\scriptscriptstyle L}$	:	Valeur de $r_{jet}$ en $z = L$ correspondant au rayon du cylindre que forme le jet à l'infini
$a_2, a_1, a_0$	:	Coefficient pour la forme parabolique du ménisque
$v_{ m jet}$	:	Vitesse moyenne du jet estimée à partir du débit volumique
$b_1,  b_0$	:	Coefficient de la forme linéaire de la vitesse verticale dans le ménisque
K	:	Constante pour la résolution de l'équation différentielle sur la vitesse
$e_c$	:	Énergie cinétique volumique
$R_c$	:	Rayon de courbure
$\delta E_c^{ m NL}$	:	Variation d'énergie cinétique due à la convection non-linéaire
$\delta E_c^{ m LP}$	:	Variation d'énergie cinétique due à la pression locale
$\delta E_c^{\rm PH}$	:	Variation d'énergie cinétique due à la pression hydrostatique
$\delta E_c^{ m V}$	:	Variation d'énergie cinétique due à la dissipation visqueuse
$E_p^{\dot{R}}$	:	Fraction d'énergie potentielle convertie en énergie cinétique
$ au_{50}$	:	Temps pour écouler 50% du volume initial
$v_T'$	:	Vitesse du jet en sortie avec le modèle de Torricelli modifié pour les fluides visqueux
$\tilde{A_i}$	:	Aire de la surface
$V_i$	:	Volume du jet
$w_{\mathrm{pertes}}$	:	Pertes de charge à travers le trou
$\beta$	:	Coefficient phénoménologique pour la tension de surface dans le modèle de Torricelli modifié
$k_T$	:	Coefficient de perte de charge
$f_T$	:	Coefficient de friction
$C_P, n_T$	:	Constantes
$A_T, B_T, C_T$	:	Valeurs de constantes pour du calcul
$a_{\tau}, b_{\tau}$	:	Paramètre pour l'ajustement linéaire du temps en fonction de la viscosité cinématique
$Q_t$	:	Débit volumique lors de la transition entre deux régimes
$h_t$	:	Hauteur de fluide dans la cuve lors de la transition entre deux régimes
$\mathbf{Fr}$	:	Nombre de Froude
$v_t$	:	Vitesse moyenne lors de la transition entre deux régimes
La	:	Nombre de Laplace
y	:	Position transverse au jet
$y_{\text{centre}}$	:	Position du centre du jet
$\lambda$	:	Longueur d'onde de l'instabilité
A	:	Amplitude de l'instabilité
$\theta_{a}$	:	Angle de contact gauche de la ligne d'accroche du ménisque
$\theta_{\mathcal{A}}$	:	Angle de contact droit de la ligne d'accroche du ménisque
$F_{a}$	:	Force de gravité sur la goutte
$V_{c}^{-g}$	:	Volume de la goutte
$F_{\alpha}$	:	Force de tension de surface
- γ	•	

f	:	Fréquence temporelle des instabilités
$f_0$	:	Fréquence temporelle principale des instabilités
$\psi$	:	Champ scalaire
ω	:	Pulsation de l'onde
k	:	Nombre d'onde
$A_{k,\omega}$	:	Coefficients de Fourier
$\varphi$	:	Phase de l'onde
$v_0$	:	Vitesse du jet pour l'étude des instabilités
$ au_{90}$	:	Temps pour écouler 90% du volume initial
$Q_{V,T}$	:	Débit volumique à partir du modèle de Torricelli modifié
$A_Q, B_Q$	:	Paramètres pour la définition de la viscosité effective
$\dot{\gamma}_{ m eff}$	:	Taux de cisaillement effectif
$\eta_{ m eff}$	:	Viscosité dynamique effective
$\dot{\gamma}_{ m est}$	:	Taux de cisaillement estimé à partir du débit volumique
$\Delta  au_{50}$	:	Différence de temps entre le plexiglas et le verre pour écouler 50% du volume initial
$\Delta  au_{90}$	:	Différence de temps entre le plexiglas et le verre pour écouler 90% du volume initial
$d_1$	:	Première distance de travail pour l'écrasement (éloignée)
$v_{ec}$	:	Vitesse d'écrasement
$d_2$	:	Seconde distance de travail pour l'écrasement (gap final)
$v_{et}$	:	Vitesse d'étirement
$R_d$	:	Rayon du disque d'écrasement
$F_{e}$	:	Force normale pendant l'écrasement et l'étirement
z-e	:	Distance entre les deux plaques pendant l'étirement et l'écrasement
$F_{\max}$	:	Force maximale atteinte pendant l'écrasement
$S_e$	:	Surface du disque d'écrasement
E	:	Module d'Young
$F_e^n$	:	Force normale estimée avec un écrasement d'un fluide newtonien
$\dot{\gamma}_m$	:	Taux de cisaillement moyen
$lpha_r$	:	Exposant dans la loi de puissance de la rhéologie de la mousse à raser
$\ell_1,  \ell_2$	:	Taille caractéristique pour l'ajustement exponentiel de $F_e(z_e)$
$F_{e1}, F_{e2}$	:	Facteurs pour l'ajustement exponentiel de $F_e(z_e)$
$F_{\min}$	:	Force minimale atteinte pendant l'étirement
$z_{\min}$	:	Distance entre les plaques au minimum de la force pendant l'étirement
$t_i$	:	Temps à retrancher pour placer les courbes de relaxation de la mousse à raser
$ au_{e1},  au_{e2}$	:	Temps caractéristique pour l'ajustement exponentiel de la relaxation de la mousse à raser
$F'_{e0}, F'_{e1}, F'_{e2}$	:	Facteurs pour l'ajustement exponentiel de la relaxation de la mousse à raser
$c_b$	:	Concentration en billes de silice

## Introduction

Cette thèse est une thèse expérimentale, à l'interface entre matière molle et hydrodynamique, où nous nous sommes intéressés à trois questions différentes : l'étude des effets de mouillage sur la vidange d'un réservoir à travers un orifice pour des fluides simples (newtoniens), l'étude de la vidange d'un réservoir à travers un orifice pour des fluides viscoélastiques, et la rhéologie en écrasement des fluides à seuil. Le lien entre ces sujets est d'essayer de comprendre comment les propriétés de mouillages, d'interaction avec les surfaces de manière plus générale, et les propriétés rhéologiques des fluides étudiés contrôlent leur écoulement, aussi bien lors du drainage d'une cuve que quand ils sont « écrasés », ou étirés, entre deux plaques parallèles. Pour mener à bien ces trois projets, nous avons construit de A à Z deux dispositifs expérimentaux différents, mis au point des protocoles expérimentaux pour obtenir des résultats reproductifs et développé des méthodes d'analyse de nos données. Dans ce manuscrit de thèse, nous allons décrire tous ces points et présenter les résultats que nous avons obtenus avec ces dispositifs.

Mais d'abord, pour bien faire comprendre le cadre d'étude de notre travail, nous allons décrire sommairement les concepts de tension de surface, de mouillage de rhéologie et d'hydrodynamique.

Même si vous ne pouvez pas définir exactement ce qu'est la *tension de surface* ou le *mouillage*, vous en faites l'expérience quasi quotidiennement. Les exemples se comptent par centaines : des chapelets de gouttes sur des toiles d'araignées à la rosée du matin, les différentes gouttes sur le pare-brise de votre voiture, les bulles de savon que nous faisions enfants, les insectes qui marchent à la surface de l'eau, les gouttes roulant sur vos poêles anti-adhésives, le murissement de vos mousses ou émulsions, le goutte à goutte de votre robinet... Certains industriels s'intéressent également à ces phénomènes physiques car ils rentrent en ligne de compte dans de nombreux domaines : pulvérisation de liquides, création de textiles hydrophobes, impressions par éjections de gouttes. C'est tout naturellement que les chercheurs ont commencé à étudier ces phénomènes et les décrire voire les modéliser. La tâche n'est pas aisée. Les premières études datent du  $18^e$  et la recherche actuelle dans ce domaine est très active.

Un autre domaine de la recherche très actif de ces trente dernières années, et dont les premières études datent d'une centaine d'années, est la *rhéologie*. Il s'agit de l'étude des fluides et de la manière dont ils s'écoulent. L'étude de l'hydrodynamique et des écoulements de fluides newtoniens est une science bien plus ancienne mais dont la recherche est encore très active. De manière schématique, la rhéologie est une généralisation en classant les fluides en deux catégories : les fluides dits simples, newtoniens et les fluides dits complexes, non-newtoniens. Les fluides complexes sont des dispersions, dans un liquide "simple" (eau, huile), d'objets de tailles nano ou micro-métriques, comme des polymères (solutions de polymères, gels), des particules solides (colloïdes, argiles), des agrégats moléculaires (micelles, phases cristal-liquides lyotropes), des gouttes liquides (émulsions, microémulsions) ou gazeuses (mousses). Les exemples de fluides complexes dans la vie de tous les jours sont nombreux, en particulier dans le domaine des cosmétiques (shampoing, crèmes, mousses à raser...) ou de l'agroalimentaire (lait, yaourts, ketchup, mayonnaise...), mais aussi les encres, les peintures... La FIGURE 1 présente des photos d'exemples de fluides complexes. Les interactions entre les objets dispersés confèrent à ces systèmes des propriétés rhéologiques qui sont très différentes de celles des liquides newtoniens. Ce sont souvent des fluides viscoélastiques (i.e. avec un comportement rhéologique intermédiaire entre celui d'un solide élastique idéal et celui d'un liquide visqueux newtonien), ou des fluides à seuil. Ces derniers matériaux présentent une propriété mécanique originale qui se caractérise par deux réponses qualitativement différentes de part et d'autre d'une contrainte seuil. Pour des contraintes appliquées inférieures à cette valeur seuil, ils se comportent comme des solides, avec une réponse élastique, alors qu'au-delà de cette contrainte seuil, ils coulent comme des liquides. Bien que de telles propriétés soient déjà largement utilisées dans de nombreuses applications industrielles et au quotidien, leur comportement mécanique reste encore très mal compris. La plupart des études qui ont été menées sur de tels systèmes portent sur leurs propriétés rhéologiques macroscopiques, c'est-à-dire pour des contraintes bien supérieures au seuil d'écoulement, et peu de travaux expérimentaux ont été consacrés à l'étude de l'approche de la transition d'écoulement ou de déblocage (unjamming).



FIGURE 1 – Différents exemples de fluides compelxes.

Le mouillage et la rhéologie sont regroupés au sein de l'appellation "la physique de la matière molle" mais les études à l'interface entre ces deux domaines de recherche sont assez rares. Les effets de la rhéologie des fluides sur les écoulements sont un peu étudiés, mais tout en restant une thématique assez marginale en sciences fondamentales, quant aux effets du mouillage sur les écoulements, il existe relativement peu d'études sur ce sujet. Le sujet de cette thèse porte sur l'étude expérimentale d'écoulements forcés de fluides simples et complexes, afin de comprendre comment les propriétés rhéologiques de tels fluides, ainsi que leurs interactions avec les surfaces, qui dépendent tous les deux des propriétés micro et mésoscopiques caractéristiques de ces systèmes liées à leur composition (donc à la physico-chimie), influencent leur comportement « mécanique », leur étalement, leur « fracture » et aussi leur écoulement dans des géométries particulières. Cette étude sera menée à bien grâce à la combinaison de différentes expériences. Des mesures classiques de matière molle (rhéologie, tension de surface, mouillage) nous permettront de caractériser complètement la structure et la rhéologie des fluides étudiés, et des mesures utilisant deux dispositifs expérimentaux originaux que nous avons montés, qui nous permettrons d'étudier, pour ces fluides, la vidange d'un réservoir à travers un orifice ainsi que des écoulements induits par l'écrasement et/ou la dilatation d'un échantillon.

Le premier système que nous avons conçu et utilisé dans cette thèse est la vidange d'un réservoir lorsque le fluide à l'intérieur s'écoule sous son propre poids. Ce type d'étude a déjà été effectué par le passé et ceci depuis des centaines d'années. En effet, les premières traces écrites d'écoulements de fluides à travers un trou remontent à il y a presque 400 ans avec les travaux d'Evangelista Torricelli avec la loi d'écoulement bien connue de la chute libre d'un fluide dans une bouteille de Mariotte, par exemple. Même si d'autres scientifiques comme René Descartes, Marin Mersenne et Pierre Gassendi s'intéressent aux écoulements et aux problèmes d'hydrostatique et d'hydrodynamique c'est bien Torricelli que les gens retiendront surtout grâce à son ouvrage fondateur *Opera Geometrica* [Torricelli1644]. Il faudra cependant attendre presque 100 ans avant qu'une formulation de l'hydrodynamique plus complète soit mise en place pour comprendre et démontrer ce résultat phénoménologique. C'est Daniel Bernoulli qui trouvera la solution au problème en 1738 [Bernoulli1738]. Depuis le 18<sup>e</sup> siècle, d'autres scientifiques se sont intéressés à ce problème de vidange de réservoir et d'écoulements de fluides : Hermann Ludwig Ferdinand von Helmholtz en 1863 [Helmholtz1863], Joseph Boussinesq en 1870 [Boussinesq1870] ou encore Gustav Robert Kirchhoff en 1876 [Kirchhoff1876]. Tous ces noms sont bien connus des physiciens mais pas forcément pour leurs travaux en mécanique des fluides. Au  $20^e$  siècle, des travaux sur des vidanges de réservoir se rapprochant de la géométrie utilisée dans cette thèse comme [Davidson1913] et beaucoup plus récemment [Clanet2000]. Malgré toutes ces études au fil des siècles, le dispositif expérimental présenté dans cette thèse n'a pas, à notre connaissance, été déjà étudié. En effet, les études de vidanges de fluides portent souvent sur des systèmes où l'orifice se trouve sur le côté du silo et non au fond du silo comme sur notre système que nous allons décrire plus tard. Les seules références [Clanet2000, Ouziaux1966] trouvées sur les orifices sur le fond d'une cuve ont une géométrie particulière, en général biseautés, permettant d'optimiser la vitesse d'écoulement. Néanmoins, dans toutes ces études, les effets du mouillage ainsi que de la rhéologie des fluides, ont toujours été négligés. En utilisant ce premier dispositif, nous avons pu mettre en évidence l'importance de ces effets.

Le second dispositif expérimental que nous avons construit est une machine permettant d'écraser et d'étirer des fluides entre deux plaques parallèles. Le but principal de cet appareil est d'étudier les propriétés mécaniques et d'écoulement des fluides à seuil, mais son utilisation peut être plus large. Ce dispositif original peut être vu comme un "mélange" entre une machine de force et un rhéomètre en compression (couramment appelé Squeeze Flow). Les mesures de Squeeze flow mettent en jeu la compression d'un matériau entre deux plans parallèles afin de déterminer leurs propriétés rhéologiques. Ces mesures utilisent les performances axiales du dispositif grâce au contrôle de la force normale et de la distance entre les plaques. Elles offrent des avantages sur les mesures en cisaillement par rotation et notamment la fracture du bord de l'échantillon, le séchage et le glissement aux parois peuvent être largement évités. De même, les mesures à faible cisaillement peuvent être faites beaucoup plus rapidement par des mesures de Squeeze flow. Pour finir, ce type de dispositif est parfaitement adapté à l'étude des fluides à seuil pour des contraintes inférieures à la contrainte seuil conduisant à l'écoulement de ces fluides. Les premières études dans cette géométrie sont datées de plus de 50 ans [Gent1960]. Depuis, celles-ci se sont multiplées [Engmannet2005] et ont été effectuées avec divers fluides : des suspensions de grains [Abdelhaye2008, Delhaye2000, Nikkhoo2013, Sandnes2007], des pâtes granulaires [Abdelhaye2012], des fluides à seuil [Barral2009, Farjoud2012], des filaments visqueux [LeMerrer2010], des gels [Nakauma2014], des fluides viscoélastiques [Nase2008], des matériaux thyxotropes [Shaukat2012, Shaukat2012b]... Des prédictions théoriques existent également [Alexandrou2013, Burbidge2004, Estelle2007, Fusi2015, Laun1999] avec toute une variété de paramètres qui peuvent rentrer en compte : rhéologie du fluide, conditions aux limites, effets non-linéaires... Malgré toutes ces études, le lien entre les propriétés micro/mésoscopiques caractéristiques des systèmes étudiés (qui sont liées à leur composition donc à la physico-chimie), et leurs comportements macroscopiques (leur comportement mécanique, leur étalement, leur fracture, mais aussi leur écoulement induits par l'écrasement et/ou la dilatation de l'échantillon) est toujours mal compris. Plusieurs questions peuvent être étudiées avec ce dispositif, parmi lesquelles : quelles sont les propriétés mécaniques des fluides à seuil aux faibles contraintes (c'est-à-dire en-dessous et proches de la contrainte seuil)? Quelle est la nature de la transition entre comportement de type "solide" et comportement de type "liquide" dans ces fluides? Peut-on étudier le vieillissement d'un gel ou d'une mousse sous une contrainte imposée? Quel est l'adhésion d'un fluide complexe et son interaction avec la plaque en fonction du matériau?

Ce manuscrit de thèse est divisé en sept chapitres comprenant deux chapitres d'introduction, quatre chapitres sur l'écoulement de fluides et un chapitre sur l'écrasement de ceux-ci.

Le premier chapitre s'intéressera à la description des notions de tension de surface et de mouillage. Les concepts et les équations de bases de cette physique seront rappelés et nous donnerons la caractérisation de ces propriétés pour les fluides et les matériaux utilisés lors de cette thèse.

Le deuxième chapitre introduira la rhéologie des fluides avec une description des différents comportements et équations présents dans la littérature et qui seront utiles pour la compréhension des résultats de cette thèse. Il présentera également l'ensemble des mesures rhéologiques classiques effectuées sur les fluides utilisés lors de cette thèse.

Le troisième chapitre présentera le système d'écoulement de fluides à travers un orifice que nous avons construit. Après une description du dispositif expérimental, nous présenterons les protocoles expérimentaux mis au point pour avoir des mesures reproductibles, ainsi que les procédures de traitement des données brutes que nous avons développées pour extraire les grandeurs physiques pertinentes pour la compréhension des effets observés.

Le quatrième chapitre présente ce qui constitue le cœur de cette thèse. Dans ce chapitre, nous présentons les écoulements de fluides newtoniens avec le dispositif expérimental que nous avons décrit au chapitre précédent. Ici, nous allons étudier l'effet du mouillage et de la viscosité sur les écoulements. Il commence par appliquer le modèle de Torricelli à notre système de vidange avec la définition de paramètres effectifs. Il présente l'application de ce modèle à des écoulements d'eau où de nombreux paramètres ont été modifiés (hauteur initiale, rayon et longueur du trou, tension de surface et mouillage de la plaque percée). Les tendances et dépendances sont alors explicitées, notamment l'évolution nonmonotone du temps de vidange avec l'angle de contact statique. Un modèle, calculant la variation d'énergie cinétique dans le ménisque en sortie permet de rendre compte des observations expérimentales. Ces travaux ont été publiés dans *Physical Review Letters* en décembre 2016 [Ferrand2016]. Enfin, les écoulements ont été effectués avec des fluides visqueux et la modification du modèle de Torricelli avec des termes de dissipations permettent de prédire les expériences. Un article sera également rédigé pour cette partie de l'étude.

Avec des fluides peu visqueux, notamment de l'eau, des instabilités hydrodynamiques apparaissent en sortie. Le cinquième chapitre étudie ces instabilités, tout d'abord en les cartographiant avec des diagrammes de phase. Il étudie ensuite l'influence de ces instabilités sur l'écoulement et la vidange du réservoir. Enfin, il étudie le mécanisme de cette instabilité (oscillation de la ligne triple) ainsi que les caractéristiques de celle-ci avec notamment des relations de dispersion. Un article avec ces résultats est en cours d'écriture.

Le sixième chapitre s'intéresse à la vidange du réservoir rempli de fluides complexes. Il met en exergue les profondes différences de comportement entre les fluides simples et complexes durant l'écoulement. Pour cela, il s'appuie sur deux méthodes de traitement : une étude moyenne de l'écoulement et une définition à chaque instant d'une viscosité effective. Celles-ci seront ensuite appliquées sur des écoulements de solutions de polymères où la concentration, la longueur des chaînes et la chimie du polymère et de la plaque ont été modifiées. Les tendances avec ces paramètres sont étudiés en détail. Après quelques expériences supplémentaires, ces résultats pourront faire l'objet d'un article.

Enfin, le septième chapitre s'intéresse à l'écrasement et l'étirement de fluides entre deux plaques de verre. Après une description du dispositif, des caractéristiques techniques et des mesures effectuées, des expériences avec trois fluides complexes (une mousse à raser, une suspension humide et un gel) seront présentées. Il montre alors les résultats préliminaires de ce système avec l'influence de la vitesse d'écrasement et d'étirement mais également du gap final d'écrasement. Une comparaison avec la théorie et la rhéologie du fluide est effectuée tout le long du chapitre.

## Chapitre 1

# Capillarité : tension de surface et mouillage

Un problème sans solution est un problème mal posé. Albert Einstein

1.1	Tensio	on de surface $\ldots$	8
	1.1.1	Origine physique	8
	1.1.2	Définitions : force et énergie	9
		Définition avec l'énergie	0
		Définition par la force	0
	1.1.3	Mesures des tensions de surface	0
	1.1.4	Loi de Laplace	1
	1.1.5	Ajout de tensioactifs	1
	1.1.6	Compétition avec les autres phénomènes physiques	<b>2</b>
		Avec la gravité : Longueur capillaire	2
		Avec l'inertie : Nombre de Weber	2
		Avec la viscosité : Nombre Capillaire	3
1.2	Mouil	lage statique $\ldots$ $\ldots$ $13$	3
	1.2.1	Origine physique	3
	1.2.2	Loi de Young-Dupré	4
	1.2.3	Formes des gouttes sur un substrat	5
		Cas de la gouttelette $V_g^{1/3} \ll \ell_c$	5
		Cas de la goutte lourde $V_q^{1/3} \gg \ell_c$	5
	1.2.4	Mesure d'angle de contact	5
	1.2.5	Ménisques	6
		Sur les parois d'un récipient	6
		Sur une fibre	6
	1.2.6	Hystérésis de l'angle de contact statique	7
1.3	Mouil	lage dynamique $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $1'$	7
		Dynamique de la ligne triple	8
		Dynamique du mouillage total	8
1.4	Propr	iétés des fluides et surfaces utilisés	8
	1.4.1	Tension de surface des fluides utilisés	8
	1.4.2	Fabrication des plaques utilisées lors de la thèse	0
	1.4.3	Paramètres de mouillage utilisés lors de la thèse	0
		Angle de mouillage statique	1
		Hystérésis	2
		v v	

Les écoulements avec une surface libre sont des situations rencontrées fréquemment dans la vie de tous les jours. Ils peuvent constituer des difficultés pour les industriels : filets de fluide, films de liquide, éjection de gouttes, sprays... Toutes ces situations sont souvent difficiles à modéliser et à prévoir théoriquement. Elles mettent en jeu des interfaces liquide/gaz mais parfois solide/liquide et solide/gaz où des effets de mouillage et des effets capillaires sont à prendre en compte. La physique de ces interfaces est étudiée depuis le début du  $18^e$  siècle [Lalande1771] et les premiers modèles sont apparus au cours du  $19^e$  siècle [Dupre1869, Laplace1808, Young1805]. Aucun de ceux-ci ne pouvait réellement être validé par des expériences car l'état liquide restait un mystère à l'époque. Les premières études systématiques datent de 1923 [Ablett1923] et les premières approches théoriques ont dû attendre l'avènement de la physique statistique [Fowler1937, Kirkwood1949, Rowlinson1982] mais celles-ci sont difficilement applicables car le liquide reste difficilement sondable à l'échelle moléculaire tant d'un point de vue expérimental que d'un point de vue analytique. La recherche dans ce domaine est toujours très active de nos jours.

La FIGURE 1.1 illustre certains phénomènes pour lesquels l'effet de tension de surface ou de mouillage est important : l'instabilité de Rayleigh-Plateau sur une toile d'araignée, des gouttes d'eau sur une feuille de lotus ou encore une photo de l'étude de chutes de billes plus ou moins hydrophobes dans un bain d'eau. Ce chapitre consiste à poser les bases de la physique des interfaces en rappelant l'ensemble des notions utilisées tout au long de la thèse. Les mesures effectuées lors de cette thèse pour caractériser nos systèmes seront également présentées dans ce chapitre. La majorité de ce chapitre s'inspire des livres [DeGennes2002, Guyon1991] mais également de certains chapitres des thèses [Bouj-lel2012, Cottin2010, Duez2006, Marchand2012, Noblin2004, LeGrand-Piteira2006, Tay2011, Winkels2013].



FIGURE 1.1 – **Différentes situations où la tension de surface ou le mouillage joue un rôle majeur.** Gauche : Instabilités de Rayleigh-Plateau qui apparaît sur les toiles d'araignées en général le matin avec la rosée. Photographie tirée de [Eggers2008]. Milieu : Gouttes d'eau sur une feuille de lotus possédant une microstructure la rendant très hydrophobe. Photographie tirée d'Internet libre de droit. Droite : Une bille sphérique pénétrant dans un bain d'eau. L'impact sur l'eau est très différent en fonction du caractère hydrophile ou hydrophobe de la bille. Photographie tirée de [Duez2007].

#### 1.1 Tension de surface

L'expérience faite tous les jours de la capillarité ou de la tension de surface est souvent (mais pas toujours) liée au mouillage [Bush2006, Gao2004, Liger-Belair2002] : l'ascension d'eau dans un tube en verre, la pluie s'accrochant aux vitres, des insectes qui marchent sur l'eau, des bulles remontant dans un liquide... L'étude des interfaces est présente dans de nombreux domaines scientifiques (études des sols, macro et micro climats, biologie, physico-chimie des surfaces...) et industriels (pharmacologie, verres et matériaux, automobiles, impressions à jet d'encre, textile...). Le but est ici de rappeler l'ensemble des lois utiles par la suite et de présenter les fluides utilisés.

#### 1.1.1 Origine physique

La tension superficielle est associée aux forces de cohésion internes qui s'exercent entre les molécules d'un fluide : forces de van der Waals, liaisons hydrogènes, liaisons ioniques, liaisons métalliques... Dans

8

un fluide en volume, les forces exercées par chaque molécule sont équilibrées par celles exercées par les molécules voisines. Si il y a présence d'une interface, les forces exercées dans sa direction ne sont plus équilibrées : il s'agit de l'origine de l'énergie superficielle. Un schéma est présenté sur la FIGURE 1.2 où les molécules de fluide en noir ont des interactions équilibrées dans toutes les directions alors que ce n'est pas le cas pour les molécules en rouge à l'interface. La valeur de la tension superficielle  $\gamma_{\rm vide}$  sera ainsi très variable en fonction des forces qui s'exercent entre les atomes/molécules.



FIGURE 1.2 – Origine physique de la tension de surface et ajout de tensioactifs. (a) Dans le fluide en volume les interactions sont les mêmes dans toutes les directions (molécules noires); à l'interface les molécules (en rouge) ont moins d'interactions avec le gaz et une dissymétrie apparaît. Cette définition se généralise à n'importe quelle interface. (b) L'ajout de tensioactifs (en orange) qui viennent se mettre en surface stabilise celle-ci. Les tensioactifs ont été représentés avec une tête hydrophile et une queue hydrophobe. Nous avons choisi ici une interface eau/air car c'est la situation rencontrée communément. De plus, pour les tensioactifs, on parle souvent de parties hydrophile ou hydrophobe.

Dans le cas du contact entre deux phases dense on parlera de tension interfaciale. Dans le cas d'une interface entre un liquide et un gaz : on parlera généralement de tension superficielle. Ces dernières vont dépendre de l'énergie de cohésion entre les molécules des deux composés ainsi que l'énergie d'interaction entre ceux-ci. On note en général cette tension  $\gamma_{AB}$  entre le corps A et le corps B. Nous noterons, dans cette thèse, systématiquement  $\gamma$  la valeur de la tension superficielle entre le liquide et l'air car c'est celleci qui nous intéresse en général. Même si l'origine physique est moléculaire, la tension superficielle et la tension interfaciale sont des grandeurs macroscopiques. On trouvera dans la TABLE 1.1 des exemples de valeurs de tension superficielle entre différents liquides et l'air.

	$\gamma \ ({\rm mN} \cdot {\rm m}^{-1})$	$\ell_c \ (\mathrm{mm})$
Métaux liquides	70 à 2500	2 à 5
Liquides organiques	500	1 à 3
Sels fondus	100	2 à 3
Huiles silicones	20	1
Eau	70	3
Verre fondu	100	5

TABLE 1.1 – Valeurs de tension superficielle avec l'air et de longueur capillaire (1.5) pour différents fluides. Tiré de [Guyon1991].

#### 1.1.2 Définitions : force et énergie

Même si comprendre physiquement d'où vient un phénomène est important, il faut pouvoir également le définir proprement afin de pouvoir le mettre en équation(s).

#### Définition avec l'énergie

10

Pour créer une surface, il faut fournir de l'énergie mécanique au système. Prenons un liquide qui a une surface  $\mathcal{A}$  avec l'extérieur (par exemple de l'air) et déformons le pour augmenter cette surface de  $d\mathcal{A}$ . Le travail est proportionnel au nombre de molécules qu'il faut amener à la surface, donc à  $d\mathcal{A}$ , et le travail élémentaire s'écrit :

$$\delta W = \gamma_{\rm L/ext} \mathrm{d}\mathcal{A} \tag{1.1}$$

où  $\gamma_{\text{L/ext}}$  est la tension superficielle (ou interfaciale) entre le liquide et l'extérieur qui s'exprime en  $\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$ . Ainsi  $\gamma_{\text{L/ext}}$  s'interprète comme l'énergie à fournir pour augmenter la surface d'une unité.

En thermodynamique, cette tension de surface est définie comme la variable conjuguée de  $\mathcal{A}$ . Il est possible de la définir par l'augmentation de l'énergie interne U ou de l'énergie libre F, qui accompagne l'augmentation de surface :

$$\gamma_{\rm L/ext} = \frac{\partial F}{\partial \mathcal{A}} \bigg|_{T,V,n_m} \tag{1.2}$$

avec T la température, V le volume et  $n_m$  le nombre de molécules. Nous ne détaillerons pas plus cet aspect thermodynamique.

#### Définition par la force

La tension superficielle peut être aussi considérée comme une force par unité de longueur et donc s'exprimer en  $N \cdot m^{-1}$ . Cette force est présente dans les systèmes suivants :

- Il est possible de poser un trombone à la surface de l'eau. Il suffit de venir le déposer délicatement et la force de tension de surface peut compenser le poids du trombone.
- Lorsque des cadres métalliques traversés par des ficelles sont plongés dans de l'eau contenant des tensioactifs (comme du liquide vaisselle), il se forme un film de liquide (stabilisé par les tensioactifs) à l'intérieur du cadre. Si maintenant le film est percé d'un coté de la ficelle, la tension de surface va immédiatement tendre la ficelle du coté du film non percé.
- Une expérience similaire est réalisable avec un cadre rectangulaire sur lequel est posée une tige cylindrique. Le tout est plongé dans de l'eau contenant des tensioactifs . Il se crée deux films, un de chaque coté de la tige. Si un des films est percé, la tige va rouler du coté du film non percé.

Cette force est généralement négligeable dans la vie de tous les jours en hydrodynamique mais sont très utiles pour certains animaux. Par exemple, certains insectes arrivent à marcher sur l'eau grâce à cette force. Si on pollue la mare d'une quelconque façon et que cela abaisse la tension de surface, les insectes peuvent couler.

Il est nécessaire de pouvoir considérer et interpréter la tension capillaire à la fois comme force et comme énergie car en fonction des situations, l'une ou l'autre interprétation sera plus adaptée.

#### 1.1.3 Mesures des tensions de surface

Les méthodes pour mesurer la tension de surface sont nombreuses et variées. On pourra se référer à [Adamson1976] pour plus de détails. Quelques-unes sont décrites ici :

- la méthode de Wilhyelmy qui consiste à plonger une lame ou un anneau (anneau de Du Noüy) dans un bain de liquide et à mesurer la force capillaire lorsque la lame est arrachée du bain;
- la montée du liquide dans un capillaire fin en utilisant la loi de Jurin;
- les méthodes de gouttes : la forme d'une goutte est caractérisée dans diverses configurations (posée, tournante, pendante), et en ajustant la forme théorique, on remonte à la tension de surface;
- les ondes capillaires : des ondes capillaires sont créées à la surface du liquide et on mesure la relation entre fréquence et longueur d'onde. Une équation théorique reliant ces deux quantités via la tension de surface permet d'effectuer la mesure.

Quelque soit la méthode employée, il faut prendre beaucoup de précautions. Les surfaces des liquides sont des surfaces idéales, lisses à l'échelle moléculaire et chimiquement homogènes. Mais la contamination est facile. L'eau distillée fraîche a une tension interfaciale avec l'air de  $\gamma = 72 \,\mathrm{mN}\cdot\mathrm{m}^{-1}$  mais, après quelques minutes à l'air libre, cette valeur peut très vite chuter. C'est pour cela que d'autres liquides comme des huiles silicones sont généralement utilisés lorsque la tension de surface doit rester constante.

Pour nos expériences, nous ne prendrons pas autant de précautions même si l'eau distillée sera régulièrement changée.

#### 1.1.4 Loi de Laplace

La tension de surface est à l'origine de la surpression à l'intérieur des gouttes et des bulles. Cette différence de pression est, entre autre, à l'origine du murissement des mousses et des émulsions. Cela permet aussi de comprendre l'adhésion capillaire entre deux plaques ou encore l'adhésion entre des fibres induite par des ponts capillaires. À la traversé d'une surface, il y a un saut de pression que l'on peut exprimer pour une goutte d'huile [Laplace1808] dans de l'eau. La goutte d'huile dans l'eau va minimiser son énergie en prenant une forme sphérique de rayon  $R_{goutte}$ . La différence de pression peut alors s'exprimer :

$$\Delta p = p_{\text{huile}} - p_{\text{eau}} = \frac{2\gamma_{\text{huile/eau}}}{R_{\text{goutte}}} \tag{1.3}$$

Plus la goutte est petite ( $R_{goutte}$  petit), plus la surpression est importante. Ainsi les petites gouttes/bulles se vident dans les plus grosses.

Cette relation est généralisable pour une surface que lonque avec le théorème de Laplace qui affirme que l'accroissement de pression hydrostatique  $\Delta p$ , qui se produit lors de la traversée de l'interface entre de deux fluides, est égal au produit de la tension superficielle  $\gamma_{A/B}$  par la courbure de la surface :

$$\Delta p = \gamma_{A/B} \left( \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) \tag{1.4}$$

où  $R_1$  et  $R_2$  sont les deux rayons de courbure mesurés en un point de l'interface. En ce point, on prend deux plans orthogonaux dont l'intersection est normale à la surface et un cercle tangent est tracé dans chaque plan. Les rayons de ces cercles sont les deux rayons de courbure  $R_1$  et  $R_2$  de la surface en ce point. Ces deux rayons sont des grandeurs algébriques qui dépendent de la position du cercle par rapport à l'interface. La valeur de la courbure ne dépend pas des deux plans choisis.

#### 1.1.5 Ajout de tensioactifs

La savon utilisé pour se laver les mains ou faire la vaisselle est un tensioactif. Cette molécule possède deux parties avec des affinités différentes : une partie hydrophile qui veut se mélanger à l'eau et une partie hydrophobe qui n'aime pas l'eau. Il existe beaucoup d'exemples de tensioactifs mais pour n'en citer que trois : le savon du liquide vaisselle (anionique), le cetyltriméthylammoniumbromide (CTAB) (cationique) et le laurylsulfate de sodium (SDS) (anionique).

Dans la plupart des cas, la partie hydrophobe est une chaîne carbonée et la partie hydrophile est un ion (cation ou anion) qui forme une tête polaire qui aime bien les liquides dipolaires comme l'eau. Dans certains cas, la partie hydrophile est une courte chaîne d'unités neutres mais soluble à l'eau comme le polyoxyde d'éthylène (POE). Des exemples de tels tensioactifs sont : Pentaethylene glycol monododecyl ether (C12E5) ou Octaethylene glycol monododecyl ether (C12E8).

Dans un liquide, en volume, les tensioactifs peuvent s'arranger en sphères avec les queues hydrophobes à l'intérieur et les têtes hydrophiles qui forment la surface de la sphère : elles sont appelées micelles. Celles-ci n'apparaissent que si la concentration en tensioactifs dépasse la concentration micellaire critique (appelée aussi CMC). Ces micelles sont à l'origine du pouvoir nettoyant des liquides vaisselles ou des savons. Les saletés et le gras vont être emprisonnés dans ces micelles et, lors du rinçage, celles-ci vont être évacuées avec les indésirables en leur sein. Il faut noter qu'on donne ici une version très simplifiée des micelles car elles peuvent être sphériques (comme nous venons de le décrire ici, et il s'agit de la majorité des cas), mais aussi cylindriques et là on parle de micelles "vivantes" (leur physique ressemble à celles des polymères). À trop grandes concentrations, les systèmes peuvent devenir visqueux.

Nous venons de décrire ce qui se passe en volume au dessus de la CMC mais ce qui se passe en surface est différent. Lorsqu'un tensioactif est placé dans un liquide, afin de minimiser son énergie, il va placer sa tête hydrophobe à la surface du liquide et la tête hydrophile dans le liquide. Cela forme une monocouche qui stabilise l'interface en abaissant l'énergie nécessaire pour former celle-ci. Un schéma de la situation physique est présenté sur la FIGURE 1.2. Les tensioactifs, représentés en orange, viennent se mettre à la surface et stabiliser celle-ci. La tête hydrophile reste dans l'eau alors que la queue hydrophobe se place dans l'air. Ainsi, la tension superficielle est abaissée en ajoutant des tensioactifs dans le liquide jusqu'à une valeur limite lorsque la surface est saturée.

Les bulles de savon [Salkin2016] que nous faisions enfants sont juste créées à partir d'eau contenant des tensioactifs. Grâce à un cadre circulaire à travers lequel on souffle, le film d'eau se déforme et est projeté dans l'air. Ce film prend alors une forme sphérique pour minimiser sa surface avec l'air. Les tensioactifs présents dans l'eau permettent de stabiliser le film d'eau en formant deux monocouches, une vers l'intérieur et une vers l'extérieur. La bulle est stabilisée et peut flotter. Le drainage et le séchage de la bulle seront les causes de son éclatement.

#### 1.1.6 Compétition avec les autres phénomènes physiques

Nous avons décrit ce qu'était la tension superficielle et comment elle pouvait agir sur des interfaces. En règle générale, cette force rentre en compétition avec d'autres forces ou phénomènes physiques.

#### Avec la gravité : Longueur capillaire

La première force avec laquelle la tension de surface peut rentrer en compétition est la gravité. Nous nous plaçons dans le cas d'un liquide en contact avec l'air. Les deux forces mises en jeu sont la pression de Laplace estimée à  $\gamma/\ell_c$  avec  $\ell_c$  une longueur caractéristique du système, et la pression hydrostatique estimée à  $\rho g \ell_c$  (à une profondeur  $\ell_c$  dans un liquide de masse volumique  $\rho$  soumis à l'accélération de pesanteur g). L'égalité des deux pressions  $\gamma/\ell_c = \rho g \ell_c$  définit la longueur caractéristique :

$$\ell_c = \sqrt{\frac{\gamma}{\rho g}} \tag{1.5}$$

Cette longueur, appelée *longueur capillaire*, sépare deux régimes : pour des systèmes plus petits que  $\ell_c$ , les effets de tension de surface vont dominer ; pour des systèmes plus grands que  $\ell_c$ , la gravité prendra l'ascendant. Cette longueur caractéristique dépend à la fois des propriétés du fluide mais également de l'environnement dans lequel il est placé : la valeur de la tension interfaciale dépend du gaz dans lequel le liquide est placé. Dans le cadre du travail de cette thèse, nous avons toujours travaillé dans l'air. La TABLE 1.1 donne les valeurs des longueurs capillaires pour les liquides du tableau. Cette longueur est toujours de l'ordre du millimètre et nous retiendrons que pour l'eau elle est d'environ 3 mm.

#### Avec l'inertie : Nombre de Weber

Lors d'écoulements hydrodynamiques, la capillarité peut rentrer en compétition avec l'inertie du fluide. Afin de quantifier les deux effets, un nombre sans dimension est créé à partir du rapport de la force d'inertie et la force de tension de surface. Pour cela écrivons l'équation de Navier-Stokes pour un fluide incompressible :

$$\rho\left(\frac{\partial \mathbf{v}}{\partial t} + (\mathbf{v}.\nabla)\mathbf{v}\right) = -\nabla P + \eta \Delta \mathbf{v} + \rho \mathbf{g}$$
(1.6)

avec  $\rho$  la masse volumique du fluide, **v** sa vitesse,  $\eta$  sa viscosité dynamique et P la pression locale. Ainsi, en prenant  $L_c$  une longueur (à ne pas confondre avec  $\ell_c$ ) et  $v_c$  une vitesse, caractéristiques du

12

système, la force d'inertie est proportionnel à  $\rho v_c^2/L_c$ . La force de pression est proportionnelle à  $P/L_c$ avec  $P = \gamma/L_c$  la pression de Laplace. Le rapport, appelé nombre de Weber, s'écrit :

We = 
$$\frac{\rho v_c^2 / L_c}{\gamma / L_c^2} = \frac{\rho v_c^2 L_c}{\gamma}$$
 (1.7)

Lorsque ce nombre sans dimension est grand, les effets inertiels dominent et lorsqu'il est petit ce sont les effets capillaires. Ce nombre peut permettre par exemple de dire qu'une goutte se fragmentera si We > 12.

#### Avec la viscosité : Nombre Capillaire

Enfin, la dernière force avec laquelle nous comparons la force capillaire est la force de viscosité présente dans l'équation de Navier Stokes et proportionnelle à  $\eta v_c/L_c^2$ . Ainsi, le rapport, appelé nombre capillaire, vaut :

$$Ca = \frac{\eta v_c / L_c^2}{\gamma / L_c^2} = \frac{\eta v_c}{\gamma}$$
(1.8)

Ce nombre ne dépend pas d'une longueur caractéristique du système. Ainsi lorsque nous chercherons une longueur caractéristique associé à un écoulement, la longueur capillaire  $\ell_c$  sera utilisée.

#### 1.2 Mouillage statique

Le mouillage [Bonn2009, DeGennes1985] est l'étude de l'étalement d'un fluide déposé sur un solide (ou un autre fluide). Ce phénomène (désiré ou non selon les cas) se retrouve dans de nombreux domaines industriels : chimiques, automobiles, alimentaires, traitements de surface, du bâtiment, des cosmétiques... Ces effets de mouillage sont également présents chez les êtres vivants. Nous pouvons citer comme exemples : le gonflement des poumons à la naissance est rendu possible par des molécules tensioactives ; la cornée est très hydrophobe alors que l'œil est mouillé, des protéines dans les larmes rendent hydrophile la surface de l'œil. L'étude et le contrôle du mouillage est donc un enjeu important. On parle de contrôle du mouillage lorsqu'une surface est modifiée pour la rendre hydrophile (comme pour la cornée) ou hydrophobe (avec une couche de molécules fluorées par exemple).

#### 1.2.1 Origine physique

Lorsqu'une goutte est déposée sur un solide, il peut se passer deux choses : soit la goutte s'étale complètement comme de l'eau sur du verre très propre, soit le liquide reste sur la forme d'une goutte plus ou moins sphérique sur le substrat comme de l'eau sur du Teflon. La grandeur qui va distinguer ces deux cas est le paramètre d'étalement S, qui quantifie la différence d'énergie du substrat sec et mouillé par unité de surface :

$$S = E_{\rm sec}^{\rm substrat} - E_{\rm mouill}^{\rm substrat} = \gamma_{SG} - (\gamma_{SL} + \gamma)$$
(1.9)

où  $\gamma_{SG}$  est la tension interfaciale entre le solide et le gaz,  $\gamma_{SL}$  entre le solide et le liquide et  $\gamma$  entre le liquide et le gaz (ici de l'air).

Deux cas, représentés sur la FIGURE 1.3 (a), peuvent être distingués :

- S > 0 : mouillage total : Si S est positif, le liquide s'étale complètement pour baisser l'énergie de surface (angle de contact nul). L'état final est un film d'épaisseur nanométrique.
- $\mathbf{S} < \mathbf{0}$ : mouillage partiel : Si S est négatif, la goutte ne s'étale pas et forme (à l'équilibre) une calotte posée sur le substrat. Elle fait un angle  $\theta_S$ , appelé angle de contact statique, avec la surface. Le liquide est dit mouillant si  $\theta_S < 90^\circ$  et non-mouillant si  $\theta_S > 90^\circ$ . Néanmoins cette définition n'a pas de signification physique car l'angle  $\theta_S = 90^\circ$  ne joue pas de rôle particulier.



FIGURE 1.3 – Principes du mouillage : paramètre d'étalement et loi de Young-Dupré. (a) Lorsqu'une goutte de fluide est déposée sur un substrat, deux situations peuvent se produire en fonction du signe du paramètre d'étalement S défini dans le texte. Si S > 0, la goutte s'étale complètement et le mouillage est dit total. Si S < 0, la goutte forme une calotte avec un certain angle de contact statique  $\theta_S$  : le mouillage est dit partiel. (b) Schéma pour la loi de Young-Dupré. Le liquide, sur un solide, dans un gaz, forme un coin, d'angle  $\theta_S$ , en un point. Ce point, appelé ligne triple, subit trois forces par unité de longueur  $\gamma_{SG}$ ,  $\gamma_{SL}$  et  $\gamma$ .

#### 1.2.2 Loi de Young-Dupré

Le cas du mouillage partiel est celui rencontré le plus souvent. La situation est représentée sur la FIGURE 1.3 (b). Le liquide, posé sur un substrat solide, à l'air ambiant, forme un coin d'angle  $\theta_S$ , en un point appelé ligne triple. Sur ce point agit trois forces capillaires par unité de longueur :  $\gamma_{SG}$ , tension superficielle entre le solide et le gaz,  $\gamma_{SL}$  tension superficielle entre le solide et le gaz. La projection de ces forces sur le plan solide permet d'obtenir la relation de Young-Dupré<sup>1</sup> [Dupre1869, Young1805] :

$$\gamma \cos \theta_S = \gamma_{SG} - \gamma_{SL} \tag{1.10}$$

Grâce à cette relation, nous pouvons exprimer le paramètre d'étalement (1.9) différemment :

$$S = \gamma(\cos\theta_S - 1) \tag{1.11}$$

Le paramètre d'étalement ne dépend que de la tension interfaciale entre le liquide et l'air,  $\gamma$ , et de l'angle de contact statique  $\theta_S$ . De plus,  $\theta_S$  n'est défini que si le paramètre d'étalement est négatif et est d'autant plus grand que le liquide est non mouillant.

La démonstration avec la projection des forces suppose qu'il s'agit d'un équilibre stable. Pour démontrer la relation de manière plus convaincante, le travail par unité de longueur lorsque la ligne triple est déplacée d'une distance dx, est calculé :

$$\delta W = (\gamma_{SG} - \gamma_{SL}) \mathrm{d}x - \gamma \cos \theta_S \mathrm{d}x \tag{1.12}$$

Ce travail doit être nul à l'équilibre et on retrouve bien la relation (1.10).

Il est également possible de projeter les forces capillaires sur la normale à la surface. Elles sont équilibrées par une force élastique de réaction du solide. Si le solide est dur, il n'y a pas de déformation visible. Si le solide est mou, comme du caoutchouc ou un autre liquide alors il y aura déformation de l'interface. Ces aspects ne nous intéresserons pas lors de cette thèse.

<sup>1.</sup> Young, en 1805, a posé les principes physiques de la cohésion des fluides et c'est 64 ans plus tard que Dupré mathématise les concepts.

#### 1.2.3 Formes des gouttes sur un substrat

Nous venons de voir ce qu'il pouvait se passer lorsqu'une goutte était déposée sur un substrat. Cependant, nous n'avons pas pris en compte les effets de la gravité en fonction de la taille de la goutte. Essayons de voir maintenant ce qu'il se passe si la goutte déposée est trop petite ou trop grosse. On notera  $V_g$  le volume de la goutte déposée.

## Cas de la gouttelette $V_g^{1/3} \ll \ell_c$

Pour des gouttes dont la taille typique  $V_g^{1/3}$  est petite devant la longueur capillaire, les forces capillaires dominent. Ces gouttes vont former une calotte parfaitement sphérique avec une pression constante à l'intérieur (loi de Laplace) et un angle de raccordement  $\theta_S$ . La mesure de cet angle permet de remonter au paramètre d'étalement S.

Comme seules les forces capillaires rentrent en jeu dans ce cas, la rugosité et la propreté de la surface sont d'une importance capitale. Jusqu'ici, tout le raisonnement a été fait pour des surfaces idéales. Une aspérité (positive ou négative) peut complètement modifier la forme de la goutte. Nous veillerons donc à utiliser les surfaces les plus lisses et les plus propres possible.

#### Cas de la goutte lourde $V_q^{1/3} \gg \ell_c$

Dans le cas des gouttes où la taille typique  $V_g^{1/3}$  est grande devant la longueur capillaire, les effets gravitationnels vont dominer. Elle va former une galette aplatie d'épaisseur  $e_g$ . Il est possible de calculer  $e_g$  par un équilibre des forces ou par minimisation de l'énergie [DeGennes2002] :

$$e_g = 2\ell_c \sin\left(\frac{\theta_S}{2}\right) \tag{1.13}$$

qui dans les cas des petits angles s'écrit  $e_g \simeq \ell_c \theta_S$ . Il est également possible d'exprimer le profil exact de la goutte mais ceci ne s'avérera pas utile lors de la thèse.

#### 1.2.4 Mesure d'angle de contact

Il existe différentes méthodes pour mesurer l'angle de contact d'une goutte posée sur un substrat :

- Microscopie à contraste interférentiel en réflexion : lorsqu'une goutte dont l'angle de contact est faible est posée sur un substrat réfléchissant on l'observe sous un microscope. Il apparaît des franges noires circulaires et concentriques. L'interfrange de ces anneaux est directement relié à l'épaisseur de la goutte au point de visualisation. Il est possible de remonter au profil de la goutte. C'est une technique difficile à mettre en place mais cela permet d'obtenir en plus de l'angle de contact le profil exact de la goutte [Andrieu1995].
- Goutte "miroir" (pour des angles entre 0 et  $45^{\circ}$ ) [Allain1985] : le principe est d'utiliser la goutte liquide comme un miroir convexe, dont les extrémités rejoignent le support horizontal avec l'angle  $\theta_S$  à déterminer. La goutte est éclairée par un faisceau laser élargi qui converge en un cône d'angle  $4\theta_S$  mesurable. Cette technique n'est pas simple à mettre en place mais permet une grande précision pour des petits angles.
- Visualisation directe ou projection [Stalder2001, Stalder2006] : la goutte posée sur le substrat est éclairée par une lumière homogène. Une caméra est placée de l'autre coté de la goutte afin de prendre des images par ombroscopie. Cette méthode sera celle utilisée par la suite pour mesurer nos angles de contact statiques mais la précision pour des angles très grands ou très petits est moins bonne.

D'autres techniques sont utilisées mais celles-ci restent les plus efficaces et simples à mettre en place.

#### 1.2.5 Ménisques

Un ménisque est la partie courbée de la surface d'un fluide qui apparaît proche d'une surface solide qui n'est pas parallèle à la surface du liquide. Ces ménisques apparaissent par exemple sur les parois d'un récipient contenant un liquide ou autour d'une fibre plongée dans un liquide.

#### Sur les parois d'un récipient

Nous verrons dans le CHAPITRE 4 que nous aurons à faire à des ménisques lors de l'écoulement. Nous décrivons dans ce paragraphe comment se forme un ménisque sur le bord d'un réservoir contenant un liquide ou sur une fibre. La surface d'un liquide est horizontale sauf proche des parois. Deux cas sont possibles : si le liquide est plutôt mouillant alors le liquide monte légèrement à cet endroit alors qu'il descend si le liquide est non mouillant.

Ce ménisque existe grâce à l'équilibre entre les forces capillaires (qui créent celui-ci) et la gravité (qui s'oppose à sa formation). Nous utiliserons les pressions pour effectuer le calcul. Juste sous la surface, la pression de Laplace est égale à la pression hydrostatique. Si on note  $z_m$  la hauteur de l'interface au dessus du niveau du bain,  $P_0$  la pression ambiante et  $R_m(z_m)$  le rayon de courbure en ce point alors :

$$P_0 + \frac{\gamma}{R_m(z_m)} = P_0 - \rho g z_m \tag{1.14}$$

Si le matériau est mouillant et donc que  $z_m > 0$  alors la courbure est négative, ce qui correspond bien à une aspiration du liquide. La hauteur  $z_m$  est comprise entre le niveau du bain ( $z_m = 0$ ) et la hauteur du ménisque  $h_m$ . Le rayon de courbure varie avec  $z_m$  donc le ménisque n'est pas un arc de cercle. L'équation précédente se réécrit comme :

$$-R_m(z_m)z_m = \ell_c^2 \tag{1.15}$$

Comme la longueur capillaire  $\ell_c$  est de l'ordre du millimètre et que  $R_m \sim z_m$  alors le ménisque est de taille millimétrique, ce qui est observé expérimentalement.

Notons  $\alpha$  l'angle que fait la tangente en chaque point de la courbure avec la verticale. Le rayon de courbure peut alors s'écrire avec l'abscisse curviligne s:

$$\frac{1}{R_m} = \frac{\mathrm{d}\alpha}{\mathrm{d}s} \tag{1.16}$$

qu'il est possible d'exprimer en coordonnées cartésiennes :

$$\frac{1}{R_m} = \frac{\frac{d^2 z_m}{dx_m^2}}{\left(1 + \left(\frac{dz_m}{dx_m}\right)^2\right)^{3/2}}$$
(1.17)

Nous obtenons une équation différentielle du deuxième ordre pour le profil  $z_m(x_m)$  du ménisque. Les conditions aux limites sont  $\frac{dz_m}{dx_m} = 0$  et  $z_m = 0$  lorsque  $x_m$  tend vers l'infini. Nous sommes alors capables d'exprimer la hauteur  $h_m$  en prenant, en  $z_m = h_m$ , la condition de Young ( $\alpha = \theta_S$ ) :

$$h_m = \ell_c \sqrt{2(1 - \sin \theta_S)} \tag{1.18}$$

#### Sur une fibre

Une fibre de rayon b inférieur à la longueur capillaire est plongée dans un liquide. La hauteur du ménisque qui se forme est nettement inférieure à celle que prévoit l'équation (1.18). En effet, il doit se raccorder à la surface du fil avec une courbure élevée. Le point de départ est le même que pour les parois d'un bain en égalant la pression hydrostatique et celle de Laplace :

$$P_0 + \gamma \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2}\right) = P_0 - \rho g z_m$$
(1.19)

où  $R_1$  et  $R_2$  sont les rayons de courbures principaux en tout point de l'interface. Au voisinage de la fibre, comme le rayon de courbure est très important, les effets de gravité peuvent être négligés et la condition s'écrit :  $\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} = 0$ . De plus, il est possible de montrer [DeGennes2002] que le profil est donné par l'équation :

$$b = \frac{r_m}{\sqrt{1 + \left(\frac{\mathrm{d}r_m}{\mathrm{d}z_m}\right)^2}} \tag{1.20}$$

où  $r_m(z_m)$  est le rayon du ménisque à l'altitude  $z_m$ . La solution s'écrit en supposant le liquide mouillant  $(\theta_S = 0)$ :

$$r_m = b \cosh \frac{z_m - h_m}{b} \tag{1.21}$$

Le profil trouvé ne peut être raccordé avec le réservoir à l'infini à cause de la gravité. Supposons que l'extension latérale est de la longueur capillaire  $\ell_c$ , alors :

$$h_m \sim b \ln\left(\frac{2\ell_c}{b}\right) \tag{1.22}$$

qui correspond à quelques rayons de la fibre [James1974, Lo<br/>1983]. Par exemple, on peut prendre  $b = 20 \,\mu\text{m}$  et  $\ell_c = 2 \,\text{mm}$  alors  $h_m = 106 \,\mu\text{m}$ .

#### 1.2.6 Hystérésis de l'angle de contact statique

Tous les phénomènes de mouillage que nous avons présentés supposaient la situation idéale, avec une surface parfaitement propre et lisse. Nous définissons alors un angle de contact  $\theta_S$ . En réalité, toutes les surfaces possèdent des défauts soit d'ordres chimiques (saletés ou inhomogénéités) ou physiques (irrégularités de la surface). Si une goutte est posée sur un substrat solide et qu'elle grossit en ajoutant du liquide, nous pouvons remarquer que l'angle de raccordement de la goutte sera plus grand jusqu'à atteindre un angle limite. Cet angle, appelé angle d'avancée, est noté  $\theta_A$ . De même, la goutte qui rétrécit en aspirant du fluide, va former un angle de contact qui va diminuer jusqu'à un angle limite. Cet angle, appelé angle de reculée, est noté  $\theta_R$ . Ainsi, l'angle que forme une goutte avec le substrat dépend de la manière dont elle a été préparée. L'hystérésis est la différence entre  $\theta_R$  et  $\theta_A$ . De nombreuses études tentent de caractériser et de modéliser ce phénomène [Ahmed2014, Joanny1984].

Pour mesurer ces angles expérimentalement nous avons plutôt choisi de placer des plaques verticales et de déposer des gouttes sur celle-ci. Si la taille de la goutte n'est pas trop grande, l'adhésion à la plaque sera plus grande que la gravité et la goutte tiendra. Elle sera bien entendu déformée avec l'angle d'avancée en bas et l'angle de reculée en haut. Cette méthode possède plusieurs avantages expérimentaux :

- elle fonctionne avec de petites gouttes dont l'angle est plus facile à mesurer. En effet, lors du gonflement de la goutte, la symétrie de révolution de celle-ci est rapidement brisée à cause des différences d'aspérités sur la surface. L'angle d'une goutte asymétrique est bien plus difficile à estimer;
- la mesure ne peut être faussée par le système d'arrivée de liquide (aiguille, tuyau...);
- la mesure effectuée est une mesure statique où la goutte n'a pas eu une vitesse avant de s'arrêter. Une telle vitesse peut modifier la mesure.

#### 1.3 Mouillage dynamique

Toutes les études sur le mouillage que nous venons de présenter étaient dans le cas statique. Nous allons lors de cette thèse effectuer des écoulements de fluides et l'angle de contact ne sera pas forcément statique. De nombreuses études s'intéressent au mouillage dynamique et la physique est riche [Blake1979, Cox1986a, DeGennes1985, Duez2007, Duez2010, Dussan1979, Elliott1967, Snoeijer2013, Voinov1976]. Nous ne présenterons ici que les aspects principaux pour que le lecteur puisse avoir quelques notions sur la dynamique du mouillage.

#### Dynamique de la ligne triple

 $\mathbf{18}$ 

Considérons une surface idéale dont l'angle de contact statique est  $\theta_S$ . Nous avons vu que cet angle était défini par un équilibre de forces interfaciales. Cependant lorsque la ligne triple se déplace, l'angle que forme le coin de liquide avec le solide est différent. Notons cet angle de mouillage dynamique  $\theta_D$ . Ainsi, la force de traction de la ligne vaut :

$$F_t(\theta_D) = \gamma_{SG} - \gamma_{SL} - \gamma \cos \theta_D \tag{1.23}$$

Si cette force est nulle, on retrouve l'angle de contact statique  $\theta_S$ . Considérerons que la ligne triple subit une certaine force  $F_t$  et se déplace à la vitesse V. Les mesures expérimentales [Hoffman1974] de cet angle dynamique en fonction de la vitesse montrent une relation du type :

$$V \sim \theta_D^3 \tag{1.24}$$

Cette relation peut être expliquée physiquement à partir d'un modèle de dissipation visqueuse dans le coin de liquide. Pour être plus précis la loi est  $\theta_D = \text{Ca}^{1/3}$  avec Ca le nombre capillaire défini par l'équation (1.8).

#### Dynamique du mouillage total

Lorsqu'une goutte de liquide est posée sur une surface parfaitement mouillante, la goutte va mettre un certain temps à s'étaler complètement sur la surface. Plusieurs études [Lelah1981, Tanner1979] ont été effectuées sur la croissance du rayon horizontal de la goutte  $r_g(t)$ . L'étalement dure quelques heures pour un liquide de viscosité comparable à l'eau et des semaines pour un liquide très visqueux. Dans tous les cas, les chercheurs ont remarqué que la dynamique suivait une loi universelle (loi de Tanner) de la forme :

$$\theta_D \sim t^{-3/10}$$
 (1.25)

On remarquera que l'angle de mouillage dynamique  $\theta_D$  ne dépend pas du paramètre d'étalement S tant que S > 0 c'est-à-dire que le mouillage est total. Or, la force F - t d'étirement du fluide est quasiment égale à S dans le cas où  $\theta_D \to 0$ . L'explication a été donnée par Hardy [Hardy1919] qui a remarqué qu'en avant de la goutte, il se développe un film très fin (de l'ordre de quelques nanomètres) qui est bien plus grand que la goutte. Ainsi, la force F - t qui est égale à S tire ce film précurseur très rapidement. Cependant, à l'endroit où Tanner observe dans son expérience (la ligne triple), le bilan des forces est modifié et il est possible de remonter à la bonne loi de puissance en t.

#### 1.4 Propriétés des fluides et surfaces utilisés

#### 1.4.1 Tension de surface des fluides utilisés

Lors de cette thèse, nous nous sommes principalement servis de solutions aqueuses (fluides simples et complexes) et de mousse à raser. Lors des études de l'effet de la tension de surface et du mouillage, nous avons utilisé 5 catégories de fluides :

- De l'eau pure : la laboratoire possède un système de purification *Elga*. L'eau passe dans différents filtres de tailles différentes et est également irradiée par des UV afin de supprimer tout résidu organique ou inorganique dans l'eau. Une eau ultra pure est obtenue avec une résistivité de 18 M $\Omega$ .cm.
- De l'eau avec ajout de SDS : de l'eau distillée à 13 ou 15 M $\Omega$ .cm dans lequel on ajoute du SDS à une concentration de 2 à 3 fois la CMC qui vaut 8.2 mmol·L<sup>-1</sup>.
- Des mélanges eau-glycérol : le glycérol permet de rendre plus visqueux la solution. Il possède une masse volumique de 1260 kg·m<sup>-3</sup> et une viscosité de 1.49 Pa·s. Le principal défaut de ces mélanges (surtout avec beaucoup de glycérol) est qu'ils s'humidifient au cours du temps lorsqu'ils

sont laissés à l'air libre, diminuant ainsi la masse volumique et la viscosité. La tension de surface n'est pas modifiée car la surface est rapidement saturée en glycérol. Un petit changement de concentration de glycérol en volume ne changera pas la concentration à la surface.

- Des mélanges eau-Ucon : nous avons utilisé une huile soluble dans l'eau de la marque Ucon. Cette huile est composé de polyalkylène glycols (PAGs) à plus de 99%. Elle est habituellement utilisée comme lubrifiant et possède une masse volumique de 1170 kg·m<sup>-3</sup>. Elle est très visqueuse (non mesurée) et permet d'obtenir une large gamme de viscosité une fois mélangée à l'eau : de 10<sup>-3</sup> Pa·s pour de l'eau jusqu'à 10 Pa·s pour un mélange à 80% en Ucon. Les avantages de l'utilisation du Ucon par rapport à du glycérol sont que les mélanges sont beaucoup plus stables dans le temps (et à l'air libre) et que la plage de viscosité possède environ deux décades supplémentaires.
- Des solutions aqueuses de polymères : des polymères avec des longueurs de chaînes et de chimies variées ont été ajoutés dans de l'eau distillée pour obtenir des fluides viscoélastiques. Pour être plus précis, nous avons utilisé deux types de polymères :
  - PolyÉthylèneOxyde (PEO) représenté sur la FIGURE 1.4 (a) est un polymère linéaire fabriqué à partir de monomère d'éthylène glycol. Il s'agit d'un polymère hydrosoluble et liposoluble. Il est très utilisé dans l'industrie (médical, cosmétique...). Nous travaillons ici avec des masses molaires (masse en grammes pour une mole de polymères) de 8 millions.
  - Polymères FLOERGER<sup>®</sup> de la série AN 910 qui sont des polymères linéaires cationiques. Le monomère est représenté sur la FIGURE 1.4 (b) avec une partie neutre et une partie cationique. Nous avions différents échantillons à notre disposition possédant des anionicités de 10 à 50% et des masses molaires de 7 à 20 millions.



FIGURE 1.4 – Formule chimique des polymères utilisés lors de cette thèse. (a) PolyÉthylèneOxyde (PEO) : il s'agit d'une chaîne moléculaire de longueur n. (b) Polymères FLOERGER<sup>®</sup> : chaîne moléculaire ionique en partie, de longueur n pour la chaîne neutre et m pour la chaîne cationique.

Fluide	Eau	Eau + SDS	Eau + Ucon	Eau + Glycérol	Polymères
$\rho \; (\text{kg} \cdot \text{m}^{-3})$	997	997	1051-997	1234-997	1020-997
$\gamma (mN \cdot m^{-1})$	$68 \pm 2$	$37\pm2$	$57\pm2$	$65 \pm 2$	$62 \pm 2$
$\ell_c \ (\mathrm{mm})$	$2.63 \pm 0.04$	$1.95\pm0.04$	$2.41 - 2.34 \pm 0.04$	$2.31 \text{-} 2.57 \pm 0.04$	$2.49 - 2.52 \pm 0.04$

TABLE 1.2 – Valeurs de tension superficielle avec l'air et de longueur capillaire pour les fluides utilisés lors de la thèse. Mesures réalisées à  $25^{\circ}$ C

Nous avons pu remarquer que quelque soit la catégorie de fluide, la tension de surface ne variait pas vraiment avec la concentration. En effet, comme les variations d'interactions à la surface ne nécessitent que peu de molécules, la surface est vite saturée. Par exemple l'ajout de Ucon dans un mélange eau-Ucon ne modifiera pas la tension de surface. La TABLE 1.2 présente les valeurs des tensions interfaciales avec l'air de ces fluides, mesurées avec un anneau de Du Noüy. La masse volumique mesurée avec un densimètre est également présente. Ces mesures permettent d'estimer alors la longueur capillaire  $\ell_c$ . Les barres d'erreurs sur la tension de surface sont estimées de manière statistique en effectuant plusieurs mesures sur différents échantillons. L'erreur sur la mesure de la masse volumique est complètement
négligeable. Pour estimer l'erreur sur la longueur capillaire, nous avons utilisé les valeurs extrêmes de la masse volumique des solutions utilisées (notées également dans le tableau).

Nous pouvons faire plusieurs commentaires sur les valeurs du tableau :

- L'ajout de glycérol ou de polymères dans l'eau ne fait baisser que très peu la tension interfaciale. Le glycérol pur possède une tension de surface proche de l'eau (63 mN·m<sup>-1</sup>), donc un mélange aura une valeur intermédiaire. Les polymères ajoutés viennent s'absorber à la surface mais leur chimie ne fait pas chuter énormément la tension de surface. Des études [Cao1994,Shuler1970] sur le PolyéthylèneOxyde que nous avons pu utiliser montrent que, dans une gamme de concentration diluée, la tension de surface ne varie pas.
- L'ajout de Ucon dans de l'eau fait légèrement chuter la tension superficielle. Les polyalkylène glycols qui composent ce fluide sont des courtes chaînes d'hydrocarbures qui vont plus s'absorber à la surface et leur chimie va baisser la tension de surface.
- L'ajout de SDS fait fortement chuter la tension de surface car il s'agit d'un tensioactif (voir paragraphe 1.1.5).
- L'ordre de grandeur pour la longueur capillaire  $\ell_c$  est toujours de l'ordre de 2 mm. La différence entre les fluides n'est pas très grande à cause de la dépendance en  $\sqrt{\gamma}$ . Les valeurs extrêmes pour un même fluide sont proches à cause de la dépendance en  $\sqrt{\rho}$

Nous avons rappelé les différents aspects de la tension de surface et celle avec l'air pour les fluides utilisés. Nous retiendrons que la longueur capillaire est de l'ordre de 2 mm pour tous les fluides et notamment 2.63 mm pour de l'eau pure. Nous allons maintenant nous intéresser à l'interaction entre les fluides et une surface : le mouillage.

#### 1.4.2 Fabrication des plaques utilisées lors de la thèse

Lors de cette thèse nous avons eu besoin de fabriquer des disques d'un diamètre de 17 cm et d'épaisseur de 2 à 4 mm percés d'un trou au centre entre 0.5 et 2 mm de rayon. Afin d'étudier les effets du mouillage sur des écoulements hydrodynamiques, cinq matériaux différents ont été utilisés : verre, Dural<sup>2</sup>, plexiglas, PVC et Teflon. Sauf pour le verre, les disques ont été fabriqués à l'atelier de mécanique de l'ENS de Lyon à partir de plaques de matériau de 2 ou 4 mm d'épaisseur. Les trous ont également été percés à l'atelier.

Pour les plaques de verre, nous les avons commandées non percées, à une entreprise spécialisée : *Verre équipement.* Pour le perçage, des forêts à la poudre de diamant ont été utilisés avec une perceuse à 2000 tours par minute. La technique pour percer du verre est assez particulière et difficile. Les résultats les plus concluants ont été obtenus en collant, grâce à de la cire de bougie chauffée, deux lames de microscopes de part et d'autre de la zone à percer. Une fois la plaque fixée sous la perceuse, celle-ci est percée à travers les deux lames de microscope. La cire est ensuite dissoute dans de l'acétone. Lorsque du verre est percé, il peut se fissurer ou des éclats peuvent apparaître au moment de rentrer ou de sortir du verre. L'astuce de ce montage réside dans le fait qu'un continuum de verre est créé sans interface entre les lames de microscope et la plaque. Ainsi, l'altération du verre se fera uniquement à l'entrée de la première lame et à la sortie de la seconde. Avec cette méthode, nous arrivons à obtenir des plaques de verre parfaitement percées avec des bords droits. Cette perfection lors du perçage est importante pour toutes les plaques car le moindre défaut modifie grandement l'écoulement.

#### 1.4.3 Paramètres de mouillage utilisés lors de la thèse

Nous possédons ainsi des plaques de la bonne taille dans cinq matériaux différents et percés d'un trou d'une taille contrôlée. Toutes les plaques, sauf le verre, sont nettoyées avant chaque utilisation avec de l'eau et du liquide vaisselle et rincées à l'eau distillée. Les plaques de verre sont nettoyées en

<sup>2.</sup> Dural pour duraluminium : il s'agit d'un alliage d'aluminium et de cuivre utilisé en aéronautique en raison de sa grande résistance aux contraintes et de sa plus faible densité que l'acier.

les laissant quelques heures dans une solution possédant du surfactant (Decon 90; 10% dans l'eau). Cela permet de retirer toutes les saletés et graisses. Nous rincerons ensuite avec de l'eau distillée puis avec de l'éthanol pur. Les plaques de verre sont alors très hydrophiles.

Nous avons également utilisé certaines plaques de verre pour les rendre hydrophobes. Quelques gouttes de Rain- $X^{(\mathbb{R})}$  sont déposées sur la surface à traiter. Rain- $X^{(\mathbb{R})}$  est un traitement hydrophobe pour le verre utilisé sur les pare-brises de voiture afin de mieux évacuer l'eau par temps de pluie. Les gouttes de Rain- $X^{(\mathbb{R})}$  sont alors étalées uniformément sur la surface à l'aide d'un chiffon microfibre. La surface est alors laissée en séchage pendant 30 minutes et l'opération est répétée une seconde fois. La plaque est ensuite nettoyée à l'eau et au liquide vaisselle puis rincée à l'eau distillée. Nous obtenons ainsi des plaques de verre hydrophobes (notées verreH) qui ont exactement la même géométrie que des plaques de verre hydrophile (avec les mêmes défauts dans le perçage). Ce revêtement se retire avec le protocole de lavage décrit au début du paragraphe.

#### Angle de mouillage statique

Afin de connaître les propriétés de mouillage associées aux solutions et matériaux utilisés, nous avons mesuré pour chaque couple solution/matériau l'angle de contact statique  $\theta_S$  correspondant.



FIGURE 1.5 – **Exemple d'une goutte d'eau posée sur les six mouillages utilisés lors de cette thèse.** On a repéré la méthode de mesure de l'angle sur le cas du plexiglas. On rappelle que "VerreH" signifie verre avec un revêtement de surface hydrophobe.

Pour cela, nous avons visualisé par ombroscopie une goutte posée sur le solide. Une photographie par goutte est alors prise. Les images obtenues sont traitées sous *Image J* pour extraire l'angle de contact. La FIGURE 1.5 présente, pour chaque matériau (traité ou non) utilisé lors de cette thèse, une goutte d'eau posée sur le substrat. La mesure d'un angle sur le plexiglas a été représentée à titre d'exemple. Nous avons vu que, même si la surface a été parfaitement nettoyée, l'angle de contact dépendait de la vitesse de la ligne triple. Afin de se rapprocher au mieux de l'angle de contact statique (c'est-à-dire sans vitesse), la goutte est posée le plus délicatement possible sur le substrat. Malgré toutes les précautions prises, une dispersion dans les mesures persiste. Pour rendre compte de cela, des mesures ont été effectuées sur plusieurs plaques différentes et sur une dizaine de gouttes à chaque fois. La valeur retenue sera la moyenne de ces mesures et l'erreur sera l'écart type.

Matériau	Verre	Dural	Plexiglas	PVC	VerreH	Teflon
$\theta_S^{\text{eau}}(^o)$	$13.2 \pm 1.5$	$51.8 \pm 1.6$	$63.8 \pm 1.9$	$67.7 \pm 1.3$	$87.7\pm5.3$	$98.5\pm3.0$
$\theta_S^{\text{SDS}}$ (°)	$17.6 \pm 2.5$		$29.6\pm3.2$	$33.4\pm2.3$	$59.5 \pm 3.4$	
$\theta_S^{\text{gly/eau}}$ (°)	$12.2\pm1.5$		$63.7 \pm 1.8$			
$\theta_S^{\text{Ucon/eau}}$ (°)	$20.9\pm0.7$		$47.4\pm4.0$	$61.8\pm4.3$	$75.0\pm1.6$	
$\theta_S^{\text{peo}}$ (°)	$13.0\pm2.0$		$63.0\pm2.0$			
$\theta_S^{\text{Floerger}}(^o)$	$29.0\pm3.0$		$57.7\pm4.5$			

TABLE 1.3 – Angle de mouillage statique pour chaque couple fluide/matériau utilisé lors de cette thèse. Les cases grisées sont les cas qui n'ont pas été étudiés. La valeur reportée est une moyenne sur une dizaine de gouttes et l'erreur sur la mesure est l'écart type.

Toutes les valeurs d'angles statiques sont présentes dans la TABLE 1.3 pour tous les couples

fluide/matériau utilisés lors de cette thèse. Les cases grisées représentent les couples non étudiés. Les lignes pour les mélanges (SDS, glycérol/eau, Ucon/eau, polymères PEO et Floerger) correspondent aux valeurs moyennes sur différentes concentrations. L'effet de la concentration de ces mélanges sur le mouillage (dans la limite où nous restons au-dessus de la CMC pour le SDS) est négligeable. Cela justifie de prendre une valeur moyenne.

Ces caractérisations de l'angle statique ne permettent pas de faire une étude du mouillage complet de nos couples fluide/matériau. Cela permet de classer l'importance de l'interaction entre le fluide et le substrat via l'angle de contact statique comme l'équation (1.11). La précision obtenue est largement suffisante pour les caractérisations effectuées lors de cette thèse.

#### Hystérésis

Afin d'affiner la caractérisation des surfaces utilisées lors de cette thèse nous avons mesuré l'angle d'hystérésis de celles-ci.



FIGURE 1.6 – Goutte posée sur deux plaques (plexiglas et PVC) verticales. La mesure est statique car les gouttes sont immobiles. Les angles d'avancée  $\theta_A$  et de reculée  $\theta_R$  ont été repérés par des pointillées jaunes. Les gouttes sont de taille millimétrique. (a) PVC. (b) Plexiglas.

Comme expliqué dans le paragraphe 1.2.6, la mesure de l'hystérésis du mouillage consiste à déposer des gouttes sur des plaques verticales. Deux exemples d'une goutte posée sur un substrat (plexiglas et PVC) sont présentés sur la FIGURE 1.6. Les angles d'avancée et de reculée ont été marqués en pointillés jaunes. Ces mesures ont été effectuées sur plusieurs gouttes millimétriques et les résultats sont présentés dans la TABLE 1.4.

Matériau	Verre	Dural	Plexiglas	PVC	VerreH	Teflon
$ heta_R (^o)$	$12 \pm 3$	$19 \pm 1$	$48 \pm 6.4$	$37\pm6$	$74.3\pm6.2$	$61.8\pm7.3$
$\theta_A (^o)$	$64 \pm 6$	$63 \pm 3$	$70.5\pm5.4$	$79.9\pm6.2$	$107 \pm 1$	$104.2\pm7.5$
$\Delta \theta$ (°)	$52 \pm 9$	$44 \pm 3$	$25.5 \pm 11.8$	$42.9 \pm 12.2$	$32.7\pm7.2$	$42.4 \pm 14.8$

TABLE 1.4 – Mesures des angles de reculée  $\theta_R$  et d'avancée  $\theta_A$  pour les six mouillages utilisés lors de cette thèse. Les mesures sont difficiles à effectuer et les barres d'erreurs sont importantes. La valeur de l'hystérésis  $\Delta \theta = \theta_A - \theta_R$  a été calculée avec les moyennes des angles  $\theta_A$  et  $\theta_R$ . Les erreurs ont été sommées. Malgré les erreurs importantes, la valeur de  $\Delta \theta$  est particulièrement faible par rapport aux autres.

La valeur de l'angle d'hystérésis  $\Delta \theta$  a été calculée comme la différence des moyennes de  $\theta_A$  et  $\theta_R$ . L'erreur sur  $\Delta \theta$  est simplement la somme des erreurs sur  $\theta_A$  et  $\theta_R$ . Toutes les valeurs de  $\Delta \theta$  sont assez proches (autour de 40°) sauf pour le plexiglas plus proche des 20°. Ainsi le plexiglas pourra avoir un comportement différent des autres matériaux qui possèdent le même ordre de grandeur pour l'angle de contact statique  $\theta_S$ .

 $\mathbf{22}$ 

# Chapitre 2

# Propriétés rhéologiques des systèmes utilisés

Le but de la science est de prévoir et non, comme on l'a dit souvent de comprendre. Pierre Lecomte du Noüy

2.1	Solide	$_{2}$ ou liquide?	26
2.2	Grand	leurs caractéristiques des fluides	27
	2.2.1	Loi de Hooke et loi de Newton : deux cas extrêmes et parfaits	27
		Loi de Hooke	27
		Loi de Newton	27
		Généralisation des grandeurs mises en jeu	28
	2.2.2	Comportements intermédiaires : le solide plastique et le fluide non newtonien . 2	28
		Comportement sous cisaillement permanent : régime stationnaire	28
		Comportement à une contrainte brusque - Fluides viscoélastiques	30
	2.2.3	Modèle de Maxwell et de Jeffreys	31
2.3	Mesur	es rhéologiques	32
2.4	Rhéol	ogie des fluides utilisés pour l'écoulement	35
	2.4.1	Fluides visqueux	35
	2.4.2	Rhéologie des solutions de polymères semi-diluées	36
		Rappels de physique des polymères en solution	36
		Rhéologie en régime semi-dilué	39
		Rhéologie des solutions de Polyéthylène Oxyde (PEO)	41
		Rhéologie des solutions de polymères Floerger	43
2.5	Rhéol	ogie des fluides utilisés pour l'écrasement	46
	2.5.1	Mousses	46
		Rappel de physique des mousses	46
		Rhéologie de la mousse à raser	46
		5	-

 $\mathbf{26}$ 

# 2.1 Solide ou liquide?

Notre expérience quotidienne nous permet de classer schématiquement la matière dans deux états avec des comportements et des propriétés très différents :

• État solide : il s'agit de l'état de n'importe quel morceau de métal à température ambiante, de la chaise sur laquelle je suis assis en écrivant ces lignes ou des murs du bureau qui m'entourent. Ces objets conservent indéfiniment leur forme en absence de force extérieure appliquée ou en présence d'une force assez faible (comme la gravité) pour que la déformation ne soit pas visible à l'œil nu. En appliquant une force plus importante, le solide va se déformer (de manière visible ou non). Si la force n'est pas trop importante et supprimée, le solide va reprendre sa forme initiale. La déformation est alors réversible et on parle de déformation élastique du solide. Notre expérience nous a appris que certains solides étaient "mous" et d'autres "durs". Cela se traduit en terme d'élasticité du matériau. Une balle de squash en caoutchouc est facilement déformable avec les doigts ou la main alors qu'il est impossible de déformer un bloc de cuivre à mains nues. Cette sensation est quantifiable via le module élastique du matériau qui est bien plus faible dans le cas du caoutchouc. De plus, le caoutchouc peut se déformer de manière réversible de presque 100% alors que pour un métal, ce n'est que de l'ordre de 1%.

Enfin si la force appliquée devient trop importante, le matériau peut soit casser (en général pour les matériaux durs) avec une séparation nette entre deux parties du solide, soit fluer<sup>1</sup> (en général pour les matériaux mous) avec une déformation irréversible. On parle de *rupture* dans le premier cas, et de *déformation plastique* dans le second. Dans le dernier cas, le solide se comporte comme un fluide, second état de la matière que nous décrivons ici.

• État fluide : c'est l'état des gaz et des liquides qui finissent toujours par épouser la forme du récipient qui les contient. Le temps de ce processus est plus ou moins rapide et on parle en général de fluide plus ou moins visqueux. Il existe deux grandes catégories de fluides, les simples et les complexes. La définition d'un fluide simple, dit *fluide newtonien*, est que sa viscosité ne dépend pas de la manière dont il est sollicité.

D'un autre côté, les fluides dits complexes se divisent en un grand nombre de types de fluides. Nous pouvons tout d'abord donner comme exemple, les *fluides viscoélastiques* dont lecomportement dépend de l'échelle de temps sur laquelle ils sont sollicités. Ils ont, comme un solide, une réponse élastique sur des temps courts et se comportent comme des fluides simples visqueux sur des temps longs. Le temps caractéristique séparant les deux régimes est appelé *temps de relaxation viscoélastique* et dépend fortement du matériau considéré. Ce temps peut s'étendre de quelques millisecondes pour des mousses et jusqu'à des centaines d'années pour le manteau terrestre.

Les fluides viscoélastiques précédemment présentés sont en général isotropes (ou ils sont considérés comme tels). Certains fluides comme les *cristaux liquides*, intermédiaires entre liquides et cristaux, ne sont pas isotropes. Dans certaines directions ils auront un comportement solide et dans d'autres plutôt un comportement liquide. Ces fluides sont également viscoélastiques mais pas par rapport au temps de sollicitation mais à la direction de celle-ci.

Ces brèves descriptions de certains états de la matière nous montrent que la distinction entre un solide et un fluide n'est pas toujours évidente et surtout relative. Les comportements peuvent dépendre du temps d'application de la force sur le matériau ou la direction de celle-ci. Historiquement, la science qui s'intéresse à ces comportements est la rhéologie<sup>2</sup>, inventée par Bingham en 1928. Il s'agissait de l'étude de la déformation et de l'écoulement de la matière. Nous utilisons à présent plutôt le terme de rhéophyique [Oswald2005] car la rhéologie désigne maintenant l'étude des fluides dont le comportement est intermédiaire entre un solide élastique parfait et un liquide simple.

<sup>1.</sup> Consiste à se déformer le ntement ou à "couler" sous l'action d'une contrainte ou d'une force maintenue pendant long temps.

<sup>2.</sup> Provient du grec "rhéos" et "logos" qui signifient respectivement "couler" et "étude".

## 2.2 Grandeurs caractéristiques des fluides

Nous avons vu que la rhéophysique était une science très large, permettant de décrire les comportements de la matière parfois liquide, parfois solide. Nous donnons dans ce paragraphe différents concepts de base de la rhéophysique et plus particulièrement de la rhéologie afin de pouvoir décrire et caractériser nos fluides complexes par la suite.

#### 2.2.1 Loi de Hooke et loi de Newton : deux cas extrêmes et parfaits

La première étape pour décrire la matière entre le solide et le liquide est de définir proprement le solide et le liquide. Pour cela, nous allons nous placer dans le cas idéal à chaque fois. La sollicitation du solide et du liquide est une contrainte appliquée  $\sigma$ . Celle-ci, est une force par unité de surface, donc une pression qui se mesure en Pascals (Pa). Nous nous limiterons dans cette thèse à des contraintes simples appliquées sur une surface bien définie et dans une seule direction. En réalité, la contrainte est une notion locale de la physique des milieux continus qui s'exprime grâce à un tenseur d'ordre 2. Pour plus d'information, on pourra consulter [Oswald2005] mais une généralisation sera effectuée à la fin du paragraphe.



FIGURE 2.1 – Loi de Hooke et loi de Newton. (a) Notations pour la loi de Hooke. Solide déformé sous une contrainte  $\sigma$ . (b) Notations pour la loi de Newton. Fluide sollicité par une contrainte  $\sigma$ .

#### Loi de Hooke

La première loi phénoménologique, appelée *loi de Hooke*, décrit le comportement d'un solide élastique parfait. En notant *d* l'épaisseur du solide et *u* la déformation dans la direction transverse, cette relation relie la contrainte appliquée et la déformation  $\gamma_s = u/d$  (notations présentées en FIGURE 2.1 (a)), par la relation :

$$\sigma = G\gamma_s \tag{2.1}$$

où le coefficient de proportionnalité G est le module élastique (de cisaillement dans le cas de la figure). Celui-ci peut varier sur une dizaine d'ordres de grandeur avec une valeur jusqu'à  $10^{11}$  pour certains métaux et de quelques dizaines de Pa pour certains gels de polymères dilués. Ainsi, un solide purement élastique a le même comportement qu'un ressort avec une raideur G.

Cette loi montre que la déformation  $\gamma_s$  est proportionnelle à la contrainte appliquée  $\sigma$  sans notion de temps. Le processus est réversible et l'annulation de la contrainte permettra au solide de reprendre sa forme initiale. Le solide possède donc une mémoire dite "infinie" ce qui ne sera pas le cas pour les fluides viscoélastiques. L'absence de notion de temps dans cette loi suppose que le matériau répond instantanément.

#### Loi de Newton

La seconde loi, appelée *loi de Newton*, décrit le comportement des fluides simples purement visqueux. En notant toujours d l'épaisseur de l'échantillon et v la vitesse transverse, cette relation relie la contrainte appliquée au taux de cisaillement  $\dot{\gamma} = v/d$  correspondant au gradient de vitesse (notations présentées en FIGURE 2.1 (b)), via : où le coefficient de proportionnalité  $\eta$  est la viscosité dynamique (de cisaillement dans le cas de la figure).  $\dot{\gamma}$  se mesurant en s<sup>-1</sup>, la viscosité dynamique se mesure alors en Pa.s. Les viscosités s'étalent sur plusieurs ordres de grandeur, allant de la viscosité autour de l'eau, valant  $10^{-3}$  Pa.s à température ambiante, jusqu'à plusieurs millions de Pa.s pour certaines huiles silicones. Il est également possible de définir une viscosité pour le manteau terrestre à environ  $10^{21}$  Pa.s.

De la même manière que le solide purement élastique, le fluide simple, dit newtonien, répond instantanément au cisaillement imposé mais n'a cependant aucune mémoire contrairement au solide. Ainsi en imposant une contrainte, on effectue une déformation permanente et irréversible.

#### Généralisation des grandeurs mises en jeu

Définissons tout d'abord le tenseur des contraintes. Posons  $(\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2, \mathbf{e}_3)$  un repère orthonormé et considérons que les indices *i* ou *j* ne pourront prendre que les valeurs 1, 2 ou 3. Prenons un élément de surface d $\mathbf{S} = dS\mathbf{n}$  situé à la position  $\mathbf{r}$ , alors celui-ci subit de la part du matériau une force :

$$\mathbf{F}(\mathbf{r}) = \underline{\underline{\sigma}}(\mathbf{r}).\mathrm{d}\mathbf{S} = \sum_{i,j} \sigma_{ij} \mathrm{d}S\mathbf{e}_i$$
(2.3)

Cette relation permet de définir le tenseur des contraintes  $\underline{\sigma}(\mathbf{r})$  dont la composante  $\sigma_{ij}(\mathbf{r})$  est la force surfacique appliquée dans la direction  $\mathbf{e}_i$  à une surface normale à  $\mathbf{e}_j$  située au point  $\mathbf{r}$ . L'équilibre des couples en volume dans le matériau impose que le tenseur des contraintes soit symétrique.

Nous avons vu que l'application d'une contrainte engendrait une déformation du matériau, décrite par le champ  $\mathbf{u}(\mathbf{r}, t)$ . Un volume élémentaire  $d\tau$  de matériau situé au point  $\mathbf{r}$  à l'instant t se retrouvera à l'instant t + dt en  $\mathbf{r} + \mathbf{u}(\mathbf{r}, t)$ . Le tenseur des déformations  $\underline{\gamma}$  est défini comme la partie symétrique du gradient du champ de déformation :

$$\gamma_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \tag{2.4}$$

D'un autre côté, pour les fluides, la contrainte engendre un écoulement décrit par un champ de vitesse  $\mathbf{v}(\mathbf{r},t)$ , dérivée temporelle du champ de déformation. Le tenseur des taux de déformations  $\underline{\dot{\gamma}}$  est alors défini comme la dérivée temporelle du tenseur des contraintes. Cela correspond à la partie symétrique du gradient de vitesse :

$$\dot{\gamma}_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial v_i}{\partial x_j} + \frac{\partial v_j}{\partial x_i} \right) \tag{2.5}$$

## 2.2.2 Comportements intermédiaires : le solide plastique et le fluide non newtonien

Les deux comportements, parfaits et extrêmes, du solide purement élastique et du fluide simple ne décrivent d'une partie de la réalité de la matière. Plus généralement, le matériau a un comportement intermédiaire entre les deux cas parfaits. Nous présentons ici deux cas limites en temps, à savoir le régime stationnaire et l'échelon de contrainte imposée.

#### Comportement sous cisaillement permanent : régime stationnaire

L'expérience que nous pouvons faire dans la vie quotidienne des différents fluides est en général dans le régime stationnaire car l'Homme possède une perception du temps de l'ordre de la seconde grand devant les temps de relaxation en général. Il est alors possible de mesurer, en régime stationnaire, les propriétés des solides grâce à des machines de force (comme notre système du CHAPITRE 7) et celles des fluides grâce à des rhéomètres rotatifs (voir paragraphe 2.3).

Concernant les solides, nous pouvons tracer la contrainte appliquée  $\sigma$  en fonction de la déformation  $\gamma$  dont une forme typique est présentée sur la FIGURE 2.2 (a). Lorsque la contrainte n'est pas trop importante, elle est linéaire avec la déformation de pente G: il s'agit de la loi de Hooke. Ce régime est



FIGURE 2.2 – **Comportements des fluides et solides réels en régime stationnaire.** (a) Comportement d'un solide réel au fur et à mesure qu'on augmente la contrainte. La contrainte appliquée est tracée en fonction de la déformation. La fin de la courbe est une véritable fin car le matériau casse à ce moment là et il n'est plus possible de définir de déformation. (b) Comportement du fluide newtonien et de différents types de fluides complexes. Les courbes en pointillées pour le fluide à seuil correspond à un seuil à seuil rhéoépaississant et rhéofluidifiant.

appelé régime élastique. Au fur et à mesure que la contrainte augmente, la courbe s'éloigne de cette droite et la déformation devient supérieure (pour une contrainte donnée) à ce qu'elle devrait être si la loi de Hooke continuait d'être valable. Ce nouveau régime, appelé régime plastique, est irréversible dans le sens où le matériau ne retrouvera pas sa forme initiale si la contrainte disparaît. De plus, pour avoir de la plasticité, il faut briser la structure cristalline interne ce qui coûte et dissipe de l'énergie. La plupart des matériaux possèdent une contrainte critique  $\sigma_c$ , qui dépend beaucoup des dislocations et autres défauts dans ceux-ci, au delà de laquelle le matériau casse. Notons que le comportement présenté ici est typique mais qu'en fonction des matériaux, les courbes peuvent être légèrement différentes (oscillations, décroissance avant la rupture...).

La variété des comportements des fluides complexes est plus grande. Il est possible d'effectuer une classification grossière de ces fluides en trois catégories. Celles-ci ont des courbes de la contrainte imposée  $\sigma$  en fonction du taux de déformation  $\dot{\gamma}$  différentes comme illustré sur la FIGURE 2.2 (b). La courbe pour les fluides newtoniens a été reportée à titre de comparaison. Il s'agit d'une droite dont la pente vaut la viscosité dynamique  $\eta$ . Les trois autres comportements sont :

- Le fluide rhéofluidifiant où la courbe est en-dessous de celle du fluide simple. Pour interpréter cette courbe, il est possible de définir une viscosité locale, c'est-à-dire que pour chaque taux de cisaillement (ou contrainte) une viscosité simplement comme la pente locale de la courbe. Ici la pente de la courbe décroît, cela signifie que la viscosité diminue lorsque le fluide est de plus en plus sollicité. Le sang [Baskurt2003] est un exemple typique de fluide biologique rhéofluidifiant.
- Le fluide rhéoépaississant est la courbe au-dessus de celle du fluide simple. Il s'agit du cas contraire du précédent. La viscosité augmente si le fluide est contraint de manière plus importante. L'exemple le plus connu est celui de la Maïzena, mélangée à de l'eau, qui crée un fluide de ce type. L'origine physique exacte n'est pas encore bien comprise. Néanmoins, la piste la plus envisagée est que les particules de fécules de maïs en suspension dans l'eau forment des chaînes de forces dans le matériau et le bloquent (phénomène appelé *jamming*) [Brown2013, Wyart2014].
- Le fluide à seuil est la courbe où le début n'est pas à 0 mais à une valeur finie  $\sigma_s$ , appelée

#### 30 CHAPITRE 2. PROPRIÉTÉS RHÉOLOGIQUES DES SYSTÈMES UTILISÉS

contrainte seuil. Si une contrainte inférieure à  $\sigma_s$  est appliquée, le fluide ne coulera pas car la microstructure du fluide a besoin d'une énergie d'activation importante pour couler (il se déforme comme un solide). En réalité, tout fluide peut être considéré comme un fluide à seuil, mais on s'accorde pour dire qu'un fluide est à seuil si  $\sigma_s$  est plus important que son propre poids ou qu'il est possible de mesurer ce seuil expérimentalement à l'aide d'un rhéomètre.

Ces effets sont des comportements typiques mais la réalité peut être différente. Plusieurs effets peuvent être combinés comme dans les solutions de polymères [DeGennes1979, Doi1986] qui possédent sur certaines gammes de  $\dot{\gamma}$  des parties newtoniennes et d'autres rhéofluidifiantes. Pour des concentrations assez grandes, les émulsions [Mason1997] et les mousses [Cantat2010, Hohler2005] sont des fluides à seuil rhéofluidiants. Certaines solutions de micelles géantes [Rehage1991] comme le CTAT [Fardin2014] ou le CTAB [Ballesta2006, Kuperkar2008] présentent des gammes rhéofluidiantes et d'autres rhéoépaississantes.

Ainsi, nous comprenons bien que classer les fluides complexes dans des catégories bien définies est peine perdue vu la diversité des fluides et des comportements possibles. Néanmoins, l'identification des différents régimes possibles est une phase importante dans la compréhension des fluides complexes. Il sera donc nécessaire pour chaque fluide complexe, de le caractériser dans la gamme utilisée par la suite dans le système.

#### Comportement à une contrainte brusque - Fluides viscoélastiques

Jusqu'ici nous n'avons pas détaillé les comportements en fonction du temps des différents fluides alors que nous évoquions que des fluides dits viscoélastiques se comportent différemment en fonction des temps sur lesquels ils sont sollicités. Au lieu de s'intéresser à la réponse à un échelon de contrainte ou de taux de cisaillement, nous allons supposer en première approximation que le fluide répond de manière linéaire. Ainsi, une description complète de la réponse à une sollicitation dépendant du temps est donnée par la réponse à une excitation harmonique.

Pour cela, considérons une contrainte appliquée sinusoïdale de pulsation  $2\pi\nu_r$ :

$$\sigma_{\nu_r}(t) = \sigma_0(\nu_r)\cos(2\pi\nu_r t) \tag{2.6}$$

qui induit, avec une réponse linéaire, un taux de déformation sinusoïdal, éventuellement déphasé :

$$\gamma_{\nu_r}(t) = \gamma_0(\nu_r)\cos(2\pi\nu_r t + \phi_r) \tag{2.7}$$

En notation complexe, il est possible de réécrire ces deux expressions :

$$\sigma_{\nu_r}^*(t) = \sigma_0(\nu_r)e^{2i\pi\nu_r t} \qquad \gamma_{\nu_r}^*(t) = \gamma_0(\nu_r)e^{2i\pi\nu_r t}$$
(2.8)

avec  $\gamma_0(\nu_r)$  pouvant être complexe si la réponse n'est pas en phase. La généralisation de la loi de Hooke et de la loi de Newton peut alors s'écrire avec ces notations :

$$\sigma_0(\nu_r) = G^*(\nu_r)\gamma_0(\nu_r) \qquad G^*(\nu_r) = G'(\nu_r) + iG''(\nu_r)$$
(2.9)

où  $G^*(\nu_r)$  est le module viscoélastique du fluide. Sa partie réelle  $G'(\nu_r)$  caractérise la réponse en phase avec l'excitation et ne dissipe pas d'énergie : on l'appelle *module élastique*. Sa partie imaginaire  $G''(\nu_r)$ décrit à l'inverse, la réponse en opposition de phase qui est strictement dissipative : on parle de *module* visqueux ou de module de perte. Les deux cas limites sont la loi de Hooke pour lequel  $G'(\nu_r) = G$  et  $G''(\nu_r) = 0$  et la loi de Newton, donnée par  $G'(\nu_r) = 0$  et  $G''(\nu_r) = \eta 2\pi\nu_r$ .

Ainsi, un fluide viscoélastique se caractérise par la coexistence d'un comportement élastique via G' et d'un visqueux via G'' en fonction de la fréquence. De nombreux matériaux, comme ceux cités précédemment (émulsions, mousses, micelles géantes...) possèdent un caractère viscoélastique différent.

Néanmoins, ils ont tous un (ou plusieurs) temps de relaxation caractéristique(s), provenant de la microstructure du fluide. Le comportement du fluide loin de ce temps de relaxation est toujours le même : pour des hautes fréquences, la structure n'a pas le temps de s'ajuster et le fluide répond en bloc comme un solide (loi de Hooke); pour les basses fréquences, le matériau a tout le temps nécessaire pour s'adapter à tel point que l'énergie emmagasinée élastiquement peut se dissiper et le fluide a une réponse visqueuse (loi de Newton).

Une autre quantité caractéristique, utilisée en rhéologie, est l'inverse du module viscoélastique, appelé complaisance  $J^*(\nu_r) = 1/G^*(\nu_r)$  qui définit :

$$\gamma_0(\nu_r) = J^*(\nu_r)\sigma_0(\nu_r) \qquad J^*(\nu_r) = J'(\nu_r) + iJ''(\nu_r)$$
(2.10)

Le formalisme de Fourier permet donc de décrire la réponse du matériau à une excitation quelconque :

$$\sigma(t) = \mathcal{R}e\left[\int \mathrm{d}\nu_r \sigma_0(\nu_r) e^{2i\pi\nu_r t}\right]$$
(2.11)

Dans l'espace réel, la déformation du fluide peut s'écrire :

$$\gamma_s(t) = \int_{-\infty}^t \mathrm{d}t' J(t-t')\sigma(t') \tag{2.12}$$

où J(t) est la complaisance de fluage, définie comme la transformée de Fourier inverse de la complaisance de cisaillement complexe. J(t) caractérise l'effet de la contrainte appliquée à l'instant t' sur la déformation à l'instant t + t'. Cette définition permet d'expliciter la notion de temps et de mémoire du matériau. En effet, si le matériau ne répond pas instantanément comme c'est le cas en réalité, la fonction J(t) ne sera pas une fonction de Heaviside parfaite.

Toute cette description n'est valable que dans le régime linéaire, c'est-à-dire pour des déformations assez faibles et des fréquences raisonnablement basses. Au delà, les aspects non-linéaires viscoélastiques vont se manifester et d'autres composantes harmoniques peuvent apparaître. Ce régime est étudié depuis quelques années avec le développement de la rhéologie par transformée de Fourier [De-SouzaMendes2014, Dimitriou2014, Wilhelm2002].

#### 2.2.3 Modèle de Maxwell et de Jeffreys

Une modélisation d'un fluide viscoélastique consiste à placer des éléments parfaits de solide élastique (loi de Hooke) et de dissipation visqueuse (loi de Newton) en série ou en parallèle. Le modèle le plus simple est celui de Maxwell [ClerkMaxwell1867] qui consiste à placer un de chacun de ces éléments en série sur lesquels est appliquée une contrainte  $\sigma$ , comme le montre la FIGURE 2.3 (a).



FIGURE 2.3 – **Modèles de fluides viscoélastiques.** (a) Modèle de Maxwell avec un élément élastique et un élément visqueux en série. (b) Modèle de Jeffreys ressemblant au modèle de Maxwell avec un élément visqueux  $\eta_2$  en parallèle de l'élément élastique.

Si la déformation de l'élément élastique est notée  $\gamma_e$  et celle de l'élément visqueux  $\gamma_v$  alors la déformation totale est simplement la somme des deux (de même pour le taux de cisaillement) :

$$\gamma_{\text{tot}} = \gamma_{\text{e}} + \gamma_{\text{v}} \quad , \quad \dot{\gamma}_{\text{tot}} = \dot{\gamma}_{\text{e}} + \dot{\gamma}_{\text{v}}$$
 (2.13)

Chaque sous-élément relie la contrainte à la déformation ou au taux de cisaillement :

$$\sigma = \eta \dot{\gamma}_{\rm v} \quad , \quad \sigma = G \gamma_{\rm e} \quad \Rightarrow \quad \dot{\sigma} = G \dot{\gamma}_{\rm e} \tag{2.14}$$

Ceci permet directement de déduire l'équation de Maxwell :

$$\sigma + \tau_{\rm M} \dot{\sigma} = \eta \dot{\gamma}_{\rm tot} \qquad \tau_{\rm M} = \frac{\eta}{G}$$
(2.15)

où  $\tau_{\rm M}$  est appelé temps de relaxation de Maxwell. En régime sinusoïdal forcé, avec les notations précédentes, les modules viscoélastiques s'écrivent :

$$G'(\nu_r) = \frac{G(2\pi\nu_r\tau_{\rm M})^2}{1+(2\pi\nu_r\tau_{\rm M})^2} \qquad G''(\nu_r) = \frac{G2\pi\nu_r\tau_{\rm M}}{1+(2\pi\nu_r\tau_{\rm M})^2}$$
(2.16)



FIGURE 2.4 – Mesures des modules viscoélastiques pour différents fluides. (a) Données pour une solution de micelles géantes non explicitée, avec un ajustement type Maxwell. Tirée de [Acharya2006]. (b) Solution de surfactants viscoélastiques (erucyl bis(hydroxyethyl)methylammonium chloride (EHAC) et 2-propanol en proportion 3/1 en masse) avec un ajustement type Jeffreys. Tirée de [Manero2002].

Ce modèle permet de très bien rendre compte aux fréquences assez basses du comportement de nombreux fluides complexes; par exemple les micelles géantes comme le montrent les deux courbes de la FIGURE 2.4. Pour des fréquences plus élevées, les données expérimentales du module de perte G'' présentent une remontée qu'il est possible d'expliquer physiquement ce qui ajoute un terme par rapport au modèle de Maxwell. La FIGURE 2.4 (b) est un ajustement avec ce nouveau modèle de Jeffreys possédant un élément visqueux en parallèle du modèle de Maxwell comme illustré sur la FIGURE 2.3 (b).

L'ajout d'autres sous-éléments élastiques ou visqueux est encore possible ce qui permet de décrire des comportements bien plus compliqués avec différents temps de relaxation. Des exemples peuvent être trouvés dans les polymères [DeGennes1979, Doi1986] ou dans d'autres types de micelles géantes [Cates2006].

# 2.3 Mesures rhéologiques

Afin de caractériser les fluides utilisés durant cette thèse et pour mesurer les points expérimentaux de la FIGURE 2.4, il est nécessaire d'obtenir la contrainte lorsque le taux de cisaillement est imposé (ou inversement).

Effectuer un cisaillement simple comme présenté sur la FIGURE 2.1 n'est pas réalisable techniquement dans un espace fini. Pour répondre à ce problème, des rhéomètres rotatifs ont été conçus et des entreprises sont spécialisées dans la conception et la fabrication de ce genre d'appareils. Un exemple d'appareil (celui utilisé pour caractériser les fluides lors de cette thèse) est présenté sur la FIGURE 2.5. Il s'agit d'un Kinexus ultra+ de la marque Malvern que le laboratoire a acquis en 2016.



FIGURE 2.5 – Rhéomètre utilisé pour caractériser les fluides de cette thèse. Il s'agit d'un Kinexus ultra+ de la marque Malvern permettant de mesurer des couples entre 5 nN.m (0.5 nN.m en oscillations) et 250 mN.m. Dimensions :  $490 \text{ mm} \times 485 \text{ mm} \times 680 \text{ mm}$ .

Le principe d'un rhéomètre est de cisailler l'échantillon placé entre un rotor mobile et un stator fixe. Sous l'action d'un couple  $\Gamma$ , le rotor est mis en mouvement avec une vitesse angulaire  $\dot{\theta}$ . Si certaines conditions sont réunies (détaillées plus loin), il est possible, en mesurant le couple et la vitesse de rotation de remonter au taux de cisaillement ainsi qu'à la contrainte, permettant de tracer la courbe  $\sigma = f(\dot{\gamma})$  et de déduire la viscosité.

En fonction du type de moteur utilisé, le rhéomètre imposera la vitesse de rotation (*ie.* le taux de cisaillement) ou le couple (*ie.* la contrainte). Un asservissement permet d'imposer la variable complémentaire mais il est plus judicieux, pour des échantillons sensibles, d'utiliser la variable imposée pour laquelle le rhéomètre a été conçu.

Il existe différentes géométries pour le stator et le rotor. La FIGURE 2.6 présente trois exemples de géométries couramment utilisées dans les laboratoires. Les deux premières (a) et (b) consistent en une plaque plane en-dessous jouant le rôle de stator et une plaque au-dessus en rotation. La différence entre les deux est la forme de cette plaque : un cône (tronqué mais dont la pointe toucherait la plaque inférieure) pour la figure (a) et une plaque plane pour la figure (b). Ces géométries sont appelées simplement cône-plan et plan-plan. La géométrie de la figure (c) est différente car consiste en un cylindre extérieur fixe dans lequel tourne un cylindre. Le fluide est cisaillé entre ces deux cylindres. Cette géométrie est appelée géométrie de Couette. D'autres géométries existent comme le cône-cône mais sont moins utilisées. Les grandeurs caractéristiques de chaque géométrie ont été reportées sur la FIGURE 2.6.

Afin de mieux comprendre le fonctionnement et les hypothèses sous-jacentes, nous allons décrire le fonctionnement d'une géométrie en particulier : le cône-plan. Cette géométrie est caractérisée par le rayon du cône  $R_{co}$  et son angle  $\alpha_{co}$ . Un couple  $\Gamma = \Gamma \mathbf{e}_z$  est appliqué sur le cône. L'angle de rotation du cône est noté  $\theta$  et  $\dot{\theta}$  sa vitesse de rotation.

En notant les coordonnées cylindrique  $(\xi, \theta, z)$ , supposons que l'écoulement induit soit laminaire et la vitesse est notée  $\mathbf{v}(\xi, \theta, z) = v(\xi, z)\mathbf{e}_{\theta}$ . Considérons des conditions aux limites de non-glissement :

$$\mathbf{v}(\xi, z=0) = 0 \qquad \text{et} \qquad \mathbf{v}(\xi, z=z_{\text{gap}}(\xi)) = \xi \theta \mathbf{e}_{\theta}$$
(2.17)

avec  $z_{gap}(\xi) = \xi \tan \alpha_{co}$  correspondant à la taille de l'entrefer au rayon  $\xi$ . Le profil de vitesse s'écrit alors :

$$\mathbf{v}(\xi, z) = \frac{z}{z_{\text{gap}}(\xi)} \xi \dot{\theta} \mathbf{e}_{\theta} = \frac{z}{\tan \alpha_{co}} \dot{\theta} \mathbf{e}_{\theta}$$
(2.18)



FIGURE 2.6 – **Différentes géométries de rhéomètre.** (a) Géométrie cône-plan caractérisée par son rayon  $R_{co}$  et son angle  $\alpha_{co}$ . (b) Géométrie plan-plan caractérisée par son rayon  $R_p$  et le gap, modifiable, entre le rotor et le stator. (c) Géométrie de Couette caractérisée par son rayon intérieur  $R_i$  et extérieur  $R_e$ .

et le taux de cisaillement vaut alors :

$$\dot{\gamma} = \frac{\partial v_{\theta}}{\partial z} = \frac{\dot{\theta}}{\tan \alpha_{co}} \tag{2.19}$$

Le taux de cisaillement est homogène dans tout l'entrefer. Ceci est une caractéristique essentielle de la géométrique cône-plan et c'est la raison principale de son utilisation.

La seconde hypothèse est que la contrainte imposée par le rotor est uniquement dissipée par les forces visqueuses (l'inertie du rotor est alors négligeable). Il y a donc égalité entre le couple imposé  $\Gamma$  et le couple des forces visqueuses  $\Gamma_v$ . Ce couple peut facilement s'exprimer en considérant la force élémentaire appliquée sur un anneau de fluide, de rayon  $\xi$ , et d'épaisseur  $d\ell = d\xi \sqrt{1 + z'_{gap}(\xi)^2} = d\xi/\cos\alpha_{co}$ :

$$d\mathbf{F} = \sigma(\dot{\gamma}) \frac{2\pi\xi d\xi}{\cos\alpha_{co}} \mathbf{e}_{\theta}$$
(2.20)

En intégrant sur la surface du cône, le couple des forces visqueuses s'écrit :

$$\mathbf{\Gamma}_{v} = \int_{0}^{R_{co}} \xi \mathbf{e}_{\xi} \wedge \mathrm{d}\mathbf{F} = \int_{0}^{R_{co}} \frac{2\pi\sigma(\dot{\gamma})\xi^{2}}{\cos\alpha_{co}} \mathrm{d}\xi \mathbf{e}_{z} = \frac{2\pi R_{co}^{3}}{3\cos\alpha_{co}}\sigma(\dot{\gamma})\mathbf{e}_{z}$$
(2.21)

avec l'intégration (dernière égalité) possible car le taux de cisaillement uniforme dans l'entrefer.

Ainsi, en connaissant les valeurs de  $R_{co}$  et  $\alpha_{co}$  du cône et en mesurant le couple résistant visqueux ainsi que la vitesse de rotation, il est possible à partir des équations (2.19) et (2.21) de remonter aux valeurs de  $\sigma$  et  $\dot{\gamma}$ . Il faut noter que le calcul ne prend pas en compte la troncature du cône et qu'une correction peut être effectuée mais ce calcul n'apporte rien à notre discours. Le rhéomètre effectue les calculs correctement via le logiciel fourni avec.

Les calculs pour les autres géométries sont réalisables mais non présentés ici. Néanmoins, le fait que le taux de cisaillement n'est pas homogène dans l'entrefer nécessite une attention plus particulière.

Toutes les caractérisations de cette thèse ont été effectuées avec la géométrie cône-plan car le cisaillement homogène permet d'éviter un grand nombre de problèmes de mesures de rhéologie notamment des comportements non-homogènes dans tout l'échantillon. La quantité de fluide nécessaire est assez faible (moins de 5 mL) ce qui permet de ne pas gaspiller trop de fluide pour chaque mesure. En revanche, il faut être conscient que la mesure est sensible à l'évaporation du fluide et que les forces capillaires mises en jeu ne seront pas toujours négligeables surtout pour des taux de cisaillement trop faibles. Nos mesures ne sont en général pas trop longues mais par mesure de sureté, toutes les expériences au rhéomètre ont été effectuées avec une cloche à solvants.

Enfin, il est également nécessaire d'avoir en tête que les rhéomètres ont certaines limitations techniques [Ewoldt2015]. En plus de la limitation sur les valeurs du couple et de la vitesse de rotation mesurables, le taux d'échantillonnage est limité par l'inertie du rotor. Pour les temps courts ou des trop hautes fréquences, la mesure sera complètement masquée par cette inertie et même une correction fine des données brutes ne pourra rien y changer. Si cette inertie se couple au fluide viscoélastique chargé, cela pose encore plus d'erreurs de mesure [Ewoldt2007]. Enfin les autres problèmes pouvant se poser lors des mesures sont : du glissement aux parois [Barnes1995,Meeker2004,Seth2008], des instabilités hydrodynamiques (écoulement turbulent [Fardin2014b], instabilités élastiques [Fardin2012,Larson1990]) ou des bandes de cisaillement [Divoux2015,Manneville2007].

# 2.4 Rhéologie des fluides utilisés pour l'écoulement

Nous présentons dans ce paragraphe les fluides visqueux et complexes utilisés dans le système d'écoulement à travers un orifice. La description de ces fluides a été faite dans le paragraphe 1.4.1.

#### 2.4.1 Fluides visqueux

Les deux fluides visqueux utilisés pour la vidange du réservoir sont des mélanges glycérol/eau et Ucon/eau. Ces fluides sont des fluides newtoniens qui doivent avoir une viscosité constante quelque soit la sollicitation. Pour mesurer celle-ci, nous utilisons le rhéomètre décrit dans le paragraphe 2.3. Le taux de cisaillement est imposé et varie par paliers sur plusieurs ordres de grandeur (ici entre 0.1 et plus de 1000 s<sup>-1</sup>). Le rhéomètre mesure alors la contrainte associée (une fois le régime stationnaire atteint) et convertit celle-ci en viscosité. Nous obtenons alors des courbes comme sur la FIGURE 2.7 qui sont des exemples pour deux solutions Ucon/eau et une solution glycérol/eau.

À première vue, la viscosité du fluide  $\eta$  dépend du taux de cisaillement  $\dot{\gamma}$  imposé pour certains fluides présentés. Néanmoins, nous remarquons que, quelque soit le fluide newtonien placé dans le rhéomètre, la viscosité décroît avec le taux de cisaillement jusqu'à atteindre un plateau. Ceci est dû à la manière dont la mesure est effectuée. Le rhéomètre impose un taux de cisaillement et attend que la contrainte mesurée se stabilise et atteigne un régime stationnaire. Puis le rhéomètre moyenne le signal obtenu pendant un intervalle de temps, appelé temps d'intégration. Si ce temps est trop court, la mesure peut être erronée à cause du bruit de mesure et du fait que le régime stationnaire n'est peutêtre pas complètement atteint. Si le couple dû à la viscosité du fluide est trop faible, il se peut que les effets capillaires sur les bords faussent la mesure de la viscosité. Sur la FIGURE 2.7 nous présentons un cas où beaucoup de problèmes se sont posés pendant la mesure, avec un mélange Ucon/eau : il s'agit de la courbe rouge. Jusqu'à 50 s<sup>-1</sup>, la viscosité décroît avec le taux de cisaillement pour toutes les raisons évoquées précédemment. Puis un plateau est présent pendant plus d'une décade. Enfin, la viscosité commence à réaugmenter après 1000s  $^{-1}$ . Cette remontée est due à des instabilités hydrodynamiques qui apparaissent au-delà d'un certain taux de cisaillement et qui dissipent de l'énergie. Le couple à appliquer par le rhéomètre est alors plus important et mesure ainsi une viscosité apparente plus grande. Nous définissons la viscosité d'un fluide newtonien comme la moyenne sur le plateau de viscosité (représentée en pointillés sur la figure). La dispersion des points donne une barre d'erreur sur la mesure.

Nous avons également tracé sur la FIGURE 2.7, deux courbes où toutes les précautions ont été prises pour éviter les problèmes évoqués plus hauts. Nous notons que pour un fluide assez visqueux (courbe noire), la viscosité est constante sur toute la plage de mesure (presque 4 décades). En revanche, pour un fluide un peu moins visqueux (courbe bleue), la remontée de la viscosité à bas taux de cisaillement est inéluctable et la mesure de la viscosité ne peut se faire que sur 2 ou 3 décades, ce qui est largement suffisant.



FIGURE 2.7 – Exemple de rhéologie des fluides visqueux utilisés en représentant la viscosité apparente en fonction du taux de cisaillement. Mesures réalisées avec le rhéomètre décrit dans le paragraphe 2.3 et la géométrie cone-plan  $2^{o}/60$  mm. Deux mélanges Ucon/eau et une solution glycérol/eau ont été choisis comme exemple. Les temps d'acquisition et d'intégration ne sont pas les mêmes, ce qui explique les différences entre les courbes. Voir le texte pour plus d'informations. Les lignes en pointillées représentent les valeurs de viscosité retenues pour ces fluides, à savoir la moyenne sur le plateau de viscosité. Les valeurs dans l'ordre croissants sont 16, 88 et 142 mPa.s et les masses volumiques correspondantes sont présentées dans les TABLES 2.1 & 2.2.

$\eta$ (mPa.s)	$4\pm0.4$	$9.5\pm0.5$	$34.5 \pm 1$	$64 \pm 1.5$	$88 \pm 2$	$142 \pm 1$
$\rho  (\mathrm{kg.m^{-3}})$	1013	1018	1030	1039	1041	1051
$\nu ({\rm m}^2.{\rm s}^{-1})$	$3.94.10^{-6}$	$9.33.10^{-6}$	$3.35.10^{-5}$	$6.16.10^{-5}$	$7.68.10^{-5}$	$1.35.10^{-4}$

TABLE 2.1 – Viscosité dynamique, masse volumique et viscosité cinématique des solutions Ucon/eau utilisées pendant la thèse.

$\eta$ (mPa.s)	$16 \pm 0.4$	$23\pm0.7$	$39 \pm 1$	$73 \pm 1$	$179\pm1$
$\rho$ (kg.m <sup>-3</sup> )	1172	1187	1196	1216	1234
$\nu ({\rm m}^2.{\rm s}^{-1})$	$1.37.10^{-5}$	$1.94.10^{-5}$	$3.26.10^{-5}$	$6.0.10^{-5}$	$1.45.10^{-4}$

# TABLE 2.2 - Viscosité dynamique, masse volumique et viscosité cinématique des solutions glycérol/eau utilisées pendant la thèse.

Les autres fluides visqueux newtoniens ont été caractérisés de la même manière en limitant le plus possible les problèmes afin d'obtenir le plateau le plus grand possible pour avoir la mesure de viscosité la plus précise possible. Les résultats pour tous les fluides utilisés sont présentés dans la TABLE 2.1 pour les mélanges Ucon/eau et dans la TABLE 2.2 pour les mélanges glycérol/eau. La masse volumique et la viscosité cinématique ont également été reportées.

#### 2.4.2 Rhéologie des solutions de polymères semi-diluées

#### Rappels de physique des polymères en solution

Dans la suite, nous allons utiliser des solutions de polymères qui sont des fluides viscoélastiques. La physique de ces objets fait appel à des notions de physique statistique qu'il est nécessaire de présenter ici. La plupart des résultats présentés ici proviennent de [Amarouchene2002, Chevallier2009, DeGennes1979, Oswald2005].

**Description** Un polymère [Bird1987, Doi1986] est une molécule géante formée par l'addition itérée d'un grand nombre de fois de monomères. Le nombre de monomères (entre un millier et des dizaines de millions) varie fortement en fonction de sa nature chimique et du procédé de fabrication. Pour les plus longs polymères, la longueur peut être macroscopique, du micromètre jusqu'au mètre pour l'ADN. Néanmoins, cette longueur linéaire n'est pas représentative de l'encombrement stérique en solution. En effet, les polymères se placent en pelotes plus ou moins denses dans un solvant. Les échelles de ces systèmes sont donc multiples : de la taille du monomère jusqu'à un assemblage de pelotes, en passant par la taille caractéristique d'une pelote.

Avec des objets possédant autant d'éléments, il n'est pas envisageable de décrire exactement un polymère et son interaction avec l'environnement. De plus, la forme d'un polymère peut varier fortement si la polymérisation autorise les ramifications. La physique statistique permet de rendre compte et d'expliquer les propriétés de tels objets. À l'équilibre thermodynamique, l'étude de la conformation de chaînes isolées et de pelotes ont fait l'objet de nombreuses études montrant le bon accord entre les prédictions théoriques et les mesures expérimentales [DeGennes1979, Stroble1990].

**Proche de l'équilibre thermodynamique** Le premier cas à étudier est celui d'une chaîne idéale à l'équilibre thermodynamique. Pour cela considérons que le polymère est constitué de  $N_m$  monomères rigides de longueur b accrochés les uns aux autres sans contrainte sur les angles et sans interaction entre les segments. Sa longueur totale, notée  $L_p = N_m b$ , est proportionnelle à la masse molaire  $M_w$  du polymère.

À l'équilibre thermodynamique, toutes les configurations sont équiprobables. Pour décrire la conformation de la chaîne, nous introduisons le vecteur bout-à-bout :

$$\mathbf{R} = \sum_{i}^{N_m} \mathbf{b}_i \tag{2.22}$$

où  $\mathbf{b}_i$  est le vecteur représentant le segment du ième monomère. La statistique de la chaîne est celle d'une marche aléatoire, donc  $\langle \mathbf{R} \rangle = 0$ . En revanche à l'équilibre :

$$\left\langle \mathbf{R}^{2} \right\rangle = \sum_{i}^{N_{m}} \mathbf{b}_{i}^{2} + \sum_{i \neq j}^{N_{m}} \left\langle \mathbf{b}_{i} \mathbf{b}_{j} \right\rangle$$
(2.23)

Dans le cas de la chaîne idéale, le second terme est nul car il n'y a pas de corrélation entre les segments. Ainsi on obtient  $\langle \mathbf{R}^2 \rangle = N_m b^2$ . Le polymère adopte alors une configuration moyenne en forme de pelote caractérisée par la distance :

$$R_0 = \sqrt{\langle \mathbf{R}^2 \rangle} = b N_m^{1/2} \tag{2.24}$$

En pratique, la quantité mesurée n'est pas le rayon de la pelote  $R_0$  mais le rayon de giration défini par :

$$R_g^2 = \frac{1}{2N_m^2} \sum_{i,j}^{N_m} \left\langle (\mathbf{b}_i - \mathbf{b}_j)^2 \right\rangle = \frac{1}{N_m} \sum_{i,j}^{N_m} \left\langle (\mathbf{b}_i - \mathbf{R}_G)^2 \right\rangle$$
(2.25)

où  $\mathbf{R}_G$  désigne la position du centre de gravité de la chaîne :

$$\mathbf{R}_G = \frac{1}{N} \sum_{i}^{N_m} \mathbf{b}_i \tag{2.26}$$

Or nous avons que  $\langle (\mathbf{b}_i - \mathbf{b}_j)^2 \rangle = |i - j|b^2$  en vertu de la statistique gaussienne (à l'équilibre) de la chaîne à toutes les échelles, ce qui donne :

$$R_g^2 = \frac{1}{2N_m^2} \sum_{i}^{N_m} \sum_{j}^{N_m} |i - j| b^2$$
(2.27)

En passant à la limite continue, cela donne :

$$R_g^2 = \frac{1}{2N_m^2} \int_0^{N_m} \mathrm{d}i \int_0^{N_m} \mathrm{d}j |i-j| b^2 = \frac{N_m}{6} b^2$$
(2.28)

Ce rayon de giration est donc directement relié au rayon de la pelote par :

$$R_g = \frac{R_0}{\sqrt{6}} \tag{2.29}$$

Ce modèle est un cas idéalisé auquel il faut ajouter des corrections pour rendre compte de la réalité des polymères en solution :

• Effet du volume exclu et effet du solvant : Lorsque le polymère est dissout dans un solvant, des interactions entre les monomères apparaissent. La généralisation pour le rayon de giration devient  $R_g \propto N_m^{\nu_p}$ . Il est alors possible de quantifier celle-ci en définissant un paramètre de volume exclu. Celui-ci traduit la compétition entre les interactions attractives et répulsives entre deux monomères. On l'écrit généralement sous la forme :

$$v_{\rm exclu} = v_{\rm exclu}^0 \left( 1 - \frac{\Theta}{T} \right) \tag{2.30}$$

avec  $v_{\text{exclu}}^0 > 0$ , T la température et  $\Theta$  un paramètre dépendant du solvant. Si  $v_{\text{exclu}} > 0$ , soit  $T > \Theta$  alors on parle de bon solvant ce qui donne une dépendance en  $R_g \propto b^{2/5} N_m^{3/5}$ , donc  $\nu_p = 3/5$ . Même si le résultat est proche de celui du cas idéal la différence est significative surtout pour les grandes valeurs de  $N_m$ . De plus, ce résultat a été expérimentalement démontré [Cotton1980]. Pour  $v_{\text{exclu}} < 0$ , soit  $T < \Theta$  on parle de mauvais solvant et le polymère peut précipiter. Dans le cas où le polymère est dissout nous avons  $\nu_p = 1/3$ . Enfin pour  $T = \Theta$  et donc  $v_{\text{exclu}} = 0$ , on retrouve le cas idéal et on parle de solvant  $\Theta$ .

- Taille finie des monomères et raideur locale : L'énergie de liaison entre les monomères dépend de l'angle entre deux monomères. Par exemple, les petits angles pourront avoir une énergie bien moindre que des grands angles. Néanmoins, il peut exister des angles privilégiés non nuls. Cette propriété est caractérisée par la *longueur de persistance*  $L_P$ , représentant la longueur moyenne sur laquelle des corrélations entre les segments successifs apparaissent à cause de ces interactions. Elle peut être très faible (de l'ordre de quelques angströms comme pour le polystyrène [Larson2005]) ou de taille quasi-macroscopiques (quelques micromètres pour des polymères biologiques comme l'actine [Poon2006]). Une correction de la chaîne idéale est alors possible en intégrant cette longueur.
- Effet des charges : Les monomères peuvent être chargés, ce qui ajoute des interactions entre ceux-ci. La physique de ces objets est bien plus riche [Barrat2007] mais comme pour la raideur, une longueur caractéristique permet de rendre compte de ces phénomènes, la longueur de Debye  $L_D$ . Les interactions et la conformation des polymères (longueur de persistance, rayon de giration...) peuvent être complètement modifiées par ces charges.

**Concentration critique** Tout ce que nous venons de développer jusqu'ici supposait que chaque chaîne se recroquevillait en pelote et que chaque pelote était indépendante. Ceci n'est vrai que pour des concentrations assez faibles. En effet, au delà d'une certaine concentration les pelotes, soumises à l'agitation thermique, vont commencer à se toucher et les polymères pourront s'enchevêtrer.

La considération la plus simple consiste à dire que la concentration critique  $C^*$  est celle pour laquelle on peut remplir le solvant avec des pelotes. En considérant que les pelotes sont des sphères de volume caractéristique  $R_q^3$  (ou  $R_0^3$ ) alors dire que les deux volumes sont égaux consiste à dire que :

$$\frac{C^* N_A}{M_w} R_g^3 \simeq 1 \tag{2.31}$$

avec  $N_A$  le nombre d'Avogadro,  $M_w$  la masse molaire du polymère. Or comme nous avons vu que  $R_g \propto N_m^{\nu_p}$  donc que  $R_g \propto M_w^{\nu_p}$ , il convient de dire que :

$$C^* \propto M_w^{1-3\nu_p} \tag{2.32}$$

soit, en bon solvant, avec  $\nu_p = 3/5$ :

$$C^* \propto M_w^{-4/5} \tag{2.33}$$

Ceci montre que la concentration critique peut prendre des valeurs très petites si la masse molaire du polymère est grande. Un calcul complet, en considérant que la longueur de persistance est la taille d'un monomère, nous donne l'expression (utilisée par la suite) suivante :

$$C^* = \frac{m_m^{9/5}}{\frac{4}{3}\pi N_A b^3} M_w^{-4/5}$$
(2.34)

avec  $m_m$  la masse d'un monomère.

#### Rhéologie en régime semi-dilué

Dans ce paragraphe, nous nous intéressons au cas où la concentration en polymère c est supérieure à  $C^*$ . Nous ne présentons ici que certains aspects de telles solutions qui nous paraissent les plus importants. Il existe différents modèles de physique statistique des polymères pour trouver des expressions de la viscosité ou du module complexe. Néanmoins, nous avons dans cette thèse une approche expérimentale et nous utiliserons les différents modèles empiriques pour rendre compte du caractère non-newtonien des solutions de polymères. Nous présentons ici différents aspects des solutions de polymères susceptibles d'apparaître lors d'écoulements ou d'écrasements.

Lorsque des blancs d'œufs sont montés en neige, avant d'arriver à introduire de l'air et à créer une mousse onctueuse, le fluide monte le long des fouets en rotation [Muller1961]. Ceci s'oppose au sens commun, où nous pourrions nous attendre à expulser le fluide vers l'extérieur avec la force centrifuge. Cet effet, apparaissant uniquement dans certains fluides complexes (solutions de polymères ou de micelles géantes) est appelé *effet Weissenberg* [Freeman1948]. Ceci se produit grâce aux contraintes normales qui apparaissent dans un tel fluide lorsqu'un cisaillement est imposé avec un gradient de  $\dot{\gamma}$ . Ces contraintes normales peuvent être interprétées comme une tension supplémentaire sur les lignes de courant [Weissenberg1947]. Un exemple est présenté sur la FIGURE 2.8 (a).

Une autre manifestation de l'effet Weissenberg provenant des contraintes normales se produit lorsqu'une solution de polymères s'écoule à travers un trou. Le jet gonfle et ainsi le fluide s'écoule avec un jet dont le diamètre est légèrement supérieur au rayon de l'orifice. Un exemple est montré sur la FIGURE 2.8 (b). Cet effet provient de la relaxation des contraintes normales à la sortie du trou qui se sont accumulées lors de l'écoulement dans le trou.

Un dernier exemple d'effet physique de fluide complexe, présenté ici, est celui du siphon sans tube. Cela consiste à aspirer un liquide dans un récipiant à l'aide d'un siphon puis de sortir le siphon du liquide. Dans le cas d'un fluide newtonien, le siphon s'arrête instantanément (FIGURE 2.8 (c)). Pour un fluide viscoélastique, une colonne de fluide se crée entre le tube et la surface libre du fluide dans le récipient et le liquide continue à être siphonné (FIGURE 2.8 (d)). La FIGURE 2.8 (e) montre une telle expérience avec un distance d'environ 10 cm entre le tube et le niveau du fluide.



FIGURE 2.8 – Exemples de manifestations physiques des fluides complexes. (a) Effet Weissenberg : montée du fluide le long d'une tige en rotation. Le rayon de la tige est de 3.5 mm, le fluide est une solution de polyacrylamide dans un mélange glycérol 75% et eau. Tirée de [Boger1993]. (b) Gonflement d'un jet à la sortie d'un orifice d'une solution de 1% de polyacrylamide dans un mélange (50/50) glycérol et eau. Taille du trou non renseignée. Tirée de [Boger1993]. (c,d,e) Siphon sans tube. (c) Pour un fluide newtonien le siphon s'arrête dès que le tube sort du fluide. (d) Dans le cas d'un fluide viscoélastique, si le tube sort, le liquide continue d'être siphonné. (e) Expérience réalisée avec un polymère hydrocarboné de haut poids moléculaire [Peng1976]. La distance entre le tube et le bain est d'environ 10 cm.

Afin de décrire les différents comportements, il existe des lois phénoménologiques avec des paramètres ajustables afin de rendre compte de l'évolution de la contrainte. Par exemple, pour un fluide rhéofluidiant, la viscosité décroît avec la taux de cisaillement en général entre deux plateaux à petits et à grands taux de cisaillement qu'on peut noter  $\eta_0$  et  $\eta_{\infty}$ . Entre les deux, un comportement du type "loi de puissance" décrit bien, en général, l'évolution. Cross (1965) a proposé la loi suivante [Cross1965] :

$$\eta = \eta_{\infty} + \frac{\eta_0 - \eta_{\infty}}{1 + (\tau_c \dot{\gamma})^p} \tag{2.35}$$

avec  $\tau_c$  (homogène à un temps) et l'exposant p deux paramètres ajustables dépendant du fluide. Si la plage de la loi de puissance est assez grande, il est possible de simplifier l'expression précédente assez loin des plateaux ( $\eta_0 \gg \eta \gg \eta_\infty$ ) :

$$\eta = \eta_0 (\tau_c \dot{\gamma})^{-p} = m_0 \dot{\gamma}^{-p} \tag{2.36}$$

avec et  $m_0 = \eta_0 \tau_c^{-p}$ . Cette loi est connu sous le nom de loi d'Ostwald-de Waehle. Le coefficient  $m_0$  est appelé consistance. L'exposant p doit être plus petit que 1 si le fluide est rhéofludifiant.

Enfin, le cas des fluides à seuil est assez facile à modéliser grâce à la loi d'Herschel-Bulkley [Herschel1926] qui ajoute simplement une contrainte seuil par rapport au modèle d'Ostwald :

$$\begin{cases} \sigma = \sigma_{\rm s} + m_0 \dot{\gamma}^{-p} & \text{si } \sigma > \sigma_{\rm s} \\ \dot{\gamma} = 0 & \text{sinon} \end{cases}$$
(2.37)

Le cas où p = 1 est celui du fluide dit de Bingham mais la plupart du temps p > 1. L'étude des fluides à seuil est encore d'actualité car les applications sont très variées [Balmforth2014, Coussot2014]. La définition exacte du seuil d'écoulement reste encore une source de controverse dans le milieu de la rhéologie [Barnes1999, Bonn2016, Divoux2011, Moller2006] mais nous ne rentrerons pas dans les détails.

Il existe également une généralisation du modèle Cross, appelé modèle de Carreau-Yasuda [Bird1968, Bird1987, Yasuda1979, Yasuda1981], que nous utiliserons par la suite et qui s'écrit :

$$\frac{\eta - \eta_0}{\eta_0 - \eta_\infty} = \frac{1}{\left(1 + (\tau_{cy}\dot{\gamma})^{q_1}\right)^{\frac{q_2}{q_1}}} \tag{2.38}$$

Enfin, la théorie des polymères (modèle de Rouse et reptation) nous montre que dans un grand nombre de cas, les polymères ont une rhéologie de type Maxwell. Bien entendu, ceci n'est valable que sous certaines hypothèses : polymères non enchevêtrés, statistique gaussienne...

#### Rhéologie des solutions de Polyéthylène Oxyde (PEO)

Le polyéthylène oxyde (PEO) est un polymère flexible soluble dans l'eau de formule moléculaire  $CH_3 - (CH_2 - CH_2 - O)_n - CH_3$ . Les solutions de PEO sont visco-élastiques et rhéofluidifiantes pour des concentrations supérieures à la concentration de recouvrement critique  $C^*$  définie par l'équation (2.34). Les PEO à notre disposition ont pour masse moléculaire  $M_w = 8M$ . Ceci correspond à une concentration critique  $C^* = 0.04 \text{ g.L}^{-1}$ . Les solutions préparées sont toutes entre quelques  $C^*$  et  $100C^*$ .

Les solutions sont obtenues en mélangeant très doucement du PEO en poudre avec de l'eau déionisée. Une faible agitation permet de ne pas casser les chaînes de polymères, fragiles dans le cas du PEO. Le temps de mélange dépend de la concentration et de la longueur de la chaîne. Pour avoir un ordre de grandeur, la concentration à  $100C^*$  pour les chaînes à  $M_w = 8M$  nécessitait près d'une semaine de mélange avant dissolution complète.

Afin de caractériser ces solutions, nous effectuons deux mesures : une mesure à taux de cisaillement constant après avoir atteint le régime stationnaire (comme pour les fluides visqueux) et une mesure en oscillation permettant de mesurer les modules G' et G'' en fonction de la fréquence. Les courbes pour toutes les concentrations préparées de PEO sont présentées sur la FIGURE 2.9 avec les deux mesures évoquées plus haut.

Les mesures pour la viscosité en fonction de  $\dot{\gamma}$  de la figure (a) ont été effectuées sur 5 décades, entre 0.01 et 1000 s<sup>-1</sup> mais seuls les points pertinents ont été tracés. Nous remarquons que sur la gamme étudiée, la viscosité de la solution à  $25C^*$  est constante (égale à  $5.3 \pm 0.8$  mPa.s) alors que ce n'est pas le cas pour 50 et  $100C^*$ . Pour rendre compte de l'évolution de la viscosité en fonction de  $\dot{\gamma}$ , nous utilisons le modèle de Carreau-Yasuda du paragraphe précédent. Voici les paramètres permettant d'obtenir des ajustements raisonnables présentés sur la FIGURE 2.9 (a) :

- pour  $100C^*$ :  $\eta_0 = 1.15$  Pa.s,  $\eta_\infty = 0.89$  mPa.s,  $\tau_{cy} = 9$  s,  $q_2 = 1/2$  et  $q_1 = 2$ ;
- pour 50C\* :  $\eta_0 = 30$  mPa.s,  $\eta_{\infty} = 0.89$  mPa.s,  $\tau_{cy} = 50$  ms,  $q_2 = 1/3$  et  $q_1 = 2$ .

La pente à l'infini de la solution à  $100C^*$  est plus grande en valeur absolue que celle à  $50C^*$ , ce qui signifie qu'elle est plus rhéofludifiante. Cette différence de comportement peut s'expliquer par l'existence d'une autre concentration particulière  $C_{\rm e}$ , appelée concentration d'enchevêtrement en-dessous de laquelle la solution est dite semi-diluée (si  $C^* \leq c \leq C_{\rm e}$ ). Au dessus de celle-ci, la solution est dite concentrée et les interactions entre chaînes sont plus importantes. Ceci peut ainsi expliquer la différence de comportement sur les courbes de rhéologie. Cela suppose que la concentration  $C_{\rm e}$  se situe entre 50 et  $100C^*$ , ce que nous n'avons pas vérifié expérimentalement.<sup>3</sup>

D'un autre côté, nous nous intéressons à la dynamique de ces solutions en les sollicitant avec un cisaillement sinusoïdal permettant de remonter aux modules G' et G''. La FIGURE 2.9 (b) présente les résultats pour les trois concentrations de PEO étudiées. Les symboles bleus correspondent au module élastique G' et les rouges au module visqueux G''. Pour les solutions à  $50C^*$  et  $100C^*$ , la fréquence caractéristique,  $\nu_{r0}$ , permettant de séparer le régime visqueux et le régime élastique, est repérée par le croisement des courbes G' et G''. Nous n'observons pas un comportement de Maxwell

<sup>3.</sup> Des expériences de diffusion de la lumière sont nécessaires pour conclure.



FIGURE 2.9 – Rhéologie des solutions de PEO pour différentes concentrations avec  $M_w = 8$  M. Les différents symboles représentent les concentrations. (a) Viscosité en fonction du taux de cisaillement sur 5 décades. Les points non pertinents ont été retirés. Les courbes correspondent à des ajustements : une simple moyenne pour  $25C^*$  et le modèle de Carreau-Yasuda, équation (2.38), présenté dans le texte. Les mesures ont été réalisées avec une géométrie cone-plan  $2^o/60$  mm. (b) Module élastique et module de perte en fonction de la fréquence d'excitation pour les trois concentrations de PEO étudiées. Les mesures ont été réalisées avec une géométrie cone-plan  $1^o/40$  mm. Les couleurs permettent de distinguer le module élastique et le module visqueux.

contrairement à ce que nous pourrions attendre. En effet, les solutions de polymères semi-diluées, dont la viscosité présente un caractère rhéofluidifiant sont des fluides viscoélastiques. C'est pourquoi nous nous attendions à obtenir des données en oscillation qui soient décrites par le modèle de Maxwell avec certains liens entre les grandeurs de viscométrie et des mesures en oscillation. Néanmoins, nous pouvons extraire un temps caractéristique  $\tau_0$  à partir duquel le fluide donne une réponse élastique à l'excitation (intersection des courbes). La valeur des modules G' et G'' à l'intersection vaut  $G_0/2$  avec  $G_0$  une valeur caractéristique du module. Nous trouvons :

- pour  $100C^*$  :  $\nu_{r0} \sim 0.6$  Hz, soit  $\tau_0 \sim 1.7$  s;  $G_0 \sim 1$  Pa;
- pour  $50C^*$  :  $\nu_{r0} \sim 3.5$  Hz, soit  $\tau_0 \sim 0.3$  s;  $G_0 \sim 0.8$  Pa.

Ainsi, comme nous pouvions le prévoir, le caractère élastique de la solution à  $50C^*$  se manifeste à plus haute fréquence que la solution à  $100C^*$ . Ceci signifie que le temps de reptation<sup>4</sup> des polymères de la solution à  $50C^*$  est plus court car les polymères restent moins longtemps dans un tube [Edwards1967]. Nous pouvons raisonner de la même manière pour la solution à  $25C^*$  et nous attendre ainsi à une fréquence caractéristique plus grande. Or ici le croisement semble avoir lieu pour  $\nu_r = 2.51$  Hz. De plus, la courbe G' est assez irrégulière car le rhéomètre ne converge pas vers une valeur fixe à chaque mesure. Ainsi, le caractère élastique de la solution à  $25C^*$  est trop faible pour que le rhéomètre puisse correctement le mesurer. Nous savons que celui-ci existe mais nous ne pouvons pas le quantifier.

Notons que toutes les grandeurs que nous avons estimées pour les solutions de PEO sont des ordres de grandeur afin d'avoir des chiffres sur les grandeurs caractéristiques. Le modèle de Carreau nous a permis de rendre compte de l'évolution de la viscosité mais le modèle de Maxwell ne correspond pas à l'évolution de modules élastique et visqueux. Les résultats de la viscométrie et les mesures en cisaillement sinusoïdal ne sont pas en parfait accord (peut-être parce que le caractère élastique est trop peu marqué pour le rhéomètre). Néanmoins, les ordres de grandeur sont cohérents et pour nos études cela sera suffisant.

<sup>4.</sup> Temps qu'une chaîne primitive contenue dans un tube de polymères met pour sortir de celui-ci [Oswald2005].

#### Rhéologie des solutions de polymères Floerger

Le second type de fluide complexe utilisé pour l'écoulement est une solution de polymères *Floerger* de la série *AN900* décrite dans le paragraphe 1.4.1. Le polymère a été fourni par la société française *SNF Floerger*. Nous avons plus particulièrement utilisé les polymères *AN910*, *AN934*, *AN934 BPM*, *AN934 VHM* et *AN956* qui sont tous représentés dans le graphique fourni par la société en ANNEXE A. Ce graphique permet de connaître l'anionicité (fraction de monomères chargés) du polymère ainsi que la masse molaire de celui-ci. Ces polymères n'ont pas de rhéologie connue dans la littérature et la dispersion des polymères est grande (à cause des procédés industriels). Il est ainsi nécessaire de caractériser entièrement ces polymères. Pour cela, nous avons fabriqué 10 solutions différentes de la même manière que pour le PEO, à savoir mélanger lentement la poudre jusqu'à dissolution complète. La description de ces solutions est faite dans la TABLE 2.3.

Nomen.	934BPM	934	934 VHM	934BPM	934	934 VHM	934BPM	934	910	956
A (%)	34	34	34	34	34	34	34	34	10	56
$M_w$ (g.mol <sup>-1</sup> )	7M	12M	20M	7M	12M	20M	7M	12M	10M	12M
$c~({ m g/L})$	0.38	0.38	0.38	0.77	0.77	0.77	3.85	3.85	3.85	3.85
$c$ équiv. $C^*$	$3.2C^{*}$	$5C^*$	$7.5C^{*}$	$6.5C^{*}$	$10C^{*}$	$15C^{*}$	$32C^*$	$50C^{*}$	$50C^{*}$	$50C^*$
$\nu_{r0}$ (Hz)	0.2	-	-	0.8	0.1	-	0.2	0.01	0.3	0.2
Régime	Visq.	Visq.	Visq.	Visq.	Elast.	Elast.	Elast.	Elast.	Elast.	Elast.

TABLE 2.3 – Solutions de polymères *Floerger* utilisées pour les expériences de vidange d'un réservoir. La nomenclature (Nomen.) correspond à la description faite de l'industriel. Nous avons eu accès à trois valeurs d'anionicité A ainsi qu'à trois masses moléculaires du polymère. La concentration c est à la fois exprimée en g/L mais également en nombre de fois la concentration  $C^*$ . Enfin, nous avons indiqué la fréquence caractéristique  $\nu_{r0}$  (estimée par le croisement des courbes s'il existe) et le régime dans lequel le fluide se trouve durant l'écoulement.

Le tableau présente la nomenclature de l'industriel, l'anionicité et la masse moléculaire correspondante. Nous avons reporté la concentration à la fois en g/L mais également en terme de  $C^*$ , concentration critique de recouvrement.

Caractérisons à présent ces solutions à la fois en régime de cisaillement permanent et en oscillation comme pour les solutions de PEO. Nous avons décidé dans ce paragraphe de présenter la rhéologie de quatre solutions : AN934 à  $5C^*$ ; AN934 à  $50C^*$ ; AN934VHM à  $7.55C^*$  et AN956 à  $50C^*$ .

La FIGURE 2.10 présente la rhéologie pour la solution de polymère Floerger - AN934 à 5<sup>\*</sup>C. La figure (a) présente la viscosité du fluide en fonction du taux de cisaillement sur 4 décades. Le fluide est rhéofluidifiant avec une viscosité à bas taux de cisaillement autour de 40 mPa.s. Les modèles de Carreau ou de Cross sont moins convaincants pour rendre compte de la rhéologie dans ce cas là. Aucune pente nette ,'apparaît. La figure (b) présente les modules élastique et visqueux en fonction de la fréquence d'excitation  $\nu_r$ . Le module visqueux est toujours au-dessus du module élastique sur l'ensemble de la gamme. Cela signifie que, en travaillant dans cette gamme, les effets visqueux domineront toujours sur les effets élastiques. Une fréquence caractéristique est difficilement identifiable ici.

La FIGURE 2.11 présente la rhéologie pour la solution de polymères Floerger - AN934 à 50<sup>\*</sup>C. La description des figures (a) et (b) est identique. Le fluide est toujours rhéofluidiant mais nous remarquons que la viscosité est bien plus grande dans l'ensemble (10 Pa.s à  $0.1 \text{ s}^{-1}$ ) et la décroissance est une loi de puissance autour de -1/2 correspondant à la même pente que dans le cas du PEO à  $100C^*$ . Pour comparaison, la solution à  $5C^*$  sur la FIGURE 2.10 (a), la pente est toujours supérieure à -1/2. Les conclusions sont les mêmes que pour le PEO, à savoir que la concentration d'enchevêtrement  $C_e$  doit se situer entre  $5C^*$  et  $50C^*$ . Concernant l'étude en fréquence, le module élastique est toujours audessus du module visqueux et donc la conclusion est inversée par rapport au cas à  $5C^*$  : les effets élastiques dominent. La définition d'une fréquence caractéristique est aussi impossible car les courbes ne se croisent pas. En revanche, physiquement cette intersection doit exister (contrairement au cas précédent) car à basses fréquences les effets élastiques diminuent plus rapidement que les visqueux.

 $\mathbf{44}$ 



FIGURE 2.10 – **Rhéologie de la solution à**  $5C^*$  **de la gamme** 934. (a) Viscosité en fonction du taux de cisaillement. (b) Module élastique et module de perte en fonction de la fréquence d'excitation. La viscosité domine sur tout la gamme de fréquence. Les mesures ont été réalisées avec une géométrie cone-plan  $2^o/60$  mm.



FIGURE 2.11 – Rhéologie de la solution à  $50C^*$  de la gamme 934. (a) Viscosité en fonction du taux de cisaillement. Pour la lisibilité, une pente de -1/2 en échelle logarithmique a été tracée. (b) Module élastique et module de perte en fonction de la fréquence d'excitation. L'élasticité domine sur toute la gamme de fréquence. Les mesures ont été réalisées avec une géométrie cone-plan  $2^o/60$  mm.

Une autre solution présentée ici, en FIGURE 2.12, est *Floerger - AN934VHM* à  $7.5C^*$  (même concentration que *Floerger - AN934* à  $5^*C$ ). Elle est aussi concentrée que la première solution mais les chaînes sont plus longues. La description des figures (a) et (b) est identique. Les conclusions sont quasiment les mêmes que pour la seconde solution : la viscosité est plus importante dans l'ensemble de la gamme, la décroissance est une loi de puissance (légèrement inférieure à -1/2). En revanche la viscosité domine sur tout la gamme. Ainsi, concentrer les polymères ou augmenter la taille des polymères ont qualitativement les mêmes effets. En revanche, il faut rester conscient que quantitativement ce n'est pas réellement le cas. Par exemple, le temps caractéristique viscoélastique (directement relié au temps de reptation) va augmenter lorsque la longueur de la chaîne augmente.

Enfin la dernière solution que nous présentons dans ce paragraphe est la solution de polymères *Floerger - AN956* à 50<sup>\*</sup>C. Elle est aussi concentrée que la seconde, mais l'anionicité est plus importante : 56% contre 34%. Les conclusions sont légèrement différentes. La viscosité est plus faible lorsque l'anionicité augmente et l'élasticité diminue également. Ceci a pour conséquence d'avoir une courbe G' qui croise la courbe G'' à la fréquence caractéristique  $\nu_{r0}$  du fluide, valant environ 0.12 Hz. Ceci peut au premier abord paraître contre intuitif car ajouter des polymères chargés en solution favorise les interactions répulsives et augmente donc la viscosité. Une explication consisterait à dire qu'à cause des charges, les polymères sont moins solubles dans l'eau et sont donc moins enchevêtrés. Des expériences de diffusion de la lumière sur ces échantillons sont nécessaires pour conclure. Les valeurs de  $\nu_{r0}$  ont été reportées dans la TABLE 2.3 pour toutes les solutions où un croisement a été mesuré.

Les six autres solutions ont également été caractérisées mais ne sont pas présentées ici mais en ANNEXE B par soucis de lisibilité. Les conclusions restent les mêmes que précédemment.



FIGURE 2.12 – **Rhéologie de la solution à**  $7.5C^*$  **de la gamme 934VHM.** (a) Viscosité en fonction du taux de cisaillement. Une pente de -1/2 a été tracée en pointillés pour comparaison. (b) Module élastique et module de perte en fonction de la fréquence d'excitation. La viscosité domine très légèrement sur toute la gamme. Les mesures ont été réalisées avec une géométrie cone-plan  $2^o/60$  mm.



FIGURE 2.13 – **Rhéologie de la solution à**  $50C^*$  **de la gamme 956.** (a) Viscosité en fonction du taux de cisaillement. (b) Module élastique et module de perte en fonction de la fréquence d'excitation. L'élasticité domine à hautes fréquences et la viscosité à basses fréquences. Les mesures ont été réalisées avec une géométrie cone-plan  $2^o/60$  mm.

# 2.5 Rhéologie des fluides utilisés pour l'écrasement

## 2.5.1 Mousses

#### Rappel de physique des mousses

Une mousse est une dispersion de gaz dans un liquide. Les bulles, serrées les unes contre les autres occupent une grande partie du volume. La phase liquide, constituant les films de savons entre les bulles, est continue, au contraire de la phase gazeuse. Elle contient des tensioactifs afin de stabiliser la mousse. En jouant sur les différents constituants de la mousse, on peut obtenir des comportements très variés.

L'utilisation des mousses est omniprésente dans notre quotidien et celui des industriels [Cantat2010]. Néanmoins la compréhension physique de ces objets est compliquée car ils réunissent deux phases (liquide et gazeuse) et impliquent au moins quatre échelles d'organisation : macroscopique de l'ordre du centimètre, les bulles de l'ordre du millimètre, les films de liquide entre les bulles de l'ordre de la dizaine de nanomètres et la taille des molécules tensioactives de l'ordre du nanomètre. La compréhension de la stabilité des bulles reste un défi pour les scientifiques car elle dépend énormément des propriétés des molécules de savon utilisées. Pour comprendre, les physiciens ont cherché à simplifier le problème en étudiant non pas des bulles, mais des films plans. Par exemple, on ne sait pas prédire la taille maximale d'une bulle de savon et seules des recettes empiriques permettent de générer des bulles géantes.

La consistance, et donc la rhéologie, de la mousse est très différente de celle du liquide et du gaz dont elle est issue. Elle a un comportement de fluide complexe, la plupart du temps à seuil et rhéofluidifiant. Les combinaisons entre un liquide composé de tensioactifs, un gaz et leurs proportions respectives sont infinies. C'est pourquoi il est nécessaire de venir caractériser les mousses industrielles utilisées.

#### Rhéologie de la mousse à raser

La mousse à raser industrielle, utilisée pour le système d'écrasement, est la Mennen Pro-Tech -Barbes difficiles. Nous ne disposons pas de système permettant de fabriquer des mousses, c'est pourquoi nous avons utilisé ce produit industriel. Ces bombes sont très faciles d'utilisation mais produisent des mousses différentes en fonction de leur usure. Plus la bombe est utilisée, moins la pression à l'intérieur est grande et moins la mousse est aérée, ce qui change la rhéologie. La FIGURE 2.14 présente la rhéologie pour une bombe de mousse à raser neuve.



FIGURE 2.14 – Rhéologie de la mousse à raser Mennen - Pro-tech - Barbes difficiles. (a) Viscosité en fonction du taux de cisaillement. Les ajustements en loi de puissance valent de gauche à droite :  $\eta = 1.106\dot{\gamma}^{-1.003}$ ,  $\eta = 10.3\dot{\gamma}^{-0.44}$  et  $\eta = 12.1\dot{\gamma}^{-0.626}$ . (b) Module élastique et module de perte en fonction de la fréquence d'excitation. Les mesures ont été réalisées avec une géométrie cone-plan  $2^{o}/60$  mm.

La figure (a) présente la viscosité en fonction du taux de cisaillement. Nous remarquons qu'elle

comporte trois pentes différentes dans trois gammes de taux de cisaillement. Un ajustement avec une loi de puissance (une droite en échelle log-log) est possible sur chaque partie. Ils sont tracés en pointillés rouge sur la figure et les équations des droites sont indiquées dans la légende.

La figure (b) montre les modules élastique et visqueux en fonction de la fréquence d'excitation. Les deux modules ont quasiment les mêmes valeurs et la même évolution sur toute la gamme de mesure. La théorie des mousses nous prédit en général une évolution avec une pente de 1/2 mais dans notre cas nous sommes environ à 5/2. La mousse à raser industrielle produit des mousses avec des bulles polydisperses ce qui peut expliquer que nous sommes éloigné de l'évolution avec une pente 1/2 (mousse idéale).

# Chapitre 3

# Vidange d'un réservoir : dispositif et mesures

Expérimenter, c'est imaginer. Friedrich Nietzsche

3.1	Dispos	itif expérimental
	3.1.1	Cahier des charges
	3.1.2	Dispositif expérimental
	3.1.3	Protocole expérimental
	3.1.4	Dispositifs de mesure de l'écoulement
		Mesure de la masse
		Visualisation de l'écoulement 52
3.2	Donné	es obtenues et traitements effectués
	3.2.1	Masse au cours du temps
		Mise en forme du volume au cours du temps
		Détermination de la fin de l'écoulement : incrément de volume
		Calcul du débit volumique
	3.2.2	Visualisation de la surface libre
	3.2.3	Visualisation du jet
3.3	Repro	ductibilité

Dans ce chapitre nous présenterons le dispositif expérimental que nous avons utilisé pour les expériences d'écoulements de fluides simples et complexes effectuées au cours de cette thèse. Nous détaillerons également les mesures réalisées pour caractériser et quantifier les écoulements ainsi que les traitements sur les données brutes.

## 3.1 Dispositif expérimental

#### 3.1.1 Cahier des charges

La partie principale d'une étude expérimentale en physique réside dans le fait de concevoir correctement le système en amont de la fabrication. La conception du système pour des expériences d'écoulement est assez simple : il suffit d'avoir un réservoir possédant un trou sur sa face inférieure à travers duquel le fluide peut s'écouler. On trouve assez peu d'expériences de vidange de ce genre de réservoir dans la littérature. Ainsi les paramètres pilotant l'écoulement ne sont pas bien identifiés. Nous nous sommes cependant inspirés de certains systèmes [Alenius2014, Clanet2000, Davidson1913, Sharma2014, Toplak2007, Ushida2014] aidant à la conception et permettant d'identifier les difficultés auxquelles nous pouvons être confrontés. Nous avons abouti à une liste de contraintes nécessaires au bon fonctionnement de l'expérience et des mesures :

- avoir une cuve hermétique facilement remplissable avec n'importe quel fluide;
- pouvoir facilement changer la taille du trou ainsi que le matériau à travers lequel coule le fluide;
- permettre la visualisation :
  - ★ du jet dès sa sortie de l'orifice;
  - $\star$  sur le côté du réservoir;
  - $\star$  sur le dessus afin d'observer la surface libre;
- pouvoir faire varier facilement la hauteur de chute du fluide après le trou;
- avoir une condition initiale reproductible et pouvoir laisser reposer le fluide avant l'écoulement.

#### 3.1.2 Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental est schématisé en FIGURE 3.1. Il permet de répondre à toutes les contraintes fixées plus haut. La FIGURE 3.1 (a) présente la vue d'ensemble du dispositif avec les notations utilisées sur ce système. Une cuve cubique de côté a = 10 cm et de hauteur légèrement plus grande que 10 cm, sans fond, est composée de deux plaques en verre face à face et de deux plaques de Dural pour les deux autres faces. Cette cuve est alors collée hermétiquement à une pièce cylindrique en Dural conçue pour pouvoir recevoir un disque de 4 mm d'épaisseur maximum en son sein. Ce disque constituera le fond de la cuve. Une fois le disque inséré, il est possible de le maintenir en place grâce à deux nouvelles pièces en Dural pensées pour pouvoir visualiser entre elles la sortie du réservoir au niveau de l'orifice. Un joint torique est placé afin d'assurer l'étanchéité de la cuve. Tout cet ensemble est fixé sur un plateau en Dural reposant sur 4 pieds de hauteur réglable. Les plaques formant le fond de la cuve sont des disques de 17 cm de diamètre et d'épaisseur e (e = 2 mm dans nos expériences sauf lorsqu'on le précisera). Ces disques sont directement taillés dans le matériau de notre choix et par la suite percés, par nos soins, d'un trou de rayon r (r varie de  $0.5 \,\mathrm{mm}$  à  $2 \,\mathrm{mm}$  dans nos expériences). Certaines plaques utilisées étant en verre, le perçage a été effectué à l'aide de forets diamantés et d'une perceuse à grande vitesse de rotation. La précision sur le rayon est comprise entre 0.05 et 0.1 mm en fonction des matériaux. Nous contrôlons ainsi la taille, la longueur (dans la limite de 4 mm pour notre système), la forme du trou et le matériau de cette plaque afin de modifier les interactions de mouillage entre le fluide et la plaque. Les deux faces en verre de la cuve permettent une visualisation de l'intérieur de la cuve, voire une mesure du niveau du fluide, une déformation verticale de la surface libre... Les deux faces en Dural permettent un bon contact thermique. Une cellule Peltier sur chaque face permet de monter la température du fluide à celle de travail avant l'écoulement. La cuve est graduée au millimètre sur l'une de ces faces en verre permettant ainsi à la fois de contrôler la hauteur initiale de fluide  $h_0$  (et donc le volume initial) mais également de suivre la hauteur de fluide dans la cuve au cours du temps h(t).



FIGURE 3.1 – Schéma du dispositif expérimental pour l'écoulement de fluides à travers un orifice. (a) Vue à partir de la caméra principale qui filme le jet. L'ensemble des notations utilisées est indiqué sur le schéma. Une balance est placée dessous avec un cristallisoir permettant de suivre la masse m(t) écoulée au cours du temps. (b) Vue tournée de 90° par rapport à (a) permettant de mettre en évidence le système de capture d'images de l'écoulement.

#### 3.1.3 Protocole expérimental

La préparation d'une expérience d'écoulement est très simple. Il faut tout d'abord boucher le trou du fond de la cuve afin de la remplir. Pour cela une rainure à été taillée dans les mords en Dural permettant à une réglette en laiton de passer comme on peut le voir en jaune sur la FIGURE 3.1. Cette réglette maintient un petit morceau de mousse hydrophobe contre la plaque au niveau du trou et assure ainsi que le fluide ne coule pas. Nous remplissons alors la cuve du fluide étudié. Le fluide est ensuite mis à la température de travail, à savoir  $25.0 \pm 0.1$  °C pour l'ensemble de nos expériences, à l'aide des deux cellules Peltier et d'un *Thermoelectric-Cooling Peltier Element Controller-1122* de la marque *meerstetter engineering.* Le fluide est mélangé doucement pendant le chauffage afin d'homogénéiser la température. Une fois la température atteinte (vérification à l'aide d'un thermomètre - thermocouple de type K) le mélangeur est retiré et le fluide est laissé au repos pendant quelques minutes. L'expérience peut alors commencer en démarrant les acquisitions vidéos et de la masse puis en retirant le plus rapidement possible la réglette pour que la mousse tombe d'un coup. Ce protocole assure une reproductibilité très satisfaisante comme nous allons le voir en 3.3.

#### 3.1.4 Dispositifs de mesure de l'écoulement

#### Mesure de la masse

Afin de mesurer la masse de fluide écoulée au cours du temps, une balance *KERN* 572 est placée sous la cuve et un cristallisoir posé dessus permet de récolter le fluide. Nous détaillons ici la précision temporelle et sur la masse du système.

Tout d'abord, cette balance possède une précision de 0.01 g et peut mesurer un poids maximal de 2100 g (suffisant pour la capacité de la cuve). On prendra comme précision sur la masse 0.01 g.

Cette balance envoie l'information de la masse en continu à une certaine vitesse (9600 Bauds) à un ordinateur via une connexion RS-232. L'acquisition est faite via un programme Labview qui permet de récupérer la masse toutes les 150 ms. Si le programme veut récupérer une masse à un temps alors que la file d'attente est vide, il placera une case vide dans le tableau. La fréquence d'acquisition est légèrement plus grande que celle de l'envoi de l'information de la balance. Cela permet d'éviter un effet d'accumulation des données et un problème de synchronisation entre la récupération de l'information et

la masse envoyée. Une acquisition plus rapide est inutile car dénuée d'information et n'apporte rien à la précision de la mesure. L'erreur sur le temps estimée par cette méthode durant l'écoulement est de 150 ms.

Nous nous sommes également intéressés au temps de réponse de la balance lors d'un échelon de masse. Pour cela, des masses allant de 5 g à 100 g ont été posées sur la balance puis retirées à plusieurs reprises. L'enregistrement de la masse au cours du temps nous donne une estimation du temps de réponse de la balance de l'ordre de 1 s. Ce temps ne dépend pas de la valeur de la masse et il n'y a pas de dépassement de la valeur de la masse. Ce test permet de donner une erreur lors de l'arrêt de l'écoulement où un échelon de masse sera imposé. La précision pour un échelon de masse est de 1 s.

#### Visualisation de l'écoulement

Nous visualisons :

52

- La surface libre par le dessus pour voir une éventuelle déformation de celle-ci mais également sa symétrie de révolution.
- La surface libre par le côté afin de remonter à la hauteur de fluide dans la cuve ainsi qu'à l'éventuelle déformation de celle-ci.
- Le jet à la sortie de l'orifice par l'espace laissé entre les deux pièces de Dural maintenant la plaque percée.

Le schéma de principe de ces deux dernières visualisations est présenté sur la FIGURE 3.1 (b). Pour la visualisation du jet, il est nécessaire de placer un panneau de LED (EurophopLED) de  $30 \text{ cm} \times 30 \text{ cm}$  à l'arrière de celui-ci. Ce panneau de LED est alimenté par une alimentation stabilisée continue afin de ne pas avoir de variation d'intensité aux fréquences du réseau électrique. Les caméras utilisées sur ce système ont été regroupées dans la TABLE 3.1. L'ensemble de ces caméras a été équipé avec différents objectifs : un jeu d'objectifs de focale fixe, ainsi que des objectifs macro afin de filmer les quelques millimètres après le trou. Les caractéristiques d'acquisition ainsi qu'une échelle seront précisées dans la légende ou sur l'image mais nous ne préciserons pas à chaque fois la caméra utilisée.

	Balser - acA2000-165uc	Balser - acA2000-165uc	Phantom - v2511
Résolution	1628 px $\times$ 1236 px	$2048~{\rm px} \times 1088~{\rm px}$	$1280 \text{ px} \times 800 \text{ px}$
Images/s pleine résolution	20	165	25 600
Utilisation principale	Surface libre	Jet en sortie	Instabilités

TABLE 3.1 – Ensemble des différentes caméras utilisées pour l'étude de l'écoulement de fluide à travers un orifice. On donne ici la vitesse d'acquisition en images par seconde en pleine résolution mais dans la plupart des cas qu'une partie de la matrice de la caméra est utilisée augmentant ainsi la vitesse d'acquisition. px est l'abréviation de pixel.

# 3.2 Données obtenues et traitements effectués

L'ensemble du dispositif expérimental, qui vient d'être décrit, nous permet donc à la fois de mesurer la masse au cours du temps ainsi que d'avoir une visualisation de certaines parties du système : surface libre et jet à la sortie du trou. Nous allons voir dans cette partie quelles mesures nous pouvons faire et les traitements qui sont possibles sur ces données. Tous les traitements s'effectuent sous Matlab sauf indication contraire.



FIGURE 3.2 – Premier traitement effectué sur les données de la masse au cours du temps. [Eau; Plexiglas; r = 2 mm;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ] (a) Données brutes : masse en fonction du numéro de la ligne i du tableau. La courbe démarre plus tôt que l'écoulement. L'insert montre le moment du début de l'écoulement ainsi que le seuil choisi en pointillés. (b) Données après traitements : remise à zéro du temps, passage au volume et lissage de la courbe. La masse volumique utilisée est  $\rho = 997 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ . Les barres d'erreur sont présentes sur la courbe principale et dans l'insert.

### 3.2.1 Masse au cours du temps

#### Mise en forme du volume au cours du temps

La première opération de traitement sur les données de la masse consiste à retirer les lignes du tableau où aucune masse n'apparaît. Pour cela, un simple programme parcourt chaque ligne et la recopie dans un nouveau tableau si une masse est présente. On obtient alors des données brutes de masse en fonction de la ligne du tableau *i*. Un exemple typique est tracé sur la FIGURE 3.2 (a). Il s'agit ici d'un écoulement d'eau pure de hauteur initiale  $h_0 = 10$  cm à travers un trou de rayon r = 2 mm percé dans du plexiglas. Pour toutes les figures présentées, toutes les caractéristiques (fluide, taille de trou, matériau de la plaque, hauteur initiale) seront systématiquement annotées dans la légende entre crochets.

Sur chaque expérience il faut déterminer l'instant correspondant au début de l'écoulement et définir ainsi t = 0 s. Pour cela, on parcourt le tableau pour *i* croissants, l'instant tel que la courbe passe au dessus d'un certain seuil (choisi empiriquement à 0.1 g) est choisi comme instant initial. Le seuil est strictement positif pour éviter une détection précoce à cause des fluctuations de la balance de l'ordre de 0.01 g. Le seuil a été tracé en pointillés dans l'insert de la FIGURE 3.2 (a) et on voit qu'il discrimine bien le passage de zéro à la première valeur non nulle.

Ensuite, il suffit simplement de transformer la masse écoulée en volume écoulé par simple division par la masse volumique du fluide à la température de travail. Pour l'eau, nous avons pris la masse volumique à 25°C, à savoir  $\rho = 997 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ . Ce passage au volume sera plus pertinent pour comparer des écoulements de fluides qui n'ont pas la même masse volumique. La théorie sur l'écoulement confirmera cette affirmation (voir paragraphe 4.1). Un léger lissage de la courbe est effectué afin de gommer les fluctuations ainsi que de permettre un traitement plus avancé par la suite. Le résultat du traitement sur notre exemple est présenté sur la FIGURE 3.2 (b). Les barres d'erreur de ±150 ms pour le temps et de ±0.01 mL pour la masse ont été reportées sur ce graphique. L'épaisseur du trait est plus large que les barres d'erreur. Par la suite, on pourra s'affranchir de barres d'erreur sur les courbes V(t). Un zoom a été effectué entre 60 et 65 s pour montrer la taille des barres d'erreur par rapport à l'évolution.

#### Détermination de la fin de l'écoulement : incrément de volume

Un premier paramètre qu'il est possible de déterminer à partir de la courbe V(t) est le moment où l'écoulement s'arrête. Ceci permet de connaître le temps nécessaire au réservoir pour se vidanger pour une série de paramètres donnés (mouillage de la plaque, rayon du trou, hauteur initiale...). La méthode la plus simple et efficace que nous avons trouvée est de s'intéresser à l'incrément de volume normalisé par la moyenne des valeurs :

$$\Delta V(i) = 2\frac{V(i) - V(i-1)}{V(i) + V(i-1)}$$
(3.1)

où V(i) est la  $i^{\text{ème}}$  valeur dans les données de V qui sont discrétisées. Cette opération ressemble à une opération de dérivation discrète mais où on ne divise pas par le temps. Nous verrons par la suite que la dérivation numérique, non nécessaire ici, pose certaines difficultés. Le tracé de  $\Delta V$  est visible sur la FIGURE 3.3 pour deux matériaux différents. Cette quantité décroît au cours du temps car la vitesse de vidange diminue. Ce qui nous intéresse sur cette courbe est principalement la fin, c'est à dire le moment où l'écoulement s'arrête.



FIGURE 3.3 – Incrément de volume au cours du temps d'après (3.1) en pourcentage. Courbe sur tout l'écoulement et zoom sur l'arrêt de l'écoulement en insert. La ligne pointillée indique l'instant où le programme a détecté la fin de l'écoulement. (a) [Eau; Plexiglas; r = 2 mm;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ] Dans ce cas là, l'incrément décroît bien jusqu'à zéro et la détection de la fin de l'écoulement se fait avec le seuil fixé à  $5.10^{-5}$ . On trouve  $t_{\text{stop}} = 149 \pm 1 \text{ s}$  et  $V_{\text{stop}} = 995 \pm 5 \text{ mL}$ . (b) [Eau; Verre; r = 1.75 mm;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ] Le seuil d'arrêt n'est pas atteint dans ce cas là et on détecte la fin de l'écoulement par la chute rapide de l'incrément. La condition est  $V(i) > \frac{3}{2}V(i+5)$ . On trouve  $t_{\text{stop}} = 150 \pm 1 \text{ s}$  et  $V_{\text{stop}} = 993 \pm 5 \text{ mL}$ . On notera que les échelles sur les deux inserts ne sont pas les mêmes.

Nous pouvons distinguer deux cas différents sur les vidéos des écoulements et la détection de la fin de l'écoulement sera différent dans les deux cas. :

- Le jet s'amincit et s'arrête net en laissant tomber une ou deux gouttes. C'est le cas de la FIGURE 3.3 (a) pour du plexiglas. Pour ce cas, la détection se fait par le passage sous une valeur seuil. En effet  $\Delta V$  va présenter un saut vers zéro à la fin de l'écoulement. La valeur seuil choisie empiriquement est  $5.10^{-5}$ . Ceci est illustré en insert de la FIGURE 3.3 (a). Les pointillés correspondent à la valeur  $t_{stop}$  mesurée par le programme qui correspond bien à l'instant juste après le saut. Le saut s'effectue sur un temps fini de l'ordre de la seconde, qui correspond bien à la valeur déterminée pour un échelon de masse sur la balance. Ainsi l'erreur de mesure sur cette valeur est 1 s.
- Le jet s'amincit puis se met à faire du goutte à goutte. C'est le cas de la FIGURE 3.3 (b) pour du verre. Nous considérerons que le jet s'arrête au début du goutte à goutte car celui-ci ne

fait pas parti de l'écoulement. Ce cas du goutte à goutte est un peu plus délicat à traiter car  $\Delta V$  ne décroît pas jusqu'à zéro et peut ne pas croiser le seuil imposé. De plus en fonction des paramètres du système et de l'écoulement, le goutte à goutte n'est pas toujours le même. Ainsi pour détecter la transition correspondant à un saut assez marqué, le programme détecte lorsque  $\Delta V$  décroit trop rapidement. Le critère qui a été choisi empiriquement est  $V(i) > \frac{3}{2}V(i+5)$ . L'illustration est présentée sur la FIGURE 3.3 (b) avec toujours le temps d'arrêt marqué en pointillés. Le saut étant aussi dans ce cas là de l'ordre de la seconde on prendra 1 s comme incertitude.

À partir de ce temps de fin  $t_{\text{stop}}$ , il nous est possible de remonter au volume total écoulé  $V_{\text{stop}}$  via la courbe V(t). L'erreur sur le volume total écoulé est de l'ordre de 5 mL pour une erreur d'une seconde sur le temps.

#### Calcul du débit volumique

La variation du volume écoulé (FIGURE 3.2) au cours du temps suit une loi quadratique : un ajustement permet de le montrer et la théorie le confirme (voir paragraphe 4.1). Des ajustements et des comparaisons avec des lois quadratiques sont parfois compliqués. Il est préférable de comparer des loi linéaires ou affines mais il faut pour cela dériver nos courbes. La dérivée du volume au cours du temps donnera le débit volumique au cours du temps.

Le principal problème est la discrétisation des données à cause de l'échantillonnage. Ceci induit un bruit haute fréquence qui lors de la dérivation va être amplifié. Il est donc nécessaire de procéder à un filtrage avant de dériver. En pratique cela consiste à effectuer un lissage de la courbe sur un nombre de points N. En d'autres termes, un point d'indice i est déterminé par une interpolation des données entre les points i - N/2 et i + N/2.



FIGURE 3.4 – Courbes du débit volumique (a) et de sa dérivée (b) obtenue par le protocole décrit dans le texte pour deux nombres de points d'interpolation N différents. [Eau; Plexiglas; r = 2 mm;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ] (a) Pour N = 10 on voit des sauts dus au calcul numérique apparaître. L'insert est un zoom du début de la courbe permettant de mieux voir les oscillations. (b) Pour N = 10la courbe est inexploitable à cause des oscillations numériques. Cette courbes permettra à terme de repérer les points d'inflexion.

Ainsi, le traitement consiste à lisser la courbe V(t) sur N points. Puis le programme calcule la dérivée discrète donnée par :

$$Q_V(i) = \frac{\mathrm{d}V}{\mathrm{d}t}(i) = \frac{V(i+1) - V(i)}{t(i+1) - t(i)}$$
(3.2)

Nous obtenons alors le débit volumique  $Q_V(t)$ . Une fois cette quantité calculée, un nouveau lissage sur N points est effectué. Il est alors possible de répéter l'opération de dérivation discrète pour obtenir  $\frac{dQ_V}{dt}$ . Cette courbe permettant de repérer notamment les points d'inflexion du débit volumique. La
FIGURE 3.4 illustre ce traitement sur un exemple. Les courbes ont été tracées pour deux valeurs de N différentes. Sur la FIGURE 3.4 (a), pour un nombre insuffisant de points (ici N = 10), la courbe  $Q_V(t)$  présente quelques sauts et oscillations (plus visibles dans le zoom présenté en insert), non physiques d'après les films d'écoulements. Ces sauts sont fortement accentués sur la dérivée du débit volumique de la FIGURE 3.4 (b). La courbe est complètement inexploitable. Cependant, pour une valeur de N plus élevée (ici N = 32), les sauts disparaissent et la dérivée du débit volumique ne présente plus d'oscillations. Ainsi il faut une grande valeur de N pour obtenir des courbes  $Q_V(t)$  et  $\frac{dQ_V}{dt}(t)$  exploitables. Néanmoins, prendre une valeur de N trop grande peut être un problème. L'effet du lissage gomme les informations plus courte que la plage N (soit environ 5 s pour N = 32) et peut supprimer des phénomènes physiquement pertinents. De plus, comme l'interpolation se fait entre i - N/2 et i + N/2, les N/2 premiers et derniers points sont mal lissés et inexploitables. Il faut donc les supprimer et la plage d'exploitation des données se réduit à chaque lissage effectué et d'autant plus que N est grand. Nous n'avons pas de critère global sur cette valeur de N, il est modifié en fonction de l'écoulement et choisi à l'œil.

## 3.2.2 Visualisation de la surface libre

Avec des fluides newtoniens peu visqueux on peut facilement se convaincre que la surface libre du liquide ne va se déformer que lorsqu'il restera peu de liquide dans la cuve (1 à 2 cm). Cependant avec des fluides plus visqueux ou complexes, comme des fluides viscoélastiques ou à seuil, la déformation de la surface libre est possible pour des hauteurs plus grandes surtout si le caractère élastique du fluide est important. De plus, l'observation de cette déformation de la surface libre et son étude peuvent éventuellement permettre de remonter à certaines propriétés du fluide. Pour pouvoir distinguer cette surface libre nous pouvons filmer sur le côté par ombroscopie comme cela est fait dans [Andersen2004, Chaieb2004, Courrech2006, Zhou2010] où l'on remarque qu'on peut aisément tracer le profil de la déformation. Trois principaux problèmes se posent avec cette méthode :

- Lors de la vidange de la cuve, la hauteur d'eau change de  $h_0$  à 0 cm. Pour visualiser correctement la surface libre tout le long de l'écoulement il faut éloigner la camera pour avoir une vision globale. Néanmoins, l'éloignement de la caméra réduit la résolution;
- cette visualisation nous donne uniquement le profil de la déformation, c'est-à-dire une projection dans un plan donné, celui de focalisation. Cependant il est intéressant d'avoir une perception en 3 dimensions ou une topographie de la déformation afin de détecter une éventuelle dissymétrie;
- la conception de notre système ne nous permet pas de filmer sur le côté juste au-dessus de l'orifice (environ 4 cm ne sont pas visibles à cause du support en Dural). En effet, le parti pris était d'étudier la sortie de l'orifice et pouvoir voir des deux cotés du trou n'est pas possible.

Ainsi, au vu de tous ces problèmes, nous avons décidé de visualiser également la surface libre par dessus perpendiculairement à la surface libre. Une déformation de celle-ci sera visible mais une quantification de la déformation sera plus difficile à faire sans dispositif supplémentaire. Nous avons un exemple des deux visualisations décrites sur la FIGURE 3.5. La figure (a) présente une vue de coté de la cuve avec une graduation afin de suivre la hauteur de fluide au cours du temps. Il permet également de voir s'il y a une déformation de la surface libre par ombroscopie. La figure (b) est une vue de dessus de la cuve lors d'un écoulement d'un fluide complexe (solution de polymère PEO 8M à  $100C^*$ ). On observe la surface libre perpendiculairement. Une sorte de ligne singulière et un vortex apparaissent sur l'image. Cela permet de mettre en évidence la brisure de symétrie de rotation du système.

## 3.2.3 Visualisation du jet

Dans la partie consacrée au dispositif expérimental, nous avons décrit la méthode de prise de vue du jet à la sortie du trou grâce à un panneau de LED en fond. La technique de visualisation du jet est basée sur l'ombroscopie. Nous utiliserons soit la caméra *Balser - acA2000-165uc* à 165 images par seconde soit la caméra rapide en fonction de la résolution temporelle que nous voulons obtenir. Elles sont codées en 8 bits. La FIGURE 3.6 présente un exemple d'acquisition et de traitement pour la détection du contour du jet. La FIGURE 3.6 (a) est l'image brute obtenue via la caméra. Il s'agit d'une



FIGURE 3.5 – Visualisation de la surface libre du fluide en écoulement. (a) [Eau; Plexiglas; r = 2 mm;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ] Vue de côté à travers la paroi en verre permettant de suivre la hauteur de fluide au cours du temps et de voir d'éventuelles déformations de la surface libre. Une règle est placée comme graduation et donne l'échelle. (b) [PEO  $100C^*$ ; Plexiglas; r = 2 mm;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ] Vue de dessus de la surface libre permettant de mettre en évidence une déformation de la surface libre brisant la symétrie de révolution du système. Le trou au fond de la cuve est indiqué en pointillés.

image prise à la caméra rapide (80000 images par seconde), équipée d'un objectif de 200 mm, dans les premières secondes de l'écoulement à travers un trou de r = 1.75 mm percé dans du verre pour une hauteur initiale  $h_0 = 10$  cm. Le jet et surtout son contour (malgré la présence d'une instabilité) sont parfaitement visibles et contrastés.

Le dispositif basé sur l'ombroscopie permettant de voir le jet consiste à éclairer le jet par l'arrière via le panneau de LED évoqué. Les rayons lumineux qui ne traversent pas le jet arrivent directement à la caméra et constituent le fond uniforme. Par contre, les rayons rencontrant le jet sont déviés à cause de l'interface air/liquide d'après les lois de Descartes. Ainsi ces rayons déviés n'arrivent pas jusqu'à la caméra et le point sur l'image apparaît plus foncé. Nous voyons bien sur l'image que ce sont surtout les bords qui sont noirs et non le centre du jet. Ceci est simplement dû à la courbure plus importante sur les bords qu'au centre du jet . Si on regarde selon l'axe de révolution du jet, le rayon qui nous parvient de la plaque de LED va rencontrer l'interface air/liquide perpendiculairement et ne sera donc pas dévié, c'est pour cela que le centre est beaucoup plus clair. Les images obtenues sont adéquates pour effectuer des films de démonstration ou des traitements.

Le premier traitement que l'on peut effectuer sur ces images de jet est de détecter le contour et de l'extraire. L'image étant bien contrastée, cette détection ne présente pas de réelles difficultés. Le programme en question va parcourir l'image ligne par ligne, chacune étant une suite de nombres compris entre 255 (clair) et 0 (sombre) car l'image est en niveaux de gris et les caméras codent en 8 bits. Chaque ligne correspond à une rangée de pixels. Sur cette ligne, il doit repérer le côté gauche et le côté droit du jet. Des exemples de niveau de gris pour deux lignes de l'image sont sur les FIGURES 3.6 (b) et (c). Nous repérons à la main et grossièrement le milieu du jet pour que l'image soit coupée en deux. Sur chaque moitié, le programme doit détecter un contour. Pour cela, le programme calcule deux valeurs de niveau de gris : la moyenne du fond, effectuée sur quelques dizaines de pixels à l'extérieur du jet, sera la valeur claire  $I_C$  et la valeur la plus sombre (donc minimale)  $I_S$ . Avec ces deux valeurs extrêmes, nous définissons une valeur seuil correspondant à  $(I_C+I_S)/\phi_I$ .  $\phi_I$  est une valeur réglée de manière empirique sur chaque film car elle dépend de la luminosité de l'image et donc de plusieurs paramètres (tension du panneau de LED, temps d'exposition de la caméra, lumière ambiante...).  $I_C$ ,  $I_S$  et  $(I_C + I_S)/\phi_I$ sont repérés sur les FIGURES 3.6 (b) et (c) en pointillés noirs pour une valeur  $\phi_I = 1.8$ . Ensuite, le programme parcourt la ligne depuis le bord gauche jusqu'au milieu et la première valeur au dessous du seuil définit le bord du jet pour cette ligne. L'opération est renouvelée en partant du bord droit de l'image pour repérer le bord droit du jet. Ces valeurs notés  $B_G$  pour le côté gauche et  $B_D$  pour le côté droit sont repérées par des pointillés rouges sur les FIGURES 3.6 (b) et (c). Elles sont sauvegardées dans un tableau qui sera de la même taille qu'un tableau d'altitudes z correspondantes. Il reste maintenant à répéter l'opération sur chaque ligne et nous obtenons le profil du jet. Celui-ci, superposé à l'image initiale comme cela a été fait sur la FIGURE 3.6 (d) montre que le traitement marche parfaitement. Nous avons repéré les deux lignes d'exemple (b)(c). Ce traitement peut alors être appliqué sur la totalité des images d'un film afin de suivre le profil du jet au cours du temps.



FIGURE 3.6 – Visualisation du jet en sortie du trou et méthode de détection du contour dans les premières secondes d'un écoulement à la caméra rapide. [Eau; Verre; r = 1.75 mm;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ] (a) Image du jet pendant l'écoulement. Une instabilité hydrodynamique, discutée plus tard, est présente. (b)(c) Deux exemples de profil de niveaux de gris à deux hauteurs différentes qui sont repérées dans (d). Les pointillés noirs représentent les valeurs  $I_C$  et  $I_S$  ainsi que la valeur seuil calculée pour  $\phi_I = 1.8$ . Les pointillés rouges représentent les valeurs de détection gauche ( $B_G$ ) et droite ( $B_D$ ). (d) Superposition de la détection en rouge et de l'image. Les lignes correspondent aux altitudes où ont été tracés les profils (b) et (c).

En cas d'un problème de détection, le tracé de la FIGURE 3.6 (d) permet immédiatement de détecter le problème. Le traitement n'est pas fait sur la totalité de l'image, il manque le haut du jet et notamment la jonction du fluide avec la surface. Pour observer et étudier cette partie de l'écoulement, soit le montage optique est modifié pour l'optimiser (objectif macro, se placer au plus près) soit, dans les cas où la résolution n'est pas optimale, il faut que l'expérience soit faite le plus proprement possible pour éviter les gouttes parasites sur la surface pouvant fausser la vision et la détection de contour. Des images et traitements de ces cas de figure seront présentés ultérieurement. Ainsi pour chaque expérience effectuée, nous pouvons effectuer la détection du contour pour l'intégralité du film et conserver les données dans un fichier Matlab. Ceci permet d'effectuer l'ensemble des détections pendant les moments où le système d'écoulement ne fonctionne pas mais permet également de gagner énormément d'espace de stockage car les données prennent beaucoup moins de place sur un disque dur. Nous avons cependant veillé à garder des films permettant d'illustrer tous les phénomènes mis en jeu.

## 3.3 Reproductibilité

Avant d'extraire et d'utiliser des résultats provenant de notre expérience, il faut s'assurer de la reproductibilité de celle-ci. Ceci est d'autant plus important que la plupart des résultats de cette thèse sont des résultats nouveaux dans la communauté scientifique. Ainsi, il faut s'assurer que les phénomènes physiques auxquels nous sommes confrontés sont bien reproductibles et non un artefact de manipulation.



FIGURE 3.7 – Vérification de la reproductibilité des expériences sur une série de trois écoulements aux mêmes conditions expérimentales. [Eau; Plexiglas; r = 1.75 mm;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ] Volume écoulé au cours du temps pour toutes les expériences possédant les mêmes paramètres expérimentaux sur le même graphique. Dans l'insert inférieur, un zoom du début de l'écoulement est montré alors que dans l'insert supérieur il s'agit d'un zoom vers la fin de l'écoulement.

Le premier paramètre qui doit être bien contrôlé dans notre montage est la condition initiale qui doit être le plus reproductible possible. Pour cela, nous avons mis en place un système assez simple. Un morceau de mousse hydrophobe est taillé pour avoir une taille supérieure au diamètre du trou et une épaisseur de 1 à 2 mm. Ce morceau est placé au niveau du trou, sous la cuve. Une languette en laiton est glissée entre les deux pièces en Dural dans une rainure prévue à cet effet. Cette languette maintient et comprime la mousse sur le trou bloquant celui-ci. Il est alors maintenant possible de remplir la cuve et de vérifier que le bouchon ainsi créé ne fuit pas. Une fois le fluide mis à température de travail et reposé, la languette est retiré rapidement permettant au morceau de mousse de tomber d'un coup et de manière la plus verticale possible. En effet, d'autres systèmes de bouchon sont envisageables mais il ne faut pas modifier la surface autour du trou (pour éviter de modifier le mouillage) et retirer le bouchon le plus verticalement possible pour éviter des films de prémouillage sur un côté. Le système présenté ici et utilisé dans toutes les expériences d'écoulements réalisées au cours de la thèse fonctionne très bien. Le décrochement de la mousse s'effectue en moins de 20 ms. Après quelques centaines de millisecondes, une légère modification dans la condition initiale est invisible. Cependant, tout ceci est dépendant de l'expérimentateur et de la manière de retirer la languette. Ainsi, une expérience où nous pouvons clairement voir sur le film que la condition initiale n'est pas très bonne est supprimée. Afin de s'assurer que cette condition initiale est répétable et que, en général, nos expériences sont reproductibles, elle sont réalisées entre 2 et 4 fois. Il nous est alors possible par la suite de comparer les écoulements. La comparaison des films est plutôt qualitative (aspect du jet, instabilités, ligne d'accroche). Elle permet

cependant de repérer les transitions des instabilités si elles existent et de discriminer deux écoulements fortement différents. Afin d'être plus précis, il faut tracer, puis comparer quantitativement, les courbes de volume au cours du temps V(t).

Un exemple d'une série d'expériences est donné sur la FIGURE 3.7 pour un écoulement à travers un trou de 1.75 mm percé dans du plexiglas et pour une hauteur initiale  $h_0 = 10$  cm. L'expérience a été reproduite trois fois dans les mêmes conditions et les trois courbes ont été tracées sur le même graphique. Les courbes ont l'air de se superposer presque parfaitement dans l'ensemble. Dans les deux inserts, nous avons un zoom pour le début de l'écoulement et un zoom vers la fin de l'écoulement. L'écart entre les deux courbes au début est minuscule. Cet écart grandit et atteint une valeur visible hors des barres d'erreur pour la fin de l'écoulement. Cependant il faut relativiser cette écart de fin d'écoulement. En effet, on peut voir dans l'exemple que cet écart est de 5 mL vers 180 s qui est proche de  $t_{stop}$ . Il faut alors convertir cet écart en hauteur de fluide dans la cuve ; cela correspond à 0.5 mm. Or, lors du remplissage de la cuve avant l'écoulement, la mesure de la hauteur initiale s'effectue grâce à une grille millimétrée collée sur un côté en verre de la cuve. Ainsi, comme cette grille est graduée au millimètre près, une erreur de 0.5 mm sur la hauteur initiale est tout à fait acceptable. Le critère (large) que nous avons choisi est une éventuelle erreur de 1 mm ce qui correspond à un écart de 10 mL sur la courbe en volume. Si un écoulement présente un écart plus important avec d'autres pour aucune raison physique valable, il est supprimé.

## Chapitre 4

# Vidange d'un réservoir de fluides simples

 $L'expérience \ ne \ se \ trompe \ jamais, \ ce \ sont \ nos \ jugements \ qui \ se \ trompent.$  Léonard de Vinci

4.1	Modèl	le de Torricelli : du modèle à la réalité	64
	4.1.1	Hypothèses	64
	4.1.2	Démonstration de la loi et conséquences	64
	4.1.3	Confrontation aux expériences	66
	4.1.4	Dissipation dans la cuve et retour sur les hypothèses	67
	4.1.5	Définition des paramètres effectifs	70
	4.1.6	Détermination des paramètres effectifs dans chaque régime	72
		Cas avec et sans instabilité	72
		Cas avec une transition entre deux types d'instabilité	74
4.2	Résult	tats avec de l'eau : rôle de différents paramètres	76
	4.2.1	Analyse du problème et détermination des variables	76
		Propriétés géométriques du système	76
		Propriétés du fluide	76
		Valeurs des paramètres étudiés	77
	4.2.2	Influence de la hauteur initiale	77
		Écoulements identiques	77
		Temps de vidange	78
	4.2.3	Influence du rayon du trou de sortie	81
	4.2.4	Effet de la longueur du trou	82
	4.2.5	Effet de la tension de surface	83
4.3	Effet o	du mouillage sur l'écoulement de fluides simples	85
	4.3.1	Effet du mouillage : premières observations	85
	4.3.2	Influence du mouillage sur le jet en sortie	87
	4.3.3	Modèle et explications à partir de la forme du ménisque	89
	4.3.4	Confrontation avec l'expérience	96
		Couplage entre le mouillage et les autres paramètres	101
	4.3.5	Conclusions sur les effets de mouillage	103
4.4	Écoule	ements avec des fluides visqueux	104
	4.4.1	Résultats expérimentaux	104
	4.4.2	Modification de la loi de Torricelli pour les fluides visqueux	106
4.5	Concl	$usion \ldots \ldots$	109

Comme nous l'avons écrit dans l'introduction, ce chapitre est le cœur de cette thèse et présente une partie des résultats les plus marquants que avons obtenus. Dans ce chapitre, nous présentons les écoulements de fluides simples réalisés avec le dispositif expérimental que nous avons décrit au CHAPITRE 3. Ce chapitre est divisé en quatre parties.

Dans une première partie, nous allons d'abord rappeler le modèle de Torricelli pour la géométrie particulière de notre dispositif expérimental, puis nous confronterons ce modèle à des résultats expérimentaux et nous essayerons de comprendre d'où vient l'écart entre le modèle théorique et les observations expérimentales.

Dans une seconde partie, nous présenterons quelques résultats obtenus avec de l'eau et nous montrons l'effet de certains paramètres comme la hauteur de fluide, le rayon du trou de sortie, l'épaisseur de la plaque ou la tension de surface du fluide, sur l'écoulement.

La troisième partie de ce chapitre présente un des résultats les plus originaux de notre travail qui est l'effet du mouillage sur les écoulements. Dans cette partie, nous allons exposer les résultats expérimentaux que nous avons obtenus et décrire le modèle que nous avons développé pour expliquer ces observations. Il est à noter que ce travail a fait l'objet d'une publication dans *Physical Review Letters* [Ferrand2016].

Dans la quatrième et dernière partie de ce chapitre, nous montrons l'effet de la viscosité d'un fluide newtonien sur son écoulement à travers un orifice et comment on peut, en modifiant légèrement le modèle de Torricelli, rendre compte de cet effet.

## 4.1 Modèle de Torricelli : du modèle à la réalité

## 4.1.1 Hypothèses

Le modèle de Torricelli suppose que l'écoulement est incompressible, stationnaire et qu'il n'y a pas de dissipation (ou qu'elle peut-être négligée). Les deux premières affirmations pour un écoulement d'eau à travers un trou sont tout à fait raisonnables. Nos écoulements ne sont pas turbulents dans tous les cas de figure. La dissipation qui pourrait apparaître dans ce genre de régime est nulle ici. Cependant, l'effet de la viscosité sur l'écoulement est un point à approfondir.

Premièrement, nous pouvons estimer le nombre de Reynolds. Si nous regardons les courbes de débit du chapitre précédent, il est compris entre 13 et  $0 \text{ mL} \cdot \text{s}^{-1}$  pour un rayon de r = 2 mm. Ainsi la vitesse moyenne de l'écoulement  $V_0$  est comprise entre 1.04 et  $0 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ . Le nombre de Reynolds, avec  $V_0$  une vitesse caractéristique que l'on vient d'estimer,  $d_c$  une longueur caractéristique (ici le diamètre du trou),  $\rho$  la masse volumique du fluide et  $\eta$  la viscosité dynamique du fluide, est défini par :

$$Re = \frac{V_0 d_c \rho}{\eta} \tag{4.1}$$

Avec  $d_c = 2r = 4 \text{ mm}$ , on trouve, pour de l'eau, un Reynolds qui décroît de 4700 à 0. Ainsi, pour tout le début de l'écoulement, on a Re  $\gg 1$  et nous pouvons supposer que l'écoulement est parfait, c'est à dire que l'effet de la viscosité est négligeable. Nous reviendrons sur cette hypothèse dans le paragraphe 4.1.4.

## 4.1.2 Démonstration de la loi et conséquences

L'ensemble de cette démonstration s'inspire principalement de [Guyon1991, Ouziaux1966, Whitaker1984]. Un réservoir se vide par un petit orifice circulaire situé dans son fond. Nous appelons  $P_0$ la valeur de la pression atmosphérique. Notons également  $S_0 = \pi r^2$  la section de l'orifice, avec r le rayon du trou. Au niveau du trou, si l'écoulement est parfait alors les lignes de courant sont parallèles comme l'illustre la FIGURE 4.1 (a). La pression a donc la même valeur  $P_0$  dans le jet et à l'extérieur. Par ailleurs, si la section du récipient  $a^2$  est grande devant la section du trou  $S_0$ , la vitesse de descente de la surface libre sera très petite devant la vitesse du jet et pourra être négligée. Pour toutes les expériences réalisées au cours de cette thèse, le réservoir est une cuve carré de côté a = 10 cm, soit une



FIGURE 4.1 – Modèle de Torricelli pour un écoulement parfait et comparaison avec l'expérience. (a) Notations pour effectuer le calcul de l'écoulement parfait. Les lignes en pointillé et la ligne en trait plein entre les points E et S représentent des lignes de courant de l'écoulement. (b) Volume du fluide écoulé V en fonction du temps t. [Eau; Plexiglas; r = 2 mm;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ]. La courbe en pointillés représente la loi du modèle de Torricelli. La courbe en noire est la courbe expérimentale obtenue. Il y a un net écart entre l'expérience et le modèle même si la forme de la courbe semble similaire. L'épaisseur du trait contient la barre d'erreur de la mesure.

surface de  $10^{-2}$  m<sup>2</sup>. Le trou de rayon maximum r = 2 mm dans nos expériences possède une section de 1,26.10<sup>-5</sup> m<sup>2</sup>. Le rapport des deux est presque de 1000; la vitesse de descente de la surface libre est bien négligeable.

Soit h(t) la hauteur de fluide dans le récipient à l'instant t en prenant l'origine de l'axe vertical au niveau de l'orifice. La relation de Bernoulli le long d'une ligne de courant, par exemple la ligne ES représentée sur la FIGURE 4.1 (a), s'écrit :

$$P_0 + \rho g h(t) = P_0 + \frac{1}{2} \rho v_T^2(t)$$
(4.2)

avec  $v_T(t)$  la vitesse en sortie du jet, prédite par le modèle de Torricelli, qu'on considère uniforme et  $g = 9.81 \text{ m} \cdot \text{s}^{-2}$ , l'accélération de la pesanteur. La vitesse du jet vaut donc :

$$v_T(t) = \sqrt{2gh(t)}$$
(4.3)

Cette formule est connue sous le nom de formule de Torricelli. Cette vitesse dépend donc du temps puisque la quantité de fluide dans le récipient diminue. La fonction h(t) peut être explicitée par la conservation du débit avec  $v_h$  la vitesse de la surface libre :

$$v_h(t) = -\frac{\mathrm{d}h}{\mathrm{d}t} = \frac{\pi r^2}{a^2} v_T(t) = \frac{\pi r^2}{a^2} \sqrt{2gh(t)}$$

Nous aboutissons alors à l'équation différentielle :

$$\frac{\mathrm{d}h}{\mathrm{d}t} + \frac{\pi r^2 \sqrt{2g}}{a^2} \sqrt{h} = 0$$

Cette équation s'intègre par séparation des variables :

$$\int_{h_0}^{h(t)} \frac{\mathrm{d}h'}{\sqrt{h'}} = -\frac{\pi r^2 \sqrt{2g}}{a^2} \int_0^{t'} dt$$
$$2\left(\sqrt{h_0} - \sqrt{h(t)}\right) = \frac{\pi r^2 \sqrt{2g}}{a^2} t$$

Et donc :

$$h(t) = \left(\sqrt{h_0} - \frac{\pi r^2 \sqrt{2g}}{2a^2} t\right)^2$$
(4.4)

Cependant, la détection de la hauteur au cours du temps n'est pas une chose facile en pratique. En effet, même si la cuve a été conçue pour pouvoir visualiser sur le côté, la ligne de la surface libre n'est pas bien définie à cause du mouillage sur le verre. Ainsi une détection automatique s'avère compliquée. Il faut alors suivre la hauteur du fluide à l'œil sur les vidéos et la précision est faible (une erreur de 1 à 3 mm). Cette mesure a été effectuée pour les premiers écoulements mais cela prend beaucoup trop de temps pour être une technique de mesure viable. Néanmoins les résultats via ces mesures permettent de retrouver exactement les mêmes résultats que la technique de mesure de la masse écoulée que nous allons détailler.

Le moyen pour automatiser la mesure est d'évaluer la quantité de fluide qui a coulé en mesurant la masse dans le récipient sous la cuve. La technique a été décrite dans le précédent chapitre. Il faut donc remonter à la loi m(t) de la masse écoulée au cours du temps. Pour cela, nous utilisons le débit à travers l'orifice, en supposant que ce qui se passe au delà du trou n'a pas d'influence :

$$Q = \frac{\mathrm{d}m}{\mathrm{d}t} = \int_{S_0} \rho \mathbf{v} \cdot \mathbf{n} \mathrm{d}S$$
  
$$= \pi \rho r^2 V_0(t)$$
  
$$= \pi \rho r^2 \sqrt{2gh(t)}$$
  
$$= \pi \rho r^2 \sqrt{2g} \left(\sqrt{h_0} - \frac{\pi r^2 \sqrt{2g}}{2a^2} t\right)$$
  
$$= \pi \rho r^2 \sqrt{2gh_0} - \frac{\pi^2 \rho g}{a^2} r^4 t$$

Par intégration, sachant que la masse écoulée initiale est nulle, cela donne :

$$m(t) = \pi \rho r^2 \sqrt{2gh_0} t - \frac{\pi^2 \rho g}{2a^2} r^4 t^2$$
(4.5)

Comme dans le chapitre précédent, nous utiliserons le volume écoulé ainsi que le débit volumique qui ont pour expressions :

$$V(t) = \pi r^2 \sqrt{2gh_0} t - \frac{\pi^2 g}{2a^2} r^4 t^2 \qquad , \qquad Q_V(t) = \frac{Q}{\rho} = \pi r^2 \sqrt{2gh_0} - \frac{\pi^2 g}{a^2} r^4 t \qquad (4.6)$$

#### 4.1.3 Confrontation aux expériences

Les expressions trouvées dans la section précédente permettent de modéliser le volume écoulé au cours du temps sans paramètre ajustable. En effet, dans ce modèle, les seuls paramètres du problème sont la géométrie du réservoir a, la géométrie du trou r, la gravité moteur de l'écoulement g et la condition initiale  $h_0$ . Tous ces paramètres sont fixés. L'expression ne dépend pas du fluide utilisé. Cela s'explique tout d'abord par le fait que nous considèrons que le fluide est parfait (viscosité nulle) mais également que nous travaillons avec le volume faisant ainsi disparaître la masse volumique du fluide. Ceci justifie l'utilisation du volume à la place de la masse afin de pouvoir comparer des fluides plus ou moins denses.

Un exemple est donné sur la FIGURE 4.1 (b), sur laquelle sont tracées les données d'une expérience faite avec de l'eau à travers du plexiglas  $[a = 10 \text{ cm}; g = 9.81 \text{ m} \cdot \text{s}^{-2}; r = 2 \text{ mm}; h_0 = 10 \text{ cm}]$ . La prédiction théorique du modèle de l'écoulement parfait avec les paramètres de l'expérience est tracée en pointillés. La prédiction théorique surestime fortement la vitesse du fluide avec un temps de vidange égal à 114 s contre 150 s pour l'expérience. Comme le modèle ne possède aucun paramètre ajustable, cela signifie que les dissipations lors de l'écoulement ne sont pas négligeables et qu'il faut en tenir compte. Cependant, la forme de la courbe expérimentale ressemble à la courbe théorique mais un peu aplatie. Avant de nous intéresser aux formes des courbes, effectuons un calcul de dissipation dans la cuve.

## 4.1.4 Dissipation dans la cuve et retour sur les hypothèses

Calculons la dissipation visqueuse à l'intérieur de la cuve au premier ordre. Pour cela, considérons que l'écoulement est découpé en deux parties : l'intérieur du trou avec un écoulement bouchon à la vitesse  $v_T$  et un écoulement sphérique pour rentrer dans le trou. L'écoulement bouchon est une approximation au premier ordre qui semble raisonnable car la mise en place d'un écoulement de Poiseuille dans un canal met plusieurs dizaines de centimètres à s'établir. Supposons la cuve est très grande par rapport au trou et que les lignes de champ arrivent de manière isotrope sur le trou. Le trou mesure 2 mm de rayon contre une cuve de 10 cm de coté; l'hypothèse semble plutôt raisonnable. Soit une demi-sphère centrée sur le trou de rayon  $\zeta$  comme sur la FIGURE 4.2.



FIGURE 4.2 – Notations pour le calcul de la dissipation visqueuse dans le réservoir lors de l'écoulement. Nous considérons un écoulement bouchon à la vitesse  $v_T$  dans le trou de rayon r. La sphère en pointillés de rayon  $\zeta$  est la sphère sur laquelle on effectue le calcul de la dissipation. L'épaisseur de la plaque, notée e ici, ne joue pas de rôle dans le calcul.

La vitesse sur cette demi-sphère est supposée purement radiale et constante pour un  $\zeta$  donné. La conservation du débit entre la demi-sphère et le trou donne :

$$V(\zeta)\frac{1}{2}4\pi\zeta^2 = v_T\pi r^2$$
(4.7)

avec  $V(\zeta)$  la vitesse sur la demi-sphère de rayon  $\zeta$ ,  $V_0$  la vitesse dans le trou et r le rayon du trou. Donc :

$$V(\zeta) = \frac{v_T}{2} \frac{r^2}{\zeta^2} \tag{4.8}$$

Or la dissipation d'énergie cinétique par unité de temps pour un fluide newtonien, d'après [Guyon1991], peut s'écrire :

$$\frac{\mathrm{d}E_{\mathrm{c}}}{\mathrm{d}t} = -\frac{\eta}{2} \int_{\Omega} \sum_{i,j} \left( \frac{\partial v_i}{\partial x_j} + \frac{\partial v_j}{\partial x_i} \right) \left( \frac{\partial v_i}{\partial x_j} + \frac{\partial v_j}{\partial x_i} \right) \mathrm{d}\tau = -\frac{\eta}{2} \int_{\Omega} \sum_{i,j} e_{ij}^2 \mathrm{d}\tau \tag{4.9}$$

Avec  $\Omega$  le volume du réservoir supposé demi-infini et  $e_{ij}$  le tenseur des déformations. Ce tenseur s'écrit

en coordonnées sphériques ( $\zeta, \, \theta, \, \phi$ ) :

$$e_{\zeta\zeta} = \frac{\partial V_{\zeta}}{\partial \zeta}$$

$$e_{\theta\theta} = \frac{1}{\zeta} \left( \frac{\partial V_{\theta}}{\partial \theta} + V_{\zeta} \right)$$

$$e_{\phi\phi} = \frac{1}{\zeta \sin \theta} \left( \frac{\partial V_{\phi}}{\partial \phi} + V_{\zeta} \sin \theta + V_{\theta} \cos \theta \right)$$

$$e_{\zeta\theta} = \frac{1}{2} \left( \frac{1}{\zeta} \frac{\partial V_{\zeta}}{\partial \theta} + \frac{\partial V_{\theta}}{\partial \zeta} - \frac{V_{\theta}}{\zeta} \right)$$

$$e_{\theta\phi} = \frac{1}{2\zeta} \left( \frac{1}{\sin \theta} \frac{\partial V_{\theta}}{\partial \phi} + \frac{\partial V_{\phi}}{\partial \theta} - V_{\phi} \cot \theta \right)$$

$$e_{\phi\zeta} = \frac{1}{2} \left( \frac{1}{\zeta \sin \theta} \frac{\partial V_{\zeta}}{\partial \phi} + \frac{\partial V_{\phi}}{\partial \zeta} - \frac{V_{\phi}}{\zeta} \right)$$

Or l'écoulement n'est que suivant  $\mathbf{V}_{\zeta}$  ( $\mathbf{V}_{\theta} = \mathbf{V}_{\phi} = 0$ ) et ne dépend que de  $\zeta$ , donc  $e_{\zeta\theta} = e_{\theta\phi} = e_{\phi\zeta} = 0$ . Ainsi :

$$e_{ij}^{2} = e_{\zeta\zeta}^{2} + e_{\theta\theta}^{2} + e_{\phi\phi}^{2}$$
$$= \left(\frac{\partial V_{\zeta}}{\partial \zeta}\right)^{2} + \left(\frac{V_{\zeta}}{\zeta}\right)^{2} + \left(\frac{V_{\zeta}}{\zeta}\right)^{2}$$
$$= \left(\frac{\partial V_{\zeta}}{\partial \zeta}\right)^{2} + 2\left(\frac{V_{\zeta}}{\zeta}\right)^{2}$$

En utilisant l'équation (4.8) :

$$\frac{\mathrm{d}V_{\zeta}}{\mathrm{d}\zeta} = -\frac{v_T r^2}{\zeta^3} \tag{4.10}$$

Nous obtenons ainsi :

$$\frac{\mathrm{d}E_{\mathrm{c}}}{\mathrm{d}t} = -\frac{3\eta}{4} \int_{\Omega} \frac{v_T^2 r^4}{\zeta^6} d\tau \tag{4.11}$$

Ici, pour éviter une divergence, le début de l'intégrale est pris en r et jusqu'à l'infini comme le réservoir est supposé très grand. Nous obtenons :

$$\begin{aligned} \frac{\mathrm{d}E_{\mathrm{c}}}{\mathrm{d}t} &= -\frac{3\eta}{4}v_T^2 \int_{\Omega} \frac{r^4}{\zeta^6} \mathrm{d}\tau \\ &= -\frac{3}{4}v_T^2 r^4 \eta \int_r^{\infty} \frac{1}{\zeta^6} 4\pi \zeta^2 \mathrm{d}\zeta \\ &= -3\pi v_T^2 r^4 \eta \int_r^{\infty} \frac{1}{\zeta^4} \mathrm{d}\zeta \\ &= -3\pi v_T^2 r^4 \eta \left[-\frac{3}{\zeta^3}\right]_r^{\infty} \\ &= -9\pi v_T^2 r\eta \end{aligned}$$

Il reste maintenant à exprimer la vitesse  $v_T$  au cours du temps par la loi de Torricelli. Dans ce cas, nous surestimons la valeur de la vitesse et donc la variation de l'énergie cinétique mais cela permet d'obtenir un ordre de grandeur :

$$v_T^2 = 2gh(t)$$
  
=  $2g\left(\sqrt{h_0} - \frac{\pi r^2 \sqrt{2g}}{2a^2}t\right)^2$  d'après l'équation (4.4)  
=  $2gh_0 - \frac{\pi r^2 \sqrt{h_0}(2g)^{3/2}}{a^2}t + \frac{\pi^2 r^4 g^2}{a^4}t^2$ 

La variation d'énergie cinétique vaut alors :

$$\frac{dE_{\rm c}}{dt} = -18\pi r\eta gh_0 + \frac{9\pi^2 r^3 \sqrt{h_0} \eta (2g)^{3/2}}{a^2} t - \frac{9\pi^3 r^5 \eta g^2}{a^4} t^2 \tag{4.12}$$

Par intégration entre 0 et le temps d'écoulement  $t_{stop}$ , nous exprimons la perte d'énergie cinétique par frottements visqueux :

$$\Delta E_{\rm c} = -18\pi r\eta g h_0 t_{\rm stop} + \frac{9\pi^2 r^3 \sqrt{h_0} \eta (2g)^{3/2}}{2a^2} t_{\rm stop}^2 - \frac{3\pi^3 r^5 \eta g^2}{a^4} t_{\rm stop}^3$$
(4.13)

L'estimation de la perte par frottements visqueux pour de l'eau et un mélange eau 20%-glycérol 80% est présentée dans la TABLE 4.1. Le calcul est fait pour différentes tailles de trou et pour une hauteur initiale de 10 cm. Le temps d'écoulement  $t_{stop}$  est estimé à partir des données expérimentales.

Il faut maintenant comparer cette perte d'énergie à l'énergie initiale du système. L'énergie potentielle initiale est l'intégrale de l'énergie potentielle sur toute la hauteur du fluide. Pour cela, considérons une tranche de fluide à l'altitude h et d'épaisseur dh possédant une énergie potentielle  $\rho ga^2hdh$  avec  $a^2$  la section de la cuve. L'origine de l'énergie est prise au niveau du trou. Nous avons alors :

$$E_p = \int_0^{h_0} \rho g a^2 h \mathrm{d}h = \frac{\rho g a^2 h_0^2}{2}$$
(4.14)

Nous pouvons estimer cette énergie pour de l'eau et pour le mélange eau-glycérol avec une hauteur initiale de 10 cm :

$$E_{\rm p,eau} = 0,49 \,\,{\rm J}$$
 ,  $E_{\rm p,eau/gly} = 0,58 \,\,{\rm J}$  . (4.15)

Le rapport entre la dissipation et cette énergie potentielle initiale est présenté dans la TABLE 4.1. Dans le tableau est également reporté le nombre de Reynolds à t = 0. Cependant, pour rester cohérent avec le calcul de la dissipation, la vitesse caractéristique utilisée est la vitesse estimée par le modèle de l'écoulement parfait :

$$v_T(t=0) = \sqrt{2gh_0} \tag{4.16}$$

Ainsi le nombre de Reynolds est également surestimé dans ce tableau. À titre de comparaison nous avions trouvé Re = 4700 pour l'écoulement avec du plexiglas avec de l'eau sur un trou de r = 2 mmavec une hauteur initiale de  $h_0 = 10 \text{ cm}$ . Ici, il est estimé à 5600 soit environ 20% supplémentaire. Cette différence 20% est également présente entre le temps d'écoulement du modèle de l'écoulement parfait et de l'expérience. Néanmoins, cette surestimation ne modifie pas les conclusions physiques que nous en tirons.

Fluide	$\rho \; (\text{kg} \cdot \text{m}^{-3})$	$\eta$ (Pa·s)	$r (\rm{mm})$	$t_{\rm stop}$ (s)	$\Delta E_{\rm c} ({\rm J})$	$\Delta E_{\rm c}/E_{\rm p}$	Re
Eau	997	$0.89 \ 10^{-3}$	2	150	$-3.87 \ 10^{-3}$	0.9~%	5602
Eau	997	$0.89 \ 10^{-3}$	1.5	260	$-5.11 \ 10^{-3}$	1.2~%	4202
Eau	997	$0.89 \ 10^{-3}$	1	620	$-7.84 \ 10^{-3}$	1.8 %	2801
Eau	997	$0.89 \ 10^{-3}$	0.5	2000	$-1.50 \ 10^{-2}$	3.43~%	1400
Glycérol80-Eau20	1188	$3.1 \ 10^{-2}$	2	250	-0.17	29.3~%	215
Glycérol80-Eau20	1188	$3.1 \ 10^{-2}$	1.5	460	-0.54	93.1 %	161
Glycérol80-Eau20	1188	$3.1 \ 10^{-2}$	1	1400	- 1.01	174 %	107

TABLE 4.1 – Estimation de l'énergie cinétique dissipée pour différents rayons de trou avec de l'eau et un mélange eau(20%)-glycérol(80%). [Plexiglas;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ] Les temps d'écoulement ont été mesurés expérimentalement.

Nous sommes donc conscients que ce calcul n'est qu'une estimation et que certaines valeurs sont sur-estimées ou sous-estimées. Nous pouvons donner deux explications :

- Nous verrons que le rayon que l'on doit mettre pour rendre compte des expériences est un rayon effectif mesurant 80 à 90 % du rayon réel;
- La vitesse du fluide diminue fortement à la fin de l'écoulement, avec un jet aminci, voire un régime de goutte à goutte. Ceci est surtout le cas pour le glycérol et les petits trous.

Néanmoins, ce calcul de dissipation nous renseigne sur plusieurs points :

- Les valeurs de dissipation par frottements visqueux dépendent peu de la taille du trou mais fortement de la viscosité;
- La proportion d'énergie dissipée dans la cuve pour l'eau est complètement négligeable. Cela signifie que l'hypothèse d'un écoulement parfait dans la cuve est justifiée. Les valeurs du nombre de Reynolds le confirment. Cependant, nous avons vu que les courbes expérimentales présentent un net écart avec ce modèle. La dissipation manquante se situe donc au niveau du trou.
- La proportion d'énergie dissipée dans la cuve pour le mélange visqueux eau-glycérol est bien plus important et peut même dépasser l'énergie potentielle de départ, ce qui n'est pas physique. Dans ce cas là, la valeur de la vitesse estimée est bien trop grande par rapport à ce qu'elle est expérimentalement.

Nous avons ainsi justifié que pour des fluides peu visqueux l'écoulement à l'intérieur de la cuve est parfait et que le modèle devrait s'appliquer. Il y a également une forte différence de dissipation à l'intérieur de la cuve entre les deux fluides. Ainsi, si une différence notable se retrouve dans les mesures effectuées entre les deux fluides, cet argument pourra être évoqué.

## 4.1.5 Définition des paramètres effectifs

Le modèle ne permet pas de rendre compte des observations expérimentales. Cependant, comme nous l'avons vu sur la FIGURE 4.1, la courbe V(t) expérimentale possède la même forme que le modèle. Il est raisonnable d'essayer d'ajuster une courbe de la forme  $V(t) = \alpha_T t^2 + \beta_T t$  sur les données avec :

$$\alpha_T = -\frac{\pi^2 g}{2a^2} r_{\text{eff}}^4 \qquad , \qquad \beta_T = \sqrt{2g} \pi r_{\text{eff}}^2 h_{0\text{eff}}^{1/2} \tag{4.17}$$

où l'on a défini un rayon effectif  $r_{\text{eff}}$  et une hauteur initiale effective  $h_{0\text{eff}}$ . En effet, en regardant attentivement l'équation (4.6) nous remarquons que les deux seuls paramètres susceptibles d'être modifiés par un écoulement réel par rapport à un écoulement parfait sont ceux-ci. Tous les autres paramètres sont des constantes ou la taille de la cuve (qui ne doit pas avoir d'importance sur l'écoulement car très grand devant la taille du trou). Les coefficients de l'ajustement permettent directement de calculer ces coefficients effectifs.

Ceci signifie que l'écoulement réel se comporte comme un écoulement parfait possédant un rayon (plus petit)  $r_{\text{eff}}$  et une hauteur de fluide initiale (plus petite)  $h_{0\text{eff}}$ . Ces deux paramètres effectifs permettent de rendre compte de la dissipation de l'écoulement mais de manière différente. En effet, si le trou perçu par le fluide est plus petit c'est que le rayon effectif traduit les dissipations à travers le trou. D'un autre côté, la hauteur de fluide ressentie au niveau du trou est plus faible et donc la hauteur initiale quantifie la dissipation à l'intérieur de la cuve en amont du trou. Ceci a l'avantage de découpler deux phénomènes physiques de dissipation. Dans la littérature on trouve le plus souvent une correction sur la vitesse de l'écoulement [Clanet2000] en plaçant un coefficient multiplicatif à  $v_T$ inférieur à 1. Plus récemment, Saleta [Saleta2005] ajoute ce coefficient mais découple le problème en ajoutant un  $\Delta h$  dans l'équation des pertes, rendant compte des dissipations indépendantes de la vitesse. Nous ferons plus tard le lien avec ces approches et les modifications de l'équation de Bernoulli avec de la dissipation. Pour le moment, nous nous contenterons d'une définition simple de ces paramètres et d'une interprétation physique directe.

Ces ajustements et la détermination des coefficients effectifs ont été faits sur deux exemples (voir FIGURE 4.3) : avec ou sans la présence d'une instabilité. Il est très facile de voir sur la vidéo si le jet présente une instabilité même faible.

La FIGURE 4.3 (a) traite le cas où le jet ne présente pas d'instabilité en sortie, d'après la vidéo. Il s'agit d'un écoulement d'eau à travers un trou de r = 1.75 mm percé dans du verre hydrophobe et pour une hauteur initiale  $h_0 = 6$  cm. Un ajustement quadratique effectué sur la quasi-totalité de l'écoulement est tracé en pointillés sur la courbe. La fin de l'écoulement n'est pas prise en compte pour l'ajustement car plus la vitesse de sortie diminue (car la hauteur d'eau diminue) plus l'écoulement s'écarte de l'écoulement parfait. Cet ajustement correspond très bien aux données expérimentales. Nous trouvons alors comme paramètres effectifs :

$$r_{\rm eff} = 1.51 \,\mathrm{mm}$$
 ,  $h_{0\rm eff} = 5.98 \,\mathrm{cm}$  (4.18)

Ces valeurs doivent être comparées aux valeurs réelles de l'écoulement et donc en général nous nous intéresserons aux valeurs  $r_{\rm eff}/r$  et  $h_{0\rm eff}/h_0$  ici respectivement égales à 86.6% et 99.6%. Ainsi, la totalité de la dissipation de l'écoulement par rapport au modèle du fluide parfait se retrouve dans le rayon effectif. Ce résultat confirme que la dissipation dans le réservoir en amont du trou est négligeable comme l'a montré le calcul théorique explicité en section 4.1.4 pour de l'eau avec cette taille de trou. Le paramètre important pour caractériser ces écoulements semble donc être le rayon effectif. Aucune incertitude ne peut être donnée sur des critères objectifs car trop dépendante de l'appréciation de l'expérimentateur qui effectue les traitements. Les incertitudes seront calculées comme l'écart type des valeurs trouvées pour différentes expériences effectuées avec les mêmes paramètres expérimentaux.

Afin de quantifier l'écart entre l'ajustement quadratique et les données expérimentales, nous avons tracé, en insert, la différence entre l'ajustement et les données par :

$$\delta V = V_{\text{ajustement}} - V_{\text{données}} \tag{4.19}$$

Pour le cas sans instabilité (a) cette quantité est quasiment constante et ne dépasse pas 2 mL en valeur absolue. Ainsi l'ajustement peut être considéré comme satisfaisant dans ce cas.



FIGURE 4.3 – Ajustement quadratique sur la quasi-totalité de l'écoulement sur des courbes V(t) dans deux cas différents : avec ou sans instabilité. (a) [Verre hydrophobe; Eau; r = 1.75 mm;  $h_0 = 6 \text{ cm}$ ] La vidéo montre l'absence d'instabilité. L'ajustement quadratique correspond aux données expérimentales. L'insert montre que la différence entre les données et l'ajustement est quasiment constante et inférieure à 2 mL en valeur absolue. (b) [Verre; Eau; r = 1.75 mm;  $h_0 = 11 \text{ cm}$ ] La vidéo montre la présence d'une instabilité. La courbe semble globalement correspondre aux données expérimentales. Néanmoins, l'insert montrant la différence entre l'ajustement et les données présente des variations non monotones.

La FIGURE 4.3 (b) présente le cas où une instabilité est présente sur la vidéo. Il s'agit d'un écoulement d'eau à travers un trou de r = 1.75 mm percé dans du verre et pour une hauteur initiale  $h_0 = 11 \text{ cm}$ . Un ajustement est tracé sur la même proportion de l'écoulement que précédemment. Globalement l'ajustement semble rendre compte des données et on trouve les coefficients effectifs :

$$r_{\rm eff} = 1.63 \,\mathrm{mm}$$
 ,  $h_{0\rm eff} = 10.90 \,\mathrm{cm}$  (4.20)

soit :

$$r_{\rm eff}/r = 93.1\%$$
 ,  $h_{0\rm eff}/h_0 = 99\%$  (4.21)

Les conclusions sur la répartition des dissipations sont les mêmes que précédemment. Néanmoins, le rayon effectif pour le cas du verre (cas avec une instabilité) est plus important que le cas du verre hydrophobe. Pour le moment, il est impossible de conclure sur les mécanismes physiques permettant d'expliquer ces différences. La fin de ce chapitre apportera une réponse à cette question.

À présent nous pouvons regarder le tracé de  $\delta V$  en insert et nuancer le fait que l'ajustement rend parfaitement compte des données. En effet,  $\delta V$  présente des variations plus importantes que dans le cas sans instabilité et notamment une variation non monotone de presque 5 mL. Nous pouvons découper l'écoulement en deux parties constituant l'instabilité et le jet stable. La transition, repérée sur la vidéo de l'écoulement, est notée par une ligne points-tirets sur le graphique. L'ajustement effectué est donc une moyenne entre l'écoulement avec et sans instabilité et les deux parties peuvent être écrites ainsi :

- Au début de l'écoulement, l'ajustement sous-estime le volume écoulé avec un  $\delta V < 0$ . Lorsqu'une instabilité est présente, le fluide a tendance à couler plus vite;
- Après la transition, l'ajustement sur-estime le volume écoulé avec un  $\delta V > 0$ . Le fluide coule moins vite sans instabilité qu'avec.

Cette étude de  $\delta V$  permet donc d'affirmer que la présence d'une instabilité pose des problèmes d'ajustement global de la courbe V(t). Les deux régimes (avec et sans instabilité) doivent être traités séparément si nous voulons bien rendre compte de ce qui se passe dans l'écoulement.

### 4.1.6 Détermination des paramètres effectifs dans chaque régime

#### Cas avec et sans instabilité

L'étude de la courbe V(t) dans sa globalité ne permet pas de rendre compte des différents régimes de l'écoulement. Il serait possible d'effectuer un ajustement sur les deux parties qu'il est possible de repérer sur la vidéo. Cependant, il est plus intéressant d'avoir deux mesures indépendantes (masse et vidéo) des régimes et de pouvoir les comparer. Pour cela, nous allons nous intéresser au débit volumique  $Q_V(t)$  plutôt qu'au volume écoulé V(t). Les courbes  $Q_V(t)$ , correspondantes aux V(t) de la partie précédente, sont présentées sur la FIGURE 4.4. D'après la théorie développée plus haut et les considérations de coefficients effectifs, nous devrions trouver une équation de la forme :

$$Q_V = \pi \sqrt{2g} r_{\rm eff}^2 h_{\rm 0eff}^{1/2} - \frac{\pi^2 g}{a^2} r_{\rm eff}^4 t$$
(4.22)

à savoir une droite pour les courbes  $Q_V(t)$ . La pente de cette droite est directement reliée au rayon effectif alors que l'ordonnée à l'origine nous donnera la hauteur initiale effective. Distinguons encore les cas avec et sans instabilité des deux exemples précédents. Le cas sans instabilité sur du verre hydrophobe est présenté sur la FIGURE 4.4 (a). La courbe ressemble bien à une droite dont la pente décroit sur la fin de l'écoulement. Sur la vidéo, cela correspond à une phase où le jet s'amincit petit à petit jusqu'à s'arrêter. Le modèle de l'écoulement parfait n'est plus valable dans ce régime. Nous pouvons focaliser notre étude sur la première partie de la courbe où un ajustement linéaire rend bien compte des données. La partie sur laquelle l'ajustement a été effectué est notée en vert sur la figure et la droite correspondante en pointillés. Celle-ci est superposée aux données. Nous définissons l'écart entre l'ajustement et les données comme précédemment :

$$\delta Q_V = Q_{V \text{ajustement}} - Q_{V \text{données}} \tag{4.23}$$

Cette quantité est tracée en insert de la figure et est très faible (inférieure à  $0.02 \,\mathrm{mL \cdot s^{-1}}$ ) sur l'ensemble de l'ajustement. Les paramètres effectifs pour le régime stable (stb) sont extraits :

$$r_{\rm eff}^{\rm stb}/r = 85.5\%$$
 ,  $h_{\rm 0eff}^{\rm stb}/h_0 = 102\%$  (4.24)

Ces valeurs peuvent alors être comparées à celles trouvées pour l'ajustement quadratique sur le volume. Le rayon effectif est légèrement plus faible (86.6%) et la hauteur initiale effective plus grande (99.6%). Ceci s'explique simplement par la plage sur laquelle ont été faits les ajustements. Sur la courbe V(t), nous avons pris la quasi-totalité de l'écoulement avec notamment la fin et le jet aminci. Lors de ce régime de fin d'écoulement, le rayon effectif est plus grand car la pente du débit volumique est plus grande en valeur absolue. Ainsi, dans ce cas de figure, plus l'ajustement sera fait sur une grande plage, plus le rayon effectif sera grand pour cette raison. L'écart n'est pas très important mais la méthode avec le débit volumique permet de déterminer un critère arbitraire sur  $\delta Q_V$  pour choisir la plage. Ce critère pourra varier en fonction des exemples mais, sur celui de la FIGURE 4.4 (a), il est fixé à  $|\delta Q_V| < 0.02 \,\mathrm{mL\cdot s^{-1}}$ .



FIGURE 4.4 – Ajustements linéaires des courbes  $Q_V(t)$  pour deux cas différents : avec ou sans instabilité. (a) [Verre hydrophobe; Eau; r = 1.75 mm;  $h_0 = 6 \text{ cm}$ ] Absence d'instabilité. L'ajustement linéaire, tracé en pointillés, est effectué sur la partie surlignée en vert. Il correspond bien aux données expérimentales sur la plage considérée. L'insert montre que la différence entre les données et l'ajustement (quantité  $\delta Q_V$  définie dans le texte) est toujours inférieure à  $0.02 \text{ mL} \cdot \text{s}^{-1}$  en valeur absolue sur la plage verte. (b) [Verre; Eau; r = 1.75 mm;  $h_0 = 11 \text{ cm}$ ] Présence d'une instabilité qui disparaît en t = 90 s marqué en points-tirets sur les courbes. Un ajustement pour chaque régime, tracé en pointillés, est effectué sur les plages en rouge et vert. Ils correspondent bien aux données sur les plages respectives. L'insert montre que la différence entre les données pour chaque ajustement avec les couleurs correspondantes. La courbe en noir correspond à l'écart qu'on obtiendrait pour un ajustement global sur les deux plages.

L'étude du débit volumique pour le cas sans instabilité permet de légèrement affiner l'ajustement et les valeurs des paramètres effectifs. Lors de la présence d'une instabilité, cette étude permet de traiter les deux régimes séparément. La FIGURE 4.4 (b) présente le débit volumique dont la courbe V(t) a été présentée à la section précédente. Il s'agit d'un écoulement sur du verre avec une instabilité d'environ 90 s sur le film. La courbe  $Q_V(t)$  présente nettement deux régimes avec deux droites de pentes différentes. L'instant de la rupture de pente sur  $Q_V(t)$  coïncide avec à la fin de l'instabilité sur le film. Ce temps mesuré sur la vidéo a été repéré par une ligne tirets-points. Il est ainsi possible de faire un ajustement sur chaque régime dans la plage où la courbe est considérée comme une droite. Ceci est fait sur la courbe : sur la partie en rouge pour l'instabilité et en vert pour le régime stable. Les droites d'ajustement ont été tracées en pointillés et rendent compte des données sur les plages considérées. Le croisement des deux droites a pour abscisse 81 s et ne correspond pas à la transition vers le régime stable de la vidéo. Physiquement cela n'a pas de raison d'être le cas. En effet, les ajustements effectués consistent à considérer que le fluide est parfait dans des gammes éloignées de la transition cependant ils ne prévoient pas que la frontière entre les deux régimes corresponde à l'arrêt de l'instabilité. De plus, nous pouvons voir sur la vidéo que la transition vers le régime stable n'est pas abrupte mais que les gouttes formant l'instabilité ont tendance à s'allonger jusqu'à obtenir un jet stable. Cette description sera étoffée dans le CHAPITRE 5. L'insert montre la quantité  $\delta Q_V$  pour les deux plages d'ajustement avec les couleurs respectives. Un ajustement allant du début de la plage rouge à la fin de la plage verte (non visible) sur la courbe principale a été réalisé et sa quantité  $\delta Q_V$  a été ajoutée en insert en noir. Ceci permet de montrer que l'ajustement global permet de moyenner les deux régimes mais s'écarte beaucoup plus des données que ceux sur chaque plage. Nous pouvons alors extraire les paramètres effectifs pour le régime instable :

$$r_{\rm eff}^{\rm ins}/r = 95.7\%$$
 ,  $h_{0\rm eff}^{\rm ins}/h_0 = 92.5\%$  (4.25)

et pour le régime stable :

$$h_{\text{eff}}^{\text{stb}}/r = 87.1\%$$
 ,  $h_{0\text{eff}}^{\text{stb}}/h_0 = 96.4\%$  (4.26)

L'écart le plus net est celui pour le rayon effectif. De plus, la valeur trouvée par l'ajustement quadratique global de la courbe V(t) donne une valeur intermédiaire qui n'est pas la moyenne (car les régimes ne durant pas le même temps ils n'auront pas le même poids dans la moyenne de l'ajustement). Les valeurs sur la hauteur initiale sont plus dures à interpréter et bien plus sensibles à la plage choisie (car il s'agit d'une extrapolation à l'origine). Un écart de 5 à 10 % n'est pas significatif dans ce cas de figure.

#### Cas avec une transition entre deux types d'instabilité

1

Comme nous le discuterons au chapitre suivant, pour certains écoulements, nous observons une transition nette et rapide entre deux types d'instabilité : une instabilité A, qui possède une grande amplitude et une instabilité B qui a une amplitude bien plus faible. Sur la vidéo, nous observons une diminution brutale et quasi instantanée de l'amplitude de l'instabilité qui existait depuis le début de l'écoulement. Cette transition a une influence sur le débit. Un ajustement sur la courbe V(t) est possible pour moyenner les effets pendant l'écoulement mais pour une étude plus raffinée, il faut utiliser  $Q_V(t)$ .

Un exemple d'écoulement de ce type est traité sur la FIGURE 4.5 pour un trou r = 1.75 mm percé dans du plexiglas avec une hauteur initiale d'eau  $h_0 = 10$  cm. Sur la figure (a) est tracée la quantité  $Q_V(t)$  et les transitions, entre les deux types d'instabilité et vers le régime stable, repérées sur la vidéo, sont marquées en points-tirets. En comparant avec la FIGURE 4.4 d'un écoulement avec une instabilité sans transition en son sein, une nette différence est visible. La courbe présente un décrochement au moment de la transition sur la vidéo. Celui-ci s'identifie à un point d'inflexion sur la courbe et donc l'étude de la dérivée  $\frac{dQ_V}{dt}$  permet de repérer cet instant. Dans le cadre de l'exemple, cette quantité est tracée sur la figure (b). Cette courbe présente un minimum très marqué aisément repérable. L'instant de ce minimum correspond à 1 s près dans la plupart des cas à l'instant de la transition sur la vidéo. Ceci est surement dû au caractère quasi-instantané de la transition par rapport au temps d'écoulement. L'instant de la transition vers le régime stable ne correspond à rien sur cette courbe.

Nous avons donc une méthode de mesure de l'instant de la transition entre les deux types d'instabilité. La détection de la transition vers le régime stable a été décrite dans le paragraphe précédent. Une fois les régimes repérés, il est possible d'effectuer un ajustement linéaire sur chacun d'eux. Ceci a été fait de la même façon que précédemment sur des plages, marquées en bleu, rouge et vert, où nous considérons que les régimes sont parfaitement établis et que  $Q_V$  est bien une droite. Les ajustements sont toujours tracés en pointillés. Les droites pour les deux régimes instables sont quasiment parallèles et vont donc donner le même rayon effectif. De plus, le croisement entre les deux dernières droites rend bien mieux compte de l'instant de la transition de la vidéo. Ceci est principalement dû au fait que l'instabilité est moins importante dans ce cas que dans le précédent et que la durée de celle-ci est



FIGURE 4.5 – Détermination et caractérisation des différents régimes lorsqu'une transition est présente pendant l'instabilité. Les transitions sur les films sont marquées en pointstirets sur les courbes. [Plexiglas; Eau; r = 1.75 mm;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ] (a) Débit volumique en fonction du temps. Un ajustement pour chaque régime est effectué sur les plages bleu, rouge et verte. Il y a correspondance avec les données expérimentales sur ces plages respectives. L'insert montre la différence entre les données et chaque ajustement avec les couleurs correspondantes. La courbe en noir correspond à l'écart obtenu par un ajustement global sur les trois plages. (b) Courbe de la dérivée du débit volumique sur tout l'écoulement. Le minimum de cette fonction correspond à la transition pendant l'instabilité facilement mesurable.

plus courte. En insert, la quantité  $\delta Q_V$  a été tracée pour chaque plage avec les couleurs correspondantes mais également celui pour un ajustement global sur les trois régimes. La découpe en plusieurs régimes permet de bien mieux rendre compte des données expérimentales même si l'ajustement moyen ne présente pas un écart trop important. Les paramètres effectifs pour la première partie du régime instable :

$$r_{\rm eff}^A/r = 88.2\%$$
 ,  $h_{0\rm eff}^A/h_0 = 96.2\%$  (4.27)

pour la seconde partie :

$$h_{\text{eff}}^B/r = 86.4\%$$
 ,  $h_{0\text{eff}}^B/h_0 = 92.3\%$  (4.28)

et pour le régime stable :

$$r_{\text{eff}}^{\text{stb}}/r = 83.0\%$$
 ,  $h_{0\text{eff}}^{\text{stb}}/h_0 = 96.4\%$  (4.29)

À titre de comparaison, l'ajustement moyen donne :

1

$$r_{\rm eff}^{\rm moy}/r = 87.8\%$$
 ,  $h_{\rm 0eff}^{\rm moy}/h_0 = 98.0\%$  (4.30)

Le rayon effectif décroit au fur et à mesure des régimes même si les deux premiers ont des valeurs proches. Comme précédemment, les valeurs de la hauteur initiale effective ne varient pas assez pour être pertinentes. Les valeurs pour l'ajustement moyen sont assez proches des valeurs de chaque régime mais une comparaison est plus difficile. En effet, à cause du point d'inflexion entre les deux régimes instables, la valeur globale ne correspond pas vraiment à une valeur moyennée des régimes mais à une moyenne pondérée sur tout l'écoulement (qui dépend de la durée de chaque régime).

Nous venons ainsi de décrire des méthodes pour caractériser l'écoulement à partir des relevés de masse. Les ajustements qu'il est possible d'effectuer sur les courbes nous permettent de calculer des paramètres effectifs  $r_{\text{eff}}$  et  $h_{0\text{eff}}$  définis à partir du modèle de Torricelli. Nous distinguerons deux façons de procéder :

• Travailler de manière globale sur la quasi-totalité de l'écoulement avec les courbes V(t). Ceci permet au premier ordre de moyenner les paramètres et de considérer l'écoulement dans son ensemble.

• Travailler sur les différents régimes stable et instable à partir de la courbe  $Q_V(t)$ . Ceci permet de comparer les régimes qui apparaissent en fonction des données du système et d'étudier les instabilités.

L'une ou l'autre des approches sera choisie en fonction des aspects physiques à étudier.

## 4.2 Résultats avec de l'eau : rôle de différents paramètres

## 4.2.1 Analyse du problème et détermination des variables

Le système expérimental, les mesures effectuées, les traitements, le modèle de Torricelli et l'extraction de paramètres effectifs ont été décrits au début de ce chapitre. Les principaux travaux de cette thèse ont consisté à étudier les effets de la variation du mouillage entre la plaque et le fluide et la viscosité du fluide sur l'écoulement. Néanmoins, nous pouvons nous demander quels sont les autres paramètres du système et du fluide qui peuvent avoir une influence sur l'écoulement. Ce paragraphe est consacré à cette liste de paramètres, et, par la suite, des expériences seront présentées pour certains paramètres pertinents.

## Propriétés géométriques du système

Listons les paramètres géométriques du système et l'analyse physique sur ceux-ci :

- La forme et la taille a du réservoir : le réservoir a été conçu pour être très grand devant la taille du trou. Ainsi la taille et la forme de la cuve ne devrait pas avoir d'influence tant que les effets de bord sont négligeables. Nous avons gardé pendant toutes les expériences une cuve à base carré de côté a = 10 cm.
- La hauteur de la cuve : elle n'aura une influence que sur la hauteur initiale de fluide maximale que nous pouvons introduire. Elle a été fixée à environ 13 cm avec un système de fermeture hermétique de la chambre contenant le fluide permettant d'augmenter la pression au-dessus du fluide. Ce système de surpression n'a pas été utilisé durant la thèse.
- La distance entre le trou et le cristallisoir récupérant le fluide : l'impact du fluide sur le cristallisoir peut modifier l'écoulement notamment pour certains fluides complexes. Nous avons, dans certaines configurations, modifié la taille des pieds du réservoir. Aucun effet notable n'a été perçu lors de nos expériences.
- La forme, le rayon et la longueur du trou : ces paramètres sont les plus évidents pour une modification notable de l'écoulement. Pour garder une symétrie de révolution et pour des facilités de conception, tous les trous sont circulaires. Les valeurs utilisées et la justification se trouve dans le paragraphe suivant.

## Propriétés du fluide

Le fluide a bien entendu une importance capitale mais détaillons les propriétés d'un fluide simple (l'étude des fluides complexes sera effectuée au chapitre 6) susceptibles de modifier l'écoulement :

- La masse volumique : la densité du fluide ne semble pas un paramètre pertinent car avons vu que V(t) et  $Q_V(t)$  du modèle de Torricelli ne dépendaient pas de  $\rho$ . Nous resterons conscient que le changement de fluide entraînera une modification de la masse volumique  $\rho$  du fluide.
- La tension de surface liquide-air  $\gamma$ : elle peut avoir une influence sur la formation du ménisque en sortie ou le développement d'instabilités. La modification de l'interaction liquide-air, en modifiant les propriétés du liquide, va modifier l'interaction liquide-solide (et donc  $\theta_S$ ). L'idéal pour cette étude, qui n'a pas été fait dans cette thèse, est de modifier le gaz environnant en plaçant le système dans une enceinte contrôlée.
- La viscosité dynamique du fluide  $\eta$ : plus celle-ci sera grande plus les dissipations, dans le fluide et au niveau du trou, seront importante. Notre paramètre sera la viscosité cinématique pour s'affranchir de la masse volumique du fluide.
- L'interaction entre la plaque et le fluide caractérisé par l'angle de contact statique  $\theta_S$ : nous verrons que la modification de cette interaction a une influence sur l'hydrodynamique de l'écoulement.

$h_0 (\mathrm{cm})$	3	4	5	6	7	8	9	10	11	]		
r (mm)	0.50	0.75	1.00	1.25	1.50	1.75	2.00			-		
$\theta_S$ (°)	13.2	51.8	63.8	67.7	87.7	98.5		-				
e (mm)	2	4					-					
$\gamma (mN \cdot m^{-1})$	68	65	62	57	37							
$\nu (10^{-6} \mathrm{m^2 \cdot s^{-1}})$	0.884	4.94	10.8	13.4	19.9	33.3	35.0	54.0	60.4	78.5	138	146

TABLE 4.2 – Valeurs utilisées des paramètres de notre système. Les barres d'erreur ne sont pas rappelées par souci de lisibilité mais sont présentes en amont dans le manuscrit.

#### Valeurs des paramètres étudiés

Nous avons détaillé tous les paramètres pouvant avoir une influence sur les écoulements. Les valeurs des paramètres que nous avons utilisés sont regroupées dans la TABLE 4.2. Ceci constitue un récapitulatif afin d'avoir un ensemble des valeurs des paramètres du système. Chaque valeur possède une barre d'erreur qui n'est pas rappelée dans le tableau mais qui a été précédemment présentée.

Afin d'étudier l'influence des différents paramètres sur le système, nous fixerons l'ensemble des paramètres sauf celui d'étude qui prendra une partie ou la totalité des valeurs notées dans la TABLE 4.2. Il faut garder en tête que l'étude principale de cette thèse est l'étude de la variation du mouillage et de la viscosité du fluide sur l'écoulement. Nous avons choisi d'étudier les paramètres dans cet ordre :  $h_0, r, e, \gamma, \theta_S, \nu$ .

## 4.2.2 Influence de la hauteur initiale

#### Écoulements identiques

Commençons par faire varier la hauteur initiale du fluide  $h_0$ . Le moteur de la vidange est la gravité. Ainsi la variation de  $h_0$  va modifier l'écoulement et sa dynamique. Tous les résultats présentés ici sont valables pour tous les paramètres mais nous prenons un exemple avec ce jeu de paramètres (correspondant à un fond en plexiglas et de l'eau comme fluide) :

 $r = 1.75 \,\mathrm{mm}$   $\theta_S = 63.8^{\,\mathrm{o}}$   $e = 2 \,\mathrm{mm}$   $\gamma = 71.91 \,\mathrm{mN \cdot m^{-1}}$   $\nu = 0.884 \,10^{-6} \,\mathrm{m^2 \cdot s^{-1}}$ 

Des écoulements pour des hauteurs initiales allant de 11 cm à 4 cm ont été réalisés avec ces paramètres. La FIGURE 4.6 présente les résultats pour ces écoulements. Les courbes V(t) sont tracées sur la figure (a) pour toutes les hauteurs. Toutes les courbes possèdent toujours la même forme parabolique avec un départ commun et une arrivée décalée à chaque fois. Il est assez difficile de comparer ces courbes en l'état. Il serait possible d'extraire des paramètres effectifs comme nous l'avons montré plus tôt. Néanmoins il est plus intéressant d'étudier le débit volumique de ces écoulements, et plus particulièrement le débit volumique en fonction de la hauteur de fluide.

Nous avons vu que nous pouvions tracer le débit volumique en fonction du temps et que nous avons à la fois le volume écoulé au cours du temps et le volume initial. Il est alors possible de remonter à la hauteur du fluide au cours du temps h(t). Le débit volumique en fonction de la hauteur du fluide dans la cuve est tracé sur la figure (b). Les courbes ne démarrent pas exactement à  $h_0$  à chaque fois à cause du traitement pour la dérivation expliquée précédemment. Toutes les courbes pour les hauteurs initiales différentes se superposent. Cela signifie qu'il n'y pas d'effet mémoire sur l'écoulement. Ainsi, si l'écoulement démarre à n'importe quel  $h_0 < 11$  cm nous sommes en mesure de prédire exactement la courbe d'écoulement.

Il reste un cas où cette prédiction n'est pas toujours valable. En effet, comme nous pouvons le voir au milieu de la courbe et plus en détail dans l'insert, une courbe est en dessous des autres au départ avant de rejoindre la courbe maîtresse. Il faut savoir que cet écoulement présente une transition entre une instabilité A et une instabilité B où le jet passe d'une instabilité avec une grande amplitude à une instabilité avec une amplitude plus faible. Nous avons vu précédemment comment repérer cette transition quasi-instantanée car elle correspond à un point d'inflexion. La courbe est justement en



FIGURE 4.6 – Écoulements avec variation de la hauteur initiale  $h_0$ . [Plexiglas; Eau; r = 1.75 mm] (a) Volume écoulé V en fonction du temps t pour des hauteurs initiales entre 4 et 11 cm. (b) Débit volumique  $Q_V$  en fonction de la hauteur de fluide. Toutes les courbes se superposent. L'insert montre un zoom au moment de la transition dans l'instabilité. Une courbe démarre plus bas car l'instabilité B est apparue sans la A pour cette hauteur initiale de 7 cm.

dessous de ce point d'inflexion. Cela signifie que l'écoulement démarrant à  $h_0 = 7 \text{ cm}$  ne possède pas d'instabilité de type A mais démarre directement avec celle de type B dont le débit est moins important. Tout ceci est confirmé par les vidéos du jet. Ainsi, l'écoulement est parfaitement le même à une hauteur donnée quelque soit la hauteur initiale sauf proche des transitions entre les instabilités.

Il est également important de remarquer que les courbes V(t) pour chaque hauteur initiale n'atteignent pas le volume initial dans la cuve. Cela signifie que lorsque l'écoulement s'arrête, il reste une certaine hauteur de fluide  $h_f$  dans la cuve. Cette hauteur n'a pas l'air de dépendre de la hauteur initiale de fluide.

Nous considérerons donc que la hauteur initiale n'est pas un paramètre de modification des écoulements pour les fluides non visqueux tout en gardant à l'esprit que proche des transitions il peut y avoir une différence.

### Temps de vidange

Nous avons vu que pour des écoulements d'eau, la hauteur initiale ne modifiait pas le débit pour une hauteur donnée. À présent nous pouvons analyser ces écoulements avec le modèle de Torricelli présenté précédemment. Pour cela, nous pourrions regarder les coefficients effectifs mais comme toutes les courbes sont les mêmes, le fait de changer la hauteur initiale ne permet pas de valider le modèle. Nous allons présenter une autre approche. Nous avons vu que le volume écoulé au cours du temps pouvait s'écrire comme :

$$V(t) = \pi r^2 \sqrt{2gh_0} \ t - \frac{\pi^2 g}{2a^2} r^4 t^2$$
(4.31)

Notons  $t_T[h]$  le temps <sup>1</sup> nécessaire pour qu'une hauteur h de fluide coule d'après le modèle de Torricelli. Nous savons que lorsque l'écoulement est terminé, pour le temps  $t_T[h_0]$ , le volume écoulé est le volume initial de fluide dans la cuve, à savoir  $h_0a^2$ . Ainsi l'équation sur le temps d'arrêt s'écrit :

$$h_0 a^2 = \sqrt{2g}\pi r^2 h_0^{1/2} t_T[h_0] - \frac{\pi^2 g}{2a^2} r^4 t_T[h_0]^2$$
(4.32)

<sup>1.</sup> On fera bien attention à distinguer  $t_{\text{stop}}$  qui est le temps mesuré expérimentalement de  $t_T[h_0]$  qui est le temps prédit par le modèle de Torricelli sans paramètre ajustable. Nous verrons que ces deux temps s'identifient bien si on prend des paramètres effectifs.

Cette équation du second degré est soluble. Son discriminant vaut :

$$\Delta = 2g\pi^2 r^4 h_0 - 4h_0 a^2 \frac{\pi^2 g}{2a^2} r^4 = 0$$
(4.33)

Il existe alors une solution unique pour ce temps théorique :

$$t_T[h_0] = \frac{\sqrt{2g}\pi r^2 h_0^{1/2}}{2\frac{\pi^2 g}{2a^2} r^4}$$
(4.34)

soit :

$$t_T[h_0] = \sqrt{\frac{2}{g}} \frac{a^2}{\pi} \frac{h_0^{1/2}}{r^2}$$
(4.35)

Le modèle prévoit une évolution en  $\sqrt{h_0}$  pour le temps d'arrêt de l'écoulement. Les temps d'arrêt de tous les écoulements de la FIGURE 4.6 ont été repérés par la méthode décrite dans le paragraphe 3.2.1. Les résultats sont présentés sur la FIGURE 4.7 (a) où nous avons tracé le carré du temps d'écoulement en fonction de  $h_0$ . Le modèle prévoit une évolution linéaire et les points expérimentaux semblent alignés. Il est alors possible d'ajuster une droite sur ces données et une droite passant par l'origine est beaucoup moins pertinente qu'une régression affine présentée sur la figure. La pente de cette droite vaut  $\frac{2a^4r^4}{g\pi^2}$  et permet d'extraire le rayon r. Le rayon vaut 1.53 mm qui est plus faible que le rayon réel de 1.75 mm. Nous nous retrouvons dans la même situation que le paragraphe 4.1.5 où les données sont cohérentes avec le modèle mais avec un rayon effectif. Des régressions sur les courbes V(t) ou  $Q_V(t)$  ont été effectuées pour obtenir les coefficients effectifs et notamment un rayon effectif de 1.51  $\pm 0.03$  mm. Il s'agit donc du même rayon effectif, obtenu par deux méthodes différentes.



FIGURE 4.7 – Évolution du carré du temps d'arrêt en fonction de la hauteur initiale  $h_0$ . [Plexiglas; Eau] (a) Tracé pour le rayon de travail du paragraphe r = 1.75 mm. Les barres d'erreur sont de la taille des symboles. La loi est bien vérifiée mais ne passe pas par l'origine. Ceci est dû au reste de fluide restant dans la cuve à la fin de l'écoulement. (b) Même tracé que (a) mais pour différents rayons. Les barres d'erreurs sont de la taille des symboles. Les ajustements sont alors de la forme de l'équation (4.39).

En revanche la droite ne passe pas par l'origine. Cette tendance ne fait que croître lorsque la taille du trou diminue comme le montre la FIGURE 4.7 (b) sur laquelle est tracé  $t_{\text{stop}}^2$  en fonction de  $h_0$  pour différents rayons (toujours avec du plexiglas). Cela provient de la définition de  $t_{\text{stop}}$  utilisée. Nous l'avons défini comme le temps entre le début de l'écoulement et le moment où le jet s'arrête (ou commence un goutte à goutte). Or, à cet instant, dans les deux situations, il reste du fluide à l'intérieur de la cuve. Cette quantité est faible, voire négligeable, mais visible sur l'extrapolation de

 $t_{\text{stop}}^2$  en fonction de  $h_0$ . Cette quantité de fluide restant  $h_f$  sera d'autant plus grande que le trou sera petit ou que la plaque sera hydrophobe. En effet, dans les deux cas, la force de tension de surface au niveau du trou augmente.

Reprendrons le calcul précédent avec pour volume total écoulé  $(h_0 - h_f)a^2$  avec  $h_f$  la hauteur de fluide restant (et  $h_f a^2$  le volume) dans la cuve au moment où le jet s'arrête ou démarre le goutte à goutte. Le calcul est identique sauf qu'on trouve une solution double :

$$t_{T\pm}[h_0 - h_f] = \sqrt{\frac{2}{g}} \frac{a^2}{\pi r^2} \left( h_0^{1/2} \pm h_f^{1/2} \right)$$
(4.36)

Or, le fait d'avoir moins de fluide à faire couler diminue le temps d'écoulement donc :

$$t_T[h_0 - h_f] = \sqrt{\frac{2}{g}} \frac{a^2}{\pi r^2} \left( h_0^{1/2} - h_f^{1/2} \right)$$
(4.37)

Et donc :

$$t_T^2[h_0 - h_f] = \frac{2a^4}{\pi^2 g r^4} \left(h_0^{1/2} - h_f^{1/2}\right)^2$$
(4.38)

Que nous réécrivons :

$$t_T^2[h_0 - h_f] = \frac{2a^4}{\pi^2 g r^4} \left( h_0 - 2\sqrt{h_0 h_f} + h_f \right)$$
(4.39)

Cette fonction est un peu plus compliquée mais reste globalement linéaire pour des grandes valeurs de  $h_0$ . La différence se fera notamment pour les petits  $h_0$  et permettra d'extraire la quantité  $h_f$ . Sur la FIGURE 4.7 (b), les points sont globalement alignés mais pas avec l'origine. Les ajustements avec la fonction (4.39) ont été effectués pour chaque rayon. Pour les grands  $h_0$ , l'ajustement est très proche d'une droite mais pour  $h_0$  tendant vers 0, l'équation (4.39) se courbe. Il faut noter que l'ensemble de la courbe jusqu'à  $h_0 = 0$  a été tracé pour montrer la forme mais cette fonction n'est physiquement valable que pour  $h_0 > h_f$ . La TABLE 4.3 présente les valeurs des rayons effectifs, trouvées par ajustement de la courbe  $t_{stop}^2 = f(h_0)$ , ainsi que le volume restant  $V_f = h_f a^2$ . Ce tableau montre également les mêmes valeurs obtenues directement à partir des courbes V(t). Le volume restant est directement mesuré à partir de la valeur de  $t_{stop}$  et le rayon effectif est estimé par un ajustement quadratique sur l'ensemble de la courbe. Il y a une bonne correspondance entre les deux valeurs même si dans le cas du volume restant la barre d'erreur est assez importante. Il faut être conscient que dans tous les cas, le volume restant est une fraction petite du volume initiale si  $h_0$  est assez grand.

r (mm)	1	1.25	1.5	1.75	2
$r_{\rm eff}[h_0]/r~(\%)$	$82 \pm 3$	$82.4\pm0.8$	$87.7 \pm 2$	$86.3\pm1.7$	$85 \pm 1$
$r_{\rm eff}[V]/r~(\%)$	$85 \pm 1.4$	$85.2\pm1.3$	$88.9\pm0.7$	$84.8\pm0.4$	$84 \pm 0.7$
$V_f[h_0] (\mathrm{mL})$	$95.1\pm31$	$79.3\pm24$	$63.5\pm27$	$41.4\pm30$	$45 \pm 27$
$V_f[V] (mL)$	$103 \pm 10$	$55\pm 6$	$33\pm8$	$18\pm 6$	$19\pm 6$

TABLE 4.3 – Valeurs du rayon effectif normalisé et du volume restant dans la cuve pour différents rayons avec une plaque de plexiglas. Les valeurs avec  $[h_0]$  ont été obtenues par l'ajustement de la courbe  $t_{stop}^2(h_0)$  alors que celles avec [V] directement avec la courbe V(t).

En résumé, nous avons vu que la modification de la hauteur initiale  $h_0$  ne modifiait pas le débit volumique en fonction de la hauteur du fluide sauf dans le cas marginal où  $h_0$  est proche d'une transition entre deux régimes (instabilité et stable). Le tracé du temps d'arrêt en fonction de la hauteur initiale nous a permis de confirmer que le modèle de Torricelli permet de rendre compte des expériences avec un rayon effectif et un volume d'eau restant dans la cuve à la fin de l'écoulement. Les valeurs trouvées sont les mêmes que celles obtenues avec la courbe V(t). Il faut cependant noter que nous avions vu qu'il était également possible de définir une hauteur initiale effective pour rendre compte de la dissipation à l'intérieur de la cuve. La valeur  $h_f$  pourrait peut-être faire office de cette valeur en définissant  $h_0 - h_f$  au lieu de  $h_{\text{eff}}$ . Néanmoins, l'étude de l'écoulement de fluide plus visqueux est nécessaire pour conclure. De plus nous n'avons ici effectué qu'une étude globale sur l'écoulement. En fonction de la hauteur initiale, une instabilité va se développer ou non. Or la présence de cette instabilité change l'écoulement et donc nécessairement les paramètres. Ainsi, nous aurions pu dégager une tendance avec  $h_0$  sur les paramètres effectifs mais cela s'explique uniquement par le mécanisme des instabilités et non parce que  $h_0$  est un paramètre pilotant l'écoulement. Cette étude sera effectuée dans le chapitre suivant.

## 4.2.3 Influence du rayon du trou de sortie

Le second paramètre qu'il est possible de faire varier est la taille du trou de sortie. Nous avons modifié dans le paragraphe précédent le rayon pour vérifier que les propriétés de la hauteur initiale ne changeait pas quelque soit r. À présent, nous allons effectuer une étude plus complète de la dépendance avec le rayon. Pour cela nous utiliserons les résultats de plusieurs matériaux : plexiglas, PVC et Teflon. Nous utiliserons uniquement des écoulements avec une hauteur initiale importante 10 cm afin de se situer au maximum dans le régime où le modèle de Torricelli semble valable. De plus, ne pas faire varier la hauteur initiale évitera de faire varier les régimes stable et instable de manière non contrôlée. Le fluide utilisé sera toujours de l'eau et la longueur du trou reste e = 2 mm.

L'étude qui est faite ici est une étude globale sur la totalité de l'écoulement. Ainsi, les paramètres effectifs extraits seront moyennés sur la quasi totalité de l'écoulement. Des instabilités peuvent être présentes ou non en fonction du rayon mais nous ne intéressons pas à cela. L'étude détaillée des instabilités se fera dans le CHAPITRE 5. Les paramètres effectifs  $r_{\text{eff}}$  et  $h_{0\text{eff}}$  pour chaque écoulement sont extraits d'un ajustement quadratique sur la quasi-totalité de la courbe V(t) pour avoir une vision globale de l'écoulement. Ces ajustements sont effectués sur les deux ou trois expériences avec les mêmes paramètres (même matériau, rayon et hauteur initiale). Cela permet à la fois de vérifier qu'un écoulement n'est pas en marge à cause d'un quelconque problème mais également d'estimer une barre d'erreur des paramètres avec l'écart type des mesures. Une étude uniquement basée sur le temps d'écoulement  $t_{\text{stop}}$  n'aurait pas été pertinente. En effet, même si le temps d'arrêt doit se comporter comme  $1/r^2$ , le tracé de cette quantité aurait été faussé. Nous avons vu que la formule comportait une hauteur de fluide restante dans la cuve  $h_f$  qui dépend fortement de la taille du trou. Ainsi faire varier r revient également à faire varier  $h_f$  et donc  $t_{\text{stop}}$ .



FIGURE 4.8 – Evolution des paramètres effectifs en fonction du rayon pour différents matériaux : Plexiglas, PVC et Teflon. [Eau;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ] (a) Rayon effectif normalisé estimé à partir d'un ajustement quadratique sur les courbes V(t). Cette quantité est plus importante pour des rayons intermédiaires  $r \sim 1.5 \text{ mm}$  dans les trois cas. (b) Hauteur initiale effective normalisée estimée à partir du même ajustement quadratique que (a). Plus le rayon du trou est petit, plus cette quantité s'éloigne de 100%.

Les résultats sont présentés sur la FIGURE 4.8. Les paramètres effectifs sont tracés en fonction du

rayon du trou pour différents matériaux. La figure (a) montre le rayon effectif  $r_{\text{eff}}$  et la figure (b) la hauteur initiale effective  $h_{0\text{eff}}$ . Afin de pouvoir comparer les valeurs, il est nécessaire de normaliser cellesci. Les barres d'erreur verticales sont estimées à partir de la dispersion des mesures et les horizontales à partir des mesures des rayons. Dans les deux cas, les résultats sont significatifs. Le rayon effectif normalisé possède un maximum au milieu des valeurs des rayons utilisés à savoir  $r \sim 1.5 \,\mathrm{mm}$ . Il est cependant impossible de dire si ce maximum est symétrique ou non. Cela signifie que relativement au rayon, pour  $r \sim 1.5 \text{ mm}$  l'écoulement est plus rapide dans son ensemble. En d'autres termes, la fraction relative d'énergie potentielle de pesenteur convertie en énergie cinétique est plus importante pour un rayon intermédiaire de  $r \sim 1.5 \,\mathrm{mm}$ . Bien entendu pour un trou de  $r = 1.5 \,\mathrm{mm}$ , l'écoulement dure plus longtemps et la vitesse de sortie du fluide est plus faible que pour un trou de r = 2 mm. L'étude de ces paramètres effectifs permet de quantifier l'écart par rapport au modèle de Torricelli et donc d'étudier les phénomènes physiques qui ne sont pas pris en compte pour un écoulement parfait. Concernant la hauteur initiale normalisée, plus le trou est petit plus on s'éloigne du rapport 1. Cela signifie que plus le trou est petit, plus la hauteur de fluide ressentie au niveau du trou est diminuée. Pour mieux comprendre, il faut dire que la pression que le fluide ressent à la sortie du trou est plus faible si celui-ci se rétrécit. Ainsi plus le trou est petit, plus la perte de charge est importante lors de l'écoulement. Ces pertes de charge à travers une conduite de plus en plus petite sont bien connus dans la littérature et dans le domaine industriel [Baker1953, Guyon1991, Mazumder1955, Moody1944, Oswald2005].

En somme, la dépendance en rayon laisse apparaître à la fois une perte de charge de plus en plus importante quand le rayon diminue et un écoulement relativement plus rapide pour des rayons intermédiaires de l'ordre de 1.5 mm. Le premier phénomène assez simple à comprendre et bien renseigné dans la littérature. Néanmoins, le second est moins évident au premier abord. Cette longueur correspond environ à la moitié de la longueur capillaire qui vaut 2.65 mm pour de l'eau. Ainsi la non-monotonie de l'évolution de  $r_{\text{eff}}/r$  pourrait provenir d'une compétition entre deux phénomènes dont l'un serait la tension de surface. Nous reviendrons sur ce point dans le paragraphe 4.3.3.

## 4.2.4 Effet de la longueur du trou

Nous venons d'étudier l'influence du rayon du trou. Néanmoins, sa longueur *e*, est aussi un paramètre géométrique pertinent à analyser. Cette longueur correspond à l'épaisseur de la plaque dans laquelle est percé le trou. Il n'est pas possible d'insérer dans notre système des plaques d'une épaisseur supérieure à 4 mm. La quasi-totalité des plaques que nous avons utilisées sont des plaques de 2 mm d'épaisseur (et toutes les études de la thèse sont effectuées ainsi) mais nous avons effectué des essais avec des plaques de 4 mm pour voir un éventuel changement. Les résultats présentés dans ce paragraphe ne sont que partiels et mériteraient une étude plus exhaustive. Néanmoins les résultats donnent des premières piste intéressantes. Nous précisons que pour effectuer cette étude nous avons utilisé du PVC mais différent du PVC présenté dans le CHAPITRE 1. L'angle de mouillage n'est pas exactement le même et les propriétés de surface légèrement différentes. Ainsi, nous ne comparerons pas ces résultats avec les précédents mais juste les résultats de cette partie entre eux car seule l'épaisseur de la plaque change.

Une première courbe à regarder est simplement le volume au cours du temps pour différentes longueurs de trou e = 2 ou 4 mm. Deux de ces courbes sont présentées sur la FIGURE 4.9 pour deux rayons différents : r = 2 mm pour la figure (a) et r = 1 mm pour la figure (b). La longueur du trou modifie l'écoulement mais différemment en fonction du rayon. Pour un rayon de 2 mm, le trou le plus long permet au fluide de couler plus rapidement dans l'ensemble. Néanmoins, pour r = 1 mm, les deux courbes se croisent pendant l'écoulement. L'écoulement pour e = 2 mm est plus rapide au début avant de passer en dessous de la courbe pour e = 4 mm. Ainsi, pour le moment, il y a des indications montrant que la longueur du trou dans cette gamme de longueur a une influence sur l'écoulement et sa vitesse mais la dépendance n'est pas claire.

Afin d'étudier plus en détail l'influence de la longueur du trou, nous avons effectué, comme précédemment, une étude globale sur l'écoulement en estimant les paramètres effectifs sur tout l'écoulement. Ces paramètres sont représentés sur la FIGURE 4.10 en fonction du rapport d'aspect du trou à savoir



FIGURE 4.9 – Courbes du volume V en fonction du temps t pour deux longueurs de trou : **2 et 4 mm.** [Eau;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ] La plaque utilisée est du PVC (différent de celui utilisé dans le reste de la thèse). (a) r = 2 mm : le trou le plus long permet un écoulement d'eau plus rapide. (b) r = 1 mm : pour les deux longueurs les courbes sont quasi identiques. Néanmoins le trou de 2 mm permet un écoulement plus rapide au début puis est rattrapé par l'écoulement à travers le trou le plus long sur la fin de l'écoulement.

2r/e. La figure (a) présente l'évolution du rayon effectif. Une tendance se dessine. Le ratio  $r_{\text{eff}}/r$  semble décroitre avec le rapport d'aspect. Ainsi, plus le trou est large ou court, plus le fluide coule vite. Cela s'interprète assez facilement en disant que plus le trou a un rayon important ou une longueur faible plus sa surface de contact (relativement à la surface du trou) sera petite. La figure (b) montre l'évolution de la hauteur initiale effective normalisée en fonction du rapport d'aspect du trou. Ce ratio augmente lorsque le rapport d'aspect augmente. L'interprétation est la même que pour le rayon effectif : plus le rapport d'aspect est grand, moins le fluide dissipe. Néanmoins, pour un même rapport d'aspect  $h_{0\text{eff}}/h_0$  est plus important pour e = 4 mm que pour 2 mm. Ceci s'explique simplement par le fait que pour un même rapport d'aspect, si le trou est deux fois plus long, son diamètre l'est également. Cela signifie que la taille du rayon est plus discriminante sur la perte de charge que sa longueur.

Il faut bien être conscient que les résultats présentés dans ce paragraphe restent à confirmer. Les expériences ont uniquement été réalisées pour un type de matériau et les tendances dégagées ne sont pas forcément en accord avec les résultats précédents. En effet, le maximum vers  $r \sim 1.5$  mm pour le ratio  $r_{\rm eff}/r$  trouvé dans le paragraphe 4.2.3 n'est pas visible pour le PVC utilisé ici. Néanmoins, les observations sont tout à fait cohérentes avec l'intuition physique et une étude de la longueur du trou nous paraissait indispensable dans cette expérience. Cette étude mérite d'être plus exhaustive dans le futur.

#### 4.2.5 Effet de la tension de surface

Nous venons de voir des effets de la géométrie du système sur l'écoulement. Il est maintenant possible d'étudier les modifications de l'écoulement lorsqu'on change les propriétés du fluide. Le premier paramètre que nous présentons est la tension de surface du fluide. Pour cela, du SDS a été ajouté dans l'eau<sup>2</sup> et le protocole expérimental reste le même. On trouvera dans le CHAPITRE 1 la préparation et les caractéristiques de cette solution. Les expériences ont été effectuées pour r = 1.75 mm avec différents matériaux et pour une large gamme de hauteurs initiales. La FIGURE 4.11 présente les résultats pour trois matériaux (verre, plexiglas et PVC) pour une hauteur initiale  $h_0 = 10$  cm. La figure (a) montre les résultats sur du verre, et les deux courbes pour l'eau et le SDS sont superposées. La tension de surface n'a pas l'air de jouer un rôle dans l'écoulement. En revanche, sur les figures (b) et (c), les

<sup>2.</sup> On appellera "SDS" la solution d'eau à laquelle on a ajouté du SDS.



FIGURE 4.10 – Évolution des paramètres effectifs en fonction du rapport d'aspect du trou 2r/e pour deux longueurs e de trou différentes. [Eau;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ] La plaque utilisée est du PVC (différent de celui utilisé dans le reste de la thèse). (a) Évolution du rayon effectif normalisé. La tendance est une décroissance du ratio en fonction du rapport d'aspect du trou. (b) Évolution de la hauteur initiale effective normalisée. Le ratio augmente avec le rapport d'aspect du trou. Pour un même rapport d'aspect,  $h_{0\text{eff}}/h_0$  est plus important pour une longueur de trou plus grande.

courbes pour du plexiglas et du PVC sont différentes. L'ajout de SDS (et donc une diminution de la tension de surface) accélère un peu l'écoulement. L'effet est plus marqué sur le plexiglas.



FIGURE 4.11 – Volume écoulé V en fonction du temps pour de l'eau et une solution de SDS. Les trois courbes représentent trois matériaux différents pour le fond de la cuve. [Eau; r = 1.75 mm;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ] (a) Écoulement avec du verre comme fond. La tension de surface n'a pas l'air de jouer de rôle. (b) Écoulement avec du plexiglas comme fond. L'écoulement avec du SDS est plus rapide qu'avec de l'eau. (c) Écoulement avec du PVC comme fond. L'écoulement avec du SDS est plus rapide qu'avec de l'eau.

Des expériences avec de l'éthanol à la place de l'eau (possédant une tension de surface encore plus faible) vont dans le même sens. Néanmoins, changer complètement de fluide change en général plusieurs propriétés (viscosité, mouillage, masse volumique...). Une étude plus exhaustive est également nécessaire pour confirmer les premières observations.

## 4.3 Effet du mouillage sur l'écoulement de fluides simples

Comme nous l'avons écrit dans l'introduction générale de cette thèse, nous avons étudié l'influence de la mouillabilité des interfaces autour de l'orifice de sortie du réservoir sur l'écoulement d'un fluide newtonien. L'intérêt de cette étude vient du fait que si le mouillage a été largement investigué depuis de nombreuses années, son influence sur les flux macroscopiques n'a pas été beaucoup étudiée jusqu'à présent. À notre connaissance, personne n'a considéré l'effet du mouillage sur le drainage d'un réservoir. Par exemple, que se passe-t-il si le fluide en écoulement mouille, ou non, la surface autour l'orifice ? Intuitivement, on peut s'attendre à un effet fort si la taille du trou est plus petite ou dans l'ordre de grandeur que la longueur capillaire,  $\ell_c$ , qui est l'échelle de longueur caractéristique qui compare les effets respectifs de la tension superficielle et des forces de gravité. Dans ce dernier cas, on peut imaginer que la mouillabilité de la surface (en d'autres termes, l'angle de contact entre le fluide et la surface extérieure) pourrait contrôler le débit. C'est la question que nous abordons dans cette partie; quelle est l'impact du mouillage sur le modèle de Torricelli lorsque la taille de l'ouverture est comparable à  $\ell_c$ . Nous allons ici décrire les résultats expérimentaux obtenus et ensuite nous proposerons un modèle simple pour expliquer, qualitativement, nos observations expérimentales.

## 4.3.1 Effet du mouillage : premières observations

Pour modifier l'interaction entre le fluide et le solide nous pouvons changer soit l'un, soit l'autre. Une modification du fluide entrainerait un changement de tension de surface qui peut avoir un effet sur l'écoulement. Nous avons donc décidé de changer le matériau dans lequel était percé le trou. Le mouillage entre le fluide (ici de l'eau) et le matériau est caractérisé par son angle de mouillage statique  $\theta_S$ . Nous avons utilisé, dans l'ordre croissant de  $\theta_S$ , les matériaux suivants : verre, Dural, plexiglas, PVC, verre traité pour être hydrophobe et Teflon. Les valeurs des angles de contact statique ont été rappelées dans la TABLE 4.2. L'étude que nous allons effectuer dans ce paragraphe est une étude globale sur tout l'écoulement à chaque fois. Des instabilités apparaissent parfois et dépendent du mouillage, mais, nous ne nous y intéressons pas pour le moment. Cette étude a été réalisé complètement pour un trou de rayon r = 1.75 mm mais que nous avons vérifié que pour les autres rayons nous avions une tendance similaire.

La FIGURE 4.12 présente des courbes V(t) pour différentes configurations de mouillage. La figure (a) présente V(t) pour une hauteur initiale  $h_0 = 10 \text{ cm}$  et pour les six matériaux différents. Toutes les courbes sont différentes. Le mouillage a donc un effet notable sur l'écoulement. Néanmoins, l'ordre dans lequel sont classées ces courbes n'a pas l'air corrélé avec l'ordre des angles  $\theta_S$ .

Afin de savoir si l'effet du mouillage sur l'écoulement est dû à la surface à l'intérieur du réservoir, à l'extérieur du réservoir ou dans le trou, nous avons effectué des expériences supplémentaires. Nous avons utilisé la même plaque de verre comme fond mais le traitement hydrophobe sera réalisé de manière différente à chaque fois. Ceci permet de définir et d'étudier cinq configurations de mouillage différentes avec exactement le même trou. Il nous est possible de traiter le côté extérieur de la plaque, le coté intérieur ou l'intérieur du trou. L'ensemble des configurations possibles et étudiées sont regroupées dans la TABLE 4.4. La première configuration correspond à la plaque de verre sans traitement à part un nettoyage complet (voir CHAPITRE 1). Pour toute ces configurations, des écoulements ont été effectués pour différentes hauteurs initiales entre 4 et 11 cm. Sur FIGURE 4.12 (b), nous avons tracé le volume écoulé en fonction du temps pour les cinq configurations et la même hauteur initiale  $(h_0 = 10 \text{ cm})$ . Nous pouvons remarquer qu'il se forme deux groupes de courbes. Les deux configurations pour lesquelles la surface extérieure est hydrophile (cas I et II) ont des courbes très similaires. D'un autre côté, les configurations où la surface extérieure est hydrophobe (cas III, IV et V) forment un groupe de courbes très proches. Pour ces dernières configurations, les courbes sont en dessous de celles des configurations I et II, indiquant un débit de fluide plus faible. Pour toutes les hauteurs initiales expérimentées, les résultats sont similaires. Nous obtenons toujours deux groupes de courbes : un pour les configurations I et II et un pour les configurations III, IV et V. Les courbes III, IV et V sont toujours en dessous de celles de I et II.

Les résultats obtenus montrent que l'effet du mouillage sur l'écoulement dépend principalement du



FIGURE 4.12 – Volume écoulé V au cours du temps t pour différentes configurations de mouillage du fond de la cuve contenant le trou. [Eau; r = 1.75 mm;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ] (a) Courbes pour six matériaux différents possédant des angles de contact statique différents. La valeur de l'angle importe peu ici, il faut juste noter que les matériaux sont classés dans l'ordre croissant de  $\theta_S$  (du verre au Teflon). Aucune courbe ne semble se superposer. Le mouillage a un effet sur l'écoulement mais la dépendance exacte n'est pas clair. (b) Courbes pour les cinq configurations présentées dans le texte et résumées dans la TABLE 4.4. Deux groupes de courbes se distinguent : les configurations avec l'extérieur hydrophile (I et II) et celles avec l'extérieur hydrophobe (III, IV et V).

mouillage sur la surface extérieure de la plaque où est percé le trou. Le mouillage à l'intérieur du trou ou sur la surface à l'intérieur de la cuve a une influence négligeable sur l'écoulement. L'explication physique de l'effet du mouillage sur l'écoulement est à chercher à l'extérieur de la cuve, à la sortie du trou.

Configuration	I	II	III	IV	V
Surface intérieure	Hydrophile	Hydrophobe	Hydrophile	Hydrophobe	Hydrophobe
Intérieur du trou	Hydrophile	Hydrophile	Hydrophile	Hydrophile	Hydrophobe
Surface extérieure	Hydrophile	Hydrophile	Hydrophobe	Hydrophobe	Hydrophobe

TABLE 4.4 – Différentes configurations de mouillage étudiées sur la même plaque de verre.

Nous venons de montrer que le mouillage, et plus particulièrement le mouillage à l'extérieur de la cuve, jouait un rôle mais que la dépendance avec l'angle de mouillage statique  $\theta_S$  n'était pas très claire. Nous avons donc effectué le même traitement que précédemment afin d'extraire les paramètres effectifs  $r_{\rm eff}$  et  $h_{0\rm eff}$  pour tous les mouillages et toutes les hauteurs initiales. Les résultats sont présentés sur la FIGURE 4.13. La figure (a) présente la hauteur initiale effective normalisée en fonction de l'angle de contact statique  $\theta_S$  pour différentes hauteurs initiales. Toutes les valeurs sont proches de 100% et peu dispersées (entre 94 et 105 %). Aucune tendance ne se dégage de ce graphique. Ainsi, au vu des points expérimentaux et de l'erreur sur  $h_0$ , nous pouvons considérer que la hauteur initiale effective ne dépend pas du mouillage et donc que la dissipation à l'intérieur du réservoir ne dépend pas du mouillage. L'étude précédente qui montre que seul le mouillage de la surface extérieure modifie l'écoulement confirme également ce résultat. La figure (b) présente le rayon effectif normalisé en fonction de  $\theta_S$  pour différentes hauteurs initiales. La première remarque qu'il est possible de faire est que le rayon effectif normalisé varie de manière non monotone avec un minimum autour de  $\theta_S \sim 60^o$ . Des ajustements paraboliques ont été tracés pour chaque hauteur afin de marquer la dépendance non monotone avec  $\theta_S$ . La forme de ces ajustements, permettant de guider les yeux, n'a pas de signification physique particulière.  $r_{\rm eff}/r$  décroît avec  $h_0$  pour tous les matériaux sauf les plus hydrophobes (verre hydrophobe et teflon). Or nous avons vu dans le paragraphe 4.2.2 que la hauteur initiale ne modifiait

pas l'écoulement. L'observation que nous faisons ici est simplement dû au fait que le rayon effectif est plus important lors d'une instabilité que lors du régime stable. Ainsi, lorsque la hauteur initiale diminue la proportion de temps de régime instable diminue (ou disparaît) et donc le rayon effectif diminue.

Un autre paramètre que nous avons étudié est le temps d'écoulement  $t_{stop}$  défini plus tôt. La FIGURE 4.14 montre l'évolution de ce temps en fonction de l'angle  $\theta_S$  pour différentes hauteurs initiales. Sur la figure (a) les données brutes de  $t_{stop}$  sont reportées. L'évolution en fonction du mouillage est également non monotone avec un maximum autour de 60°. Ceci est en accord avec l'évolution du rayon effectif. En effet, plus le rayon effectif est petit, plus le temps d'écoulement est grand. Donc le minimum sur la courbe du rayon effectif normalisé correspond bien à un maximum sur le temps d'écoulement  $t_{stop}$ . Afin de montrer que l'écart au modèle de Torricelli ne dépend pas de la hauteur initiale, nous avons normalisé sur la figure (b) les valeurs de  $t_{stop}$  par le temps théorique de vidange complète (sans fluide restant dans la cuve) :





FIGURE 4.13 – Dépendance des paramètres effectifs avec le mouillage du matériau caractérisé par l'angle de contact statique  $\theta_S$ . [Eau; r = 1.75 mm] (a) Hauteur initiale effective normalisée en fonction de l'angle  $\theta_S$ . Aucune tendance ne se dégage et nous pouvons considérer que la dissipation à l'intérieur du réservoir ne dépend pas du mouillage de la plaque. (b) Rayon effectif normalisé en fonction de l'angle  $\theta_S$ . L'évolution est non monotone avec un minimum pour  $\theta_S \sim 60^{\circ}$ . Des courbes pour guider l'œil ont été tracées mais n'ont pas de signification physique.

Nous obtenons alors une courbe maîtresse avec tous les points situés sur une même parabole. Là encore, cette parabole n'a aucune réelle signification physique mais permet de mettre en évidence la dépendance non monotone avec  $\theta_S$ .

## 4.3.2 Influence du mouillage sur le jet en sortie

À présent, nous décrivons les phénomènes physiques qui interviennent dans l'écoulement afin de comprendre l'évolution non monotone du rayon effectif ou du temps d'arrêt avec l'angle de mouillage statique  $\theta_S$ . Pour cela nous commencerons par montrer et décrire les visualisations des jets pour les différents écoulements. Ensuite nous proposons un modèle permettant d'expliquer les observations expérimentales.

Dans les paragraphes précédents, nous avons vu que lors de l'écoulement, une instabilité pouvait apparaître dans certaines conditions au début de l'écoulement. Néanmoins, la dépendance non monotone de  $t_{\text{stop}}$  et de  $r_{\text{eff}}/r$  avec  $\theta_S$  existe pour des  $h_0$  petits (4 ou 5 cm) lorsque les instabilités ne sont



FIGURE 4.14 – Évolution du temps d'écoulement en fonction de l'angle de contact statique  $\theta_S$  pour différentes hauteurs initiales. Les paraboles d'ajustement servent uniquement à mettre en exergue la non monotonie. [Eau; r = 1.75 mm] (a) Courbes du temps d'écoulement en fonction du mouillage. Ce temps possède un maximum pour  $\theta_S \sim 60^\circ$  en accord avec le rayon effectif. (b) Temps d'écoulement normalisé par le temps théorique  $t_T$  du modèle de Torricelli (équation (4.40)). Toutes les courbes se regroupent sur une courbe maîtresse. Le comportement ne dépend donc pas de la hauteur initiale.

pas présentes. Ainsi, pour comprendre physiquement cette dépendance particulière et développer un modèle, nous nous intéresserons uniquement au régime stable, plus facile à exploiter. Le CHAPITRE 5 sera consacré à l'étude des instabilités.

Nous avons pu voir dans la section précédente plusieurs preuves que la modification de l'écoulement s'effectuait à l'intérieur ou à la sortie du trou :

- La diminution de la taille du trou augmente la perte de charge au niveau du trou par une diminution de  $h_{0\text{eff}}/h_0$  avec r;
- Le mouillage de la plaque à l'extérieur du trou modifie l'écoulement. Le mouillage de l'intérieur du trou et l'intérieur de la cuve a une influence négligeable;
- Le mouillage ne modifie pas la hauteur initiale effective normalisée.

Tout ceci nous amène à penser que pour comprendre l'écoulement et sa modification il faut s'intéresser à ce que se passe à la sortie du trou. Pour cela, nous utilisons le système de visualisation décrit précédemment. Nous obtenons des photographies du jet comme sur la FIGURE 4.15. Toutes ces images ont été obtenues pour les mêmes paramètres [Eau; r = 1.75 mm;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ] en dehors du mouillage de la plaque de sortie. Les photographies ont toutes été prises au même instant t = 90 s après le retrait du bouchon. Nous avons classé les photographies de (a) à (f) de la plaque la plus hydrophile (verre) à la plaque la plus hydrophobe (Teflon). Nous remarquons que les jets loin du trou sont identiques quelque soit le mouillage de la plaque de sortie. En revanche, une observation proche du trou montre que la forme du jet commence à changer avec le mouillage. En effet pour des plaques de mouillage intermédiaire ( $\theta_S \sim 60^o$ ) le jet semble être très droit et se raccorder ensuite proche du trou. Pour des mouillages plus hydrophobes, le jet s'élargit doucement au fur et à mesure qu'on se rapproche du trou et le raccordement est beaucoup moins abrupt. Pour des mouillages hydrophiles comme le verre, le raccordement avec la plaque se fait avec un ménisque beaucoup plus grand à la fois en rayon et en longueur.

Comme la modification du jet semble se produire essentiellement proche du trou, nous nous sommes intéressés au ménisque qui se forme à la sortie. Une vue de ceux-ci pour les mêmes conditions que la FIGURE 4.15 est présenté sur la FIGURE 4.16. Il s'agit d'une autre acquisition (et non simplement un zoom des photographies précédentes) avec dans la plupart des cas, une caméra, un objectif et des paramètres d'acquisition différents. Certaines photographies sont de qualité moindres à cause d'une mauvaise optimisation ou du matériel optique qui n'était pas disponible au moment de cette série



FIGURE 4.15 – Photographies du jet à la sortie de l'orifice pour différents mouillages. L'angle de contact statique  $\theta_S$  est rappelé sur chaque photographie. [Eau; r = 1.75 mm;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ; t = 90 s] Les matériaux de (a) à (f) dans l'ordre : Verre, Dural, Plexiglas, PVC, Verre Hydrophobe et Teflon.

d'expériences. Néanmoins, toutes ces photographies nous permettent de bien mettre en évidence le changement dans le ménisque pour des mouillages de plaque différents. Le rayon de la ligne d'accroche décroît lorsque le matériau devient de plus en plus hydrophobe. De plus, l'angle d'accroche croît avec  $\theta_S$  même si après une mesure rapide nous remarquons que cet angle n'est pas égal à  $\theta_S$ . Ainsi, si quelque chose doit se passer dans l'écoulement c'est au niveau de ce ménisque qu'il faut chercher.

## 4.3.3 Modèle et explications à partir de la forme du ménisque

Nous supposons donc que tout se passe au niveau du ménisque en sortie du trou. Pour tous les matériaux, même le Teflon, un film de fluide se forme juste à la sortie du trou. Il est à l'origine de la formation du ménisque. Cela provient d'un écoulement radial et donc perpendiculaire à l'écoulement du jet. En fonction du matériau cet anneau va s'accrocher plus ou moins loin du trou et le fluide va donc plus ou moins mouiller la surface. La dissipation pour l'écoulement radial est supposée négligeable et le film de fluide ne sera pas étudié par la suite. Ainsi, une fraction (ne dépendant pas du mouillage) de l'énergie potentielle de pesanteur du fluide est convertie en énergie cinétique dans le jet de sortie. L'objectif du modèle est de calculer la variation d'énergie cinétique dans le ménisque. Si cette variation est différente en fonction de  $\theta_S$ , comme l'énergie totale disponible est la même, alors le temps d'intégration qui est le temps d'écoulement  $t_{stop}$  sera également différent. L'ensemble des notations que nous allons utiliser est présenté sur la FIGURE 4.17.

Le ménisque a toujours une symétrie cylindrique avec des fluides simples. Sa forme pourrait être estimée précisément [Adachi1990, Massalha2013, Montanero2011, Senchenko2005] mais nous avons décidé par soucis de simplification de considérer que sa forme est une parabole notée  $r_{jet}(z)$ , où Oz est l'axe vertical descendant. Le bord du ménisque part au niveau de la plaque à  $r_{jet}(0) = r_{jet}^L + R$  (où R est la distance entre le jet droit et le bord de la ligne triple) jusqu'à  $r_{jet}(L) = r_{jet}^L$  au point où le ménisque



FIGURE 4.16 – Photographies du ménisque à la sortie du trou pour différents mouillages. L'angle de contact statique  $\theta_S$  est rappelé sur chaque photographie. [Eau; r = 1.75 mm;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ; t = 90 s] Les matériaux de (a) à (f) dans l'ordre : Verre, Dural, Plexiglas, PVC, Verre Hydrophobe et Teflon.

disparaît et connecte avec le jet. La condition retenue en z = L est que le profil doit arriver tangent au cylindre central donc  $(\partial_z r_{jet})(L) = 0$ . Ainsi,  $r_{jet}^L$  est le rayon du jet juste après le raccordement du ménisque et il n'a pas de raison d'être égal à r ou à  $r_{eff}$  et peut même être plus grand. Ainsi il nous est maintenant possible d'exprimer le profil du ménisque en fonction de la distance à la plaque z. Pour cela, prenons une expression de la forme :

$$r_{\rm jet}(z) = a_2 z^2 + a_1 z + a_0 \tag{4.41}$$

et appliquons les conditions précédentes, à savoir :

$$r_{\rm jet}(0) = r_{\rm jet}^L + R \qquad \Rightarrow \qquad a_0 = r_{\rm jet}^L + R \tag{4.42}$$

$$(\partial_z r_{\text{jet}})(L) = 0 \qquad \Rightarrow \qquad 2a_2L + a_1 = 0 \qquad \Rightarrow \qquad a_1 = -2a_2L \tag{4.43}$$

$$r_{\rm jet}(L) = r_{\rm jet}^L \qquad \Rightarrow \qquad a_2 L^2 + a_1 L + a_0 = r_{\rm jet}^L$$

$$\tag{4.44}$$

 $En\ remplaçant :$ 

$$r_{\rm jet}^L = a_2 L^2 - 2a_2 L^2 + r_{\rm jet}^L + R \qquad \Rightarrow \qquad a_2 = \frac{R}{L^2}$$
 (4.45)



FIGURE 4.17 – Schéma du ménisque en sortie et notations du modèle. Le cylindre central de rayon  $r_{jet}^L$  a une vitesse uniforme et verticale  $v_{jet}$ . Sur la partie droite du ménisque ont été représenté les caractéristiques géométriques : longueur L, rayon R et profil  $r_{jet}(z)$ . Sur la partie gauche, le gradient de vitesse linéaire a été reporté pour  $v_z$  en fonction de  $\xi$  et le long du profil  $r_{jet}(z)$ . La partie hachurée en rouge représente l'élément du jet qu'on nommera "ménisque".

Nous en déduisons donc :

$$a_1 = -2a_2L = -\frac{2R}{L} \tag{4.46}$$

L'expression de la forme du ménisque vaut :

$$r_{\rm jet}(z) = \frac{R}{L^2} z^2 - \frac{2R}{L} z + R + r_{\rm jet}^L$$
(4.47)

Dans ce modèle, nous allons considérer que l'écoulement en sortie du trou est composé de deux parties distinctes : le ménisque et le jet principal de rayon  $r_{jet}^L$  où un écoulement bouchon à une vitesse  $v_{jet}(t)$  est supposé. La vitesse  $v_{jet}(t)$  est définie par :

$$v_{\rm jet}(t) = \frac{Q_V(t)}{\pi (r_{\rm jet}^L)^2}$$
 (4.48)

où  $Q_V(t)$  est le débit volumique mesuré expérimentalement.

Nous négligeons ici l'accélération du fluide due à la gravité sur la longueur du ménisque. En effet, la différence de vitesse entre le haut et le bas du ménisque vaut  $\sqrt{2gL}$  qui sera en pratique toujours très petite devant  $v_{jet}$ . Pour s'en convaincre, prenons une longueur de ménisque de 2 mm au maximum ce qui fait une différence de vitesse de  $0.04 \,\mathrm{m \cdot s^{-1}}$  alors que l'ordre de grandeur de la vitesse en sortie est  $1 \,\mathrm{m \cdot s^{-1}} \gg 0.04 \,\mathrm{m \cdot s^{-1}}$ .

Plaçons nous dans le repère cylindrique  $(\xi, \theta, z)$ . Grâce à la symétrie cylindrique du problème et du jet, on peut écrire que la vitesse orthoradiale  $v_{\theta}$  est nulle. Ainsi la vitesse s'écrit  $\mathbf{v} = v_{\xi} \mathbf{e}_{\xi} + v_z \mathbf{e}_z$ . Au premier ordre, nous considérerons que la vitesse verticale  $v_z$  à l'intérieur du ménisque décroît linéairement avec  $\xi$  depuis le jet cylindrique à  $v_{jet}$  jusque sur le profil  $r_{jet}(z)$ . Partons d'une forme  $v_z(\xi, z) = b_1 \xi + b_0$ . Afin d'éviter une discontinuité de vitesse en  $r_{jet}(L)$ , la vitesse le long du profil  $r_{jet}(z)$  suit également une loi linéaire : vaut 0 en  $r_{jet}(0) = r_{jet}(L) + R$  et  $v_{jet}$  en  $r_{jet}(L) = r_{jet}^L$ . En
utilisant toutes ces contraintes sur la vites se, nous trouvons une vites se verticale qui dépend à la fois de z et de  $\xi$ , distance par rapport au centre. La contrainte de continuité avec le cylindre central donne :

$$\forall z \qquad v_z(r_{\text{jet}}^L, z) = v_{\text{jet}} \qquad \Rightarrow \qquad b_1 r_{\text{jet}}^L + b_0 = v_{\text{jet}} \tag{4.49}$$

La loi linéaire le long du profil s'écrit :

$$v_z(r_{\text{jet}}(z), z) = v_{\text{jet}} \frac{z}{L} \qquad \Rightarrow \qquad b_1 r_{\text{jet}}(z) + b_0 = v_{\text{jet}} \frac{z}{L}$$
(4.50)

Si on soustrait les deux équations précédentes pour éliminer  $b_0$  :

$$b_1(r_{\text{jet}}^L - r_{\text{jet}}(z)) = v_{\text{jet}}\left(1 - \frac{z}{L}\right) \qquad \Rightarrow \qquad b_1 = \frac{v_{\text{jet}}}{r_{\text{jet}}^L - r_{\text{jet}}(z)}\left(1 - \frac{z}{L}\right) \tag{4.51}$$

Nous en déduisons facilement  $b_0$  avec la première équation par exemple :

$$\frac{v_{\text{jet}}r_{\text{jet}}^L}{r_{\text{jet}}^L - r_{\text{jet}}(z)} \left(1 - \frac{z}{L}\right) + b_0 = v_{\text{jet}} \qquad \Rightarrow \qquad b_0 = v_{\text{jet}} - \frac{v_{\text{jet}}r_{\text{jet}}^L}{r_{\text{jet}}^L - r_{\text{jet}}(z)} \left(1 - \frac{z}{L}\right) \tag{4.52}$$

$$b_{0} = \frac{v_{\text{jet}}}{r_{\text{jet}}^{L} - r_{\text{jet}}(z)} \left( r_{\text{jet}}^{L} - r_{\text{jet}}(z) - r_{\text{jet}}^{L} + r_{\text{jet}}^{L} \frac{z}{L} \right) = \frac{v_{\text{jet}}}{r_{\text{jet}}^{L} - r_{\text{jet}}(z)} \left( r_{\text{jet}}^{L} \frac{z}{L} - r_{\text{jet}}(z) \right)$$
(4.53)

La vitesse verticale s'exprime partout dans le jet :

$$\begin{cases}
 v_z(\xi, z) = v_{jet} & \text{si} \quad \xi \le r_{jet}^L \\
 v_z(\xi, z) = \frac{v_{jet}}{r_{jet}(z) - r_{jet}^L} \left( r_{jet}(z) - \xi + \frac{z}{L}(\xi - r_{jet}^L) \right) & \text{si} \quad \xi > r_{jet}^L
\end{cases}$$
(4.54)

Pour trouver la vitesse radiale, nous utilisons l'incompressibilité du fluide qui s'écrit dans notre cas :

$$\nabla \cdot \mathbf{v} = \frac{v_{\xi}}{\xi} + \partial_{\xi} v_{\xi} + \partial_{z} v_{z} = 0 \tag{4.55}$$

Dans le ménisque, il faut calculer :

$$\begin{aligned} \partial_{z} v_{z} &= \partial_{z} \left[ \frac{v_{\text{jet}}}{r_{\text{jet}}(z) - r_{\text{jet}}^{L}} \left( r_{\text{jet}}(z) - \xi + \frac{z}{L} (\xi - r_{\text{jet}}^{L}) \right) \right] \\ &= \frac{v_{\text{jet}}}{(r_{\text{jet}}(z) - r_{\text{jet}}^{L})^{2}} \left[ \left( \partial_{z} r_{\text{jet}}(z) + \frac{1}{L} (\xi - r_{\text{jet}}^{L}) \right) (r_{\text{jet}}(z) - r_{\text{jet}}^{L}) - \partial_{z} r_{\text{jet}}(z) \left( r_{\text{jet}}(z) - \xi + \frac{z}{L} (\xi - r_{\text{jet}}^{L}) \right) \right] \\ &= \frac{v_{\text{jet}}}{(r_{\text{jet}}(z) - r_{\text{jet}}^{L})^{2}} \left[ \frac{1}{L} (\xi - r_{\text{jet}}^{L}) (r_{\text{jet}}(z) - r_{\text{jet}}^{L}) - \partial_{z} r_{\text{jet}}(z) r_{\text{jet}}^{L} - \partial_{z} r_{\text{jet}}(z) \left( \frac{z}{L} (\xi - r_{\text{jet}}^{L}) - \xi \right) \right] \\ &= \frac{v_{\text{jet}}}{(r_{\text{jet}}(z) - r_{\text{jet}}^{L})} \frac{1}{L} (\xi - r_{\text{jet}}^{L}) - \frac{v_{\text{jet}}}{(r_{\text{jet}}(z) - r_{\text{jet}}^{L})^{2}} \left[ \partial_{z} r_{\text{jet}}(z) \left( \frac{z}{L} (\xi - r_{\text{jet}}^{L}) - \xi \right) \right] \\ &= \frac{v_{\text{jet}}}{(r_{\text{jet}}(z) - r_{\text{jet}}^{L})} \frac{1}{L} (\xi - r_{\text{jet}}^{L}) - \frac{v_{\text{jet}}\partial_{z} r_{\text{jet}}(z)}{(r_{\text{jet}}(z) - r_{\text{jet}}^{L})^{2}} \left[ \partial_{z} r_{\text{jet}}(z) \left( \frac{z}{L} - r_{\text{jet}}^{L} \right) - \xi + r_{\text{jet}}^{L} \right) \right] \\ &= \frac{v_{\text{jet}}}{(r_{\text{jet}}(z) - r_{\text{jet}}^{L})} \frac{1}{L} (\xi - r_{\text{jet}}^{L}) - \frac{v_{\text{jet}}\partial_{z} r_{\text{jet}}(z)}{(r_{\text{jet}}(z) - r_{\text{jet}}^{L})^{2}} \left( \frac{z}{L} - 1 \right) (\xi - r_{\text{jet}}^{L}) \\ &= \frac{v_{\text{jet}}(\xi - r_{\text{jet}}^{L})}{(r_{\text{jet}}(z) - r_{\text{jet}}^{L})} \left[ \frac{1}{L} - \frac{\partial_{z} r_{\text{jet}}(z)}{(r_{\text{jet}}(z) - r_{\text{jet}}^{L})} \left( \frac{z}{L} - 1 \right) \right] \end{aligned}$$

Or avec l'expression de  $r_{jet}(z)$  nous calculons :

$$\partial_z r_{\rm jet}(z) = \frac{2R}{L^2} z - \frac{2R}{L} = \frac{2R}{L} \left(\frac{z}{L} - 1\right)$$
 (4.56)

Donc en remplaçant :

$$\begin{aligned} \partial_z v_z &= \frac{v_{jet}(\xi - r_{jet}^L)}{\left(\frac{R}{L^2} z^2 - \frac{2R}{L} z + R\right)} \left[ \frac{1}{L} - \frac{\frac{2R}{L}}{\left(\frac{R}{L^2} z^2 - \frac{2R}{L} z + R\right)} \left(\frac{z}{L} - 1\right)^2 \right] \\ &= \frac{1}{R} \frac{v_{jet}(\xi - r_{jet}^L)}{\left(\frac{z^2}{L^2} - \frac{2z}{L} + 1\right)} \left[ \frac{1}{L} - \frac{1}{\left(\frac{z^2}{2L} - z + \frac{L}{2}\right)} \left(\frac{z}{L} - 1\right)^2 \right] \\ &= \frac{1}{R} \frac{v_{jet}(\xi - r_{jet}^L)}{\left(\frac{z^2}{L^2} - \frac{2z}{L} + 1\right)} \left[ \frac{1}{L} - \frac{2/L}{\left(z^2 - 2Lz + L^2\right)} \left(\frac{z}{L} - 1\right)^2 \right] \\ &= \frac{1}{R} \frac{v_{jet}(\xi - r_{jet}^L)}{\left(\frac{z^2}{L^2} - \frac{2z}{L} + 1\right)} \left[ \frac{1}{L} - \frac{2/L}{\left(z - L\right)^2} \left(z - L\right)^2 \right] \\ &= \frac{1}{RL} \frac{v_{jet}(r_{jet} - \xi)}{\left(\frac{z^2}{L^2} - \frac{2z}{L} + 1\right)} \\ &= \frac{L}{RL} \frac{v_{jet}(r_{jet}^L - \xi)}{\left(z^2 - 2Lz + L^2\right)} \\ &= \frac{L}{R} \frac{v_{jet}(r_{jet}^L - \xi)}{\left(z - L\right)^2} \end{aligned}$$

Ainsi :

$$\partial_z v_z = \frac{v_{\text{jet}}(r_{\text{jet}}^L - \xi)L}{R\left(z - L\right)^2} \tag{4.57}$$

Il faut maintenant résoudre l'équation :

$$\frac{v_{\xi}}{\xi} + \partial_{\xi} v_{\xi} + \frac{v_{\text{jet}}(r_{\text{jet}}^L - \xi)L}{R\left(z - L\right)^2} = 0$$
(4.58)

La solution de cette équation différentielle linéaire est la somme de la solution de l'équation homogène et d'une solution particulière. L'équation homogène s'écrit :

$$\frac{v_{\xi}}{\xi} + \partial_{\xi} v_{\xi} = 0 \tag{4.59}$$

et a pour solution :

$$v_{\xi}^{H} = \frac{K}{\xi} \tag{4.60}$$

avec K une constante. Afin de trouver une solution particulière, utilisons la méthode de variation de la constante en posant  $K(\xi)$ . En remplaçant dans l'équation totale nous obtenons :

$$\frac{K(\xi)}{\xi^2} + \frac{K'(\xi)}{\xi} - \frac{K(\xi)}{\xi^2} + \frac{v_{jet}(r_{jet}^L - \xi)L}{R(z - L)^2} = 0$$
$$\frac{K'(\xi)}{\xi} + \frac{v_{jet}(r_{jet}^L - \xi)L}{R(z - L)^2} = 0$$
$$\frac{v_{jet}\xi^2L - r_{jet}^L\xi}{R(z - L)^2} = K'(\xi)$$

Soit :

$$K(\xi) = \frac{v_{\text{jet}}(\frac{\xi^3}{3} - r_{\text{jet}}^L \frac{\xi^2}{2})L}{R(z-L)^2} + C_1$$
(4.61)

où  $C_1$  est une constante. On obtient donc la solution générale :

$$v_{\xi} = \left(\frac{\xi^2}{3} - r_{\text{jet}}^L \frac{\xi}{2}\right) \frac{v_{\text{jet}}L}{R(z-L)^2} + \frac{C_1}{\xi}$$
(4.62)

La détermination de la constante nécessite une condition aux limites. Nous avons modélisé notre jet par un cylindre de rayon  $r_{jet}^L$  qui coulait verticalement à la vitesse  $v_{jet}$  donc on a nécessairement par continuité  $v_{\xi}(r_{jet}^L) = 0$  d'où :

$$\left( \frac{r_{\text{jet}}^{L^{2}}}{3} - r_{\text{jet}}^{L} \frac{r_{\text{jet}}^{L}}{2} \right) \frac{v_{\text{jet}}L}{R (z - L)^{2}} + \frac{C_{1}}{r_{\text{jet}}^{L}} = 0$$
$$\frac{L v_{\text{jet}} r_{\text{jet}}^{L^{3}}}{6R (z - L)^{2}} = C_{1}$$

La vitesse radiale s'exprime alors partout dans le jet :

$$\begin{cases} v_{\xi}(\xi, z) = 0 & \text{si} \quad \xi \le r_{\text{jet}}^{L} \\ v_{\xi}(\xi, z) = \frac{Lv_{\text{jet}}\xi}{R(z-L)^{2}} \left(\frac{\xi}{3} - \frac{r_{\text{jet}}^{L}}{2}\right) + \frac{Lv_{\text{jet}}r_{\text{jet}}^{L^{3}}}{6R\xi(z-L)^{2}} & \text{si} \quad \xi > r_{\text{jet}}^{L} \end{cases}$$
(4.63)

Maintenant que nous avons trouvé la totalité du profil de vitesse dans le ménisque à partir de nos hypothèses, nous pouvons développer un modèle hydrodynamique. L'objectif est d'exprimer la variation d'énergie cinétique dans le ménisque. Pour cela, partons de l'équation de Navier-Stokes :

$$\rho\left(\frac{\partial \mathbf{v}}{\partial t} + (\mathbf{v}.\mathbf{grad})\,\mathbf{v}\right) = -\mathbf{grad}P + \eta \Delta \mathbf{v} + \rho \mathbf{g} \tag{4.64}$$

où  $\eta$  est la viscosité dynamique du fluide,  $P(\xi, z)$  la pression locale,  $\rho$  la masse volumique du fluide et g l'accélération de pesanteur. En multipliant cette équation par la vitesse  $\mathbf{v} = v_{\xi} \mathbf{e}_{\xi} + v_z \mathbf{e}_z$  nous faisons apparaître le terme  $\rho \mathbf{v} \partial_t \mathbf{v} = \partial_t \left(\frac{\rho \mathbf{v}^2}{2}\right)$  qui est la variation de l'énergie cinétique volumique notée  $e_c = \frac{\rho \mathbf{v}^2}{2}$ . Nous obtenons alors à partir de (4.64) :

$$\partial_t e_c = -\rho \left[ v_{\xi}^2 \partial_{\xi} v_{\xi} + v_{\xi} v_z \partial_z v_{\xi} + v_{\xi} v_z \partial_{\xi} v_z + v_z^2 \partial_z v_z \right] - v_{\xi} \partial_{\xi} P(\xi, z) - v_z \partial_z P(\xi, z) + \eta \left[ v_{\xi} \left( \frac{\partial_{\xi} v_{\xi}}{\xi} + \partial_{\xi\xi} v_{\xi} + \partial_{zz} v_{\xi} - \frac{v_{\xi}}{\xi^2} \right) + v_z \left( \frac{\partial_{\xi} v_z}{\xi} + \partial_{\xi\xi} v_z + \partial_{zz} v_z \right) \right] + \rho g v_z$$

$$(4.65)$$

La variation instantanée d'énergie cinétique à l'intérieur du ménisque  $dE_c/dt$  est obtenu en intégrant l'expression précédente sur tout le volume  $\Omega$  du ménisque :

$$\frac{\mathrm{d}E_c}{\mathrm{d}t} = \int_{\Omega} \left[ -\rho \left( v_{\xi}^2 \partial_{\xi} v_{\xi} + v_{\xi} v_z \partial_z v_{\xi} + v_{\xi} v_z \partial_{\xi} v_z + v_z^2 \partial_z v_z \right) - v_{\xi} \partial_{\xi} P(\xi, z) - v_z \partial_z P(\xi, z) + \rho g v_z + \eta \left( v_{\xi} \left( \frac{\partial_{\xi} v_{\xi}}{\xi} + \partial_{\xi\xi} v_{\xi} + \partial_{zz} v_{\xi} - \frac{v_{\xi}}{\xi^2} \right) + v_z \left( \frac{\partial_{\xi} v_z}{\xi} + \partial_{\xi\xi} v_z + \partial_{zz} v_z \right) \right) \right] d\Omega$$
(4.66)

L'intégration doit être explicitée afin d'effectuer les calculs. Il faut tout d'abord effectuer l'intégration sur le rayon  $\xi$  puis sur l'altitude z. Et donc :

$$\int_{\Omega} d\Omega = 2\pi \int_0^L \mathrm{d}z \int_0^{r_{\rm jet}(z)} \mathrm{d}\xi \tag{4.67}$$

À partir de maintenant les calculs d'intégration deviennent très compliqués et nous avons décidé d'utiliser le logiciel Mathematica pour effectuer le calcul formel. À partir de l'expression (4.66) il nous est possible d'estimer les différents termes et d'aboutir aux conclusions suivantes :

- En utilisant les expressions de  $v_z$  et  $v_{\xi}$ , les différents termes de  $\mathbf{v}.((\mathbf{v}.\mathbf{grad})\mathbf{v})$  sont calculés par intégration dans tout le volume du ménisque en utilisant Mathematica. Quelques soient les valeurs de R, L,  $r_{jet}^L$  et  $v_{jet}$ , nous observons que l'intégration de  $(v_{\xi}v_z\partial_z v_{\xi})$  et  $(v_{\xi}^2\partial_{\xi}v_{\xi})$  donne des valeurs au maximum de l'ordre de 1% de celles obtenues par l'intégration de  $(v_{\xi}v_z\partial_{\xi}v_z)$  et  $(v_z^2\partial_z v_z)$ . Ainsi  $(v_{\xi}v_z\partial_z v_r)$  et  $(v_{\xi}^2\partial_r v_{\xi})$  ont une contribution assez petite dans la variation de l'énergie cinétique. Nous pouvons les négliger par rapport aux deux autres termes. En somme, dans l'ensemble des termes de  $\mathbf{v}.((\mathbf{v}.\mathbf{grad})\mathbf{v})$  seuls les termes  $(v_{\xi}v_z\partial_{\xi}v_z)$  et  $(v_z^2\partial_z v_z)$  seront conservés.
- De la même manière les deux composantes du terme visqueux peuvent être calculées par intégration grâce à Mathematica. L'intégration de la composante radiale du terme visqueux  $v_{\xi}(\partial_{\xi}v_{\xi}/\xi + \partial_{\xi\xi}v_{\xi} + \partial_{zz}v_{\xi} v_{\xi}/\xi^2)$  donne une valeur de l'ordre de quelques pourcents de celui de  $v_z(\partial_{\xi}v_z/\xi + \partial_{\xi\xi}v_z + \partial_{zz}v_z)$ , et ceci quelques soient les valeurs de R, L,  $r_{jet}^L$  et  $v_{jet}$ . Ainsi la composante radiale  $v_{\xi}(\partial_{\xi}v_{\xi}/\xi + \partial_{\xi\xi}v_{\xi}/\xi + \partial_{\xi\xi}v_{\xi} + \partial_{zz}v_{\xi} v_{\xi}/\xi^2)$  peut être négligée par rapport la composante axiale  $v_z(\partial_{\xi}v_z/\xi + \partial_{\xi\xi}v_z + \partial_{zz}v_z)$ .
- En considérant un écoulement stationnaire dans le ménisque, l'équation de Navier-Stokes stationnaire multipliée par  $v_{\xi} \mathbf{e}_{\xi}$ , donne l'expression suivante :

$$\rho v_{\xi} \left[ v_{\xi} \partial_{\xi} v_{\xi} + v_{z} \partial_{z} v_{\xi} \right] = \rho \left[ v_{\xi}^{2} \partial_{\xi} v_{\xi} + v_{\xi} v_{z} \partial_{z} v_{\xi} \right] \sim -v_{\xi} \partial_{\xi} P(\xi, z)$$

$$(4.68)$$

Ainsi nous avons  $v_{\xi}\partial_{\xi}P(\xi, z)$  qui est du même ordre de grandeur que les deux termes nonlinéaires que nous avons précédemment négligés devant d'autres termes dans l'équation (4.65). Donc  $v_{\xi}\partial_{\xi}P(\xi, z)$  peut également être négligé. En conséquence, nous supposons que la pression ne dépend que de z.

L'expression de  $dE_c/dt$  peut finalement s'écrire au premier ordre comme :

$$\frac{\mathrm{d}E_c}{\mathrm{d}t} \approx \int_{\Omega} \left[ -\rho \left( v_{\xi} v_z \partial_{\xi} v_z + v_z^2 \partial_z v_z \right) - v_z \partial_z P(z) + \eta v_z \left( \frac{\partial_{\xi} v_z}{\xi} + \partial_{\xi\xi} v_z + \partial_{zz} v_z \right) \right] + \rho g v_z d\Omega \qquad (4.69)$$

La pression ne dépend que de z mais, nous allons également supposer que cette pression locale est uniquement due à la forme du jet. Cela se traduit par une pression de Laplace qui s'ajoute à la pression atmosphérique  $P_0$ . Cette pression peut alors s'écrire :

$$P(z) = P_0 + \gamma \left(\frac{1}{r_{\rm jet}(z)} - \frac{1}{R_c(z)}\right)$$
(4.70)

où  $R_c$  est le rayon de courbure qui peut s'exprimer par :

$$R_c(z) = \frac{(1 + [\partial_z r_{\text{jet}}(z)]^2)^{3/2}}{\partial_{zz} r_{\text{jet}}(z)}$$
(4.71)

On about it alors :

$$P(z) = P_0 + \gamma \left( \frac{1}{r_{\text{jet}}(z)} - \frac{\partial_{zz} r_{\text{jet}}(z)}{\left(1 + \left(\partial_z r_{\text{jet}}(z)\right)^2\right)^{3/2}} \right)$$
(4.72)

L'équation (4.69) possède quatre sources de variation : convection non linéaire  $\delta E_c^{\text{NL}}$ , pression locale  $\delta E_c^{\text{LP}}$ , pression hydrostatique  $\delta E_c^{\text{PH}}$  et dissipation visqueuse  $\delta E_c^{\text{V}}$ :

$$\delta E_c^{\rm NL} = -2\pi \int_0^L \int_0^{r_{\rm jet}(z)} \rho \left( v_{\xi} v_z \partial_{\xi} v_z + v_z^2 \partial_z v_z \right) \mathrm{d}z \mathrm{d}\xi \tag{4.73}$$

$$\delta E_c^{\rm LP} = -2\pi \int_0^L \int_0^{r_{\rm jet}(z)} v_z \partial_z P(z) \tag{4.74}$$

$$\delta E_c^{\rm PH} = 2\pi \int_0^L \int_0^{r_{\rm jet}(z)} \rho g v_z \mathrm{d}z \mathrm{d}\xi \tag{4.75}$$

$$\delta E_c^{\rm V} = 2\pi \int_0^L \int_0^{r_{\rm jet}(z)} \eta v_z \left(\frac{\partial_\xi v_z}{\xi} + \partial_{\xi\xi} v_z + \partial_{zz} v_z\right) \mathrm{d}z \mathrm{d}\xi \tag{4.76}$$

Avec

$$\frac{\mathrm{d}E_c}{\mathrm{d}t} = \delta E_c^{\mathrm{NL}} + \delta E_c^{\mathrm{LP}} + \delta E_c^{\mathrm{PH}} + \delta E_c^{\mathrm{V}} \tag{4.77}$$

En utilisant les expressions de  $v_z$ ,  $v_\xi$  and P(z), chacun des quatre termes peut être calculé en fonction de  $v_{jet}$ , L, R et  $r_{jet}^L$  grâce au calcul formel du logiciel Mathematica. Nous trouvons les expressions suivantes :

$$\delta E_c^{\rm NL} = \frac{\pi}{1260} \rho R v_{\rm jet}^3 (41R + 168r_{\rm jet}^L) \tag{4.78}$$

$$\delta E_{c}^{\rm LP} = 2\pi\gamma v_{\rm jet} \left\{ \frac{1}{18} \left[ \frac{3r_{\rm jet}^{L^{-3/2}}\operatorname{Arctan}\left(\sqrt{R/r_{\rm jet}^{L}}\right)}{\sqrt{R}} + R\left(\frac{3R}{R+r_{\rm jet}^{L}} - 8\right) - 3r_{\rm jet}^{L} \right] \right. \\ \left. + \frac{1}{96L^{3}R^{2}} \left[ 48R\left(-L^{5} + 2L^{3}Rr_{\rm jet}^{L} + 2LR^{2}r_{\rm jet}^{L^{-2}}\right) - L^{4}\left(\left(36Rr_{\rm jet}^{L} - 15L^{2}\right)\operatorname{Arcsinh}\left(\frac{2R}{L}\right) + \frac{2R\left(-9L^{4} + 4L^{2}R(3r_{\rm jet}^{L} - 16R) + 48R^{2}\left(-2R^{2} + 2Rr_{\rm jet}^{L} + r_{\rm jet}^{L^{-2}}\right)\right)}{(L^{2} + 4R^{2})^{3/2}} \right) \right] \right\}$$

$$(4.79)$$

$$\delta E_c^{\rm PH} = \frac{\pi}{180} \rho g L v_{\rm jet} \left( 16R^2 + 75Rr_{\rm jet}^L + 180r_{\rm jet}^{L^2} \right)$$
(4.80)

$$\delta E_c^{\rm V} = -\pi \eta v_{\rm jet}^2 \frac{\left(30L^2 + R(6R + 25r_{\rm jet}^L)\right)}{45L} \tag{4.81}$$

Ces expressions sont assez compliquées et n'ont pas de signification physique directe. Pour pouvoir étudier ces expressions, il est nécessaire de les tracer ou de les estimer en fonction des paramètres du problème. Par exemple, avec nos estimations, le terme visqueux  $\delta E_c^V$  est toujours de l'ordre de  $10^{-8}$  à  $10^{-7}$  W qui est négligeable par rapport aux autres termes de  $dE_c/dt$  qui sont de l'ordre de  $10^{-5}$  à  $10^{-4}$  W. Ainsi le terme visqueux pourra être négligé.

#### 4.3.4 Confrontation avec l'expérience

Maintenant que nous avons développé un modèle sur la variation d'énergie dans le ménisque en sortie du trou, il faut pouvoir le comparer avec l'expérience. Nous avons vu que le mouillage jouait un rôle important et que la dépendance était non monotone avec l'angle de mouillage statique. Nous allons voir comment le modèle proposé peut expliquer ce phénomène.

Sur les trois termes restants, les paramètres sont au nombre de 4 :  $v_{jet}$ , L, R et  $r_{jet}^L$ . Pour une même hauteur initiale  $h_0$ , l'énergie potentielle initiale est toujours la même et nous avons vu dans l'équation (4.14) qu'elle valait  $E_p = \frac{1}{2}\rho g a^2 h_0^2$ . De plus, comme nous avons pu le voir dans la section 4.3, la dissipation à la fois à l'intérieur du réservoir et dans le trou ne dépend pas du mouillage de la plaque utilisée. Ainsi, quelque soit  $\theta_S$ , la même fraction d'énergie potentielle du fluide  $E_p^R$  devrait être convertie en énergie cinétique.  $E_p^R$  est l'intégrale de la variation de  $E_c$  sur la totalité de l'écoulement :

$$E_p^R = \int_0^{t_{\rm stop}} \frac{\mathrm{d}E_c}{\mathrm{d}t} \mathrm{d}t \tag{4.82}$$

Ainsi, la différence entre les valeurs de  $t_{\text{stop}}$  entre les  $\theta_S$  est la conséquence d'une évolution différente de  $dE_c/dt$  pour des conditions de mouillage différentes.

Malheureusement, il ne nous est pas possible de prédire la forme du ménisque  $r_{jet}(z)$  en fonction du mouillage de la surface (soit  $\theta_S$ ) et du débit volumique  $Q_V$ . Le choix qui a été fait est de travailler directement sur nos écoulements en fixant le débit volumique  $Q_V$  plutôt que la vitesse d'écoulement. En effet, dans le cas de notre expérience, il est plus intéressant de savoir ce qui se passe pour un même débit volumique plutôt qu'une vitesse. De plus, nous avons directement accès au débit au cours du temps alors que la conversion en une vitesse nécessite un rayon mais nous pouvons en choisir trois différents : r,  $r_{\text{eff}}$  et  $r_{\text{jet}}$ . Une fois le débit fixé, la vitesse du cylindre central de fluide se calcule par :

$$v_{\rm jet}(t) = \frac{Q_V(t)}{\pi r_{\rm jet}^{L^2}} \tag{4.83}$$

Ainsi, nous allons choisir un débit volumique et observer expérimentalement  $r_{jet}$ , R et L. Leurs dépendances avec  $\theta_S$  et  $Q_V$  sont assez complexes :

- R comme L augmentent lorsque  $Q_V$  diminue, tandis que  $r_{\text{jet}}^L$  décroît légèrement.
- Pour un débit volumique donné,  $r_{jet}^L$  varie de manière non monotone avec  $\theta_S$  entre 1.55 mm et 1.7 mm. Ceci s'explique par le fait que la vitesse du fluide en sortie  $v_{jet}$  varie également de manière non monotone avec  $\theta_S$ .
- Selon les valeurs du débit volumique  $Q_V$ , R varie entre 1.7 mm et 2.1 mm avec  $L/R \simeq 1$  pour du verre; pour du plexiglas, R se situe entre  $350 \,\mu\text{m}$  et  $650 \,\mu\text{m}$  pour un L/R entre 4 et 5; et pour le Teflon, on mesure un R entre  $80 \,\mu\text{m}$  et  $200 \,\mu\text{m}$  avec un ratio L/R autour de 2. Il faut également noter que l'augmentation de R lorsque  $Q_V$  diminue est beaucoup plus marquée pour du verre que sur les autres matériaux.

Comme nous n'avons pas réussi à exprimer analytiquement  $r_{jet}^L$ , R et L en fonction de  $\theta_S$  et de  $Q_V$ , il ne nous est pas possible de trouver une expression de  $dE_c/dt$  en terme de  $\theta_S$  et t. Afin de comparer notre modèle aux données expérimentales, nous avons choisi de calculer les valeurs de  $dE_c/dt$  en utilisant les équations (4.80), (4.79) et (4.78) pour des débits volumiques différents et pour chaque condition de mouillage étudiée.

Pour cela, il est nécessaire d'estimer les valeurs de  $r_{jet}^L$ , R et L pour un débit volumique et une condition de mouillage donnée. Pour cela, nous effectuons l'analyse qui est présentée sur la FIGURE 4.18. La première étape consiste à choisir un débit volumique pour lequel l'instabilité n'est pas présente. En effet, depuis le début nous avons dit que nous mettions de côté les instabilités et donc que nous ne nous intéressions au ménisque que durant le régime stable. La non monotonie du temps de vidange est vraie quelque soit la hauteur initiale entre 4 et 11 cm, c'est-à-dire des régimes où des instabilités sont présentes ou non. Le premier débit volumique retenu est  $Q_V = 5 \text{ mL} \cdot \text{s}^{-1}$ . La figure (a) présente la courbe  $Q_V$  en fonction du temps t où on a repéré la valeur de  $5 \text{ mL} \cdot \text{s}^{-1}$  et le temps correspondant, ici t = 63.7 s. Nous pouvons alors extraire la photographie du film du jet correspondant à ce temps. Le programme de détection du contour présenté au CHAPITRE 3 est appliqué à cette photographie. Le résultat de la détection est présenté en rouge sur la FIGURE 4.18 (b). Il est maintenant possible d'effectuer un ajustement quadratique sur le haut du jet correspondant au ménisque, tracé en points jaunes sur la figure. Les valeurs de  $r_{jet}^L$ , R et L sont extraites à partir de l'équation (4.47). Pour cet exemple, nous avons R = 0.255 mm; L = 0.781 mm;  $r_{jet} = 1.63 \text{ mm}$ . On peut alors en déduire  $v_{jet} = 0.52 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$  à partir de l'équation (4.83). Nous avons donc maintenant toutes les valeurs pour calculer les différentes contributions à  $dE_c/dt$  :

$$\delta E_c^{\rm NL} = 38.8\,\mu W \qquad \delta E_c^{\rm LP} = 99.3\,\mu W \qquad \delta E_c^{\rm PH} = 40.8\,\mu W \qquad \delta E_c^{\rm V} = -0.88\,\mu W \tag{4.84}$$

Et donc :

$$\frac{\mathrm{d}E_c}{\mathrm{d}t} = 177.8\,\mu\mathrm{W}\tag{4.85}$$

La dissipation visqueuse  $\delta E_c^V$  est bien négligeable. Nous avons donc une méthode pour mesurer tous les paramètres nécessaires afin de calculer  $\frac{dE_c}{dt}$  pour toutes les configurations de mouillage et pour n'importe quel débit volumique. Il faut savoir que pour les matériaux hydrophobes (verre hydrophobe et Teflon), l'ajustement quadratique n'est pas forcément très pertinent. En effet, notre résolution ne

permet pas de voir ce que se passe très près de la surface et comme les distances mises en jeu sont faibles, il est difficile de faire des ajustements. Pour pallier à ce problème, quand l'ajustement n'est pas possible, la fin du ménisque est repérée à la main et nous mesurons alors les valeurs R, L et  $r_{jet}^L$  directement sur l'image.



FIGURE 4.18 – Ajustement parabolique du profil du ménisque après avoir repéré le temps tel que  $Q_V = 5 \text{ mL} \cdot \text{s}^{-1}$  [Plexiglas; Eau; r = 1.75 mm;  $h_0 = 7 \text{ cm}$ ] (a) Courbe du débit volumique  $Q_V$  en fonction du temps pour deux expériences dans les mêmes conditions. Les courbes se superposent et l'expérience est bien reproductible. Le temps tel que  $Q_V = 5 \text{ mL} \cdot \text{s}^{-1}$  vaut ici t = 63.7 s. (b) Photographie du ménisque au temps repéré sur la figure (a). Les lignes rouges représentent la détection du contour du jet. Un ajustement parabolique de la forme  $r_{\text{jet}}(z) = (R/L^2)z^2 - (2R/L)z + R + r_{\text{jet}}^L$  du haut du jet est tracé en points jaunes. Paramètres extraits : R = 0.255 mm; L = 0.781 mm;  $r_{\text{jet}} = 1.63 \text{ mm}$ . On en déduit  $v_{\text{jet}} = 0.52 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ .

Les valeurs de  $dE_c/dt$  ont été alors estimées pour toutes les valeurs  $\theta_S$  utilisées et pour trois débits volumiques différents : 3, 4 et  $5 \,\mathrm{mL}\cdot\mathrm{s}^{-1}$ . Les résultats sont présentés sur la FIGURE 4.19. Les valeurs pour des matériaux hydrophobes sont beaucoup moins précises car les valeurs de R et L sont faibles. Dans ce cas, notre système optique nous permet de faire des mesures à 10 ou 20% près. Les lignes pointillées sont des ajustements quadratiques pour guider les yeux.  $dE_c/dt$  est toujours positif. Ainsi, quelque soit la forme du ménisque, il accélère le jet par rapport à un jet qui serait complètement droit sans ménisque. Cependant, au vu des expériences, la dissipation totale dans l'écoulement (à l'intérieur de la cuve, dans le trou et la formation du ménisque) est plus importante que ces valeurs. Si ce n'était pas le cas, notre modèle prévoirait un écoulement plus rapide que l'écoulement parfait, ce qui n'est pas le cas expérimentalement. La courbe, quelque soit la valeur du débit volumique, présente un minimum autour de  $\theta_S \simeq 60^{\circ}$ . Pour être en accord avec l'équation (4.82) il faut que l'évolution de  $t_{\rm stop}$  soit inverse et doit présenter un maximum pour  $\theta_S \simeq 60^{\circ}$ . Ceci est en adéquation avec nos observations expérimentales. Néanmoins, si nous comparons bien les résultats du modèle et la courbe de  $t_{stop}$  de la FIGURE 4.7, le modèle n'explique pas pourquoi l'écoulement est plus rapide sur le verre que sur les matériaux hydrophobes. Même si les erreurs de mesures pour les matériaux hydrophobes peuvent être à l'origine de ceci, nous pensons que le fait de négliger les instabilités pendant le début de l'écoulement peut être à l'origine de cet écart. Ceci sera discuté au chapitre suivant.

Nous pouvons également comprendre physiquement ce qui se passe et quels sont les mécanismes mis en jeu. Il n'est pas possible d'étudier la variation de R,L,  $r_{jet}^L$  et  $Q_V$  en même temps. Il est tout de même possible de faire quelques approximations pour montrer les dépendances. Tout d'abord, le rayon du jet  $r_{jet}^L$  est du même ordre de grandeur que r ou  $r_{eff}$  même s'il n'est pas égal à ceux-ci. Prenons  $r_{jet}^L = r = 1.75 \text{ mm}$  pour l'étude. La formes du ménisque change à la fois avec la plaque utilisée mais également avec la vitesse de l'écoulement. Néanmoins, la forme globale est toujours la même pour une plaque donnée et donc pour un  $\theta_S$  donné. En effet, le rapport L/R est toujours à peu près le même :



FIGURE 4.19 – Variation de l'énergie cinétique en fonction de l'angle de contact statique  $\theta_S$ de la plaque. Chaque point a été estimé à partir des mesures de R, L et  $r_{jet}^L$  et des équations (4.80), (4.79) et (4.78) pour trois débits volumiques différents et toutes nos configurations de mouillage. Les lignes pointillées sont des ajustements paraboliques n'ayant pour utilité que de guider les yeux. Les courbes présentent toutes un minimum autour de  $\theta_S \sim 60^{\circ}$ .

 $L/R \simeq 1$  pour des petits  $\theta_S$ ,  $L/R \simeq 4$  pour des  $\theta_S$  moyens et  $L/R \simeq 2$  pour des grands  $\theta_S$ . Le dernier paramètre est la vitesse de l'écoulement que nous pouvons varier en même temps que R.

À partir des équations (4.80), (4.79) et (4.78) il est possible d'estimer et de tracer les contributions à la variation d'énergie cinétique en fonction d'un paramètre. Il a été choisi de tracer ces contributions en fonction de  $R = r_{jet}(0) - r_{jet}^L$  pour deux débits volumiques différents (6 et 8 mL·s<sup>-1</sup>) et dans les trois cas de mouillages cités plus haut (petits, moyens et grands  $\theta_S$  correspondant respectivement au verre, plexiglas et Teflon). Ces contributions ont été estimées avec  $r_{jet}^L = r = 1.75$  mm et les ratios R/L cités plus haut. Un changement sur  $r_{jet}^L$  de 0.2 mm, observable expérimentalement, ne modifie que très peu les courbes. La FIGURE 4.20 montre tous ces résultats.

La contribution du terme visqueux n'est pas montrée car négligeable. La ligne pointillée verticale sur chaque figure montre la valeur de R de nos expériences pour ces débits volumiques. Les conclusions de ces courbes sont :

- Pour des surface hydrophiles, à cause du grand ménisque en sortie, les 3 contributions sont grandes. La contribution la plus grande est celle du terme non-linéaire de convection alors que la plus faible est la pression locale (Figures en haut). Cela permet une valeur de dE<sub>c</sub>/dt élevée. Ainsi, dans ce cas, l'accélération du fluide est importante et principalement due à la convection non-linéaire dans le ménisque.
- Lorsque le mouillage de la surface diminue, le rayon R du ménisque décroît alors que le ratio L/R augmente. Cela a pour conséquence de diminuer toutes les contributions de  $dE_c/dt$ . Pour des mouillages intermédiaires autour de  $\theta_S \sim 60^o$  (Figures au milieu), à cause des valeurs de R et de L autour de 400  $\mu$ m et 1.2 mm respectivement, les trois contributions ont le même ordre de grandeur et sont faibles (environ 10 à 15  $\mu$ W). Cela donne donc des valeurs de  $dE_c/dt$  faibles et une accélération peu élevée du fluide. Cela explique donc le temps d'écoulement plus long pour ces mouillages intermédiaires.
- Pour des surfaces encore plus hydrophobes, le ménisque est très petit ; typiquement entre  $150 \,\mu m$

et 300  $\mu$ m pour R et L respectivement. À cause de ces faibles valeurs, le gradient de pression locale dans le ménisque est très grand et donc la contribution du terme de pression local dans  $dE_c/dt$  devient important (Figures du bas). Cela donne donc une valeur de  $dE_c/dt$  grande qui accélère grandement le fluide. C'est pourquoi les temps d'écoulements sont plus courts que pour des mouillages intermédiaires.



FIGURE 4.20 – Calcul de la contribution à  $dE_c/dt$  en fonction de R pour deux débits volumiques différents et trois mouillages différents. À gauche :  $Q_v = 8 \text{ mL} \cdot \text{s}^{-1}$ ; à droite :  $Q_v = 6 \text{ mL} \cdot \text{s}^{-1}$ . En haut : verre ( $\theta_s \approx 13^\circ$ ); au milieu : plexiglas ( $\theta_s \approx 64^\circ$ ); en bas : Teflon ( $\theta_s \approx 99^\circ$ ). La ligne pointillée verticale indique la valeur de R mesurée pour ces débits.

En résumé, quelques soient  $Q_V$  et le ratio L/R, le terme  $\delta E_c^{\text{LP}}$  décroît avec R tandis que les termes  $\delta E_c^{\text{NL}}$  et  $\delta E_c^{\text{PH}}$  croissent avec R. Ainsi, lorsque R augmente,  $dE_c/dt$  décroît brutalement, passe par un minimum, puis réaugmente doucement. Le minimum se situe toujours aux alentours de 400  $\mu$ m (en fonction de  $Q_V$  entre 200 et 600  $\mu$ m). Pour des mouillages intermédiaires, le R mesuré est du même ordre de grandeur mais se situe entre les R trouvés pour des matériaux hydrophiles qui sont plus grands et ceux des matériaux hydrophobes qui sont plus petits. Ainsi, nous comprenons facilement pourquoi la variation de l'énergie cinétique est non monotone avec le mouillage de la surface et pourquoi le minimum est autour de 60°.

#### Couplage entre le mouillage et les autres paramètres

Grâce au modèle que nous avons développé, nous avons pu expliquer et comprendre comment le mouillage de la plaque dans lequelle était percé le trou influençait l'écoulement dans son ensemble. Cependant, dans les parties précédentes, nous avons fait état de plusieurs autres paramètres qui avaient une influence sur l'écoulement.

Notre modèle ne tient pas en compte la longueur du trou, il est donc difficile de l'utiliser pour extrapoler des résultats sur l'influence de e. Sur les films, le jet a le même profil pour le même débit volumique pour les deux longueurs de trou différentes. Cela signifie que les paramètres R,L,  $r_{jet}^L$  et  $Q_V$  sont les mêmes et que le modèle ne va prédire aucune différence. Néanmoins, les courbes V(t)et  $Q_V(t)$  présentent des différences. La seule explication plausible est que les instabilités modifient fortement l'écoulement. En effet, pour une longueur e = 4 mm, l'instabilité dure plus longtemps et a une amplitude plus grande que pour e = 2 mm. Le CHAPITRE 5 suivant s'intéressera à cela.

Nous avons également vu que la tension de surface du fluide  $\gamma$  jouait un rôle sur la vitesse de l'écoulement sauf pour le verre où l'effet est très faible. Dans notre modèle, la seule contribution qui dépend de la tension de surface est le terme de pression de Laplace  $\delta E_c^{\text{LP}}$ . Le terme  $\gamma$  étant en facteur de l'expression, la tension de surface est diminuée avec du SDS, nous devrions toujours voir une diminution de ce facteur. Cela entraîne une diminution de l'accélération et donc un temps d'écoulement qui devrait être plus long. Or, expérimentalement, nous observons le contraire. Pour essayer de comprendre ce qu'il se passe, il faut encore bien observer les jets en sortie et plus particulièrement la modification du ménisque. En effet, lorsque du tensioactif comme du SDS est ajouté dans de l'eau, l'interaction avec l'air est modifié mais également celle avec les solides et donc le mouillage. La FIGURE 4.21 montre les photos pour un même débit volumique  $Q_V = 3 \text{ mL} \cdot \text{s}^{-1}$  pour différents matériaux, pour de l'eau et du SDS. La forme et la taille du ménisque changent à chaque fois. Ainsi, la contribution de chaque terme dans notre modèle va changer car les paramètres R, L et  $r_{\text{jet}}$  vont changer. Supposons toujours que la dissipation ne change pas en fonction du mouillage. En détail, nous avons :

- Pour le verre, le ménisque est légèrement plus petit. Cela signifie que l'absorption du SDS sur la surface la rend plus hydrophobe dans le régime dynamique où on se trouve<sup>3</sup>. Le calcul de  $dE_c/dt$  avec les paramètres mesurés donne une valeur proche de celle trouvée pour de l'eau. Ainsi, voir que l'écoulement change très peu avec du SDS est cohérent avec notre modèle.
- Pour le plexiglas, le ménisque est largement plus grand. L'absorption du SDS rend le fluide bien plus mouillant<sup>4</sup>. Le calcul de  $dE_c/dt$  avec les paramètres mesurés donne une valeur bien plus grande de celle trouvée pour de l'eau. Ainsi, l'accélération du fluide due au ménisque augmente et le fluide coule plus vite : c'est ce qui est observé expérimentalement.

<sup>3.</sup> Dans un régime stationnaire, les molécules de SDS vont s'absorber sur la surface et former une bi-couche. Dans ce cas, cette bi-couche augmente l'interaction avec le matériau et le fluide devient plus mouillant. Dans le cas dynamique du verre, il semblerait que cette bi-couche n'a pas le temps de se former et une monocouche de SDS se placerait avec sa tête hydrophile chargée sur le verre et sa queue hydrophobe du côté du fluide. Ceci réduit l'interaction avec la surface et le fluide mouille moins la surface.

<sup>4.</sup> Dans le cas du plexiglas, soit les molécules de SDS s'absorbent dans l'autre sens par rapport au verre, soit la formation d'une bi-couche est possible car le ménisque est plus petit.

• Pour le PVC, le ménisque est également largement plus grand et les conclusions sont les mêmes que pour le plexiglas. De plus, sur la FIGURE 4.11, l'écart entre l'eau et le SDS est plus important dans le cas du plexiglas que dans le cas du PVC. Or, sur les photographies le SDS mouille plus le plexiglas que le PVC. Avec les résultats du modèle, nous savons que pour des fluides qui mouillent assez bien ( $\theta_S < 60^\circ$ ), plus le matériau est hydrophile, plus le fluide coule vite. C'est ce qui se passe ici entre le PVC et le plexiglas et le calcul de  $dE_c/dt$  confirme tout ceci.



FIGURE 4.21 – Évolution de la forme et de la taille du ménisque lors de l'ajout de SDS pour un débit volumique  $Q_V = 3 \text{ mL} \cdot \text{s}^{-1}$ . La première ligne montre les expériences avec de l'eau et la seconde avec le SDS. Le SDS mouille moins le verre et plus le plexiglas et le PVC que l'eau.

Néanmoins, même si les évolutions vont dans le bon sens, les valeurs quantitatives sont moins convaincantes. Ceci est notamment dû à l'instabilité qui se développe beaucoup plus et dure plus longtemps pour le SDS. Le fait de la négliger n'est plus très raisonnable.

Même s'il n'est pas possible extraire des résultats quantitatifs du modèle pour la variation de la tension de surface, les prédictions qualitatives sont bonnes. La modification de la tension de surface s'accompagne nécessairement d'une modification du mouillage, ce qui modifie fortement l'écoulement.

Le dernier paramètre que nous avons fait varier est la taille du trou et les résultats expérimentaux semblent indiquer qu'il y a un rayon optimal autour de 1.5 mm où le rayon effectif est le plus proche du rayon réel. Cependant, le modèle que nous avons développé estime l'accélération du fluide due au ménisque qui se forme mais suppose que la dissipation est constante entre les différentes expériences. Ici, il n'est pas possible de supposer ceci, car plus le trou est petit, plus il y aura de la dissipation à l'intérieur du trou. Ceci est confirmé par la FIGURE 4.8 (b) sur laquelle on voit que la hauteur initiale effective normalisée décroît avec le rayon.

Il est tout de même possible de faire des prédictions avec ce modèle. Supposons que la forme et la taille du ménisque ne dépendent pas de la taille du trou. Ceci est une hypothèse assez forte mais si le débit volumique de fluide est le même, le ménisque ne devrait pas être trop modifié. Reprenons les valeurs de R, L et  $r_{jet}$  trouvées pour de l'eau pour les trois débits volumiques. La FIGURE 4.22 montre les résultats pour lesquels chaque contribution puis  $dE_c/dt$  ont été recalculées, pour deux rayons différents : un plus petit  $r = r_{jet} = 0.5$  mm et un plus grand  $r = r_{jet} = 5$  mm. Pour des rayons plus grands comme 5 mm la forme de la courbe  $dE_c/dt$  en fonction de  $\theta_S$  est quasiment identique avec les mêmes ordres de grandeur. Cependant, les énergies cinétiques mises en jeu sont beaucoup plus grandes car le cylindre à vitesse uniforme  $v_{jet}$  est bien plus grand. Ainsi, même si un effet devrait être visible avec le mouillage, expérimentalement nous ne devrions pas voir d'effets car les effets d'inertie vont complètement dominer sur les effets de tension de surface. Pour des trous plus petits comme 0.5 mm la courbe change de forme avec des valeurs grandes pour des matériaux hydrophiles puis une décroissance qui tend vers une valeur constante pour les matériaux hydrophobes. Cela signifie que le



ménisque accélère le fluide uniquement pour des matériaux hydrophiles, lorsque les effets de tension de surface dominent sur l'inertie du fluide.

FIGURE 4.22 – Variation de l'énergie cinétique du ménisque en fonction de  $\theta_S$  pour deux tailles de rayons et trois débits volumiques. Les valeurs ont été estimées à partir des valeurs de R, L et  $r_{jet}$  pour un rayon de r = 1.75 mm. À gauche, les valeurs ont été calculées pour  $r_{jet} = 0.5$  mm. L'accélération est bien plus importante sur les matériaux hydrophiles que sur les autres. La tension de surface prédomine sur l'inertie dans ce cas. À droite,  $r_{jet} = 5$  mm. La courbe ressemble à celle pour r = 1.75 mm avec les mêmes ordres de grandeur. L'énergie cinétique est cependant plus importante et le rôle du ménisque est négligeable. L'inertie du fluide domine sur sa tension de surface.

Cette étude de la dépendance du rayon permet de confirmer que, dans le cas d'un rayon de proche de la longueur capillaire nous nous situons dans un régime intermédiaire où l'inertie et la tension de surface du fluide sont en compétition. L'étude a été complètement menée expérimentalement pour un rayon de 1.75 mm mais des expériences montrent que les tendances sont les mêmes pour les rayons étudiés entre 1 et 2 mm. L'estimation avec le modèle confirme également ces résultats.

#### 4.3.5 Conclusions sur les effets de mouillage

Cette partie rapporte une étude sur l'effet du mouillage sur la vidange d'un réservoir à travers un trou de taille millimétrique; c'est-à-dire de l'ordre de la longueur capillaire du fluide. Les résultats expérimentaux démontrent que bien que l'écoulement suive un comportement qui peut être décrit par la loi de Torricelli, le mouillage affecte fortement la vitesse de drainage, qui passe par un minimum quand la surface extérieure de la plaque de fond du réservoir passe d'hydrophile à hydrophobe. La mouillabilité de cette surface semble avoir un effet maximal sur le ralentissement du débit pour un angle de mouillage statique  $\theta_s$  d'environ 60°. Des résultats similaires ont également été obtenus pour d'autres rayons de trous (plus petits ou de l'ordre de grandeur de la longueur capillaire  $\ell_c$ ; c'est-à-dire dans la plage de 1 à 2 mm).

Nous avons développé un modèle où nous proposons que l'effet non monotone du mouillage réside dans l'existence du ménisque qui se forme à la sortie du trou. Ce modèle calcule la variation d'énergie cinétique due à un écoulement dans le ménisque. Ces prédictions semblent en bon accord avec les résultats expérimentaux présentés ici; en effet, il capture les points clés du phénomène observé expérimentalement. Nous pensons que l'étude de cet effet mériterait d'être approfondie, à la fois d'un point de vue théorique, mais aussi expérimental, en particulier il faudrait tester d'autres matériaux comme des surfaces super-hydrophiles et super-hydrophobes.

### 4.4 Ecoulements avec des fluides visqueux

Toutes les expériences précédentes ont été effectuées avec de l'eau (parfois en ajoutant du surfactant) avec une viscosité assez faible. Nous proposons à présent d'augmenter la viscosité du fluide en ajoutant soit du glycérol, soit de l'huile Ucon à de l'eau. Toutes les solutions sont décrites dans la partie 2.4.1.

#### 4.4.1 Résultats expérimentaux

Comme nous l'avons fait à chaque fois, les premières courbes montrées sont celles de V(t) et de  $Q_V(t)$ . Celles-ci sont présentées sur la FIGURE 4.23 pour 4 solutions visqueuses et celle de l'eau sur du plexiglas pour un trou de  $r = 1.75 \,\mathrm{mm}$  et une hauteur initiale  $h_0 = 11 \,\mathrm{cm}$ . Toutes les courbes ont la même forme parabolique. Sur les deux figures, l'écoulement pour 5 mPa·s est plus rapide que celui de l'eau à  $\eta = 1 \text{ mPa-s.}$  Ceci n'est pas un artefact. Lorsque le Ucon est dissout dans l'eau, les molécules vont pouvoir se mettre à la surface et changer les propriétés de tension de surface ou de mouillage. C'est ce qui se passe ici. L'observation du film ou des gouttes sur une surface montre que la solution à 5 mPa·s est plus hydrophile que l'eau. Nous avons déjà observé par notre modèle que l'accélération due au ménisque est plus importante si on est plus hydrophile que sur le plexiglas (comme le Dural par exemple). Ici, cette augmentation de l'accélération est plus importante que le supplément de dissipation visqueuse. Si ce phénomène est mis de côté et que nous regardons uniquement les courbes de mélange Ucon-eau, nous remarquons que les courbes de V(t) sont de plus en plus étalées car l'écoulement dure de plus en plus longtemps. Pour les courbes  $Q_V(t)$ , plus le fluide est visqueux, moins la courbe ressemble à une droite. L'absence de rupture de pente ou de point d'inflexion indique l'absence d'instabilité pour tous les mélanges. Les vidéos confirment cette observation. L'application du modèle de Torricelli avec un ajustement linéaire n'est possible que sur une partie au début de l'écoulement, partie qui est de plus en plus réduite.



FIGURE 4.23 – Volume écoulé et débit volumique en fonction du temps pour différentes viscosités dynamiques (différentes concentrations de Ucon dans de l'eau). [Plexiglas; Ucon-Eau; r = 1.75 mm;  $h_0 = 11 \text{ cm}$ ] (a) Volume écoulé au cours du temps pour cinq viscosités dynamiques différentes. La valeur à 1 mPa·s correspond à de l'eau pure alors que les autres à des mélanges eau-Ucon. L'écoulement pour 5 mPa·s est plus rapide que l'eau. Le reste des courbes est dans le même ordre que la viscosité. (b) Débit volumique en fonction du temps pour les mêmes solutions. Les conclusions sont les mêmes que (a). Plus la viscosité augmente plus la plage sur laquelle nous pouvons considérer que le débit est une droite est faible.

Trois paramètres peuvent être extraits des courbes précédentes afin de voir l'évolution de l'écoulement avec la viscosité : un temps caractéristique et les deux paramètres effectifs. Dans le cas des fluides visqueux, nous n'étudierons pas le temps total d'écoulement car cela pose plusieurs problèmes : plus la fin de l'écoulement approche, moins le modèle du fluide parfait pourra s'appliquer; le moment où le jet s'arrête ou commence son goutte à goutte avec des fluides très visqueux n'est pas du tout reproductible (jusqu'à 10% sur  $t_{\text{stop}}$ ). Pour rendre compte des caractéristiques de l'écoulement, il est possible de définir un instant où une fraction donnée du volume initial de fluide a coulé. Nous avons ici choisi la moitié, soit une hauteur écoulée de  $h_0/2$ . Cependant, les résultats sont les mêmes quelque soit la fraction prise (inférieur à 90%). Notons ce temps  $5 \tau_{50}$ . L'extraction sur la courbe V(t) est très facile. Ce temps est représenté sur la FIGURE 4.24 (a). Il a été normalisé par le temps que donne le modèle de Torricelli et que nous avons déjà exprimé en (4.37) et qui donne ici :

$$t_T[h_0/2] = \sqrt{\frac{2}{g}} \frac{a^2}{\pi r^2} \left(\sqrt{h_0} - \sqrt{\frac{h_0}{2}}\right)$$
(4.86)

Ce temps normalisé a été tracé en fonction de la viscosité cinématique définie par  $\nu = \eta/\rho$  afin que la masse volumique n'intervienne plus. Les données expérimentales proviennent à la fois de mélanges eau-Ucon et de mélanges eau-glycérol pour différentes hauteurs initiales. Toutes les valeurs sont indiquées en légende. Tous les points s'alignent sur une même et unique droite signifiant que le temps nécessaire pour écouler la moitié est proportionnelle à  $\nu$  quelque soit le fluide et la hauteur initiale.

Concernant les paramètres effectifs, ils ont tous été extraits des courbes  $Q_V$  par un ajustement sur le début de l'écoulement puis calculés par la formule (4.22). Les résultats sont présentés sur la FIGURE 4.24 (b) pour les mêmes écoulements que la figure (a). Comme précédemment ces paramètres effectifs sont normalisés et tracés en fonction de  $\nu$ . Les rayons et les hauteurs initiales effectives sont alignés chacun sur une courbe décroissante se rapprochant d'une droite mais de manière moins convaincante que  $\tau_{50}$ . L'évolution de ces deux courbes est cohérente : plus le fluide est visqueux moins il va couler vite, donc le temps à la moitié sera plus grand et le rayon et la hauteur effectifs seront plus faibles car les dissipations sont plus grandes.



FIGURE 4.24 – **Propriétés des écoulements en fonction de la viscosité cinématique.** [Plexiglas; r = 1.75 mm] Les données proviennent d'écoulements avec deux mélanges différents (avec du Ucon ou du glycérol) et des hauteurs initiales différentes. (a) Temps lorsque 50% du volume s'est écoulé, normalisé par le temps prévu par le modèle de Torricelli  $t_T[h_0/2]$  (équation (4.86)) en fonction de la viscosité cinématique. Tous les points s'alignent sur une même droite tracée en pointillés. (b) Paramètres effectifs normalisés en fonction de la viscosité cinématique. Les deux paramètres décroissent (pas de manière linéaire) lorsque la viscosité augmente. Ceci est conforme avec l'évolution de (a).

Enfin, nous avons étudié l'influence du mouillage sur l'écoulement de fluides visqueux. Pour cela, nous avons fait couler la solution la plus visqueuse de mélange eau-Ucon ( $\eta = 145 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ ) sur quatre matériaux différents : verre, plexiglas, PVC et verre hydrophobe. Les angles de contact statique  $\theta_S$ 

<sup>5.</sup> Comme précédemment, on veillera à ne pas confondre  $\tau_{50}$ , le temps mesuré expérimentalement et  $t_T[h_0/2]$  le temps théorique donné par le modèle de Torricelli.

sont différents par rapport à l'eau pour un  $\eta$  donné. La FIGURE 4.25 présente les mêmes paramètres que la FIGURE 4.24 mais en fonction de  $\theta_S$ . Le temps croît avec l'angle de contact statique alors que les paramètres effectifs décroissent. Il n'y a plus de comportement non monotone avec des fluides assez visqueux car les dissipations visqueuses deviennent prépondérantes et l'effet de l'inertie devient négligeable. L'effet de la tension de surface reste le même. Il s'agit de la même situation que la section 4.3.4 où le modèle a été utilisé pour simuler des expériences avec un trou bien plus petit.

Il reste maintenant à modéliser ces observations expérimentales. Le paragraphe suivant en sera l'objet et montrera comment une modification du modèle de Torricelli à partir de l'équation de Bernoulli peut rendre compte des courbes expérimentales obtenues.



FIGURE 4.25 – **Propriétés des écoulements en fonction de l'angle de contact statique.** [Eau-Ucon;  $\eta = 145 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ ; r = 1.75 mm;  $h_0 = 11 \text{ cm}$ ] (a) Temps lorsque 50% du volume s'est écoulé, normalisé par le temps prévu par le modèle de Torricelli  $t_T[h_0/2]$  (équation (4.86)) en fonction de l'angle de contact statique. Ce temps croît avec  $\theta_S$ . (b) Paramètres effectifs normalisés en fonction de l'angle de contact statique. Les deux paramètres décroissent lorsque qu'on augmente  $\theta_S$ . Ceci est conforme avec l'évolution de (a).

#### 4.4.2 Modification de la loi de Torricelli pour les fluides visqueux

La modification du modèle de Torricelli a pour point de départ [Massalha2014] qui s'inspire de [Fox1973, Massalha2013, Saleta2005, Streeter1986, Synolakis1989, White1979] pour son développement. Partons de l'équation de Bernoulli que nous avons écrit en 4.2 mais en ajoutant deux termes :

$$\rho gh(t) = \frac{1}{2}\rho v_T^{\prime 2}(t) + \gamma \left(\frac{\partial A_i}{\partial V}\right) + w_{\text{pertes}}$$
(4.87)

où  $\gamma\left(\frac{\partial A_i}{\partial V}\right)$  représente la densité d'énergie interfaciale nécessaire pour créer la surface libre du jet et  $w_{\text{pertes}}$  est la perte de charge à travers le trou à cause de tous les effets dissipatifs. Notons  $v'_T$  la vitesse pour ce modèle. Lors de l'étude de l'effet du mouillage, nous avions considéré ces deux termes constants sans les quantifier. À présent, le mouillage est constant et nous quantifions les différentes sources de dissipation.

Le terme  $\left(\frac{\partial A_i}{\partial V}\right)$  possède deux composantes, une tangentielle et une normale à la surface du jet :

$$\left(\frac{\partial A_i}{\partial V_i}\right) = \underbrace{\left(\frac{\partial A_i}{\partial l}\right) \left(\frac{\partial l}{\partial V_i}\right)}_{\text{Tangent}} + \underbrace{\left(\frac{\partial A_i}{\partial r}\right) \left(\frac{\partial r}{\partial V_i}\right)}_{\text{Normal}}$$
(4.88)

Pour un jet cylindrique idéal de longueur l, de volume <sup>6</sup>  $V_i = \pi r 2l$  et de surface  $A_i = 2\pi r l$ , on a :

$$\left(\frac{\partial A_i}{\partial l}\right) \left(\frac{\partial l}{\partial V_i}\right) = \frac{A}{V} = \frac{2}{r} \qquad \left(\frac{\partial A}{\partial r}\right) \left(\frac{\partial r}{\partial V_i}\right) = \frac{1}{r}$$
(4.89)

où le terme 2/r est dû à la formation de l'interface liquide-air et le terme 1/r à la courbure. Afin de rendre compte de la forme réelle du jet en sortie, [Massalha2014] introduit un coefficient phénoméno-logique  $\beta \leq 1$  tel que :

$$\gamma \left(\frac{\partial A_i}{\partial V_i}\right) = 3\beta \frac{\gamma}{r} \tag{4.90}$$

Concernant le terme de dissipation, il peut s'écrire comme :

$$w_{\text{pertes}} = k_T \frac{\rho v_T'^2}{2} + f_T \frac{e}{2r} \frac{\rho v_T'^2}{2}$$
(4.91)

où  $k_T$  est le coefficient de perte de charge et  $f_T$  un coefficient de friction qui dépend du nombre de Reynolds :

$$f_T = \frac{C_P}{\operatorname{Re}^{n_T}} \qquad \operatorname{Re} = \frac{d_c v'_T \rho}{\eta} = \frac{2r v'_T \rho}{\eta}$$
(4.92)

avec  $C_P$  et  $n_T$  des constantes. L'équation (4.87) devient :

$$\frac{k_T + 1}{2g} v_T'^2 + \frac{C_P e}{4rg} \left(\frac{\eta}{2r\rho}\right)^{2-n_T} v_T'^{2-n} = h - \frac{3\beta\gamma}{\rho gr}$$
(4.93)

Cette équation est difficilement soluble pour tout  $n_T$ . Or, pour un jet laminaire [Streeter1986] ces valeurs sont typiquement égales à  $n_T = 1$  et  $C_P = 64$ . Dans toutes nos expériences, les jets observés sont laminaires. Dans ce cas, la vitesse de sortie vaut :

$$v'_{T}(h) = \sqrt{\left(\frac{8e\eta}{r^{2}\rho(k_{T}+1)}\right)^{2} + \frac{2g}{k_{T}+1}\left(h - \frac{3\beta\gamma}{\rho gr}\right) - \left(\frac{8e\eta}{r^{2}\rho(k_{T}+1)}\right)}$$
(4.94)

Ici,  $(h - \frac{3\beta\gamma}{\rho gr})/(k_T + 1)$  peut être interprété comme une hauteur effective qui a la même interprétation que le  $h_{0\text{eff}}$  défini précédemment.

Il s'agit à présent de calculer le temps  $\tau$  que met le fluide pour couler d'une certaine hauteur h avec cette nouvelle vitesse. Pour cela posons :

$$A_{T} = \frac{8e\eta}{r^{2}\rho(k_{T}+1)} \qquad B_{T} = \frac{2g}{k_{T}+1} \qquad C_{T} = \frac{3\beta\gamma}{\rho gr}$$
(4.95)

afin de se ramener à la vitesse :

$$v_T'(h) = \sqrt{A_T^2 + B(h - C_T)} - A = A\left(\sqrt{1 + \frac{B_T}{A_T^2}(h - C_T)} - 1\right)$$
(4.96)

Or par conservation du débit :

$$-\frac{\mathrm{d}h}{\mathrm{d}t'} = \frac{\pi r^2}{a^2} v'_T(h) = \frac{\pi r^2}{a^2} A_T \left( \sqrt{1 + \frac{B_T}{A_T^2}(h - C_T)} - 1 \right)$$
(4.97)

Posons le changement de variable  $h' = \frac{B_T}{A^2}(h - C_T)$  avec  $dh' = \frac{B_T}{A_T^2}dh$ . h varie de h(t) à  $h_0$  donc h' varie de  $\frac{B_T}{A_T^2}(h(t) - C)$  à  $\frac{B_T}{A_T^2}(h_0 - C_T)$ . On obtient :

$$-\frac{A_T^2}{B_T}\frac{\mathrm{d}h'}{\mathrm{d}t'} = \frac{\pi r^2}{a^2}A\left(\sqrt{1+h'}-1\right)$$
(4.98)

<sup>6.</sup> On suppose ici que le rayon du jet est égale au rayon du trou dans le cas idéal.

Soit :

$$-\frac{A_T}{B_T}\frac{a^2}{\pi r^2}\frac{dh'}{dt'} = \left(\sqrt{1+h'}-1\right)$$
(4.99)

Posons alors le changement de variable  $t'' = t' \frac{\pi r^2 B_T}{A_T a^2}$  avec  $dt'' = dt' \frac{\pi r^2 B_T}{A_T a^2}$ . t' varie entre  $\tau$  et 0 donc t'' entre  $\frac{\pi r^2 B_T}{A a^2} \tau$  et 0. On obtient :

$$-\frac{\mathrm{d}h'}{\mathrm{d}t''} = \left(\sqrt{1+h'}-1\right) \tag{4.100}$$

Posons enfin h'' = h' + 1 avec dh'' = dh'. h'' varie de  $1 + \frac{B_T}{A_T^2}(h(t) - C_T)$  à  $1 + \frac{B_T}{A_T^2}(h_0 - C_T)$ . Soit :

$$-\frac{\mathrm{d}h''}{\mathrm{d}t''} = \left(\sqrt{h''} - 1\right) \tag{4.101}$$

Par séparation des variables :

$$-\frac{\mathrm{d}h''}{\sqrt{h''-1}} = \mathrm{d}t'' \tag{4.102}$$

Cette fonction est intégrable et nous trouvons :

$$-\left[2(\sqrt{h''} + \ln(\sqrt{h''} - 1))\right]_{1+\frac{B_T}{A_T^2}(h_0 - C_T)}^{1+\frac{B_T}{A_T^2}(h_0 - C_T)} = \frac{\pi r^2 B_T}{A_T a^2} \tau$$
(4.103)

Soit :

$$\tau = \frac{2A_T a^2}{\pi r^2 B_T} \left( \sqrt{1 + \frac{B_T}{A_T^2} (h_0 - C_T)} - \sqrt{1 + \frac{B_T}{A^2} (h(t) - C_T)} + \ln\left(\frac{h_0 - C_T}{h(t) - C_T}\right) \right)$$
(4.104)

Pour des raisons qui apparaîtront juste après, nous écrirons ce temps sous la forme :

$$\tau = \frac{2a^2}{\pi r^2 B_T} \left( \sqrt{A_T^2 + B(h_0 - C_T)} - \sqrt{A_T^2 + B_T(h(t) - C_T)} + A_T \ln\left(\frac{h_0 - C_T}{h(t) - C_T}\right) \right)$$
(4.105)

Nous avons ainsi l'expression du temps d'écoulement en fonction de la hauteur de fluide  $h(\tau)$  et de la hauteur initiale  $h_0$ . Avec les valeurs  $\eta = \beta = k_T = 0$ , nous retrouvons l'écoulement parfait du début du chapitre. Nous cherchons ici à savoir s'il est possible de prévoir que le temps  $\tau_{50}$  est proportionnel à la viscosité cinématique  $\nu$ . Le coefficient  $A_T$  est proportionnel à  $\nu$  est les coefficients  $B_T$  et  $C_T$  ne font pas intervenir la viscosité. Une estimation des termes  $A_T^2$  et  $B_T(h_0 - C_T)$  ou  $B_T(h(t) - C_T)$  montrent qu'ils sont du même ordre de grandeur. En effet, en considérant  $\nu = 140 \ 10^{-6} \ \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ,  $e = 2 \ \text{mm}$ ,  $r = 1.75 \ \text{mm}$ , k = 0 (pour mettre toute la dissipation dans la viscosité), nous trouvons  $A_T = 7.31 \ 10^{-4} \ \text{m} \cdot \text{s}^{-1}$  et  $B_T = 19.6 \ \text{m} \cdot \text{s}^{-2}$ . Avec  $h_0$  ou h(t) égale à 10 cm soit :

$$A_T^2 \sim 5 \ 10^{-7} \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-2} \qquad B_T(h_0 - C_T) \sim 2 \,\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-2}$$

$$(4.106)$$

Donc  $A_T^2 \ll B_T(h_0 - C_T)$  et l'expression du temps devient :

$$t = \frac{2a^2}{\pi r^2 B_T} \left( \sqrt{B_T (h_0 - C_T)} - \sqrt{B_T (h(t) - C_T)} + A_T \ln\left(\frac{h_0 - C_T}{h(t) - C_T}\right) \right)$$
(4.107)

ce qui donne en fonction des paramètres du problème :

$$t = \frac{(k_T + 1)a^2}{g\pi r^2} \left[ \sqrt{\frac{2g}{k+1}} \left( \sqrt{h_0 - \frac{3\beta\gamma}{\rho gr}} - \sqrt{h(t) - \frac{3\beta\gamma}{\rho gr}} \right) + \frac{8e\nu}{r^2(k_T + 1)} \ln\left(\frac{h_0 - \frac{3\beta\gamma}{\rho gr}}{h(t) - \frac{3\beta\gamma}{\rho gr}} \right) \right]$$
(4.108)

Appliquons cette expression à notre expérience du temps pour vidanger la moitié de la cuve pour trouver :

$$\frac{\tau_{50}}{t_T} = \sqrt{\frac{g}{2}} \frac{\pi r^2}{a^2} \frac{(k_T + 1)a^2}{g\pi r^2} \frac{1}{\sqrt{h_0} - \sqrt{\frac{h_0}{2}}} \left[ \sqrt{\frac{2g}{k_T + 1}} \left( \sqrt{h_0 - \frac{3\beta\gamma}{\rho gr}} - \sqrt{\frac{h_0}{2} - \frac{3\beta\gamma}{\rho gr}} \right) + \frac{8e\nu}{r^2(k_T + 1)} \ln \left( \frac{h_0 - \frac{3\beta\gamma}{\rho gr}}{\frac{h_0}{2} - \frac{3\beta\gamma}{\rho gr}} \right) \right]$$

$$= \frac{k_T + 1}{\sqrt{2gh_0} - \sqrt{gh_0}} \left[ \sqrt{\frac{2g}{k_T + 1}} \left( \sqrt{h_0 - \frac{3\beta\gamma}{\rho gr}} - \sqrt{\frac{h_0}{2} - \frac{3\beta\gamma}{\rho gr}} \right) + \frac{8e\nu}{r^2(k_T + 1)} \ln \left( \frac{h_0 - \frac{3\beta\gamma}{\rho gr}}{\frac{h_0}{2} - \frac{3\beta\gamma}{\rho gr}} \right) \right]$$

qui est bien de la forme  $\tau_{50} = a_{\tau}\nu + b_{\tau}$ . La régression linéaire de la FIGURE 4.24 donne les valeurs de  $a_{\tau}$  et  $b_{\tau}$ . Nous en déduisons que le paramètre  $\beta$  est négligeable (pris égal à 0 pour la suite). Cela signifie que le terme  $\frac{3\beta\gamma}{\rho gr}$  est négligeable devant  $h_0/2$  ou  $h_0$ . Trouver que le terme de tension de surface, qui dépend de la masse volumique, est négligeable est cohérent avec le fait que les points de la FIGURE 4.24 s'alignent tous sur une même droite alors qu'il y a deux fluides différents avec des masses volumiques différentes. Le calcul donne ensuite  $k_T = 0.104$ . Ce paramètre contient toute la dissipation qui ne dépend pas de la viscosité du fluide (pertes de charge principalement).

En somme, la modification du modèle de Torricelli avec des termes supplémentaires dans l'équation de Bernoulli nous a permis de rendre compte des observations expérimentales, à savoir que  $\tau_{50}$  était proportionnel à  $\nu$ . Cette modélisation est valable sur plus de 90% de l'écoulement car une étude a également été effectuée pour des temps comme  $\tau_{90}$ . De plus, l'estimation des paramètres de régression a permis de montrer que la dissipation induite par la formation du ménisque en sortie était négligeable et que la dissipation ne dépendant pas de la viscosité (paramètre  $k_T$ ) était de l'ordre de 10%.

## 4.5 Conclusion

Dans ce chapitre, qui a constitué la majeure partie du travail de cette thèse, nous avons montré que pour décrire correctement la vidange d'un réservoir rempli d'un fluide newtonien à travers un orifice dont la taille est de l'ordre de la longueur du capillaire fluide, le modèle de Torricelli devait être adapté en utilisant des paramètres effectifs pour la taille du trou et la hauteur de fluide dans la cuve. En ça, nos expériences ont démontré que même pour des fluides simples, nous observions des comportements bien plus riches et bien plus complexes que ce qui est prévu par la théorie classique pour l'écoulement d'un fluide parfait à travers un orifice. Nous avons essayé de faire une liste exhaustive des quantités géométriques et des propriétés physiques des fluides et des matériaux qui pouvaient contrôler ces paramètres effectifs.

Pour les fluides visqueux, nous avons montré que nous pouvions modifier le modèle de Torricelli pour prendre en compte les différentes sources de dissipation et ainsi rendre compte de l'écoulement d'un fluide visqueux à travers un orifice sur la plus grande partie de son écoulement. Nous avons ainsi montré que le temps nécessaire pour vidanger X% de la cuve (avec X < 90%) variait linéairement avec la viscosité cinématique du fluide.

Mais, le résultat principal présenté dans ce chapitre est l'étude qui montre l'importance du mouillage du fluide sur la surface externe du réservoir, autour du trou de sortie, sur le débit du jet. Grâce à la qualité de nos expériences nous avons pu mettre à jour des résultats complètement nouveaux et inattendus. En particulier, nous avons montré que l'effet du mouillage sur l'écoulement du fluide en fonction de l'angle de mouillage statique est non monotone et, que cet effet sur le ralentissement du débit est maximal pour un angle de mouillage statique  $\theta_S$  d'environ 60°. Nous avons développé un modèle qui calcule la variation d'énergie cinétique dû à un écoulement dans le ménisque qui se forme à la sortie du trou pour rendre compte de nos observations. Ce modèle bien que simple et incomplet semble assez bien décrire le phénomène observé expérimentalement et il apporte des pistes pour une meilleure interprétation théorique. Cette étude a donné lieu à un article dans *Physical Review Letters* en décembre 2016, article qui a fait les "Highlights" de *Physical Review Letters*.

Pour finir, nos expériences sur l'effet du mouillage ont apporté un second résultat lui aussi original et inattendu que nous n'avons pas décrit dans ce chapitre (même si nous l'avons mentionné). Nos expériences ont aussi montré l'existence d'une instabilité du jet à la sortie du réservoir qui, à notre connaissance, n'a jamais été décrite précédemment. Cette instabilité semble, elle aussi, pilotée par le mouillage du fluide sur la surface externe du réservoir autour du trou de sortie. L'étude détaillée de cette instabilité est le propos du chapitre suivant.

## Chapitre 5

# Instabilités du jet

Les détails font la perfection, et la perfection n'est pas un détail. Léonard De Vinci

5.1	Descrip	otion des différents régimes
5.2	Diagramme des phases	
	5.2.1	Effet du mouillage
	5.2.2	Effet du rayon du trou
	5.2.3	Effet de la longueur du trou
	5.2.4	Effet de la tension de surface
	5.2.5	Effet de la viscosité
	5.2.6	Résumé des paramètres pour le développement des instabilités
5.3	Influen	ce de l'instabilité sur l'écoulement
	5.3.1	Temps des différents régimes 120
		Dépendance avec la hauteur initiale
		Dépendance avec le mouillage
		Dépendance avec le ravon
		Autres paramètres
	5.3.2	Paramètres effectifs
		Influence de la hauteur initiale
		Influence du mouillage
		Influence du ravon du trou
5.4	Mécanismes macroscopiques des instabilités	
-	5.4.1	Transitions entre les différents régimes
	5.4.2	Amplitude et longueur d'onde des instabilités
5.5	Étude	du ménisque
	5.5.1	Images à la caméra rapide
	5.5.2	Dynamique du ménisque
	5.5.3	Compétition des forces en présence
5.6	Étude	approfondie de l'instabilité de jet
0.0	5.6.1	Évolution fréquentielle par rapport au temps le long du jet
	5.6.2	Principe de la transformée de Hilbert 142
	563	Relations de dispersion 144
57	Conclu	sion 148
0.1	Contoin	

Le chapitre précédent s'est principalement focalisé sur le temps de vidange de l'écoulement et la vitesse du fluide en sortie. Le modèle développé rend bien compte du comportement non-monotone du temps d'écoulement en fonction du mouillage. Néanmoins, quantitativement le modèle prévoit des valeurs entre les matériaux hydrophobes et hydrophiles qui ne sont pas classées dans le bon sens par rapport à l'expérience. Il a été mentionné plusieurs fois que des instabilités apparaissaient en sortie du trou. Jusqu'à présent, ces instabilités ont été négligées car l'étude portait sur une moyenne temporelle sur tout l'écoulement. Le but de ce chapitre est d'étudier en détail ces instabilités et de montrer qu'en prenant en compte celles-ci, il est possible de montrer qualitativement que le modèle rend bien compte de la réalité. Notamment, nous montrerons que les matériaux hydrophiles permettent un écoulement plus rapide que les hydrophobes car leur temps passé dans une instabilité est bien plus grand. Nous commencerons par montrer et décrire ces instabilités et repérer quand elles se développent. Puis nous étudierons les courbes de volume en fonction du temps pour déterminer des paramètres effectifs et des temps de régimes instables. Enfin nous effectuons une étude complète sur les images du jet afin de déterminer : les longueurs d'onde et les fréquences mises en jeu, le mécanisme de formation de l'instabilité et l'évolution de l'instabilité à la fois le long du jet et au cours du temps. Nous montrerons notamment que l'instabilité est produite par le mouillage au niveau du trou à une fréquence principale et que la tension de surface permet le transfert d'énergie vers des modes de fréquences et de longueurs d'onde différents.

## 5.1 Description des différents régimes

Un exemple d'image d'instabilité a déjà été présenté dans la section 3.2.3 mais il s'agissait juste d'un support pour tester la technique de détection du contour du jet. Il s'agit maintenant de décrire plus en détail ce qui se passe lors d'un écoulement.

Pour illustrer ce qu'il peut se passer lors d'un écoulement dans notre dispositif, prenons deux exemples. Ils sont effectués avec de l'eau et un trou de rayon  $r = 1.75 \,\mathrm{mm}$  et de longueur  $e = 2 \,\mathrm{mm}$ . La hauteur initiale est  $h_0 = 10 \,\mathrm{cm}$ . La différence entre les deux est le mouillage de la plaque de sortie : une en verre plutôt hydrophile et l'autre en plexiglas un peu plus hydrophobe. Sur la FIGURE 5.1 ont été juxtaposées les images du jet en sortie pour différents temps. Les photographies du haut correspondent à l'écoulement sur le verre et celles du bas sur le plexiglas. Les instants choisis permettent de mettre en exergue le comportement du jet et de l'instabilité dans les deux cas. Dans le cas du verre, dès le début de l'écoulement une instabilité apparaît avec l'aspect d'un chapelet de gouttes plutôt que d'une déstabilisation de la surface libre. Ce type d'instabilité, qu'on notera par la suite A, possède une amplitude importante et une longueur d'onde bien visible à l'œil. Cette instabilité décroît lentement en augmentant sa longueur d'onde avant de laisser sa place à un jet stable. La durée de l'instabilité est importante, environ 80 s pour l'exemple, soit plus de la moitié de la durée totale de l'écoulement. Dans le cas du plexiglas, l'instabilité A apparaît toujours dès l'ouverture du trou avec le même aspect. Cependant, à un instant bien précis (sur la figure entre 20 et 50 s) une transition nette et très rapide (de l'ordre de la dizaine de millisecondes) se produit. L'instabilité voit son amplitude chuter brutalement et transite vers un second type d'instabilité, noté B, dont un exemple est montré à l'instant t = 50 s (en bas). Cette instabilité décroît avant de laisser sa place à un jet stable. Le jet est instable moins longtemps pour le plexiglas. L'écoulement est plus long mais l'explication a été donnée dans le Chapitre 4.

En somme, nous avons pu décrire ainsi ce qu'il pouvait apparaître lors de l'écoulement : deux types d'instabilités, A et B, puis un jet stable. Nous avons vu que dans le cas du verre, l'instabilité de type B n'a pas l'air d'être présente car la transition abrupte n'existe pas. De plus, une instabilité n'apparaît pas forcément au début de l'écoulement, notamment si la hauteur initiale est faible ou si le matériau est hydrophobe. Si l'instabilité n'apparaît pas au début de l'écoulement, elle ne le fera pas pendant. Il faut donc à présent cartographier ces instabilités en fonction des différents paramètres du système.



FIGURE 5.1 – Jet à la sortie de l'orifice pour différents temps et deux mouillages différents. [Eau; r = 1.75 mm;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ; e = 2 mm] En haut : la plaque est en verre ( $\theta_S = 13.2^{\circ}$ ). Une instabilité, notée A, d'une grande amplitude dure plus de la moitié de l'écoulement. Son amplitude semble décroître alors que la longueur d'onde augmente avant que le jet devienne stable. En bas : La plaque est en plexiglas ( $\theta_S = 63.8^{\circ}$ ). Le jet est instable moins longtemps que pour le verre. De plus, il y a une transition brutale entre deux types d'instabilité : une, notée A, de grande amplitude, et l'autre, notée B, avec une amplitude bien plus faible.

## 5.2 Diagramme des phases

L'instabilité, lorsqu'elle existe, apparaît toujours au début de l'écoulement. Cherchons maintenant à savoir dans quelles conditions elle apparaît et quels sont les paramètres de contrôle. Dans le CHA-PITRE 4, nous avons vu qu'il était possible de faire varier plusieurs paramètres :  $h_0$ , r,  $\theta_S$ , L,  $\gamma$  et  $\eta$ . Nous allons donc étudier l'influence de ces divers paramètres sur la présence ou non d'une instabilité. Le paramètre  $h_0$  sera notre paramètre de référence. En effet, en dessous d'une hauteur initiale critique il n'y a plus la présence d'une instabilité. L'étude consiste à repérer les valeurs de cette hauteur critique en fonction des autres paramètres. Nous tracerons des diagrammes de phase avec  $h_0$  en ordonnée et un autre paramètre en abscisse.

#### 5.2.1 Effet du mouillage



Tout d'abord, nous regardons l'influence du mouillage sur l'instabilité.

FIGURE 5.2 – Diagramme de phases des instabilités de jets en fonction du mouillage. [Eau; r = 1.75 mm; e = 2 mm] Expériences réalisées pour nos six matériaux différents et des hauteurs initiales entre 3 et 11 cm. Chaque cercle correspond à une série d'expériences réalisées. L'instabilité avec une grande amplitude est notée A et celle avec une petite B. Les différentes couleurs représentent les régimes d'instabilités. Les cercles rouges représentent les expériences avec uniquement l'instabilité A, les violets celles avec une transition pendant l'écoulement entre A vers B et les bleus les expériences avec uniquement l'instabilité B.

La FIGURE 5.2 présente les différents régimes en fonction de l'angle de contact statique des matériaux utilisés et de la hauteur initiale. Les autres paramètres sont fixés : le fluide est de l'eau, le rayon du trou vaut r = 1.75 mm et son épaisseur e = 2 mm. Une série d'expériences a été réalisée pour chaque cercle tracé. Quatre scénarios sont possibles lors des écoulements :

- le jet reste stable tout le long de l'écoulement. Cette situation est représentée par des cercles blancs;
- le jet présente uniquement l'instabilité A dès le début de l'écoulement qui décroît lentement vers 0 avant de laisser la place à un jet stable. Ce régime, représenté par des cercles rouges, ne se présente que pour le verre (donc un matériau hydrophile) au dessus d'une hauteur initiale critique égale à 4 cm dans ce cas;
- le jet présente uniquement l'instabilité *B* dès le début de l'écoulement qui décroît lentement vers 0 avant de laisser la place à un jet stable. Ce cas, représenté par des cercles bleus, se déroule pour des matériaux hydrophobes (verre hydrophobe et Teflon) au-dessus d'une hauteur critique égale à 7 cm dans ce cas. On retrouve également ce régime pour les matériaux avec un mouillage intermédiaire (Dural, Plexiglas, PVC) entre deux valeurs de la hauteur initiale, par exemple entre 6 et 9 cm pour le Dural;
- le jet présente au début de l'écoulement l'instabilité A et une transition se produit pour laisser apparaitre l'instabilité B. Celle-ci va ensuite décroitre vers 0 pour laisser la place à un jet stable. Ce phénomène, représenté par des cercles violets, se produit uniquement pour des matériaux aux mouillages intermédiaires (Dural, Plexiglas, PVC) et au delà d'une hauteur initiale effective, par exemple 8 cm pour le plexiglas.

La lecture de ce diagramme nous renseigne sur deux choses : le mouillage de la plaque et la hauteur initiale sont très importants dans le développement des instabilités. Dans notre gamme de hauteurs initiales, il est possible de distinguer trois groupes : pour les matériaux hydrophiles seule l'instabilité A est présente; pour les matériaux hydrophobes il s'agit uniquement de l'instabilité B; pour des matériaux intermédiaires une transition entre les deux est présente. De surcroît, il faut à chaque fois une certaine hauteur initiale critique pour passer à un régime plus instable (de stable vers A ou B ou de B vers un régime possédant une transition  $A \rightarrow B$ ). Les instabilités ont ainsi besoin d'une certaine pression hydrostatique pour se déclencher.

#### 5.2.2 Effet du rayon du trou

Nous allons maintenant fixer le mouillage de la plaque et faire varier le rayon de trou pour étudier pour quelles hauteurs initiales les instabilités se développent. Cette étude en fonction du rayon n'a, pour le moment, été réalisée que pour deux matériaux : plexiglas et PVC. Des expériences avec des matériaux hydrophiles et hydrophobes seront nécessaires afin de confirmer ces résultats.



FIGURE 5.3 – Diagramme de phases des instabilités de jets en fonction du rayon du trou pour deux matériaux différents : plexiglas et PVC. [Eau; e = 2 mm] Expériences réalisées pour cinq rayons de trou différents et des hauteurs initiales entre 3 et 11 cm. Les différentes situations d'écoulements (uniquement l'instabilité A ou B, une transition de A vers B ou pas d'instabilités) sont représentées avec les mêmes couleurs que dans le paragraphe précédent.

La FIGURE 5.3 présente le diagramme de phase en fonction du trou pour deux matériaux différents : plexiglas ( $\theta_S = 63.8^{\circ}$ ) à gauche et PVC ( $\theta_S = 67.7^{\circ}$ ) à droite. Les deux diagrammes ont la même structure :

- le régime avec uniquement l'instabilité A apparaît uniquement pour des petits rayons (1 et 1.25 mm);
- la situation avec une transition  $A \rightarrow B$  n'est présente qu'au delà d'un certain rayon (1.5 mm pour le plexiglas et 1.75 pour le PVC) et pour des hauteurs initiales importantes;
- la présence uniquement de l'instabilité B est possible que pour des rayons assez grands (supérieur à 1.5 mm) et des hauteurs initiales intermédiaires (entre 7 et 5 cm par exemple pour le plexiglas avec r = 1.75 mm.

Les deux diagrammes possèdent tout de même une différence notable : le régime de transition  $A \rightarrow B$  est plus présent pour le plexiglas que pour le PVC. Ceci est notamment dû au fait que le PVC est légèrement plus hydrophobe et d'après le paragraphe précédent, plus le matériau est hydrophobe plus l'instabilité A se raréfie. Autre fait marquant, le rayon r = 1.75 mm semble jouer un rôle particulier car l'instabilité se développe pour des hauteurs initiales plus faibles. Cette valeur particulière a été choisie dans de nombreux cas d'études (voir CHAPITRE 4) de cette thèse à cause de ces effets d'instabilité plus importants. Cette valeur autour de 1.75 mm a déjà été justifiée comme proche de la moitié de la longueur capillaire.

#### 5.2.3 Effet de la longueur du trou

Le second paramètre géométrique qui a une influence sur le développement des instabilités est la longueur du trou, correspondant à l'épaisseur de la plaque qui compose le fond du réservoir. Comme au CHAPITRE 4, l'étude n'a été réalisée qu'avec un PVC différent de celui présenté dans le CHAPITRE 1. Néanmoins, la FIGURE 5.4 permet de voir l'influence de la longueur du trou dans un cas. Elle présente le diagramme de phase en fonction du rayon pour deux épaisseurs de plaque, donc deux longueurs de trou différents : 2 et 4 mm.



FIGURE 5.4 – Diagramme de phases des instabilités de jets en fonction du rayon du trou pour deux longueurs de trou différentes. [Eau;  $\theta_S = 75.3^o$ ] Le PVC utilisé n'est pas le même que celui utilisé tout le long de la thèse. Expériences réalisées pour cinq rayons r de trou différentes, deux longueurs de trou e (2 et 4 mm) et des hauteurs initiales entre 5 et 10 cm. Les différentes situations d'écoulements (uniquement l'instabilité A ou B ou pas d'instabilités) sont représentées avec les mêmes couleurs que dans le paragraphe précédent.

Tout d'abord, d'après le diagramme pour une longueur e = 2 mm la situation ressemble grandement à un matériau plutôt hydrophobe. En effet, d'après la FIGURE 5.2, pour les matériaux hydrophobes, seule l'instabilité *B* apparaît et pour des hauteurs initiales assez importantes. Il faut néanmoins remarquer que la FIGURE 5.2 a été tracée pour un rayon de trou r = 1.75 mm alors que la FIGURE 5.4 présente des résultats pour r = 1.5 ou 2 mm. Néanmoins, le cas pour un rayon de 1.75 mm se situe entre les deux et nous ne savons juste pas si l'instabilité se déclenche pour des hauteurs initiales inférieures à 8 cm.

Ensuite, le fait de doubler la longueur du trou modifie complètement le diagramme de phase. Seule l'instabilité A est présente (sans transition vers B) et pour des hauteurs initiales jusqu'à 5 cm et des rayons petits, jusqu'à 1 mm. Ainsi, l'augmentation de la longueur du trou semble favoriser l'apparition des instabilités et de surcroit de grandes amplitudes. Néanmoins, nous sommes incapables de dire à l'heure actuelle si cet effet grandit à mesure que la longueur du trou augmente ou s'il sature au bout d'un moment. Nous ne savons même pas si l'instabilité disparaîtra pour des longueurs assez grandes comme nous pouvons l'intuiter pour un long capillaire. En général, les expériences sont réalisées avec un tuyau dont l'embouchure est de taille finie alors que dans notre géométrique la plaque est infinie à la sortie du trou. Nous verrons dans le paragraphe 5.5 que l'origine de l'instabilité est une oscillation de la ligne triple. Donc pour un tuyau avec une embouchure finie, l'oscillation de cette ligne triple n'est pas possible car contrainte spatialement.

#### 5.2.4 Effet de la tension de surface

Des expériences ont été réalisées avec un mélange eau/SDS, afin d'abaisser la tension de surface, sur quatres matériaux différents : verre, plexiglas, PVC et verre hydrophobe. Les propriétés sont dans le CHAPITRE 1. La taille du trou a été fixée à r = 1.75 mm et la hauteur initiale à 11 et 10 cm. Sur toutes les expériences, seule une instabilité de type A apparaît avant de disparaître au bout d'un moment. Ce qui se passe pour des hauteurs plus faibles n'a pas encore été étudié. Cependant, il est important de noter que la nature de l'écoulement et de l'instabilité est très différente avec ce mélange eau/SDS.

La FIGURE 5.5 montre une image de chaque régime observée durant l'écoulement à travers une plaque de plexiglas avec r = 1.75 mm et e = 2 mm. Les écoulements à travers les autres matériaux possèdent les mêmes régimes mais avec des durées variées. Au début de l'écoulement (quelques dizaines de secondes), le jet semble turbulent et présente une instabilité de grande amplitude de type A. Le jet se stabilise alors peu à peu vers un second régime où une instabilité A apparaît clairement. Néanmoins, la forme de cette instabilité diffère légèrement de celle avec de l'eau, observée sur la FIGURE 5.1. Cette instabilité décroît alors lentement jusqu'à laisser sa place à un jet stable.



FIGURE 5.5 – Images du jet en sortie à différents instants. [Eau + SDS; Plexiglas; r = 1.75 mm; e = 2 mm;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ] Trois images représentant les trois régimes observés lors de l'écoulement d'un mélange eau/SDS. Le jet est très instable, voire turbulent, au début de l'écoulement. Puis, l'instabilité A apparaît avant de décroître vers 0 pour laisser la place à un jet stable. Les instants choisi n'ont pas de signification particulière, ils ont juste été choisis pendant le régime en question.

Enfin, l'ajout de tensioactif comme le SDS modifie également le mouillage avec la surface. Néanmoins, cette modification de l'angle de contact statique  $\theta_S$  ne peut pas expliquer à lui seul les observations expérimentales. En effet, pour le verre, l'angle de contact statique  $\theta_S$  augmente avec du SDS or un matériau légèrement moins hydrophile que le verre devrait moins favoriser les instabilités (voir FIGURE 5.2), ce qui n'est pas le cas. Pour les autres matériaux, l'ajout de SDS rend le matériau plus hydrophile mais avec un angle de contact statique qui reste supérieur à celui de l'eau sur du verre (~ 13°). Or l'expérience montre des instabilités beaucoup plus importantes et longues que le cas de l'eau sur du verre. Ainsi, une diminution de la tension de surface favorise le développement des instabilités.

#### 5.2.5 Effet de la viscosité

Le dernier paramètre qui a une influence sur les instabilités et que nous avons étudié est la viscosité du fluide. Pour cela, des mélanges glycérol/eau et Ucon/eau ont été utilisés. La FIGURE 5.6 présente le digramme de phases de la hauteur initiale en fonction de la viscosité cinématique  $\nu$  pour un écoulement à travers un trou de 1.75 mm percé dans du verre de 2 mm d'épaisseur. Les points à  $10^{-6} \text{ m}^2 \text{s}^{-1}$  sont les expériences avec de l'eau pure, ceux autour de 2.8  $10^{-6} \text{ m}^2 \text{s}^{-1}$  et 3.1  $10^{-6} \text{ m}^2 \text{s}^{-1}$  sont pour des mélanges eau/glycérol et ceux juste en dessous de 5  $10^{-6} \text{ m}^2 \text{s}^{-1}$  sont pour des mélanges eau/Ucon.

Comme la plaque utilisée est en verre, seule l'instabilité de type A se développe (voir paragraphe 5.2.1). Ce diagramme de phases nous indique que pour des viscosités cinématiques inférieures à 2 fois celle de l'eau l'instabilité est toujours présente, mais que pour celles supérieures à 3 fois celle de l'eau, il n'y a plus d'instabilités.

Les résultats de la FIGURE 5.6 se généralisent pour les autres mouillages et donc l'augmentation de la viscosité du fluide défavorise l'apparition des instabilités.



FIGURE 5.6 – **Digramme de phases de la hauteur initiale en fonction de la viscosité cinématique.** [Verre; r = 1.75 mm; e = 2 mm] Les points représentent des séries d'expériences avec de l'eau pure et des mélanges eau/glycérol ou eau/Ucon. Seule l'instabilité A apparaît dans ce cas car le matériau de la plaque est du verre. Au delà de quelques fois la viscosité de l'eau (entre 2 et 3), les instabilités ne se développent plus.

#### 5.2.6 Résumé des paramètres pour le développement des instabilités

En résumé, même si les dépendances avec les différents paramètres sont parfois un peu compliquées, listons les paramètres qui favorisent le développement des instabilités :

- un matériau hydrophile;
- un trou pas trop petit mais également pas trop grand. L'optimale semble être 1.75 mm correspondant à un diamètre proche de la longueur capillaire;
- augmenter la longueur du trou mais jusqu'à quel point?
- diminuer la tension de surface;
- une viscosité pas trop grande.

## 5.3 Influence de l'instabilité sur l'écoulement

Après avoir décrit les différents régimes d'instabilité et leurs diagrammes de phase en fonction des différents paramètres, nous allons voir quelles sont les modifications que cela implique sur l'écoulement. Nous verrons tout d'abord quels sont les temps des différents régimes et les proportions par rapport à l'ensemble de l'écoulement. Nous verrons ensuite comment les paramètres effectifs sont modifiés avec la présence d'instabilités.

#### 5.3.1 Temps des différents régimes

Nous allons tout d'abord voir quelle est la durée des différents régimes en fonction des différents paramètres afin de mieux comprendre quels sont les mécanismes physiques sous-jacents. Pour cela, nous repérons sur la vidéo de chaque écoulement soit la transition entre A et B soit quand le jet devient stable. L'erreur effectuée sur l'instant de la transition est estimée à 1 s.

#### Dépendance avec la hauteur initiale

Nous étudions tout d'abord l'effet de la hauteur initiale sur la durée des différents régimes. Nous avons choisi d'étudier 3 cas représentatifs :

- le verre possédant une transition depuis l'instabilité A vers un régime stable;
- le plexiglas avec une transition entre l'instabilité A et B et après vers un régime stable;
- le verre hydrophobe où seule la transition depuis l'instabilité B vers un régime stable est présente.

La FIGURE 5.7 présente les résultats pour ces trois cas où les cas du verre et du verre hydrophobe ont été regroupés sur le même graphe. Le temps de chaque régime A, B ou stable (stb) a été tracé en fonction de la racine de la hauteur initiale. Nous avons fait ce choix pour voir si la dépendance des temps est en  $\sqrt{h_0}$ , ce qui correspondrait à une dépendance linéaire en la vitesse de sortie (ou du débit volumique). On pourra se reporter au paragraphe 4.2.2 pour plus d'explications. Ces courbes ont été tracées pour des expériences avec de l'eau, r = 1.75 mm et e = 2 mm. Notons et rappelons que quelque soit la hauteur initiale du fluide, les transitions entre les différents régimes s'effectuent toujours pour les mêmes hauteurs. Le système n'a pas d'effet d'inertie ou de "mémoire" de l'écoulement passé.

Les cas du verre et du verre hydrophobe sur les courbes de gauche ont un comportement similaire. Pour les deux matériaux, une instabilité (A ou B) décroît lentement vers 0 et on repère l'instant où le jet n'oscille plus. Ce temps d'instabilité croît linéairement avec  $\sqrt{h_0}$  tandis que le temps du régime stable reste constant. La dépendance est alors ajustée par une droite. Les hauteurs initiales pour lesquelles l'instabilité est absente correspondent aux valeurs où ce temps d'instabilité devient négatif. Les dépendances linéaires et la moyenne des temps pour le régime stable ont été reportées sur les courbes en pointillés. Notons que le temps du régime stable est constant uniquement lorsqu'une instabilité est présente. Lorsque l'instabilité ne se développe plus, le temps du régime stable croît avec la hauteur initiale comme le temps total d'écoulement car les deux temps sont égaux (non montré sur la FIGURE 5.7).



FIGURE 5.7 – Temps d'existence des différents régimes stable/instable pour trois matériaux différents en fonction de la racine de la hauteur initiale. [Eau; r = 1.75 mm; e = 2 mm]. Les courbes pour le verre et le verre hydrophobe ont été regroupées sur le graphique de gauche car les comportements sont similaires. Le temps du régime stable est constant alors que le temps d'instabilité (A ou B) croît linéairement avec  $\sqrt{h_0}$ . Le cas du plexiglas avec les trois régimes (A, B et stable) est tracé à droite. Le régime stable a toujours un temps de présence constant alors que le temps du régime B est constant avant d'augmenter brutalement puis de décroître de manière linéaire. Le temps pour A décroît linéairement. Les cercles noirs vides représentent le temps total du régime instable (A + B). Ce temps croît linéairement avec  $\sqrt{h_0}$ .

Le cas du plexiglas présenté sur la courbe de droite est plus complexe lorsqu'une instabilité est présente. Le temps de régime stable est toujours constant. Lorsque l'instabilité de type A est présente, son temps d'existence croît linéairement avec  $\sqrt{h_0}$  comme le montre l'ajustement en pointillés rouges. Le temps de l'instabilité B reste constant. Cependant, cette instabilité A disparaît alors que le temps prévu par la droite est strictement positif. La condition pour que l'instabilité A puisse se développer est que son temps d'existence  $t_A$  soit supérieur au temps d'existence de l'instabilité B,  $t_B$ . Une fois que la hauteur initiale est inférieure à 8 cm, seule l'instabilité B persiste et son temps de présence augmente radicalement entre 8 et 7 cm. Pour comprendre cela, il faut tracer le temps total d'instabilité A + B représenté avec les cercles noirs vides. Ces points s'alignent alors avec les valeurs de  $t_B$  (pour  $h_0 < 8 \text{ cm}$ ) et on retrouve la dépendance en  $\sqrt{h_0}$ . La droite en points-tirets est un ajustement linéaire de ces valeurs. L'instabilité n'apparaît pas pour  $h_0 = 4 \text{ cm}$  alors que la droite prévoit une instabilité de quelques secondes. Cela s'explique simplement par le fait que l'instabilité a besoin d'une certaine énergie (cinétique) pour se développer. Ainsi, proche de la transition, la moindre modification ou défaut dans le système peut favoriser ou défavoriser le développement.

Nous avons vu dans le CHAPITRE 4, et notamment dans l'équation (4.40), que le temps de vidange théorique du modèle de Torricelli était proportionnel à  $\sqrt{h_0}$ . Or, dans le paragraphe, nous avons vu que la dépendance en  $\sqrt{h_0}$  n'apparaissait que pour le régime "le plus instable", en classant dans l'ordre A > B > stable. Cela signifie que chaque régime se comporte comme le modèle de Torricelli indépendamment. Nous avons vu, dans le CHAPITRE 4, que, en moyenne sur tout l'écoulement la dépendance en  $\sqrt{h_0}$  est aussi vérifiée.

#### Dépendance avec le mouillage

Comme pour le diagramme de phase, nous pouvons étudier l'influence du mouillage sur les temps de présence des différents régimes. Comme les temps d'écoulement sont différents en fonction du mouillage (voir CHAPITRE 4), il est préférable de tracer ces temps normalisés par le temps total d'écoulement  $t_{\text{stop}}$  défini dans le CHAPITRE 4.



FIGURE 5.8 – Temps d'existence des différents régimes stable/instable normalisé par le temps total d'écoulement  $t_{\text{stop}}$  en fonction de l'angle de contact statique pour deux hauteurs initiales. [Eau; r = 1.75 mm; e = 2 mm]. Les cercles représentent les expériences pour  $h_0 = 11 \text{ cm}$  et les triangles  $h_0 = 10 \text{ cm}$ . Les différentes couleurs représentent les différents régimes. Les barres d'erreurs sont inférieures à la taille des symboles.

La FIGURE 5.8 présente les temps de présence de chaque régime (A, B, A + B et stable) normalisés par le temps d'écoulement  $t_{stop}$  en fonction de l'angle de mouillage statique. Le rayon du trou vaut r = 1.75 mm dans ces expériences. Les différentes couleurs représentent les différents régimes ainsi que le cas instable A + B. Les deux symboles correspondent à deux hauteurs initiales différentes  $h_0 = 10$  et 11 cm. Les valeurs pour le Teflon n'ont pas été reportées car les expériences ne sont pas bien reproductibles à cause de l'état de surface du trou. Il est difficile de dégager une tendance générale pour ces données, néanmoins il est possible de décrire quelques phénomènes.

Les ratios ne dépendent que très peu de la hauteur initiale. La tendance générale est que la portion

de temps dans un régime instable (respectivement stable) diminue (respectivement augmente) avec  $\theta_S$ . Nous avons déjà vu que l'instabilité A disparaît pour les matériaux hydrophobes. Les valeurs pour  $\theta_S \sim 63^o$ , correspondant au plexiglas, sont différentes de la tendance générale. Le temps du régime instable (resp. stable) est plus long (resp. court) que ce que la tendance générale pourrait prédire. Le temps de l'instabilité A est plus long que celui de B alors que ce n'est jamais le cas pour le Dural et le PVC. Le plexiglas semble mieux développer les instabilités et avec une plus grande amplitude (instabilité A) que des matériaux avec des angles statiques similaires (PVC ou Dural). L'explication que nous pouvons donner ici est que le plexiglas a une hystérésis de mouillage plus faible que le Dural et le PVC comme nous avons pu le voir que le paragraphe 1.4.3. Notons également que seul le verre possède un régime instable plus long que le régime stable, dans les gammes de paramètres étudiés dans cette thèse.

#### Dépendance avec le rayon

Nous pouvons à présent étudier l'influence du rayon du trou sur les temps de présence des différents régimes. Comme les temps d'écoulement sont très différents en fonction des rayons, ils seront également normalisés par  $t_{\text{stop}}$ . Comme dans le paragraphe 5.2.2, les expériences ont été uniquement effectuées pour du plexiglas et du PVC.



FIGURE 5.9 – Temps d'existence des différents régimes stable/instable normalisé par le temps total d'écoulement  $t_{\text{stop}}$  en fonction du rayon pour deux hauteurs initiales. [Eau; plexiglas; e = 2 mm]. Les cercles représentent les expériences pour  $h_0 = 11 \text{ cm}$  et les triangles pour  $h_0 = 10 \text{ cm}$ . Les différentes couleurs représentent les différents régimes. Les ratio de temps pour le régime stable et le régime instable (A + B) ne dépendent pas du rayon. Les barres d'erreurs sont inférieures à la taille des symboles.

Sur la FIGURE 5.9 sont représentés les temps d'existence de chaque régime normalisés par  $t_{\text{stop}}$  en fonction du rayon du trou. Les différentes couleurs représentent les différents régimes ainsi que le cas instable A+B. Les deux symboles correspondent à deux hauteurs initiales différentes  $h_0 = 10$  et 11 cm. Pour les deux hauteurs initiales, la portion de l'écoulement stable ne dépend que peu du rayon du trou avec une moyenne autour de  $65 \pm 5$  %. Les temps pour le régime A ou B ne semblent pas suivre de comportement monotone. En revanche, comme il s'agit du complémentaire du régime stable, le temps passé dans un régime instable (A + B), représenté avec des symboles noirs vides, ne dépend également peu du rayon avec une moyenne autour de  $35 \pm 5$  %. En regardant avec un peu plus d'attention la courbe, nous pouvons séparer les temps passés dans le régime stable (ou instable) en deux : 1, 1.25 et 1.5 mm avec une moyenne proche de 70% et 1.75 et 2 mm avec une moyenne proche de 60%. Nous n'avons pas d'explication de cette légère différence à part que la séparation est proche de la demi longueur capillaire  $\ell_c/2$ . De plus, la valeur 1.75 mm semble jouer un rôle particulier avec le temps d'instabilité le plus élevé et une instabilité A durant plus longtemps que la B. Le même phénomène se produit pour le PVC mais la généralisation nécessite plus d'expérience avec notamment un matériau hydrophobe et un hydrophile.

#### Autres paramètres

Les autres paramètres que nous avons fait varier sont : la longueur du trou e, la tension de surface  $\gamma$  et la viscosité dynamique  $\eta$  du fluide. La quantité de résultats est insuffisant pour tracer des tendances mais, comme pour le diagramme de phase, nous pouvons dire que :

- doubler de 2 à 4 mm la longueur du trou *e* augmente significativement la durée du régime instable (au-delà impossible de conclure);
- diminuer la tension de surface augmente significativement la durée du régime instable;
- augmenter légèrement la viscosité diminue très rapidement la durée du régime instable.

Nous avons étudié les temps d'existence des différents régimes stables et instables durant un écoulement. Nous allons à présent étudier ces différents régimes avec leurs effets sur l'écoulement en examinant les paramètres effectifs.

#### 5.3.2 Paramètres effectifs

Nous avons vu, dans le paragraphe 4.1.6, comment nous pouvions séparer les différents régimes sur les courbes du débit volumique en fonction du temps. La transition entre l'instabilité A et B se caractérise par un point d'inflexion alors que la transition entre un régime stable et instable par une rupture de pente. Chaque régime est alors ajusté par une droite permettant d'estimer les paramètres effectifs : le rayon  $r_{\text{eff}}$  et la hauteur initiale  $h_{0\text{eff}}$ . Nous avons calculé ces paramètres pour chaque expérience et nous les avons ensuite tracés en fonction des différents paramètres d'étude précédemment utilisés : hauteur initiale, mouillage, rayon du trou, longueur du trou, tension de surface, viscosité.

#### Influence de la hauteur initiale

Le premier paramètre dont nous étudions l'influence sur les paramètres effectifs est la hauteur initiale. Nous avons vu dans le paragraphe précédent que les instabilités se développaient que pour des hauteurs initiales supérieures à une certaine valeur seuil. Nous avons également pu dégager trois comportements différents. Les matériaux hydrophiles développent une instabilité de type A qui se stabilise lentement et vers la fin de l'écoulement. Les matériaux hydrophobes favorisent l'instabilité de type B qui disparaît également lentement mais vers le début de l'écoulement. Pour les matériaux de mouillages intermédiaires, l'instabilité A qui se développe au début laisse brutalement sa place à une instabilité B qui décroît jusqu'à un jet stable. Nous proposons dans ce paragraphe d'étudier les paramètres effectifs en fonction de la hauteur initiale pour un matériau de chaque catégorie de mouillage : le verre, le plexiglas et le verre traité hydrophobe.

La FIGURE 5.10 présente, à gauche, les valeurs de la hauteur effective  $h_{0\text{eff}}$  en fonction de la hauteur initiale  $h_0$  pour chaque régime existant pour trois matériaux (verre, plexiglas, verre hydrophobe). À droite, les rayons effectifs normalisés  $r_{\text{eff}}/r$  ont été reportés en fonction de  $h_0$  pour chaque régime. Les matériaux ont été classés du plus hydrophile, en haut, à celui le plus hydrophobe, en bas. Les trois couleurs représentent les trois régimes différents : rouge pour l'instabilité A, bleu pour la B et noir pour le régime stable.

Commençons par le cas du verre où seule l'instabilité A est présente. Les hauteurs initiales effectives en fonction de  $h_0$  suivent, quelque soit le régime, une loi affine de pente identique autour de 0.9. En



FIGURE 5.10 – Valeurs des paramètres effectifs de chaque régime en fonction de la hauteur initiale pour trois matériaux différents. [Eau; r = 1.75 mm] Chaque ligne de la figure représente un matériau différent classé dans l'ordre croissant de  $\theta_S$ : verre, plexiglas et verre hydrophobe. Sur la première colonne de graphiques est représentée la hauteur initiale effective. Sur la seconde est tracé le rayon effectif normalisé. Chaque couleur représente une régime différent.

revanche, l'ordonnée à l'origine est différente et toujours positive : 1.1 mm pour le régime A et 8.3 mm pour le régime stable. Cette hauteur pour  $h_0 = 0$  peut s'interpréter comme une pression supplémentaire ressentie par le fluide. Celle-ci ne dépend pas de la hauteur initiale car la dépendance de  $h_{0\text{eff}}$  avec  $h_0$ est affine. En revanche, elle dépend du régime dans lequel l'écoulement se trouve. Ainsi, pour le régime stable, la pression supplémentaire est plus importante alors que le ménisque en sortie est stable. Nous n'avons pas d'interprétation physique pour ce phénomène.

Toujours pour le verre, le rayon effectif normalisé du régime stable, en ronds noirs, est constant avec la hauteur initiale. Ainsi, la dissipation au niveau du trou ne dépend pas de la hauteur initiale. D'un autre côté, celui du régime instable A décroît lorsque  $h_0$  diminue. Ainsi, l'instabilité évolue avec la hauteur initiale et peut s'interpréter de deux manières différentes :

- la dissipation est la même pendant toute l'instabilité et donc l'accélération due au ménisque est plus importante pour des hauteurs importantes;
- l'accélération est quasiment identique pendant toute l'instabilité et la dissipation est moins importante lorsque l'instabilité est plus développée pour des grandes hauteurs de fluide dans la cuve.

Comme nous avons vu avec la hauteur initiale effective, il n'y semble pas avoir de pression supplémentaire qui dépend de la hauteur initiale dans le régime instable A. Ainsi, nous concluons que la dissipation change au cours de l'instabilité et qu'elle est moins importante quand l'instabilité est plus développée (hauteur plus grande).

Enfin remarquons que le régime instable A possède toujours une hauteur effective inférieure au régime stable alors que l'ordre est inversé pour le rayon effectif. Cela signifie d'après le modèle de l'écoulement parfait que le fluide, lors de l'instabilité, coule à une certaine vitesse  $v_T$  à travers un trou plus grand mais que la pression hydrostatique effective ressentie est plus faible à cause des pertes de charges.

Le cas du verre hydrophobe est similaire à celui du verre. La seule différence est qu'il s'agit de l'instabilité B qui se développe et que la hauteur critique pour qu'elle se développe est plus importante. À part cela, il existe toujours une dépendance linéaire de la hauteur initiale effective avec  $h_0$  pour les deux régimes avec des pentes de 0.95 et 0.99. La hauteur effective est toujours plus grande dans le cas stable que celui instable mais l'écart est bien moins important que pour le verre. Ceci se traduit par une ordonnée à l'origine des deux pentes quasiment identiques : 1.7 mm et 1.3 mm. Ainsi la dépression ressentie par le fluide dans le régime stable est bien plus importante dans le cas du verre. Le comportement pour le rayon effectif normalisé est exactement le même que pour le verre et les conclusions sont donc identiques. Notons cependant que l'écart entre les ratios dans le cas stable et instable est bien moins important que pour le verre. Ceci s'explique simplement par l'amplitude de l'instabilité B qui est bien moins importante que la A. Or cette instabilité augmente le débit volumique et ainsi le rayon effectif.

Le cas du plexiglas (mouillage intermédiaire) est plus compliqué à cause de la transition entre l'instabilité A et B. Nous allons toujours retrouver trois régimes en fonction de la hauteur initiale : instabilité A et transition vers B ( $h_0 \ge 8 \text{ mm}$ ); instabilité B ( $5 \text{ mm} \le h_0 \le 8 \text{ mm}$ ); jet toujours stable ( $h_0 \le 4 \text{ mm}$ ) :

•  $h_0 \geq 8 \text{ mm}$ : Les hauteurs initiales effectives de chaque régime sont linéaires avec  $h_0$ . Le dernier point pour le régime A est légèrement en dessous mais la mesure de celui-ci n'est pas très fiable car le temps de ce régime est trop court pour effectuer une mesure correcte. Les valeurs pour le cas stable sont toujours supérieures ou égales à celles des régimes instables. L'ordonnée à l'origine pour l'instabilité B est négative (-1.1 cm) alors que pour le cas stable et l'instabilité A, les valeurs sont positives et égales (0.4 cm). Cela signifie que le cas du plexiglas est différent des deux précédents. La pression supplémentaire ressentie par le fluide est la même dans le régime stable et dans celui de l'instabilité A. En revanche, dans le régime de l'instabilité B, une perte de charge assez importante apparaît. L'instabilité A se comporte comme le cas stable concernant la pression alors que l'instabilité B ressent une perte de charge importante lorsque l'instabilité A est présente. Les rayons effectifs normalisés sont constants dans chaque

régime et les valeurs pour les deux cas instables sont égales (89%) et supérieures au cas stable (84%). Ainsi le débit volumique est plus important pour les cas instables. Comme la pression ressentie est la même dans les deux cas, cela signifie que la dissipation dans le régime instable A est moins important que dans le régime stable.

- 5 mm  $\leq h_0 \leq$  7 mm : Ce cas ressemble au cas du verre hydrophobe avec uniquement l'apparition de l'instabilité *B*. La hauteur effective initiale est linéaire avec  $h_0$  et les valeurs du régime stable sont légèrement supérieures à celles du régime *B*. Les valeurs des pentes et des ordonnées à l'origine sont quasiment identiques entre les deux régimes. Le rayon effectif normalisé pour le régime stable est le même quelque soit la hauteur initiale. En revanche, dans cette gamme de hauteur initiale,  $r_{\text{eff}}/r$  pour le régime *B* décroît lorsque  $h_0$  décroît. Les conclusions physiques sont donc les mêmes que pour le verre hydrophobe.
- $h_0 \leq 4 \text{ mm}$ : Il n'y a plus d'instabilité et les valeurs du régime stable suivent le comportement des autres régimes : la hauteur initiale effective s'aligne toujours sur la même droite en fonction de  $h_0$  et le rayon effectif normalisé est toujours constant avec la même valeur.

En somme, les hauteurs effectives suivent toujours une loi linéaire avec  $h_0$  et l'ordonnée à l'origine n'est jamais nulle. Nous interprétons ceci comme une surpression ou une dépression ressentie par le fluide qui ne dépend pas de la hauteur initiale. Celle-ci est plus importante dans le cas stable et avec des ménisques plus grands. Le rayon effectif normalisé est contant avec  $h_0$  dans le cas stable alors que dans les cas instables ce rayon décroît quand  $h_0$  diminue. Ce n'est pas le cas lorsqu'une transition  $A \to B$  est présente. Nous concluons que la dissipation est toujours la même dans le régime stable et que plus l'instabilité se développe, moins la dissipation est importante.

#### Influence du mouillage

Le deuxième paramètre modifiant les paramètres effectifs est le mouillage de la plaque caractérisé par l'angle de contact statique  $\theta_S$ . Le traitement des courbes de masse au cours du temps est le même que dans la partie précédente, ce qui nous permet d'extraire le rayon et la hauteur initiale effectifs pour chaque régime (A, B ou stable) quand il est présent.



FIGURE 5.11 – Valeurs des paramètres effectifs de chaque régime en fonction de l'angle de mouillage statique. [Eau; r = 1.75 mm;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ] Sur le graphique de gauche est représentée la hauteur initiale effective en fonction de  $\theta_S$  (la hauteur initiale est la même pour toutes les expériences). Sur celui de droite est reporté le rayon effectif normalisé. Chaque couleur représente un régime différent.

Les résultats pour un rayon r = 1.75 mm et une hauteur initiale  $h_0 = 10$  cm sont présentés sur la FIGURE 5.11. Comme précédemment, nous avons représenté la hauteur initiale effective sur le graphique de gauche et le rayon effectif normalisé sur celui de droite. Ces quantités, dans ce paragraphe, sont tracées en fonction de l'angle de contact statique  $\theta_S$ . Ces résultats sont plus difficiles à interpréter et il
faut les comparer à la FIGURE 4.13 représentant les paramètres effectifs moyennés sur tout l'écoulement. Nous avions conclu que la dépendance de la hauteur initiale effective normalisée n'était pas claire même si les valeurs pour les mouillages intermédiaires ( $\theta_S \sim 60^\circ$ ) étaient légèrement en dessous. En revanche, pour le rayon effectif normalisé, le minimum marqué vers  $60^\circ$  correspond parfaitement aux observations sur le temps d'écoulement  $t_{\text{stop}}$ . Ce que nous pouvons observer dans chaque régime est assez similaire. En effet, pour la hauteur initiale effective, aucune tendance claire n'a l'air de se dégager mais les valeurs pour  $\theta_S$  autour de 60° semblent être légèrement inférieures dans le cas stable que dans le cas instable (quelque soit l'instabilité). En revanche, la variation du rayon effectif normalisé est bien plus nette avec un minimum autour de 60° quelque soit le régime.

Cette conclusion nous permet de réaffirmer que le comportement non monotone du temps de vidange avec le mouillage n'est pas à cause du développement des instabilités. En effet, quelque soit le régime considéré, ce comportement non monotone apparaît. En revanche, il est fort probable que ces instabilités puissent légèrement modifier la tendance. En effet, en regardant plus attentivement nous remarquons deux choses :

- La valeur du ratio pour le verre, dans le régime stable, n'est que légèrement supérieure au minimum vers 60°. Or nous avons vu que l'écart dans le temps était important. La valeur du ratio proche de 1 pour le régime instable A pour le verre, explique que la différence est bien plus grande.
- A contrario, les valeurs du ratio pour le plexiglas et le PVC ( $\theta_S \sim 60^\circ$ ) dans le régime instable sont égales ou légèrement plus grandes que celles des matériaux hydrophobes. Ce fait a pour tendance de réduire l'écart de temps d'écoulement entre les deux sans pour autant être assez important pour inverser l'ordre.

Ces affirmations permettent d'expliquer qualitativement la légère dissymétrie de  $r_{\text{eff}}/r$  et de  $t_{\text{stop}}$  des FIGURES 4.13 & 4.14. Le modèle n'a pu mettre en évidence ce phénomène car il ne prend pas en compte l'instabilité et considérait que son effet était négligeable durant l'écoulement. Nous avons ici la preuve que cette hypothèse était justifiée qualitativement mais que quantitativement il y a un effet visible.

## Influence du rayon du trou

Enfin, nous pouvons étudier les différents paramètres effectifs en fonction du rayon du trou. Nous avons effectué cette étude avec du plexiglas et les résultats, présentés sur la FIGURE 5.12, sont pour une hauteur initiale  $h_0 = 10$  cm. Les représentations sont les mêmes avec à gauche la hauteur initiale effective en fonction de r et à droite le rayon effectif normalisé, toujours en fonction de r.

Comme au paragraphe précédent, nous allons comparer ces courbes à celles trouvées pour la totalité de l'écoulement représentées sur la FIGURE 4.8 où la conclusion était qu'il existait un maximum pour le rayon effectif normalisé vers 1.5 mm et une hauteur initiale effective croissante avec r. La FIGURE 5.12, à droite, nous montre que quelque soit le régime, le rayon effectif normalisé possède un maximum vers 1.5 mm et donc que la conclusion faite sur l'ensemble de l'écoulement est valable pour chaque régime. En revanche, la conclusion est tout autre pour la hauteur initiale effective à gauche. En effet, celle-ci est constante dans le régime stable (environ 9.8 mm) alors que celle du régime instable (A et B confondus) augmente avec r. Ainsi, l'observation sur l'ensemble de l'écoulement est uniquement due à la partie instable de l'écoulement. Notre explication sur la perte de charge qui est de plus en plus importante au fur et à mesure que le trou se réduit, reste valable mais uniquement pour la partie instable. En effet, pour la partie stable, cette perte de charge ne dépend pas de la taille du trou contrairement à ce qui est attendu. Ceci est simplement dû au fait que la longueur du trou n'est pas assez grande pour qu'une perte de charge par un écoulement de Poiseuille soit visible.

Néanmoins, plus le trou est petit, plus la perte de charge (dissipation) due à l'instabilité est importante. Nous expliquons ce phénomène par l'aspect de l'instabilité qui n'est pas le même comme la FIGURE 5.13 le montre. L'aspect et la forme de l'instabilité sont bien différents entre les petits et les grands rayons. Pour r = 1.75 et 2 mm, les gouttes formées ne sont pas symétriques (forme de trapèze) et le rapport d'aspect est proche de 1. Pour les petits rayons (1 et 1.25 mm), les gouttes sont bien



FIGURE 5.12 – Valeurs des paramètres effectifs de chaque régime en fonction du rayon du trou. [Eau; Plexiglas;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ] Sur le graphique de gauche est représentée la hauteur initiale effective en fonction de r (la hauteur initiale est la même pour toutes les expériences). Sur celui de droite est reporté le rayon effectif normalisé. Chaque couleur représente un régime différent.

plus allongées et symétriques. Le cas r = 1.5 mm est intermédiaire avec des gouttes plus symétriques mais un rapport d'aspect proche de 1. Notons que la longueur d'onde est quasiment identique pour toutes les tailles de trou et donc que la modification du rapport d'aspect provient d'une modification du rayon. Ainsi la différence sur la hauteur initiale effective s'explique par cette différence d'aspect de l'instabilité. En revanche, il nous est impossible d'expliquer, à ce stade, pourquoi ces formes de gouttes provoquent une perte de charge plus ou moins grande.



FIGURE 5.13 – Photographies de l'instabilité A pour différents rayons de trou. [Eau; Plexiglas;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ] Toutes les photographies ont été prises quelques secondes après le début de l'écoulement lorsque l'instabilité s'est parfaitement établie. La forme de l'instabilité est très différente entre les petits rayons (1 et 1.25 mm) et les grands (1.75 et 2 mm). Le cas du rayon de 1.5 mm est intermédiaire.

En somme, l'étude des différents paramètres effectifs en fonction du rayon nous a permis d'affiner notre analyse physique sur la perte de pression en fonction du rayon et de confirmer notre affirmation sur le rayon effectif normalisé.

## 5.4 Mécanismes macroscopiques des instabilités

Après avoir décrit en détail dans les paragraphes précédents les diagrammes de phases et l'effet des instabilités sur l'écoulement *via* les paramètres effectifs, nous allons décrire les mécanismes macroscopiques des instabilités. Cela permettra de mieux comprendre leurs caractéristiques et l'origine de leur formation. Nous allons tout d'abord étudier les transitions entre les différents régimes en répérant à quel moment dans l'écoulement ils ont lieu. Ensuite, nous étudierons les caractéristiques macroscopiques des ondes formant les instabilités (amplitude et longueur d'onde).

## 5.4.1 Transitions entre les différents régimes

Afin de mieux comprendre l'apparition et la disparition de ces instabilités, nous allons repérer quand les transitions entre les différents régimes apparaissent dans l'écoulement. La FIGURE 5.7 présente les temps d'existence des différents régimes après avoir repéré le moment des transitions sur la vidéo. De plus, au CHAPITRE 4 et plus particulièrement sur la FIGURE 4.6, nous avons vu que le débit volumique  $Q_V$  était le même en fonction de la hauteur de fluide h quelle que soit la hauteur initiale  $h_0$ . Ainsi, à l'instant de la transition entre deux régimes nous faisons correspondre un couple  $(Q_t, h_t)$  de débit volumique et de hauteur facilement repérable avec les courbes de masse au cours du temps.

Nous avons relevé ces couples  $(Q_t, h_t)$  pour différents rayons et deux matériaux différents (plexiglas et PVC). Ces valeurs ont alors été reportées en fonction du rayon r sur la FIGURE 5.14,  $Q_t$  à gauche et  $h_t$  à droite. Les symboles bleus représentent la transition vers le régime stable (depuis B dans cette figure mais la distinction ne sera pas faite entre A et B par la suite) et les rouges la transition entre A et B. Les ronds sont les valeurs mesurées pour le plexiglas et les triangles pour le PVC. Les résultats pour le débit volumique semblent s'aligner sur une courbe unique pour la transition vers le régime stable et les valeurs pour la transition A vers B sont légèrement au dessus. En revanche, pour la hauteur de transition, aucune tendance ne se dégage avec une croissance pour le PVC et une décroissance pour le plexiglas. Ce paramètre ne semble pas bien rendre compte de la transition.



FIGURE 5.14 – Valeurs du débit volumique et de la hauteur de fluide au moment des transitions entre les différents régimes. [Eau; Plexiglas & PVC;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ] À gauche, le débit volumique au moment de la transition  $Q_t$  et à droite la hauteur correspondante  $h_t$ . Les symboles bleus représentent la transition vers le régime stable et les rouges celle entre A et B. Les ronds sont les valeurs pour le plexiglas et les triangles pour le PVC.



FIGURE 5.15 – Paramètres permettant d'étudier l'évolution des transitions entre régimes en fonction du rayon et du mouillage. [Eau; Plexiglas & PVC;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ] (a) Valeurs du paramètre  $Q_t^2/h_t$  en fonction de  $r^4$  pour les mêmes expériences que la figure précédente. La ligne pointillée bleue représente un ajustement linéaire (avec une ordonnée à l'origine nulle) pour les données de la transition vers le régime stable pour le plexiglas. Cela permet d'estimer le nombre de Froude pour la transition Fr = 0.503. Les symboles bleus représentent la transition vers le régime stable et les rouges celle entre A et B. Les ronds sont les valeurs pour le plexiglas et les triangles pour le PVC. (b) Nombre de Froude estimé pour chaque transition en fonction de l'angle de mouillage statique  $\theta_S$ . Les couleurs ont les mêmes significations que pour (a). La transition vers le régime stable est indifférente de son origine (Aou B).

Après diverses études sur les dépendances avec le rayon, nous avons trouvé un paramètre permettant de rendre compte de l'évolution des transitions avec le rayon. Ce paramètre est égal à  $Q_t^2/h_t$  et est représenté sur la FIGURE 5.15 (a) pour toutes les valeurs de la FIGURE 5.14 en fonction de  $r^4$ . Les couleurs et les symboles ont la même signification que la figure précédente. Tous les points pour la transition vers le régime stable s'alignent sur une même droite passant par zéro. Il en est de même pour les valeurs de la transition entre A et B.

Il est également possible de construire ce paramètre en comparant les deux quantités physiques dépendant des variables  $Q_t$  et  $h_t$ . Le débit volumique est directement relié à la vitesse du fluide en sortie  $v_t$  qui quantifie l'énergie cinétique du fluide par unité de volume  $\frac{1}{2}\rho v_t^2$ . La vitesse est simplement calculée par :

$$v_t = \frac{Q_t}{\pi r^2} \tag{5.1}$$

D'un autre côté, la hauteur de fluide restant dans la cuve définit une pression hydrostatique en sortie et plus particulièrement une énergie potentielle par unité de volume  $\rho gh_t$ . Le rapport de ces deux quantités est un nombre sans dimension appelé nombre de Froude :

$$\operatorname{Fr} = \frac{\frac{1}{2}\rho v_t^2}{\rho g h_t} = \frac{v_t^2}{2g h_t}$$
(5.2)

où le facteur 2 a été laissé pour des raisons de cohérence explicitées juste après.

Cette équation peut se réécrire de la façon suivante :

$$Fr = \frac{Q_t^2}{2\pi^2 r^4 g h_t} \tag{5.3}$$

Soit :

$$\frac{Q_t^2}{h_t} = 2\mathrm{Fr}\pi^2 g r^4 \tag{5.4}$$

Ainsi le fait que  $Q_t^2/h_t$  soit proportionnel à  $r^4$  signifie que la transition a lieu pour le même nombre de Froude pour un matériau donné quelque soit sa hauteur initiale et le rayon du trou. L'ajustement linéaire présenté sur la FIGURE 5.15 (a) permet donc directement d'estimer la valeur du nombre de Froude défini plus haut. Ceci est également possible pour le PVC et la transition de A vers B. En revanche, pour les autres matériaux, une étude en fonction du rayon n'a pas été effectuée et nous avons uniquement des données pour r = 1.75 mm. Néanmoins comme la dispersion des points de la FIGURE 5.15 (a) est très faible, une estimation du nombre de Froude pour un seul rayon est satisfaisante.

Sur la FIGURE 5.15 (b) ont été représentées les valeurs du nombre de Froude, estimé lors des transitions vers le régime stable ou entre A et B, en fonction de l'angle de contact statique  $\theta_S$ . Il est important de noter ici que la transition vers le régime stable ne tient pas en compte depuis quel régime instable il provient (indifféremment de A ou B). L'évolution du nombre de Froude est claire avec un minimum pour le PVC ( $\theta = 67.7^{\circ}$ ) quelque soit le type de transition. Les valeurs pour la transition de A vers B sont légèrement supérieures à celles vers le régime stable mais avec toujours le même écart (~ 0.05). L'écart entre le nombre de Froude du verre (maximum dans notre gamme) et celui du PVC (minimum) est de 0.18 soit un écart de plus de 30%. L'évolution ressemble à celle du nombre du rayon effectif normalisé mais il n'est pas du tout évident que la valeur d'un paramètre caractérisant les transitions entre régime suive ce même comportement non monotone.

Nous pouvons à présent revenir sur la signification de ce nombre de Froude définissant les transitions pour un matériau donné. Pour cela, reprenons le modèle de Torricelli et notamment l'équation (4.3) de la vitesse en sortie. Certaines approches [Clanet2000, Massalha2014, Saleta2005] pour rendre compte de la réalité dans le modèle de Torricelli ajoutent des coefficients plus ou moins empiriques. Prenons le cas le plus simple en considérant que la vitesse est modifiée par un préfacteur et montrons que celui-ci est relié au nombre de Froude défini plus haut par :

$$v_t(t) = \sqrt{\mathrm{Fr}}\sqrt{2gh(t)} \tag{5.5}$$

Soit :

$$v_t^2(t) = 2\mathrm{Fr}gh(t) \tag{5.6}$$

Soit :

$$Fr = \frac{v_t^2(t)}{2gh(t)} \tag{5.7}$$

qui est bien la même définition que l'équation (5.2). Ainsi le nombre de Froude dans notre système est relié au coefficient de réduction de vitesse par rapport au modèle de Torricelli. Celui-ci évolue au cours de l'écoulement comme le montre la FIGURE 5.16 pour un rayon de 1.75 mm et une hauteur initiale de 10 cm et différents matériaux. La première chose remarquable est que le nombre de Froude est quasiment constant tout le long de l'écoulement avec des légères variations et des sauts. À la fin de l'écoulement, Fr tend vers zéro sauf pour le verre où il augmente avant d'osciller. Ce phénomène est simplement dû au très grand ménisque qui se forme sur le verre et qui draine le liquide. Ceci se traduit alors par une force bien plus importante que la pression hydrostatique et c'est pourquoi le nombre de Froude peut devenir supérieur à 1. Néanmoins ce n'est pas ce qui nous intéresse dans cette figure. Le point à noter est que les valeurs du nombre de Froude durant le début de l'écoulement, où les transitions ont lieu, sont quasiment égales sauf pour le verre qui est toujours au dessus. En somme, même si les valeurs du nombre de Froude sont quasiment identiques quel que soit le matériau, les valeurs au moment de la transition de la FIGURE 5.15 (b) suivent une loi bien définie. Il est donc possible de prédire la valeur du nombre de Froude au moment de la transition pour n'importe quel mouillage.

Enfin, il faut remarquer que toute l'étude effectuée ici est uniquement pour de l'eau ne prend pas en compte la viscosité ou la tension de surface du fluide. Or nous avons vu dans le paragraphe 5.2.4 et 5.2.5 que ces paramètres avaient un rôle non négligeable sur les instabilités. Néanmoins, le manque de données expérimentales nous empêche de trouver expérimentalement la dépendance avec ces deux



FIGURE 5.16 – Évolution du nombre de Froude durant l'écoulement pour différents matériaux. [Eau;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ; r = 1.75 mm]. Le nombre de Froude (Fr) est calculé à chaque instant, via les courbes de masse, par l'équation (5.2). Les matériaux sont classés du plus hydrophile (verre) au plus hydrophobe (verre hydrophobe).

paramètres  $\gamma$  et  $\eta$ . Il faudrait en plus du diagramme Fr en fonction de  $\theta_S$  une troisième coordonnée prenant en compte la tension de surface et la viscosité. Deux candidats potentiels sont le nombre capillaire (Ca) et le nombre de Laplace<sup>1</sup> (La) :

$$Ca = \frac{V_C \eta}{\gamma} \qquad La = \frac{\gamma L_C \rho}{\eta^2} \tag{5.8}$$

où  $V_C$  et  $L_C$  sont vitesse et longueur caractéristiques qui ne seront pas forcément égales à  $v_t$  et r. Le nombre capillaire présenté dans le CHAPITRE 1, représente le rapport entre les forces visqueuses et la tension superficielle alors que La est le rapport entre la tension superficielle et le transfert de moment à l'intérieur du fluide. Néanmoins, le fait qu'ils font apparaître  $\gamma$  au numérateur et  $\eta$  au dénominateur ne semble pas en faire de bons candidats. En effet, une diminution de la tension de surface et de la viscosité favorise les instabilités. Ces deux paramètres devraient être soit tous les deux au numérateur ou au dénominateur.

Nous pouvons également proposer deux autres nombres pouvant rendre compte de ces transitions, le nombre de Reynolds (Re) et le nombre de Weber (We) :

$$Re = \frac{V_C L_C \rho}{\eta} \qquad We = \frac{\rho V_C^2 L_C}{\gamma}$$
(5.9)

avec les mêmes notations que précédemment. Re correspond au rapport entre les forces d'inertie et les forces de viscosité alors que We au rapport entre les forces d'inertie et de tension superficielle. Un nombre intéressant serait donc le produit des deux, ce qui revient à dire que dans le développement des instabilités, la viscosité et la tension de surface jouent tous les deux un rôle mais ne sont pas couplés. Toutes ces affirmations restent à confirmer.

<sup>1.</sup> Le nombre de Laplace est directement lié au nombre d'Ohnesorge par la relation suivante :  $La = Oh^{-2}$ . Le nombre de Laplace est également connu sous le nom de nombre de Suratman.

## 5.4.2 Amplitude et longueur d'onde des instabilités

La seconde analyse macroscopique faite sur les instabilités est de caractériser les ondes qui composent l'instabilité. Pour cela, nous disposons de vidéos avec le jet en sortie, comme les photographies de la FIGURE 5.1. Le programme de détection décrit dans le paragraphe 3.2.3 nous permet d'extraire le contour sur chaque image et ainsi d'obtenir le profil de chaque onde (gauche et droite) au cours du temps.



FIGURE 5.17 – Exemples de profils de jet et notations pour l'étude macroscopique du jet et de l'instabilité. [Eau; r = 1.75 mm;  $h_0 = 11 \text{ cm}$ ] Dans ces courbes, l'axe z représente la hauteur avec z = 0 une hauteur arbitraire juste après la sortie et l'axe y l'étalement radial avec y = 0 la valeur du centre du jet calculée. Le profil du jet est indiqué en noir. Les lignes rouges en points-tirets représentent le centre du jet (au milieu) et les lignes de base pour chaque côté du profil. (a) Courbe pour le verre à t = 18 s. En bleu ont été indiqués la valeur du rayon moyen ainsi qu'un exemple de longueur d'onde  $\lambda_1$  et d'amplitude  $A_1$  sur le profil. (b) Courbe pour le PVC à t = 50 s.

Une fois ce profil enregistré, il nous est possible de le tracer pour chaque temps, comme sur la FIGURE 5.17 pour le verre et le PVC à deux instants différents. Durant cette étude, le rayon sera toujours égal à 1.75 mm et la hauteur initiale  $h_0 = 11$  cm. L'ensemble des traitements présentés ici est effectué sur l'ensemble de la fenêtre filmée par la camera. Les moyennes sont effectués sur la totalité du jet filmé et la taille de la fenêtre ne modifie pas significativement les résultats (tant que la fenêtre contient plusieurs longueurs d'onde). Nous pouvons alors mesurer plusieurs caractéristiques de l'instabilité :

- Pour chaque côté du profil, un programme repère les maxima et minima locaux et calcule la distance entre ceux-ci pour estimer une longueur d'onde moyenne. Pour chaque image, une longueur d'onde λ moyennée sur toute la hauteur du jet dans le champ de la caméra (soit environ 3 cm pour l'exemple de la figure) et sur les deux côtés (gauche et droite) est ainsi obtenue. Un exemple de longueur d'onde λ<sub>1</sub> a été reporté sur la FIGURE 5.17 (a).
- Pour chaque côté du profil, la valeur moyenne du profil est calculée et une ligne de base est définie, repérée en rouge sur la FIGURE 5.17. Le repérage des maxima et minima locaux effectué pour  $\lambda$  nous permet également d'estimer l'amplitude A de l'onde par rapport à la ligne de base. Pour chaque instant, cette amplitude obtenue est également moyennée sur la hauteur du jet et les deux côtés du jet. Un exemple d'amplitude  $A_1$  a été reporté sur la FIGURE 5.17 (a).
- Le profil de la ligne de base (moyenne du profil) permet également de mesurer le rayon du jet pour chaque hauteur. Un rayon moyen sur l'ensemble du jet (sur la hauteur du jet et les deux profils de chaque côté) est alors calculé pour chaque instant.

• Les profils de la ligne de base de chaque côté permettent également de définir le centre du jet comme le point équidistant entre les deux profils. Un centre du jet moyen sur toute la hauteur est alors estimé pour chaque instant.

Ces quatre quantités (longueur d'onde  $\lambda$ , amplitude de l'onde, rayon du jet et centre du jet) sont tracées sur la FIGURE 5.18 pour cinq matériaux différents (verre, Dural, plexiglas, PVC et verre hydrophobe) en fonction du temps.



FIGURE 5.18 – Étude macroscopique du jet et de l'instabilité pour cinq matériaux différents. Quatre paramètres étudiés au cours du temps. [Eau; r = 1.75 mm;  $h_0 = 11 \text{ cm}$ ] Les matériaux sont classés du plus hydrophile (verre) au plus hydrophobe (verre hydrophobe). La résolution temporelle est de 100 ms pour toutes les courbes. (a) Longueur d'onde, moyennée sur les deux profils et la hauteur du jet, au cours du temps. (b) Amplitude de l'onde qui compose l'instabilité, moyennée sur les deux profils et la hauteur du jet, au cours du temps. (c) Rayon du jet, moyenné sur la hauteur du jet, au cours du temps. (d) Centre du jet, moyenné sur la hauteur du jet, dont la valeur moyenne temporelle a été soustraite, au cours du temps.

Concentrons tout d'abord notre étude sur la longueur d'onde et l'amplitude de l'onde, à savoir les FIGURES 5.18 (a) et (b). Deux types de courbes se distinguent : le verre et le verre hydrophobe avec des courbes continues et les trois autres matériaux avec un saut sur la longueur d'onde et l'amplitude, au même moment pour les deux variables mais pas pour les différents matériaux. Ce saut correspond à la transition dont nous avons déjà parlé auparavant entre l'instabilité A et B. Ainsi, lorsqu'aucune transition n'est présente (verre et verre hydrophobe), la longueur d'onde croît au cours du temps

tandis que l'amplitude diminue. Au moment de la transition, la longueur d'onde diverge alors que l'amplitude tend vers 0. La disparition de l'onde se fait donc par étalement progressif. Pour les cas avec une transition, les phénomènes sont les mêmes mais dans chaque régime. Pendant le régime A, la longueur d'onde augmente alors que l'amplitude décroit légèrement. Au moment de la transition, la longueur d'onde et l'amplitude chutent brutalement (environ 20% pour  $\lambda$  et 50 % pour A). Cela signifie que l'instabilité B possède à la fois une amplitude et une longueur d'onde plus faibles. Une fois dans le régime B, l'amplitude continue sa descente jusqu'à 0 et la longueur augmente jusqu'à diverger à la transition vers le régime stable. La disparition s'effectue donc de la même manière que l'instabilité A du cas verre ou verre hydrophobe. De plus, l'ordre dans lequel sont classées les courbes est le même pour  $\lambda$  et A. Le verre est toujours au dessus, suivi du plexiglas puis du PVC et Dural avec les mêmes valeurs et enfin le verre hydrophobe avec des valeurs toujours en dessous. Ainsi, le développement de l'instabilité semble être d'autant plus important que le matériau est hydrophile mais pour les mouillages intermédiaires (plexiglas, Dural et PVC) l'ordre n'est pas respecté. Nous avons déjà rencontré ce phénomène dans le paragraphe 5.3.1 où nous avions donné comme explication que l'hystérésis de l'angle de contact pouvait avoir un rôle sur l'instabilité pour les mouillages intermédiaires.

Regardons ensuite la FIGURE 5.18 (c) représentant le rayon moyen au cours du temps. La tendance générale est que celui-ci décroît au cours du temps pour tous les matériaux. Un léger saut est également présent au moment de la transition de A vers B pour le Dural, plexiglas et PVC. Le classement des courbes est le même que pour l'amplitude et la longueur d'onde avec le PVC qui se retrouve plus proche du plexiglas que du Dural et donc l'ordre est : verre, plexiglas, PVC, Dural, verre hydrophobe. Cet ordre ne correspond ni à l'angle de mouillage statique ni à celui des temps d'écoulement (ou du rayon effectif). L'angle d'hystéresis ne devrait pas jouer de rôle sur la valeur du rayon moyen. Ainsi, nous concluons que l'origine physique de la différence d'écoulement et d'instabilité n'est pas à chercher dans ce rayon moyen.

Enfin, la FIGURE 5.18 (d) présente la valeur du centre du jet dont la valeur moyenne par rapport au temps a été soustraite. Ceci permet de visualiser les fluctuations du centre du jet (moyenné spatialement sur toute la hauteur) par rapport au temps. Il n'y a pas de tendance au cours du temps pour tous les matériaux. Néanmoins, l'amplitude est quasiment toujours comprise entre -0.1 et 0.1 mm. Ceci nous confirme que la détection est correcte avec une précision de l'ordre 0.1 mm et que le jet ne dévie pas au cours du temps.

En somme, lors de cette étude macroscopique de l'instabilité (transitions et ondes), nous avons pu extraire un paramètre de contrôle de l'instabilité qui est le nombre de Froude. D'un autre côté, l'étude moyenne effectuée le long du jet nous a permis de voir l'évolution de l'instabilité au cours du temps (longueur d'onde, amplitude et rayon) ainsi que des sauts importants au moment des transitions entre l'instabilité A et B. La transition vers le régime stable, au contraire, s'effectue de manière lente avec  $\lambda$  qui diverge et A qui tend vers 0. Ceci confirme que la transition vers le régime stable ne dépend pas de l'origine de l'instabilité A ou B.

## 5.5 Étude du ménisque

Nous avons décrit les dépendances avec les différents paramètres  $(h_0, r, \theta_S, \gamma, \eta)$  et les propriétés macroscopiques des transitions et des ondes qui composent l'instabilité. Nous pouvons à présent nous intéresser aux phénomènes physiques à l'origine de l'instabilité. Comme nous l'avons précédemment vu et comme nous pouvons l'intuiter, l'origine de l'instabilité, dépendant du mouillage, se situe au niveau du ménisque du jet. Afin de pouvoir étudier ce ménisque et sa dynamique, une caméra rapide *Phantom - v2511* présentée dans la TABLE 3.1 a été utilisée. Nous présenterons tout d'abord les films obtenus, puis les traitements effectués dessus et enfin un modèle simple pour expliquer la formation des instabilités.

## 5.5.1 Images à la caméra rapide

Avec le dispositif expérimental (caméra, objectif, éclairage...), il nous est possible de visualiser le ménisque en sortie du trou jusqu'à 80000 images par seconde. Ceci permet d'analyser précisément la dynamique du ménisque avec une résolution temporelle suffisante. Nous avons effectué des vidéos et des analyses pour une plaque de verre (hydrophile avec l'instabilité A) et une plaque de plexiglas (mouillage intermédiaire avec instabilité A et B). Nous avons donc accès à la formation de chaque goutte qui forme l'instabilité. Nous appellerons cycle la fenêtre temporelle de la formation d'une goutte. L'instabilité est donc une succession de cycles. Durant un cycle de formation (durant environ 2 ms pour le verre en début d'écoulement) nous pouvons suivre toute la dynamique.

La FIGURE 5.19 présente cinq photographies durant un cycle complet de formation d'une goutte pour du verre, avec  $h_0 = 10$  cm et r = 1.75 mm au tout début de l'écoulement. Chaque photographie est espacée de 0.5 ms avec la première photographie au début du cycle et la dernière à la fin. La formation de la goutte s'accompagne d'une déformation de la ligne triple et notamment de l'angle de contact de chaque côté. Une ligne jaune horizontale note le bas de la plaque dans lequel est percé le trou et donc l'altitude de la ligne d'accroche. Sur chaque ligne triple (gauche et droite), a été reportée la tangente au jet définissant ainsi l'angle de contact à gauche  $\theta_g$  et à droite  $\theta_d$ .



FIGURE 5.19 – Photographies du ménisque en sortie obtenues à la caméra rapide. [Eau; Verre;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ; r = 1.75 mm]. La vidéo a été enregitrée à 80000 Hz mais l'espacement temporel entre chaque photographie est de 0.5 ms (correspondant à 40 images). La grande ligne jaune horizontale représente le niveau inférieur de la plaque et les petites jaunes représente l'angle que fait le ménisque avec l'horizontale de chaque coté,  $\theta_g$  à gauche et  $\theta_d$  à droite. Les cinq images sont issues d'un même cycle de décrochement d'une goutte.

Le but est maintenant d'exploiter ces images afin d'étudier la dynamique du ménisque.

#### 5.5.2 Dynamique du ménisque

La prise d'une vidéo à 80000 images par seconde du ménisque nous permet d'étudier en détail la dynamique de celui-ci. Toujours par l'algorithme du paragraphe 3.2.3, nous détectons le contour du jet pour chaque image. Il est alors possible de mesurer sur chaque image les angles de contact de chaque côté, notés  $\theta_g$  et  $\theta_d$ , représentés sur la FIGURE 5.19, en calculant la tangente au jet par régression linéaire sur le haut du jet. Nous mesurons aussi le rayon de ligne triple en mesurant la distance entre les lignes triples à gauche et à droite.

La FIGURE 5.20 présente les valeurs de ces quantités en fonction du temps pour le même cycle que la FIGURE 5.19. La FIGURE 5.20 (a) présente les valeurs de l'angle de contact pour chaque côté durant un cycle. Tous les cycles de formation d'une goutte ont la même évolution de l'angle. Celui-ci augmente lentement de 30° à 65° pendant environ 1.5 ms avant de chuter brutalement entre les mêmes valeurs en 0.5 ms. Ce mouvement ressemble à un mouvement de collé-glissé (Stick-Slip en anglais) avec deux phases opposées (avancée et reculée) qui ont la même amplitude mais pas la même durée. Notons que les valeurs des angles ne sont pas exactement les mêmes de chaque côté. Ceci est du à la fois aux hétérogénéités de la surface qui peut modifier l'angle de contact et la détection qui peut légèrement différer de chaque côté si l'éclairage n'est pas parfaitement identique.

Le rayon du ménisque entre le centre et la ligne triple, défini comme r + R avec les notations du CHAPITRE 4 est représenté sur la FIGURE 5.20 (b) pour le même cycle. Cette quantité a une évolution



FIGURE 5.20 – Valeurs des angles d'accroche à gauche et à droite et du rayon d'accroche du ménisque en fonction du temps sur un cycle de formation d'une goutte. [Eau; Verre;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ; r = 1.75 mm] Le cycle est le même que celui de la FIGURE 5.19 et les carrés rouges représentent les valeurs mesurées sur les photographies présentées sur la FIGURE 5.19. Le temps  $t_0$  a été défini comme le début du cycle par le minimum des angles de contact. (a) Valeurs de l'angle de contact à gauche  $\theta_g$  et à droite  $\theta_d$  en fonction du temps par rapport au début du cycle. La tangente au jet a été mesurée par régression linéaire sur le haut du jet. Les barres d'erreur ont été estimées à partir de plusieurs valeurs d'angle obtenues en changeant le nombre de points sur lequel la regression linéaire est faite. (b) Rayon du ménisque (entre les deux lignes d'accroche) en fonction du temps. La barre d'erreur, constante, correspond à la taille de 2 pixels, un pour chaque côté de la mesure.

plus symétrique en temps avec une augmentation et une diminution sur 1 ms dans les deux cas. En revanche la valeur de départ et d'arrivée n'est pas toujours la même comme c'est le cas sur le cycle choisi. Ceci provient du mouvement de collé-glissé décrit précédemment. Au moment du retour, quand la ligne triple se dirige rapidement vers le centre, celle-ci peut s'arrêter à différents endroits à cause de plusieurs phénomènes comme les aspérités de la plaque, les poussières dans l'eau, la "mémoire" de l'écoulement (avec notamment des films de prémouillage qui peuvent se former ou non)... Notons tout de même que la surface mouillée commence à décroître alors que l'angle de contact est toujours en train d'augmenter.

En somme, même si la donnée du rayon du ménisque nous donne quelques informations, la physique de l'instabilité se situe dans l'angle d'accroche de la ligne triple pendant le cycle de la formation d'une goutte.

#### 5.5.3 Compétition des forces en présence

Lors de la formation d'une goutte lors d'un cycle, il est possible de faire un bilan de forces très simple sur la goutte en formation. Nous considérerons qu'une goutte est le morceau du jet entre la sortie du trou et le pincement, repéré comme le premier minimum sur les ondes de l'instabilité à gauche et à droite. Sur ce système "goutte accrochée à la plaque", nous pouvons considérer que deux forces s'appliquent principalement : la gravité qui aura tendance à décrocher la goutte et la tension de surface qui aura pour effet de retenir la goutte. On ignore ici tout effet dynamique de la vitesse en se plaçant dans le référentiel du jet. La force de gravité s'écrit :

$$F_g(t) = \rho g V_g(t) \tag{5.10}$$

où  $V_g(t)$  est le volume de la goutte à l'instant t. La force de tension de surface projetée sur l'axe vertical a pour expression :

$$F_{\gamma}(t) = 2\pi\gamma[r+R](t)\sin\left(\frac{\theta_g(t) + \theta_d(t)}{2}\right)$$
(5.11)

où  $\gamma$  est la tension interfaciale entre l'eau et l'air égale à 70 mN·m et l'angle moyen entre les côtés gauche et droite a été choisi comme angle de projection.

La valeur de force de tension de surface est directement estimée à partir des mesures de  $\theta_g$ ,  $\theta_d$  et r + R du paragraphe précédent. Pour la force de gravité, sur chaque image a été repéré le premier "pincement" du jet grâce au minimum sur l'onde de l'instabilité, à gauche et à droite. Le volume est ensuite mesuré entre cette limite et le niveau de la plaque. La FIGURE 5.21 représente la valeur de ces deux forces pendant 3 cycles de formation, dont le premier est celui étudié dans les deux paragraphes précédents.

La force de gravité, comme le volume de la goutte, croît linéairement avec le temps sur un cycle car la vitesse de sortie du fluide est constante sur un cycle. La force de tension de surface a le même comportement que les angles de contact  $\theta_g$  et  $\theta_d$  car la variation du rayon du ménisque est trop faible pour avoir un effet sur la force. La fin (ou le début) de chaque cycle correspond au moment où la force de gravite atteint quasiment la même valeur de la tension de surface et le décrochement de la goutte est alors possible. Ainsi, la formation des gouttes qui forment l'instabilité est due à une compétition entre la tension de surface et la gravité.



FIGURE 5.21 – Forces s'exerçant sur la goutte en formation pendant 3 cycles de formation. [Verre;  $h_0 = 10 \text{ cm}$ ; r = 1.75 mm]. La valeur  $t_0$  est la même que dans les figures précédentes, ce qui signifie que le cycle étudié dans les deux paragraphes précédents se situe entre 0 et 2 ms. La force de gravité a été représentée en rouge avec une erreur inférieure à la taille des points. La force de tension de surface, projetée sur la verticale, a été reportée en noir, avec des barres d'erreur provenant de l'erreur sur la mesure des angles  $\theta_g$  et  $\theta_d$ .

Ainsi, l'étude de la dynamique du ménisque nous a permis de montrer que la formation de l'instabilité était due à une oscillation de la ligne triple à la sortie du trou. Elle ressemble à un phénomène de collé-glissé qui permet également d'expliquer la forme non symétrique des gouttes qui sont observées. Ce phénomène n'est possible que grâce à l'hystérésis de l'angle de contact. Chaque goutte se forme en sortie à cause d'une compétition entre la tension de surface qui la maintient à la plaque et son poids qui tend à la faire tomber. Le flux continu de fluide constitue la base de l'instabilité (cylindre central) et les gouttes profilent l'instabilité de part et d'autre. Néanmoins, une question reste en suspens. La goutte se décroche lorsque la tension de surface et la force de gravité ont presque la même valeur. Néanmoins, l'angle de contact dynamique commence à décroitre bien avant alors que l'écart entre la force de gravité et de tension de surface est maximal. Nous n'avons pas d'explication de ce phénomène pour le moment.

## 5.6 Étude approfondie de l'instabilité de jet

Une étude sur l'ensemble du jet où l'onde de l'instabilité a été considérée comme une perturbation parfaite (sinus ou cosinus unique), nous a donné beaucoup d'informations sur l'évolution de l'instabilité au cours du temps et lors de la transition. En revanche, il est assez clair que l'approximation d'un profil sinusoïdal parfait n'est pas complètement justifiée au vu des profils de la FIGURE 5.17 ou des photographies de la FIGURE 5.1. D'autres fréquences spatiales et temporelles doivent être présentes dans ces ondes constituant l'instabilité. C'est pourquoi, il nous paraît indispensable d'effectuer une étude plus approfondie sur ces instabilités en étudiant les différentes fréquences et longueurs d'onde pouvant apparaître. Nous commencerons par étudier l'évolution du spectre des fréquences au cours du temps à différentes hauteurs. Ensuite, nous présenterons la méthode de la transformée de Hilbert nécessaire pour séparer et étudier indépendamment chaque onde composant l'instabilité. Enfin nous présenterons les relations de dispersion des différentes ondes.

## 5.6.1 Évolution fréquentielle par rapport au temps le long du jet

La première étude consiste à tracer des diagrammes temps-fréquence où le temps est représenté en abscisse et l'ensemble des fréquences en ordonnées. Une gamme de couleur représente l'intensité de chaque fréquence au cours du temps. Cela revient à effectuer une transformée de Fourier temporelle locale à chaque temps et de les placer côté à côte. Cette transformée de Fourier temporelle est effectuée sur une fenêtre de temps de largeur fixée, pondérée par une fonction. Une fenêtre de Hamming<sup>2</sup> a été utilisée pour ces traitements. Ce type de diagramme a été effectué pour des films comprenant des instabilités avec de l'eau, à travers un trou de r = 1.75 mm percé dans du verre et pour une hauteur initiale  $h_0 = 11$  cm. Les FIGURES 5.22, 5.23 & 5.24 sont trois de ces diagrammes effectués à trois distances différentes par rapport au trou (proche à  $z \simeq 4$  mm, au milieu du cadre de la vidéo à  $z \simeq 23$  mm et au plus loin possible du trou  $z \simeq 42$  mm). Chaque diagramme a été normalisé par le coefficient de Fourier le plus élevé du diagramme, c'est pourquoi toutes les valeurs sont comprises entre 0 et 1. Sur le côté droit du diagramme est représenté le profil du spectre à un instant donné (t = 10 s) marqué en rouge sur le diagramme.

Sur chaque diagramme, une même fréquence principale apparaît dont la valeur décroît au cours du temps, de 450 Hz jusqu'à 380 Hz au cours de 24 s. Cette fréquence n'évolue pas le long du jet car la valeur de ligne de plus grande intensité (jaune) est la même sur les trois diagrammes. En revanche, l'amplitude de cette fréquence diminue le long du jet mais ce n'est pas visible avec des diagrammes normalisés. Ceci est dû à un transfert d'énergie vers des fréquences secondaires. Ces fréquences, totalement absentes juste à la sortie du trou, deviennent de plus en plus importantes dans le sens de l'écoulement. La coupe de la FIGURES 5.24 permet même de deviner des fréquences particulières avec des petits pics bien définis. Nous verrons par la suite, notamment sur la FIGURES 5.26 (a), qu'une moyenne temporelle de ce spectre permet de faire ressortir ces fréquences secondaires singulières. Pour information le diagramme a été coupé au delà de 600 Hz alors que de l'information est présente (des multiples de la fréquence principale). Il n'est pas possible de tracer des diagrammes à la fois bien résolus en temps et en fréquence et cela pour des temps longs et sur une grande plage de fréquence. Nous avons donc décider de sacrifier les grandes fréquences pour ces diagrammes car elles n'apportaient rien de plus au discours de ce paragraphe.

Il est ensuite possible de repérer et de mesurer la fréquence principale au début de l'écoulement pour différentes hauteurs initiales. Celles-ci sont représentées en fonction de  $\sqrt{h_0}$  sur la FIGURE 5.25

<sup>2.</sup> La fonction de podération vaut  $H(t) = 0.54 - 0.46 \cos\left(2\pi \frac{t}{T}\right)$  avec  $t \in [0, T]$ .



FIGURE 5.22 – **Diagramme temps-fréquence à**  $z \simeq 4 \text{ mm.}$  [Eau; Verre; r = 1.75 mm;  $h_0 = 11 \text{ cm}$ ]. Le diagrame est normalisé par la valeur maximale. La petite figure à droite est une coupe au temps, indiquée en rouge sur le diagramme.



FIGURE 5.23 – **Diagramme temps-fréquence à**  $z \simeq 23 \text{ mm.}$  [Eau; Verre; r = 1.75 mm;  $h_0 = 11 \text{ cm}$ ] Le diagrame est normalisé par la valeur maximale. La petite figure à droite est une coupe au temps, indiquée en rouge sur le diagramme.



FIGURE 5.24 – **Diagramme temps-fréquence à**  $z \simeq 42 \text{ mm.}$  [Eau; Verre; r = 1.75 mm;  $h_0 = 11 \text{ cm}$ ] Le diagrame est normalisé par la valeur maximale. La petite figure à droite est une coupe au temps, indiquée en rouge sur le diagramme.

pour cinq hauteurs initiales et deux matériaux (verre et plexiglas). Cette fréquence principale est affine en fonction de  $\sqrt{h_0}$ , ce qui signifie d'après le modèle de Torricelli et les résultats du CHAPITRE 4 que  $f_0$  est proportionnelle à la vitesse du fluide en sortie du trou. L'autre observation remarquable est que l'ordonnée à l'origine n'est pas la même pour les deux matériaux : -27.41 Hz pour le plexiglas contre -72.75 Hz pour le verre. Ceci se traduit par une valeur de  $h_0$  tel que  $f_0 = 0$  différente pour les deux matériaux : 2.2 mm pour le verre et 0.4 mm pour le plexiglas. Ces valeurs sont difficilement interprétables physiquement. En effet, cela pourrait signifier qu'une instabilité est présente jusqu'à des valeurs très petites avec une fréquence qui tend vers 0. Or, expérimentalement ce n'est pas ce qui est observé car la hauteur critique pour que l'instabilité apparaisse est beaucoup plus haute (voir diagramme de phase de la FIGURE 5.2). Ceci s'explique par le fait que l'instabilité nécessite une énergie minimum pour se développer à cause des dissipations notamment lors de l'oscillation de la ligne triple. Ainsi, pour les hauteurs initiales où l'instabilité est absente, le taux de croissance est négatif à cause des dissipations. Une autre explication vient du fait que nous ne pouvons voir des longueurs d'onde plus grandes que la taille de la fenêtre. Or lorsque la fréquence tend vers 0, la longueur d'onde tend vers l'infini et peut être invisible sur le film. En revanche, nous pouvons noter que la fréquence de l'instabilité correspondant à la fréquence des oscillations de la ligne triple est plus rapide pour le plexiglas.



FIGURE 5.25 – Fréquence principale au début de l'écoulement en fonction de la racine carré de la hauteur initiale. [Eau; r = 1.75 mm]. Fréquence principale  $f_0$  mesurée au tout début de l'écoulement pour les différentes hauteurs initiales pour deux matériaux différents (verre et plexiglas). La fréquence principale est affine en fonction de  $\sqrt{h_0}$ . Les films permettant de mesurer corectement la fréquence n'ont été faits que pour des hauteurs entre 11 et 7 cm. Les données jusqu'à 7 cm rencontrées précédement n'ont pas été filmées avec une résolution suffisante.

En somme nous avons vu que l'instabilité possédait une fréquence principale affine avec la vitesse du fluide et des fréquences secondaires qui apparaissent le long du jet. Cette fréquence est pilotée à la fois par la vitesse du fluide en sortie mais également par le mouillage de la plaque avec l'oscillation de la ligne triple. Afin d'étudier indépendamment les fréquences secondaires et de tracer les relations de dispersion des différentes ondes nous avons besoin d'un outil mathématique : la transformée de Hilbert.

## 5.6.2 Principe de la transformée de Hilbert

Afin d'extraire le maximum d'informations sur l'onde produite par l'instabilité, nous allons utiliser la transformée de Hilbert. Cette technique est très utilisée pour étudier les ondes internes dans les fluides statifiés [Bourget2013, Bourget2014, Brouzet2017, Ghaemsaidi2015, Joubaud2012, Maurer2016] ou encore pour les ondes thermo-capillaires [Garnier2003, Garnier2003b, Jalikop2012].

Le point de départ de la transformée de Hilbert [Mercier2008] consiste à associer à un champ réel  $\psi(z,t)$ , un champ complexe  $\tilde{\psi}(z,t)$  tel que la partie réelle de  $\tilde{\psi}$  vérifie  $\operatorname{Re}(\tilde{\psi}) = \psi$ . La technique s'applique à n'importe quel champ décrivant l'évolution spatio-temporelle d'une onde. Par soucis de simplification, nous ne présenterons que le cas à une dimension qui est utilisé dans notre système.

Considérons le cas général d'une onde se propageant dans une seule direction :

$$\psi(z,t) = \int_{\mathbb{R}} \mathrm{d}\omega \int_{\mathbb{R}} \mathrm{d}k A_{k,\omega} e^{i(\omega t + kz)}$$
(5.12)

avec  $\omega$  la pulsation de l'onde,  $k = \frac{2\pi}{\lambda}$  le nombre d'onde,  $A_{k,\omega}$  des coefficients dépendant de k et  $\omega$ . L'onde est décomposée en une somme d'harmoniques simples, pondérées par des coefficients en fonction de leur poids dans l'onde résultante. Notons que l'intégrale sur k est sur l'ensemble des réels, pour considérer les ondes dans les deux sens de propagation. L'axe (Oz), dans nos traitements, est orienté de tel sorte que les k < 0 correspondent à une onde descendante. L'intégrale sur  $\omega$  est également faite sur l'ensemble des réelles même si les pulsations négatives n'apportent pas d'informations supplémentaires car elles sont redondantes par rapport aux pulsations positives. Cela provient du fait que la quantité  $A_{k,\omega}$  est hermitienne.



FIGURE 5.26 – **Principe de la transformée de Hilbert et des filtrages réalisés.** [Eau; Verre; r = 1.75 mm;  $h_0 = 11 \text{ cm}$ ] Traitement réalisé sur les deux premières secondes de l'instabilité et sur la quasi-totalité de la hauteur du jet. (a) Spectre des fréquences temporelles en bleu clair et le spectre, une fois le filtre passe-bande appliqué, en rouge. (b) Spectre des fréquences spatiales en bleu avec le filtre appliqué pour les k < 0 en rouge. (c) Phase "déroulée" de l'onde filtrée en fonction de la hauteur z. La valeur  $z_0$  est choisie arbitrairement comme le haut de la fenêtre de traitement et ne correspond pas à la sortie du trou. Cela ne modifie en rien les valeurs obtenues par ce traitement. (d) Profil droit de l'instabilité, sur l'ensemble du jet filmé, à un instant donnée ( $t_0 = 120 \text{ ms}$ ) en rouge et le résultat après filtrage en bleu.

Nous illustrerons la technique sur un exemple (FIGURE 5.26). Il s'agit d'un écoulement à travers un trou de 1.75 mm dans du verre et pour une hauteur initiale  $h_0 = 11$  cm. La fenêtre temporelle choisie pour effectuer le traitement est celle des deux premières secondes de l'écoulement (après le plein établissement de l'instabilité). Le procédé consiste à calculer la transformée de Fourier temporelle de l'onde afin de récupérer les valeurs des coefficients  $A_{\omega}$  de la décomposition. La FIGURE 5.26 (a) présente le spectre normalisé par la plus grande valeur de l'exemple. Celui-ci correspond à la moyenne temporelle sur 2s des diagrammes spatio-temporels des FIGURES 5.22 à 5.24 que nous moyennons également spatialement sur totalité de la hauteur du jet. Certaines fréquences ressortent du bruit et correspondent à des fréquences caractéristiques de l'onde. Le critère pour savoir quelles fréquences sont pertinentes est arbitraire et empirique. Néanmoins, comme nous le verrons plus tard, les fréquences secondaires qui apparaissent suivent toujours le même schéma, ce qui permet de savoir où chercher des fréquences pertinentes dans le spectre. Une de celle-ci  $\omega_i = 2\pi f_i$  est sélectionnée en effectuant un filtre passe-bande d'une largeur de 10 Hz (correspondant au pic le plus large rencontré dans l'ensemble de nos données). Afin de conserver l'énergie totale du système le spectre est multiplié par deux (car les fréquences négatives ont été supprimées).

La seconde étape consiste à calculer la transformée de Fourier spatiale du signal que nous venons de filtrer temporellement. Le spectre obtenu va correspondre à la fréquence temporelle choisie lors du filtrage. Le spectre spatial de l'exemple est présenté sur la FIGURE 5.26 (b). Un seul nombre d'onde  $k_i = 2\pi/\lambda_i$  (fréquence spatiale) apparaît et il est négatif. Il correspond à une onde se propageant vers le bas, dans le sens de l'écoulement. Un filtrage est systématiquement effectué sur les fréquences spatiales négatives afin de filtrer le bruit et supprimer les éventuelles réflexions (qui n'ont pas été observés durant tout le traitement des instabilités au cours de cette thèse). Il n'est pas nécessaire de multiplier le spectre par deux dans ce cas là car l'onde se propage uniquement dans un sens.

Ensuite, les transformées de Fourier inverses, spatiale et temporelle, sont appliquées et on obtient normalement une onde parfaitement sinusoïdale :

$$\tilde{\psi}(z,t) = A_{\omega_0,k_0} e^{i(\omega_i t + k_i(z-z_0) + \varphi_0)} = A_{\omega_0,k_0} e^{i\varphi}$$
(5.13)

Où  $\varphi_0$  est une phase qui dépend de l'instant  $t. z_0$  est la hauteur correspondant au haut de la fenêtre de traitement. La valeur z = 0 a été précédemment définie comme la sortie du trou. Afin de vérifier que le traitement et les filtres ont bien été effectués, il est possible de tracer la phase de l'onde (en prenant la partie imaginaire) en fonction de la hauteur z. Pour faire cela, la phase est dite "déroulée", c'est-à-dire qu'à chaque fois qu'elle arrive à un multiple de  $2\pi$  on ajoute ce même multiple de  $2\pi$  annulant ainsi le modulo  $2\pi$  de la phase. Cela permet par la suite de tracer la phase en fonction de z et d'obtenir une droite qui n'est pas limitée entre 0 et  $2\pi$ . Cette phase pour l'exemple est tracée sur la FIGURE 5.26 (c) pour de nombreux instants. Toutes les courbes sont des droites, dont la pente est le vecteur d'onde  $k_i$  et l'ordonnée à l'origine est égale à la phase  $\varphi_0 \in [-\pi; \pi]$ . Pour chaque instant un ajustement linéaire est effectué afin de calculer une valeur moyenne pour  $k_i$  ainsi qu'une barre d'erreur. La ligne pointillée représente la pente d'un des ajustements linéaires avec une ordonnée à l'origine décalée pour plus de visibilité.

Enfin, la dernière vérification qu'il est possible de faire est de tracer le profil brut de l'onde pour un instant donné ainsi que l'onde complètement filtrée. Ce tracé pour l'exemple est présent sur la FIGURE 5.26 (d). L'onde filtrée obtenue est quasiment sinusoïdale. L'écart par rapport au sinus parfait s'explique notamment par la largeur du pic de  $k_i$  dans le spectre spatiale. Filtrer avec un passe bande sur k serait artificiel car une seule fréquence spatiale apparaît. Une barre d'erreur sur la valeur du nombre d'onde est définie à partir des ajustements linéaires sur la phase déroulée. Ceci permet d'obtenir une précision supérieure à celle obtenue en prenant juste la largeur du pic sur le spectre spatial.

En somme, pour chaque tranche de 2 s de l'instabilité, il est possible d'extraire différentes fréquences temporelles  $f_i$  et le nombre d'onde correspondant  $k_i$ . Ceci permet donc de tracer la relation de dispersion des ondes.

### 5.6.3 Relations de dispersion

Grâce à ce traitement *via* la transformée de Hilbert, il nous est possible d'extraire les différentes fréquences temporelles des instabilités ainsi que leur nombre d'onde correspondant repéré sur l'ensemble du jet filmé. Pour tracer les relations de dispersion, nous avons découpé chaque film de la caméra rapide par tranche de 2 s dans laquelle nous considérons que les fréquences spatiales et temporelles n'évoluent pas trop. Pour chaque tranche, les différentes fréquences temporelles sont repérées, filtrées une par une et associées à leur nombre d'onde. Ceci a été effectué pour des écoulements sur du verre et du plexiglas pour des hauteurs initiales entre 11 et 7 cm. Bien entendu, vu que la durée d'un film est plus longue que le temps nécessaire pour l'écoulement d'1 cm de fluide, certains points vont nécessairement se recouper. Lors des traitements, divers types de fréquences apparaissent :

- La fréquence principale  $f_0$  que nous avons déjà étudiée dans le paragraphe 5.6.1. Cette fréquence évolue au cours du temps car elle est pilotée par la vitesse du fluide qui diminue au cours du temps. Elle dépend également du mouillage de la plaque. On lui associe alors le nombre d'onde  $k_0$ . Elle est présente sur toute la longueur du jet mais, au voisinage du trou, elle est unique (voir la FIGURE 5.22). Les autres fréquences apparaissent au fur et à mesure le long du jet. Ainsi cette fréquence joue de fréquence d'excitation.
- Les différentes harmoniques  $(2f_0, 3f_0$  voire  $4f_0)$  se développent le long du jet. Les nombres correspondant sont bien  $2k_0, 3k_0$  et  $4k_0$ .
- Des fréquences inférieures à  $f_0$  et qui vont en général par paire  $(f_i, f_j)$  tel que  $f_0 = f_i + f_j$ . Nous avons également vérifié que l'égalité sur les nombres d'onde  $k_0 = k_i + k_j$  était bien vérifiée à chaque fois. Cette résonance à trois ondes est appelée résonance triadique.
- Un cas particulier de la résonance triadique est celui où les deux fréquences secondaires sont égales et la fréquence obtenue est juste  $f_0/2$ .
- Enfin, des sommes de fréquences de toutes celles présentées précédemment peuvent également apparaître.



FIGURE 5.27 – Relation de dispersion  $\omega$  en fonction de k pour toutes les fréquences repérées. [Eau; verre et plexiglas; r = 1.75 mm]. Les données proviennent du traitement par la transformée de Hilbert du paragraphe 5.6.2 pour deux matériaux différents et des hauteurs initiales entre 7 et 11 cm. Chaque symbole représente un type de fréquence décrit dans le texte. Les symboles rouges sont les données mesurées pour du plexiglas et les noirs pour du verre. Les barres d'erreurs n'ont pas été reportées sur ce graphe par soucis de lisibilité. Elles seront présentes dans les deux graphes suivants.

La relation de dispersion doit relier la pulsation  $\omega$  de l'onde à son nombre d'onde k. La FIGURE 5.27 présente l'ensemble des données récoltées, à savoir les valeurs de  $\omega$  en fonction de k pour tous les types de fréquences décrits précédemment. Chaque type a son symbole attitré et les deux couleurs (rouge et noir) représentent les deux matériaux différents. Il est possible de regarder où se situe chaque type de fréquences à partir de la fréquence principale  $f_0$  qui est représentée en cercles remplis. Les fréquences doubles et triples vont toujours être au-dessus et les moitiés et triadiques en-dessous. En revanche, les fréquences créées par des sommes sont situées un peu partout en fonction des fréquences desquelles elles sont issues. L'ensemble des points semblent former une tendance mais des écarts de près de  $1000 \text{ rad.s}^{-1}$  sont présents entre deux points ayant le même nombre d'onde. De plus, l'évolution des fréquences principales semblent suivre une évolution différente avec le nombre d'onde.

Le principal problème des données brutes récoltées et reportées sur la FIGURE 5.27 est que nous filmons l'onde de l'instabilité depuis le référentiel du laboratoire. Or la relation de dispersion est valable uniquement dans le référentiel du jet en mouvement. Ainsi, la relation que nous avons écrite en (5.13) est valable dans le référentiel du jet et donc doit s'écrire :

$$\psi(z,t) = A_{\omega_0,k_0} e^{i(\omega_i t + k_i (z' - z_0) + \varphi_0)}$$
(5.14)

avec z' la coordonnée dans le référentiel du jet. Elle est relié à la coordonnée z dans le référentiel du laboratoire par la relation :

$$z' = z + v_0 t \tag{5.15}$$

avec  $v_0$  la vitesse du jet à l'instant t. Et l'onde devient alors :

$$\psi(z,t) = A_{\omega_0,k_0} e^{i(\omega_i t + k_i(z + v_0 t - z_0) + \varphi_0)} = A_{\omega_0,k_0} e^{i((\omega_i + k_i v_0)t + k_i(z - z_0) + \varphi_0)}$$
(5.16)

Ainsi, il faut relier la quantité  $\omega + kv_0$  à k pour établir la relation de dispersion. Pour faire cela, il est nécessaire de calculer pour chaque instant la vitesse du jet. Pour cela, les courbes d'enregistrement de la masse au cours du temps ont été utilisées. Le débit volumique est mesuré pour chaque plage temporelle (de largeur de 2 s, utilisée lors du traitement de la transformée de Hilbert) et la vitesse moyenne du jet est obtenue en divisant par la surface du trou  $\pi r^2$ .



FIGURE 5.28 – Relation de dispersion pour la fréquence principale. [Eau; r = 1.75 mm]. Les barres d'erreurs sur  $\omega$  sont estimées par la largueur du pic de la transformée de Fourier temporelle et celle sur k par la déviation standard de tous les ajustements linéaires sur la phase "déroulée". Un ajustement linéaire pour chaque matériau a été tracé en pointillés bleus.

Nous pouvons alors tracer la relation de dispersion pour la fréquence principale d'excitation ou les fréquences secondaires qui apparaissent et qui ont été listées plus haut. La FIGURE 5.28 présente celle pour les fréquences principales d'excitation. En traçant  $\omega + kv_0$  en fonction de  $kv_0$ , tous les



FIGURE 5.29 – Relation de dispersion pour les fréquences scondaires. [Eau; verre et plexiglas; r = 1.75 mm] La fréquence est corrigée pour se placer dans le référentiel du jet mais le nombre d'onde n'est pas multiplié par la vitesse du jet  $v_0$  dans ce cas. Les points correspondent aux données pour le verre et le plexiglas mais nous n'avons pas distingué les deux pour montrer que tous les points s'alignent sur une courbe maitresse. Les barres d'erreurs sur  $\omega$  sont estimées par la largueur du pic dans la transformée de Fourier temporelle et celle sur k par la déviation standard de tous les ajustements linéaires sur la phase "déroulée". Les barres d'erreurs ont été tracées en noir et les points expérimentaux en rouge pour plus de lisibilité.

points s'alignent sur une droite pour chaque matériau. Cette courbe ressemble grandement à celle de la FIGURE 5.25. Ceci confirme bien que la fréquence d'excitation est pilotée à la fois par le matériau et la vitesse du jet en sortie. Cette courbe nous apprend également qu'il n'y a pas de dispersion.

La FIGURE 5.29 présente la relation de dispersion pour les fréquences secondaires à savoir  $\omega + kv_0$ en fonction de k. En effet, pour ces fréquences, la courbe de la pulsation (dans le référentiel du jet) en fonction du produit  $kv_0$  ne permettait pas de réunir tous les points sur une courbe maitresse contrairement à k. Ceci signifie que la relation de dispersion ne dépend pas de la vitesse du jet en sortie et qu'elle est complètement décorrélée de l'oscillation de la ligne triple sur le matériau. Cette relation de dispersion ne dépend que de la nature du fluide ( $\gamma$ ,  $\eta$ ...) et de la taille du jet moyen ( $\sim r$ ). Elle ne dépend en aucun cas du mouillage et c'est pourquoi tous les points s'alignent sur une courbe maîtresse sans distinction entre plexiglas et verre. L'unique lien est que la fréquence principale, dont sont issues les fréquences secondaires est piloté par le mouillage et  $v_0$ .

En somme, nous avons réussi à distinguer deux types de fréquences dans l'instabilité du jet :

- La fréquence principale, présente tout le long du jet, est due à l'oscillation de la ligne triple sur la plaque en sortie du trou. Elle dépend du mouillage du matériau (angle de contact statique et certainement hystérésis) et de la vitesse du jet en sortie. Cette onde est non-dispersive et dans le référentiel du jet, la pulsation est proportionnelle au produit  $v_0k$ . Cette fréquence est également dite fréquence d'excitation car c'est à partir d'elle que les fréquences secondaire vont apparaître.
- Les fréquences secondaires qui apparaissent au fur et à mesure le long du jet. Celles-ci sont diverses (harmoniques de  $f_0$ , résonance triadique, somme de fréquences) et dérivent de la fréquence d'excitation  $f_0$  mais le mécanisme physique est uniquement un effet de tension du surface

sur le jet. En effet le tracé de la relation de dispersion montre que celle-ci ne dépend pas de la vitesse du jet ni du mouillage de la plaque.

## 5.7 Conclusion

Ce chapitre a permis d'étudier en détails les instabilités qui apparaissent à la sortie du trou lors de la vidange du réservoir. Celles-ci n'ont jamais été observées et étudiées auparavant.

Après avoir cartographié ces instabilités en présentant des diagrammes de phases en fonction des différents paramètres, nous avons pu conclure que l'instabilité était favorisée pour des matériaux hydrophiles, des rayons de trou ni trop petits, ni trop grands (optimum pour 1.75 mm), une longueur de trou de 4 mm par rapport à 2 mm, une tension de surface plus faible et une viscosité assez faible.

Nous avons ensuite étudié l'effet de l'instabilité sur l'écoulement en étudiant à la fois le temps passé dans chaque régime et les paramètres effectifs. Les conclusions permettent à la fois de confirmer les résultats de la première partie du chapitre mais également d'affiner l'étude globale effectuée dans le CHAPITRE 4.

La partie suivante consistait à étudier l'instabilité et ses mécanismes de formation. Une étude globale a été effectuée et nous avons trouvé que le nombre de Froude permettait de caractériser l'apparition des instabilités en fonction du mouillage. Par la suite, l'étude de la dynamique du ménisque a permis de montrer que l'origine de l'instabilité est une oscillation de la ligne triple et que les gouttes sont créées par une compétition entre la force de gravité et de tension de surface.

Enfin, une étude approfondie sur les ondes a montré que l'onde possédait une fréquence d'excitation principale, pilotée par le mouillage au niveau de la ligne triple, et d'autres fréquences qui apparaissent le long du jet à cause de la compétition entre l'instabilité et la tension de surface. Nous avons pu alors tracer les relations de dispersion.

## Chapitre 6

# Vidange d'un réservoir de fluides complexes

Science sans conscience n'est que ruine de l'âme. François Rabelais

6.1	Étude qualitative		152
	6.1.1	Courbes d'écoulement	152
	6.1.2	Forme et évolution des jets	155
	6.1.3	Conclusions	156
6.2	Caractérisation des écoulements de fluides complexes		156
	6.2.1	Étude moyenne des écoulements de fluides complexes	156
	6.2.2	Viscosité effective pour l'écoulement	157
		Principe	157
		Calibration	158
		Vérification et exemple	160
6.3	Influence des paramètres sur l'écoulement		162
	6.3.1	Influence de la concentration	162
		Étude moyenne	162
		Viscosité effective	164
		Conclusions	166
	6.3.2	Influence de la longueur des chaînes	166
		Étude moyenne	166
		Viscosité effective	167
		Conclusions	168
	6.3.3	Influence de la chimie	168
		Étude moyenne	168
		Viscosité effective	172
		Conclusions	173
6.4	Concl	usion	173

Jusqu'à présent, nous avons présenté des écoulements de fluides newtoniens : de l'eau, des mélanges visqueux Ucon/eau et glycérol/eau ou encore de l'eau avec des surfactants. Cependant, le projet initial de cette thèse était de mettre en situation des écoulements de fluides complexes afin de mieux comprendre leur comportement dans de telles situations, avec ou sans connaissance de leur rhéologie. Dans cette optique, nous avons effectué des écoulements de fluides complexes avec le système présenté dans le CHAPITRE 3 et utilisé dans les CHAPITRES 4 & 5. Pour cela, nous avons utilisé plusieurs solutions de polymères avec des concentrations supérieures à la concentration de recouvrement  $C^*$ . La rhéologie de ces solutions a été décrite à la fin du CHAPITRE 2 dans le paragraphe 2.4. Le but de cette étude est de comprendre comment coulent les fluides complexes (dans notre cas des fluides viscoélastiques) et de voir s'ils coulent de la même manière que les fluides visqueux newtoniens du CHAPITRE 4 ou s'ils possèdent des différences notables. Nous décrirons tout d'abord les similitudes et les différences globales entre les écoulements de fluides simples visqueux (comme ceux étudiés au paragraphe 4.4) et les écoulements de ces fluides viscoélatiques. Ensuite, nous proposerons deux méthodes d'analyse des écoulements d'un fluide complexe : une méthode moyenne sur tout l'écoulement ou la définition d'une viscosité effective tout le long de l'écoulement. Nous analyserons avec celles-ci l'influence des propriétés du fluide (concentration, longueur de chaînes, chimie du polymère) sur les écoulements.

## 6.1 Étude qualitative

La première étude que nous proposons ici est qualitative en observant les courbes de volume au cours du temps ainsi que des photographies des jets en sortie. Nous nous appuierons sur la rhéologie du CHAPITRE 2 mais les courbes seront rappelées.

## 6.1.1 Courbes d'écoulement

Afin de pouvoir étudier qualitativement les écoulements avec les différents fluides, nous représentons le volume et le débit volumique au cours du temps. Tout d'abord, nous avons choisi de présenter sur la FIGURE 6.1 les courbes pour de l'eau et deux solutions de PEO ( $M_w = 8$  M pour rappel) de concentrations  $25C^*$  et  $50C^*$ . Les expériences sont réalisées à travers du plexiglas, avec r = 1.75 mm et  $h_0 = 11$  cm.



FIGURE 6.1 – Courbes du volume et débit volumique au cours du temps pour de l'eau et deux solutions de PEO de concentrations différentes. [Plexiglas; r = 1.75 mm;  $h_0 = 11 \text{ cm}$ ] Fluides : Eau; PEO/8M/25C\*; PEO/8M/50C\* (a) Volume en fonction du temps. (b) Débit volumique en fonction du temps.

La figure (a) présente le volume écoulé au cours du temps. Nous remarquons que l'eau, en bleu, met plus de temps pour être vidangée de la totalité du réservoir. Les solutions de PEO mettent quasiment le même temps (la solution à  $50C^*$  met légèrement moins de temps) pour couler entièrement mais la forme des courbes est très différente : celle pour  $25C^*$  est toujours au-dessus de celle de l'eau et légèrement concave alors que celle pour  $50C^*$  croise les deux autres courbes et est linéaire avec le temps. La figure (b), présentant le débit volumique en fonction du temps, permet d'aboutir aux mêmes conclusions. La courbe pour  $25C^*$  est toujours au dessus de l'eau et décroît vers zéro plus rapidement à la fin. La courbe de  $50C^*$ , démarre au-dessous des deux autres, les croise pour passer au-dessus avant de chuter brutalement une fois le réservoir vidangé.

En somme, nous avons deux fluides complexes, deux solutions de PEO à des concentrations différentes, qui ont un temps de vidange plus rapide que de l'eau alors que ces solutions sont plus visqueuses que l'eau. En effet, nous avons rappelé sur la FIGURE 6.3 (a) la viscosité en fonction du taux de cisaillement pour ces trois fluides. Même si les solutions de PEO sont rhéofluidifiantes, la viscosité atteinte pour un taux de cisaillement très grand ne pourra être inférieure à celle du solvant qui est l'eau ici. De plus, nous avons mis en évidence que la solution à  $25C^*$  avait un comportement similaire à l'eau pendant l'écoulement mais que ce n'était pas du tout le cas pour la solution à  $50C^*$ .

Nous avons également effectué des expériences avec des solutions de polymères *Floerger* qui coulent bien moins vite que de l'eau. Nous présentons sur la FIGURE 6.2 le volume écoulé et le débit volumique en fonction du temps des solutions  $12M/56\%/50C^*$  et  $12M/34\%/10C^*$ . Nous avons également juxtaposé les courbes de deux mélanges Ucon/eau avec des viscosités différentes : 82 mPa.s et 145 mPa.s. Les expériences sont réalisées à travers du verre, avec r = 1.75 mm et  $h_0 = 11$  cm.



FIGURE 6.2 – Courbes du volume et débit volumique au cours du temps pour deux fluides newtoniens visqueux et deux solutions de polymères *Floerger* différentes. [Verre; r = 1.75 mm;  $h_0 = 11 \text{ cm}$ ] Fluides : Ucon/eau à 82 mPa.s; Ucon/eau à 145 mPa.s; Polymères *Floerger*/12M/34%/10C\*; Polymères *Floerger*/12M/56%/50C\* (a) Volume en fonction du temps. (b) Débit volumique en fonction du temps.

La courbe (a) présente le volume écoulé au cours du temps pour les quatre solutions présentées précédemment. Les quatre courbes ont la même forme, à savoir concave mais pas forcément parabolique. La solution de polymères  $Floerger/12M/56\%/50C^*$  coule bien plus lentement que les trois autres solutions pendant toute la vidange et le temps pour vider la totalité du réservoir est plus de deux fois plus grand. La courbe pour la solution de polymères  $Floerger/12M/34\%/10C^*$  se situe entre les courbes des deux solutions de Ucon sauf à la fin où elle finit avec un temps de vidange plus faible que les deux solutions de Ucon. Il est difficile avec ces courbes de savoir ce qu'il se passe exactement. Il faut, pour mieux comprendre, regarder la figure (b) présentant le débit volumique au cours du temps. La courbe pour la solution de polymères  $Floerger/12M/56\%/50C^*$  est bien en deçà des trois autres courbes avant de les croiser au moment où les trois autres solutions ont fini d'être vidangées. Ceci confirme ce que nous avons vu sur la figure (a). En revanche, la courbe de débit volumique présente des variations au cours du temps qui peuvent atteindre jusqu'à 20\%. Le fait que la courbe du débit volumique ne soit pas monotone tout le long de l'écoulement est un fait qui montre que les fluides complexes ne coulent pas comme les fluides newtoniens. Nous pouvons à présent regarder les trois autres courbes afin de comprendre ce que nous avons vu sur la figure (a). Durant les 100 premières secondes, les trois courbes ont quasiment la même évolution. La solution de polymères semble se comporter comme un fluide newtonien visqueux. Néanmoins, à partir de 150 s, la courbe de débit volumique de la solution de polymères commence à décroître moins rapidement et des petites variations commencent à apparaître. La solution de polymères commence alors à s'écarter du comportement d'un fluide visqueux et l'étude de la courbe  $Q_V(t)$  permet de comprendre le croisement des courbes à la fin de l'écoulement.

Nous pouvons à présent comparer les résultats observés sur les courbes V(t) et  $Q_V(t)$  à ceux de la rhéologie des fluides. La FIGURE 6.3 (b) présente la rhéologie des deux solutions de polymères *Floerger* utilisées ainsi que des solutions de Ucon.



FIGURE 6.3 – Rhéologie des solutions utilisées dans ce paragraphe. Viscosité dynamique en fonction du taux de cisaillement. Ces résultats ont déjà été présentés au CHAPITRE 2. (a) Rhéologie des solutions de la FIGURE 6.1 (b) Rhéologie des solutions de la FIGURE 6.2. Les pointillés verticaux correspondent aux cisaillements estimés à la sortie du trou pour les deux solutions de polymères.

Comme les deux solutions de polymères *Floerger* sont fortement rhéofluidifiantes sur les cinq ordres de grandeur de taux de cisaillement, nous avons besoin de nous situer sur cette courbe lors de l'écoulement. Pour cela, prenons le débit volumique au début de l'écoulement et déduisons la vitesse du fluide en divisant par la surface du trou. Nous trouvons des vitesses de  $0.2 \text{ et } 0.7 \text{ m.s}^{-1}$ . Une estimation grossière du cisaillement consiste à considérer la vitesse du fluide divisée par la rayon du trou (taille caractéristique où le fluide est cisaillé). Nous trouvons alors  $400 \text{ s}^{-1}$  pour la solution *Floerger*/12M/34%/10C\* correspondant à une viscosité de 8 mPa.s et 100 s<sup>-1</sup> pour *Floerger*/12M/56%/50C\* correspondant à une viscosité de 50 mPa.s. Les valeurs des cisaillements ont été reportées sur la FIGURE 6.3 (b). L'estimation du taux de cisaillement n'est peut-être pas exacte mais l'ordre de grandeur est la centaine de s<sup>-1</sup>. Ainsi nous avons :

- une solution de *Floerger*/12M/56%/50C<sup>\*</sup> qui possède quasiment la même viscosité que les solutions de Ucon mais qui a un débit volumique plus de 3 fois moins important;
- une solution de *Floerger*/12M/34%/10C<sup>\*</sup> qui possède une viscosité bien plus faible que les deux solutions de Ucon mais dont le débit volumique se situe entre les deux;
- une solution de *Floerger*/12M/34%/10C\* dont la viscosité au cours de l'écoulement augmente car la vitesse du fluide diminue. Or, son débit volumique décroît moins vite que pour un fluide visqueux.

Ces trois affirmations sont complètement contre intuitives pour l'écoulement d'un fluide newtonien. Ainsi, notre vision de l'écoulement d'un fluide simple pour nos solutions de polymères n'est pas adaptée et il en convient de trouver une description plus juste afin de comprendre comment s'écoulent ces solutions de polymères à travers un orifice.

## 6.1.2 Forme et évolution des jets

À présent, nous pouvons visualiser l'aspect du jet en sortie afin de voir si l'effet observé sur les courbes d'écoulement en fonction du temps est également présent sur la forme du jet en sortie. La FIGURE 6.4 présente une photographie du jet à la sortie du trou dans les premières secondes de quatre des écoulements du paragraphe précédent.



FIGURE 6.4 – Photographies de jets en sortie du trou pour différents fluides dans les premières secondes de l'écoulement.  $[r = 1.75 \text{ mm}; h_0 = 11 \text{ cm}]$  Fluides de gauche à droite :  $PEO/8M/50C^*$ ; Eau; Mélange Ucon/eau à 145 mPa.s; Polymères *Floerger*/12M/56%/50C<sup>\*</sup>.

Nous retrouvons la présence d'une instabilité dans le cas de l'eau qui n'apparaît pas pour les autres fluides car ils sont trop visqueux. En revanche, nous pouvons observer un gonflement très net du jet pour les solutions de polymères (PEO et *Floerger*) par rapport à la solution visqueuse newtonienne Ucon/eau. Ce gonflement, visible à l'œil nu, atteint ici 10% de la taille du jet et peut atteindre pour certaines de nos solutions presque 20%. Ce phénomène, propre aux fluides complexes et notamment aux solutions de polymères, est appelé effet Weissenberg, décrit dans le paragraphe 2.4.2. Les polymères en passant dans le trou sont mis sous contrainte à cause du cisaillement induit par l'écoulement. À la sortie, ces contraintes se relâchent dans toutes les directions et notamment normales à l'écoulement, ce qui produit ce gonflement. Nous retrouvons donc, dans nos écoulements, l'effet des contraintes normales présent dans la littérature . En revanche, nous avons vu dans le paragraphe précédent que le temps d'écoulement pour le PEO était plus court que l'eau, et que la solution de polymères *Floerger*/12M/56%/50C<sup>\*</sup> coulait bien plus lentement que les solutions Ucon/eau. Ainsi, la forme du jet en sortie ne peut à lui seul expliquer ces observations.



FIGURE 6.5 – Photographies de l'intérieur de la cuve pendant l'écoulement pour des solutions de PEO. [Plexiglas; r = 1.75 mm;  $h_0 = 11 \text{ cm}$ ] Toutes les images ont la même échelle donnée par la taille du trou visible sur la première image. Les deux images de gauche ont été prise au début et au milieu de l'écoulement d'une solution de PEO à  $50C^*$ . L'image de droite correspond au milieu de l'écoulement pour une solution de PEO à  $100C^*$ .

En plus des aspects différents du jet en sortie, des observations propres aux fluides complexes ont été faites à l'intérieur de la cuve. La FIGURE 6.5 présente des photographies de l'écoulement prises par une caméra placée au dessus du réservoir. Les deux images de gauche correspondent au début et au milieu de l'écoulement pour une solution de PEO à  $50C^*$ . Nous pouvons voir sur la première photographie que dès le début de l'écoulement la ligne d'accroche n'a pas une symétrie de révolution. De plus, sur les vidéos, cette ligne triple bouge au cours du temps sans mouvement régulier particulier. Nous pouvons considérer que notre système possède une symétrie de révolution comme la taille du trou est très petite par rapport à la taille de la cuve. La solution de polymères brise donc spontanément la symétrie. Il serait intéressant de vérifier que les observations ne changent pas avec un réservoir cylindrique. Une fois que la hauteur de fluide atteint entre 6 et 7 cm, une déformation de la surface libre apparaît. Cette déformation est présente pour les fluides newtoniens mais que pour de faibles hauteurs (1 à 2 cm) de fluides. La seconde photographie de la FIGURE 6.5 montre cette déformation de la surface car le trou et la ligne triple n'est plus visible. Cette déformation garde une symétrie de révolution. Néanmoins, ce n'est pas toujours le cas. La troisième et dernière photographie, montre la déformation de la surface libre pour une solution de PEO à  $100C^*$  et une hauteur de fluide d'environ 5 cm. La surface libre n'est plus un point singulier unique comme le cas précédent mais une ligne singulière de déformation. Cette ligne, brisant la symétrie de révolution, tourne au cours du temps de manière non régulière. Tout ceci est la manifestation du comportement élastique des solutions.

Ainsi, nous avons mis en évidence des différences importantes sur l'écoulement de fluides complexes (viscoélastiques pour nos solutions de polymères) par rapport aux fluides newtoniens visqueux.

## 6.1.3 Conclusions

En somme, nous avons pu voir que les écoulements de fluides complexes avaient de nombreuses et nettes différences avec les fluides visqueux. Nous avons vu que la forme des courbes V(t) et  $Q_V(t)$ comportait certaines dissemblances ou était complètement différentes. Les courbes de viscosité effectuées au rhéomètre ne permettent pas d'expliquer comment les courbes des fluides complexes sont classées et les différences avec les fluides newtoniens. L'aspect de l'écoulement est également différent avec un gonflement de jet, une ligne d'accroche non symétrique et une surface libre déformée d'une façon particulière pour nos solutions de polymères.

## 6.2 Caractérisation des écoulements de fluides complexes

Pour rendre compte de ces écarts de comportement par rapport aux fluides simples, nous proposons deux approches pour l'étude d'écoulements de fluides complexes. Nous adopterons tout d'abord une approche globale de l'écoulement en repérant des temps particuliers pour l'écoulement et en définissant des paramètres effectifs pour ces fluides complexes. Dans un second temps, nous présenterons un moyen de définir une viscosité effective à chaque instant durant l'écoulement. Ces deux techniques seront ensuite utilisées pour étudier les différences dans l'écoulement par rapport à la concentration en polymères, la longueur des chaînes ou l'interaction avec la surface percée.

## 6.2.1 Étude moyenne des écoulements de fluides complexes

Afin de comprendre comment coulent les fluides complexes étudiés par rapport aux fluides newtoniens, nous allons tout d'abord effectuer une étude globale de l'écoulement. Celle-ci consiste à repérer le temps pour qu'une fraction donnée du volume initial de fluide ait coulé. Nous avons déjà effectué cette étude pour les fluides visqueux dans le paragraphe 4.4. Nous repérons ici deux temps :  $\tau_{50}$  et  $\tau_{90}$  correspondant respectivement au temps pour écouler 50% et 90% du volume initial  $h_0a^2$ . Les deux autres quantités moyennes mesurées sont les paramètres effectifs (rayon et hauteur initiale). La méthode a été présentée au paragraphe 4.1.5 puis utilisée tout au long du CHAPITRE 4. Elle consiste à effectuer un ajustement quadratique sur la courbe V(t) afin de calculer  $r_{\text{eff}}$  et  $h_{0\text{eff}}$  à partir de l'équation (4.17). La FIGURE 6.6 présente la méthode sur l'écoulement d'une solution de polymères *Floerger*  $/20M/34\%/15C^*$  à travers du plexiglas avec r = 1.75 mm et  $h_0 = 11$  cm.

La figure (a) présente le volume écoulé au cours du temps. Comme nous avons vu dans le paragraphe 6.1.1, la forme de la courbe pour la plupart des fluides complexes (notamment les polymères *Floerger*)

156



FIGURE 6.6 – Étude moyenne d'écoulements de fluides complexes. [Plexiglas; r = 1.75 mm;  $h_0 = 11 \text{ cm}$ ;  $Floerger/20\text{M}/34\%/15C^*$ ] (a) Volume écoulé au cours de temps. La courbe en pointillés noirs est un ajustement quadratique permettant d'extraire les paramètres effectifs. On trouve  $r_{\text{eff}}/r =$  49.7% et  $h_{0\text{eff}}/h_0 = 66.6\%$ . Les pointillés horizontaux rouges permettent de définir les deux temps  $\tau_{50} = 256.5 \text{ set } \tau_{90} = 738.3 \text{ s.}$  (b) Débit volumique en fonction du temps. La droite en pointillés noirs représente l'ajustement quadratique effectué sur la courbe V(t).

ressemble à celle des fluides visqueux. Ainsi un ajustement quadratique rend bien compte du début de l'écoulement comme tracé en pointillés noirs sur la figure. En revanche, pour certaines solutions l'ajustement n'est valable que pour le début de l'écoulement. Ainsi, nous avons décidé de prendre un critère arbitraire qui consiste à effectuer un ajustement sur l'écoulement des 50 premiers pourcents du volume initial. Cela permet d'avoir le même critère pour tous les fluides complexes étudiés et d'avoir un ajustement qui rend bien compte de l'évolution à chaque fois. Dans le cas de l'exemple, nous trouvons :

$$r_{\rm eff}/r = 49.7\%$$
 ,  $h_{0\rm eff}/h_0 = 66.6\%$  (6.1)

Nous avons également noté sur la figure (a) les valeurs pour 50% et 90% du volume écoulé en pointillés rouges permettant ainsi de repérer les temps correspondant. Nous trouvons dans le cas de l'exemple :

$$\tau_{50} = 256.5 \,\mathrm{s} \qquad , \qquad \tau_{90} = 738.3 \,\mathrm{s} \tag{6.2}$$

Enfin sur la figure (b), nous avons tracé le débit volumique sur tout l'écoulement ainsi que le résultat de l'ajustement effectué sur la première moitié de V(t). Nous observons que cet ajustement ne rend pas compte du débit car celui-ci présente des variations importantes au cours du temps. L'étude effectuée dans ce paragraphe ne peut en tenir compte.

Nous présenterons par la suite les résultats des mesures de  $r_{\text{eff}}/r$ ,  $h_{0\text{eff}}/h_0$ ,  $\tau_{50}$  et  $\tau_{90}$  en fonction des différents paramètres des polymères. Nous serons bien conscients que cette étude permet juste de savoir comment les fluides complexes se comportent de manière globale sur tout l'écoulement et ne rend pas compte des événements qui peuvent se produire pendant celui-ci. Pour étudier ces événements nous proposons une méthode permettant de définir une viscosité effective tout le long de l'écoulement.

## 6.2.2 Viscosité effective pour l'écoulement

#### Principe

Dans le but d'essayer de caractériser des fluides complexes uniquement par le biais de l'écoulement à travers un trou, nous avons cherché à définir une *viscosité effective* au cours de l'écoulement. Il sera ensuite possible d'obtenir cette viscosité en fonction du taux de cisaillement estimé. Une première approche naïve consiste à comparer les temps d'écoulements à différents instants (comme 50% et 90%) des solutions de polymères à ceux des fluides newtoniens visqueux. Le temps d'écoulement en fonction de la viscosité est linéaire pour les fluides newtoniens (voir FIGURE 4.24 (a)). En supposant que les solutions complexes se comportent localement dans le temps comme des fluides newtoniens, nous pouvons facilement en déduire une viscosité effective en chaque instant de l'écoulement. Cette méthode a deux principaux défauts :

- elle accumule l'erreur due aux effets non-newtoniens tout au long de l'écoulement ;
- elle demande d'avoir une courbe semblable à celle de la FIGURE 4.24 (a) en tout point de l'écoulement.

Une seconde approche consiste à calibrer le débit volumique pour chaque hauteur en fonction de la viscosité. Cela permettra d'obtenir pour chaque hauteur une relation entre le débit volumique  $Q_V$ , la viscosité cinématique  $\nu$  et la dite hauteur h. Ainsi, les courbes  $Q_V(t)$  des fluides complexes pourront être converties en courbes  $\nu_{\text{eff}}(t)$  car la hauteur de fluide est connue en tout temps.

#### Calibration

Pour cela, la calibration a été effectuée avec les solutions de Ucon/eau et glycérol/eau. La proportion de Ucon et de glycérol permet de faire varier la viscosité. Pour toutes les solutions de viscosités différentes, et tous les écoulements de hauteurs initiales différentes, le débit volumique a été relevé pour des hauteurs entre 10 et 3 cm. Cela permet ainsi de représenter, sur la FIGURE 6.7, le débit volumique en fonction de la viscosité cinématique pour différentes hauteurs de fluide. Les expériences ont été effectuées à travers un trou de 1.75 mm de rayon percé dans du plexiglas.



FIGURE 6.7 – Débit volumique en fonction de la viscosité cinématique pour différentes hauteurs de fluides. [Ucon/eau & glycérol/eau; plexiglas; r = 1.75 mm] Pour chaque solution de viscosité différente, le débit volumique a été repéré pour chaque hauteur (tous les centimètres entre 3 et 10 cm). Toutes les données ont été repérées sur ce graphique. Chaque point correspond à la moyenne entre 2 et 4 expériences. Les lignes pointillées représentent les ajustements de la forme de l'équation (6.4).

Pour chaque hauteur de fluide, les points semblent s'aligner sur une même courbe simplement décalée. Nous pouvons reprendre, l'étude des fluides visqueux effectuée au paragraphe 4.4 et notamment

158

l'équation (4.94), tirée du modèle de Torricelli modifié, permettant d'exprimer le débit volumique en fonction de  $\nu$  et h:

$$Q_{V,T}(h,\nu) = \sqrt{\left(\frac{8\pi e\nu}{(k_T+1)}\right)^2 + \frac{2\pi^2 g r^4}{k_T+1} \left(h - \frac{3\beta\gamma}{\rho g r}\right) - \left(\frac{8\pi e\nu}{(k_T+1)}\right)}$$
(6.3)

Ainsi, le débit volumique est de la forme :

$$Q_{V,T}(\nu) = \sqrt{A_Q^2 \nu^2 + B_Q} - A_Q \nu, \qquad A_Q = \frac{8\pi e}{(k_T + 1)}, \qquad B_Q = \frac{2\pi^2 g r^4}{k_T + 1} \left( h - \frac{3\beta\gamma}{\rho g r} \right)$$
(6.4)

avec  $A_Q$  un paramètre indépendant de la hauteur et  $B_Q$  affine en la hauteur. Des ajustements avec cette fonction ont été effectués sur les points de la FIGURE 6.7 et le résultat pour chaque hauteur est tracé en pointillés avec la même nuance de gris. Pour toutes les hauteurs, cette fonction rend bien compte de l'évolution du débit volumique avec  $\nu$ . Tous ces ajustements permettent d'extraire les paramètres  $A_Q$  et  $B_Q$  en fonction de la hauteur du fluide dans la cuve. Ces courbes sont tracées sur la FIGURE 6.8 pour la série d'expériences précédentes à travers un trou de 1.75 mm de rayon à travers du plexiglas.



FIGURE 6.8 – Coefficients d'ajustement de l'équation (6.4) en fonction de la hauteur de fluide. [Plexiglas; r = 1.75 mm] (a) Coefficient  $A_Q$  devant être indépendant de la hauteur. Pour des hauteurs supérieures à 4 cm, l'hypothèse est raisonnable. La moyenne du coefficient sur la plage 4-11 cm vaut 0.04878 m. (b) Coefficient  $B_Q$  devant être affine avec la hauteur de fluide h. La ligne pointillée représente un ajustement affine d'équation  $1.1205 \cdot 10^{-11} h + 1.3311 \cdot 10^{-12}$  avec  $B_Q$  en m<sup>6</sup>/s<sup>2</sup> et h en cm.

Nous remarquons sur la figure (a) que pour toutes les hauteurs au dessus de 4 cm, il est raisonnable de supposer le coefficient  $A_Q$  constant avec la hauteur de fluide. Pour des hauteurs plus faibles, les effets visqueux deviennent trop importants et ne suivent plus la théorie proposée. Nous effectuons alors la moyenne de ce coefficient entre 4 et 11 cm pour trouver  $A_Q = 0.04878$  m. La figure (b) montre bien une dépendance affine du coefficient  $B_Q$  avec la hauteur de fluide h. Un ajustement donne l'équation  $B_Q(h) = 1.1205.10^{-11}h + 1.3311.10^{-12}$  avec h en cm et  $B_Q$  en m<sup>6</sup>/s<sup>2</sup>. Les équations des paramètres  $A_Q$  et  $B_Q$  sont valables uniquement pour un rayon r = 1.75 mm à travers du plexiglas. Pour chaque matériau et chaque taille de trou, il est nécessaire de faire une calibration car les coefficients  $A_Q$  et  $B_Q$ seront différents.

À présent, nous désirons remonter à la viscosité du fluide en connaissant la courbe V(t). Prenons l'équation (6.4), isolons la racine et prenons le carré :

$$Q_{V,T}^2 + 2Q_{V,T}A_Q\nu + A_Q^2\nu^2 = A_Q^2\nu^2 + B_Q$$
(6.5)

Ce qui donne la viscosité cinématique en fonction du débit volumique et de la hauteur :

$$\nu(Q_V, h) = \frac{B_Q(h) - Q_V^2}{2A_Q Q_V}$$
(6.6)

Ainsi, à partir de la mesure de la masse de fluide écoulée au cours du temps m(t), nous sommes capable d'extraire à tout temps le débit volumique  $Q_V$  et la hauteur de fluide dans la cuve h à partir des techniques développées aux CHAPITRES 3 & 4. Avec l'équation (6.6) nous pouvons alors calculer la viscosité cinématique et donc dynamique du fluide à chaque instant. Cette viscosité est une viscosité effective  $\nu_{\text{eff}}$ , correspondant à la question "quelle serait la viscosité de mon fluide s'il coulait comme un fluide newtonien?". Cela prend à la fois compte de la viscosité instantanée du fluide complexe mais également tous les effets élastiques qui peuvent rentrer en jeu.

#### Vérification et exemple

Après avoir effectué la calibration, nous devons vérifier que cette méthode fonctionne sur un fluide bien connu, à savoir un fluide newtonien. La FIGURE 6.9 (a) présente la viscosité effective, calculée par la méthode du paragraphe précédent et notamment l'équation (6.6), pour deux fluides newtoniens visqueux : un mélange Ucon/eau et un mélange Ucon/eau. Leurs viscosités mesurées avec le rhéomètre valent respectivement 82 mPa.s et 16 mPa.s. Ces valeurs ont été reportées en pointillés sur le graphique. Nous remarquons que notre méthode permet bien d'estimer la viscosité du fluide jusqu'à hauteur de 2 cm en dessous de laquelle la courbe commence à s'écarter de la valeur réelle. En effet, pour de faibles valeurs de la hauteur, de fortes variations apparaissent dues aux traitements de données et du fait que notre modèle est valable pour des hauteurs suffisantes. Ainsi, notre système de vidange de réservoir peut devenir un viscosimètre si la calibration adéquate a été réalisée. Ici, nous ne pouvons effectuer que des mesures avec une plaque de plexiglas percée d'un trou de 1.75 mm de rayon. Certains viscosimètres du commerce fonctionnent sur le même principe en mesurant le temps d'écoulement d'un volume de fluide donné.

Maintenant que nous avons présenté la méthode et vérifié son fonctionnement sur des fluides newtoniens, nous pouvons la tester sur un fluide complexe. La FIGURE 6.9 (b) présente la viscosité effective estimée pour une solution de polymères  $Floerger/20M/34\%/15C^*$ . Il s'agit de la même solution que la FIGURE 6.6 où nous avons présenté V(t) et  $Q_V(t)$ . La courbe montre une viscosité effective qui fluctue énormément au fil de l'écoulement mais, en moyenne, la viscosité est plutôt constante avec une légère diminution sur la fin. Ce n'est pas ce que nous pensions avoir au premier abord avec un fluide rhéofluidifiant dont la vitesse et donc le taux de cisaillement doit diminuer au cours de l'écoulement. Les fluides complexes que nous avons utilisés ne s'écoulent pas du tout de la même manière que les fluides newtoniens.

Nous pouvons à présent comparer le taux de cisaillement effectif nécessaire pour avoir cette viscosité effective au taux de cisaillement estimé grossièrement. La courbe  $\eta = f(\dot{\gamma})$  de rhéologie de la solution de polymères  $Floerger/20M/34\%/15C^*$ , présentée sur la FIGURE B.4, a été approximée par une loi de puissance car dans la gamme de viscosité 250-450 mPa.s cette approximation est parfaitement justifiée. Puis nous déduisons le taux de cisaillement effectif  $\dot{\gamma}_{\text{eff}}$  à partir de  $\eta_{\text{eff}}$  et de l'ajustement de la rhéologie.

La FIGURE 6.10 (a) présente le taux de cisaillement effectif sur tout l'écoulement. Comme la viscosité effective, le taux de cisaillement effectif présente des variations, mais est en moyenne constant et égal à 2-2.5 s<sup>-1</sup>.

La figure (b) présente le taux de cisaillement estimé à partir de la méthode présentée dans le paragraphe 6.1.1 : estimation d'une vitesse moyenne à partir du débit volumique puis du taux de cisaillement en divisant par le rayon du trou. Nous remarquons que le taux de cisaillement estimé ne permet pas de rendre compte de l'écoulement de notre solution de polymères pour deux raisons : celui-ci est un à deux ordres de grandeur trop grand; il décroît au fur et à mesure de l'écoulement (lorsque h diminue) alors que  $\dot{\gamma}_{\text{eff}}$  est quasiment constant. Cela signifie que le fluide n'est pas cisaillé de la manière simple que nous avons décrite.

160



FIGURE 6.9 – Viscosité effective en fonction de la hauteur de fluide pour deux fluides newtoniens visqueux et une solution de polymères. [Plexiglas; r = 1.75 mm;  $h_0 = 11 \text{ cm}$ ] (a) Viscosité effective pour un mélange Ucon/eau avec  $\eta = 82$  mPa.s et pour un mélange Ucon/glycérol avec  $\eta = 16$  mPa.s Les valeurs mesurées au rhéomètre ont été reportées en pointillés pour chaque fluide. (b) Viscosité pour une solution de polymères *Floerger*/20M/34%/15C\*.



FIGURE 6.10 – Taux de cisaillement, ressenti par le fluide, estimé par deux méthodes. [Plexiglas; r = 1.75 mm;  $h_0 = 11 \text{ cm}$ ; *Floerger*/20M/34%/15C<sup>\*</sup>] (a) Taux de cisaillement calculé à partir de la viscosité effective. (b) Taux de cisaillement estimé grossièrement à partir du débit volumique.

Enfin notons que nous avons également effectué une calibration pour une plaque de verre percée d'un trou de rayon 1.75 mm. Les ajustements de  $Q_V$  en fonction de h sont toujours valables mais avec des coefficients différents :  $A_Q = 0.038\,683\,\mathrm{m}$  et  $B_Q = 9.517.10^{-12}h + 1.585.10^{-12}$  avec h en cm et  $B_Q$  en m<sup>6</sup>/s<sup>2</sup>. Ceci permet donc de calculer la viscosité effective pour des fluides complexes coulant à travers du verre. Nous présenterons dans ce chapitre les résultats pour des écoulements à travers le plexiglas. L'ANNEXE C présente les résultats pour les solutions de *Floerger* à travers du verre. Les conclusions globales sont les mêmes que pour le plexiglas. Néanmoins, il y a des différences entre les courbes pour le plexiglas et le verre pour une même solution. Des expériences supplémentaires avec d'autres matériaux sont nécessaires afin de dégager une tendance avec l'interaction avec la plaque.

En somme, nous avons développé et présenté une méthode permettant de suivre et d'étudier en détail l'écoulement d'un fluide complexe. La signification exacte de cette viscosité effective n'est pas

claire pour le moment mais l'étude d'écoulements de solutions de polymères avec différents paramètres permettra de dégager des tendances. De plus, cette méthode permet d'observer des événements pendant l'écoulement (modulations en fonction de h). Nous ne nous intéressons pas au taux de cisaillement effectif car il ne possède pas d'informations supplémentaires par rapport à la viscosité effective.

## 6.3 Influence des paramètres sur l'écoulement

Nous nous intéressons à présent aux divers paramètres de nos solutions de polymères, à savoir la concentration en polymères, la longueur des chaines, la chimie des polymères via l'anionicité et l'interaction avec la surface. Pour chaque paramètre, nous utiliserons l'étude moyennée avec les temps  $\tau_{50}$  et  $\tau_{90}$  et les paramètres effectifs. En parallèle, nous étudierons l'influence sur la viscosité effective.

#### 6.3.1 Influence de la concentration

#### Étude moyenne

Étudions tout d'abord l'influence de la concentration des polymères en solution lors de l'écoulement. Nous avons vu dans le paragraphe 2.4 que plus la concentration de polymères était importante plus la viscosité augmentait en même temps que le caractère rhéofluidifiant. Le fluide devient de plus en plus élastique et pour des fréquences de plus en plus basses car le temps de reptation devient de plus en plus long. Nous présentons sur la FIGURE 6.11 les résultats de l'étude moyenne pour le PEO et sur la FIGURE 6.12 ceux pour les polymères *Floerger*.



FIGURE 6.11 – Propriétés des écoulements de solutions de PEO en fonction de la concentration exprimée en nombre de fois  $C^*$ . [Plexiglas; r = 1.75 mm; PEO/8M ] La rhéologie de ces fluides est présentée sur la FIGURE 2.9. (a) Temps d'écoulement à 50% (cercles) et 90% (triangles) du volume total en fonction de la concentration. Les différentes couleurs représentent les différentes hauteurs initiales. (b) Rayon effectif et hauteur initiale effective normalisés, estimés sur la première moitié de l'écoulement, en fonction de la concentration. Les écoulements pour les deux figures sont les mêmes.

Nous regardons tout d'abord les résultats pour le PEO de la FIGURE 6.11. La figure (a) présente le temps d'écoulement pour vider 50% de la cuve,  $\tau_{50}$ , et le temps pour 90% de celle-ci,  $\tau_{90}$ . Les mesures ont été effectuées pour un trou de 1.75 mm de rayon à travers du plexiglas, pour des hauteurs initiales entre 7 et 11 cm et pour trois concentrations différentes ( $25C^*$ ,  $50C^*$  et  $100C^*$ ). Les points expérimentaux montrent clairement que les valeurs pour  $25C^*$  et  $50C^*$  sont quasiment identiques alors que ceux pour  $100C^*$  sont toujours au-dessus.

La figure (b) présente les paramètres effectifs (rayon et hauteur initiale) normalisés en fonction de la concentration. Ces paramètres ont été estimés par la méthode présentée dans le paragraphe 6.2.1. Nous



FIGURE 6.12 – Propriétés des écoulements de solution de *Floerger* en fonction de la concentration exprimée en nombre de fois  $C^*$ . [Plexiglas; r = 1.75 mm; *Floerger*/12M/34% ] La rhéologie de ces fluides est présentée sur les FIGURES 2.10, B.3 & 2.11. (a) Temps d'écoulement à 50% (cercles) et 90% (triangles) du volume total en fonction de la concentration. Les différentes couleurs représentent les différentes hauteurs initiales. (b) Rayon effectif et hauteur initiale effective normalisés, estimés sur la première moitié de l'écoulement, en fonction de la concentration. Les écoulements pour les deux figures sont les mêmes.

remarquons que le rayon effectif est plutôt constant avec la concentration alors que la hauteur initiale effective est bien plus basse pour  $100C^*$  que pour les deux autres concentrations. Cela est cohérent avec les valeurs de  $\tau_{50}$  et  $\tau_{90}$  de la figure (a). Cela signifie que la dissipation est quasiment la même pour  $25C^*$  et  $50C^*$  alors qu'elle augmente fortement pour  $100C^*$ . La dissipation devrait augmenter entre la solution à  $25C^*$  et  $50C^*$  car il y a au moins un facteur 10 entre les deux viscosités (FIGURE 2.9). Nous supposons que les effets élastiques compensent cette différence mais nous ne pouvons expliquer physiquement ce phénomène.

Nous avons effectué la même étude pour des solutions de polymères *Floerger* de type AN934 pour trois concentrations :  $5C^*$ ,  $10C^*$  et  $50C^*$ . Il s'agit toujours d'écoulements à travers un trou de rayon r = 1.75 mm percé dans du plexiglas. Les résultats sont présentés sur la FIGURE 6.12 et les quantités tracées sont exactement les mêmes que la figure précédente.

Nous remarquons tout d'abord sur la figure (a) que les temps à 50 et 90% de l'écoulement augmentent avec la concentration et la dépendance semble linéaire dans cette gamme de concentrations <sup>1</sup>. La figure (b) nous montre que le rayon effectif décroît lorsque la concentration augmente alors que la hauteur effective est quasiment constante (légèrement inférieur pour pour la concentration  $50C^*$ ). Ceci est bien en accord avec les temps d'écoulement  $\tau_{50}$  et  $\tau_{90}$  de la figure (a). Contrairement aux solutions de PEO, ces polymères semblent avoir une perte de charge de plus en plus importante au niveau du trou avec une dissipation dans la cuve quasiment constante.

Afin de comprendre ces résultats, nous pouvons regarder les courbes de rhéologie, présentées en FIGURES 2.10, B.3 & 2.11. La viscosité sur toute la gamme de mesure augmente avec la concentration. Le module élastique, bien qu'au dessus du module visqueux pour  $10C^*$  et  $50C^*$ , n'est pas assez grand pour produire des effets élastiques permettant de compenser la dissipation visqueuse. Ceci correspond bien aux observations expérimentales d'écoulement. La différence entre les solutions de PEO et de *Floerger* peut s'expliquer par le fait que le PEO a des effets élastiques qui sont du même ordre de grandeur (ou plus importants) que visqueux, ce qui n'est pas le cas pour les solutions de *Floerger*.

<sup>1.</sup> Nous avons essayé d'effectuer des solutions à  $100C^*$  mais dans ce cas là le polymère n'arrivait pas à se dissoudre entièrement et de manière homogène dans des temps raisonnables (à savoir une semaine).
#### Viscosité effective

Nous présentons à présent la viscosité effective durant l'écoulement estimée à partir de la méthode de la section 6.2.2. La FIGURE 6.13 présente les résultats pour les différentes solutions de PEO.



FIGURE 6.13 – Viscosité dynamique effective, en fonction de la hauteur de fluide, calculée à partir de la méthode décrite dans le paragraphe 6.2.2 et via l'équation (6.6) pour les solutions de PEO. [Plexiglas; r = 1.75 mm;  $h_0 = 11 \text{ cm}$ ] La rhéologie classique de ces fluides est présentée sur la FIGURE 2.9. (a)  $c = 25C^*$ : la viscosité effective est toujours négative. (b)  $c = 50C^*$ : la viscosité effective devient négative pour une hauteur de fluide inférieure à 4 cm. (c)  $c = 100C^*$ : la viscosité effective est toujours positive et présente de fortes variations.

Les figures (a) à (c) représentent des concentrations croissantes :  $25C^*$ ,  $50C^*$  et  $100C^*$ . La solution à  $25C^*$  présente une viscosité effective toujours négative, globalement constante, avec une faible modulation. Elle est négative car le débit volumique est trop important, et plus particulière nous avons  $Q_V^2 > B_O(h)$ . Cette viscosité négative ne signifie pas que le fluide coule plus rapidement qu'un fluide parfait mais que pour couler comme un fluide visqueux de notre calibration, il faut une viscosité négative. Si nous traçons la courbe V(t) pour le fluide parfait, la courbe de la solution de PEO est toujours en dessous. Cela signifie que des dissipations sont cachées dans l'approche que nous avons faite. Pour regarder plus en détail, il faut s'intéresser à l'équation (6.4). Nous remarquons que le coefficient  $B_Q$ possède deux parties : le préfacteur  $\frac{2\pi^2 gr^4}{k_T+1}$  caractérisé par le coefficient  $k_T$  et une hauteur effective  $\frac{3\beta\gamma}{\rho gr}$  retranchée à la hauteur h, caractérisée par le coefficient  $\beta$ . Le premier terme rend compte de la viscosité du fluide par rapport au fluide parfait avec un  $k_T$  devant être supérieur à 0, ce qui est bien le cas ici car le calcul donne  $k_T = 0.6$ . Le second terme rend compte des effets de tension de surface et d'interaction avec la plaque<sup>2</sup> en retranchant à la hauteur h une hauteur effective qui vaut 0.11 cm dans ce cas. Ainsi, la viscosité effective est calculée par rapport à un fluide qui a des propriétés de tension de surface et d'interaction avec la plaque non nulles contrairement au fluide parfait. Nous avons fait l'hypothèse que ces effets pour toutes les solutions visqueuses et de polymères étaient identiques. En d'autres termes, le PEO à  $25C^*$  coule plus vite qu'un fluide sans viscosité dont les propriétés de tension de surface et d'interaction avec la plaque sont les mêmes que les fluides de la calibration, à savoir les mélanges Ucon/eau et glycérol/eau. Donc la viscosité négative est bien due aux propriétés viscoélastiques du fluide mais ne permet pas de couler plus vite qu'un fluide parfait mais simplement de compenser une partie de la dissipation due à la tension de surface et à l'interaction avec la plaque.

La figure (b) montre que la solution à  $50C^*$  possède une viscosité effective qui décroît fortement durant l'écoulement : positive puis négative en dessous d'une hauteur de 4 cm. L'explication de la viscosité négative est exactement la même que précédemment. Or ici nous pouvons "quantifier" les effets de tension de surface et d'interaction avec la paroi par rapport aux effets élastiques. Pour cela, regardons la FIGURE 6.1 du début du chapitre. Les courbes du volume au cours du temps de l'eau et de la solution de PEO se croisent pour un temps autour de 100 s, ce qui correspond à une hauteur

<sup>2.</sup> Nous parlons ici d'interaction avec la plaque plutôt que de mouillage car pour des fluides visqueux et complexes d'autres effets, comme le glissement aux parois, peuvent intervenir. Le terme mouillage ne prend pas en compte ces effets.

d'environ 3 cm et non 4 cm comme on pourrait s'attendre avec la viscosité effective. Cela signifie que l'eau et la solution de PEO n'ont pas exactement les mêmes effets de tension de surface et d'interaction avec la plaque. Le cas que nous venons prendre ici est un peu compliqué car nous comparons deux fluides différents avec un troisième fluide comme calibration. Dans le cas où nous nous intéressons à un unique fluide (par exemple la solution de PEO), ces effets seront constants sur tout l'écoulement et la viscosité effective sera simplement calculée à une constante près dépendant du mouillage. Restons tout de même conscient que pour des fluides suffisamment visqueux, nous avons vu que les effets de mouillage devenaient négligeables. Ainsi, pour des fluides complexes possédant une viscosité assez importante, cet aspect pourra être complètement négligé.

Enfin la figure (c) présente une viscosité effective, pour la solution à  $100C^*$ , toujours positive et présentant des fortes modulations. Celles-ci ne sont ni régulières en amplitude ou en fonction de la hauteur. La viscosité moyenne augmente progressivement à mesure que la hauteur de fluide diminue.

Nous pouvons comparer cette viscosité effective aux courbes de rhéologie obtenues avec le rhéomètre sur la FIGURE 2.9. La solution a  $25C^*$  possède une viscosité presque constante égale à 5.3 mPa.s et une viscosité effective presque constante égale à -6 mPa.s. Un effet global sur l'écoulement est donc présent. La solution à  $50C^*$  possède une viscosité entre 30 mPa.s à bas taux de cisaillement et décroît vers la viscosité de l'eau. La viscosité effective quant à elle part de 40 mPa.s pour devenir négative jusqu'à -30 mPa.s. Nous pensons que les effets élastiques pour cette solution sont quasiment constants au cours de l'écoulement ce qui explique cette décroissance quasi linéaire de la viscosité effective. Enfin, la solution à  $100C^*$  a une viscosité entre 1000 mPa.s et la viscosité de l'eau. La viscosité effective fluctue autour de 100 mPa.s. Si nous estimons le cisaillement grossièrement, nous sommes bien plus grand que 100 mPa.s en viscosité. Il y a deux explications possibles à cela : le cisaillement d'un fluide complexe est totalement différent de la vision que nous en avons (les résultats du paragraphe 6.2.2 sur le taux de cisaillement effectif vont dans ce sens); les effets élastiques importants permettent au fluide de couler bien plus vite. Nous pensons qu'une combinaison des deux effets est à l'œuvre.

La FIGURE 6.14 présente la viscosité effective pour les solutions de polymères *Floerger* avec A = 34%et  $M_w = 12$  M et pour trois concentrations différentes :  $5C^*$ ,  $10C^*$  et  $50C^*$ .



FIGURE 6.14 – Viscosité dynamique effective, en fonction de la hauteur de fluide, calculée à partir de la méthode décrite dans le paragraphe 6.2.2 et via l'équation (6.6) pour les solutions de *Floerger* à des concentrations différentes. [Plexiglas; r = 1.75 mm;  $h_0 = 11 \text{ cm}$ ; 34%/12M] La rhéologie classique de ces fluides est présentée sur les FIGURES 2.10, B.3 & 2.11. (a)  $c = 5C^*$ : La viscosité augmente au cours de l'écoulement. (b)  $c = 10C^*$ : La viscosité est globalement constante avec des modulations lentes. (c)  $c = 50C^*$ : La viscosité est globalement constante avec des modulations très rapides.

Nous pouvons remarquer que pour la solution à  $5C^*$ , la viscosité effective augmente durant l'écoulement (lorsque *h* diminue) alors que pour les solutions plus concentrées, celle-ci reste globalement constante voire décroît légèrement. Une viscosité qui augmente au cours de l'écoulement pour un fluide rhéofluidifiant signifie que celui-ci se comporte comme un fluide visqueux. En effet, pour un fluide visqueux, plus la hauteur de fluide est faible, plus la vitesse en sortie diminue et donc le cisaillement du fluide décroît. Ainsi, la solution à  $5C^*$  a un comportement du type "fluide visqueux" alors que pour les deux plus concentrées, ce n'est pas le cas car les effets élastiques deviennent de plus en plus importants.

De plus, plus la concentration augmente, plus les modulations en fonction de la hauteur deviennent plus importante en nombre et en intensité (les échelles sur la figure (b) et (c) ne sont pas les mêmes). Ainsi, les effets élastiques semblent favoriser ces événements.

Si nous comparons à présent ces courbes avec les courbes de rhéologie présentes sur les FI-GURES 2.10, B.3 & 2.11. La solution à  $5C^*$  est rhéofluidifiante entre 35 mPa.s et quelques mPa.s. La courbe de viscosité effective parcourt toute la gamme de viscosité au fur et à mesure de l'écoulement ce qui confirme un comportement type "fluide newtonien" où le taux de cisaillement diminue le long de l'écoulement et sans vraiment d'effet élastique. La solution à  $50C^*$  est très rhéofluidifiante entre 10 Pa.s et 10 mPa.s (pour  $1000 \text{ s}^{-1}$ ). La viscosité effective est globalement égale à  $300 \pm 50 \text{ mPa.s}$ qui se situe au milieu de la gamme (environ  $10 \text{ s}^{-1}$ ). Le cisaillement estimé grossièrement est encore bien plus élevé et la conclusion est la même que pour le PEO. Les conclusions pour la solution à  $10C^*$ sont exactement les mêmes que pour  $50C^*$  mais avec des gammes de viscosités différentes.

Notons que la comparaison a été effectuée également sur du verre et que les résultats se trouvent en ANNEXE C sur la FIGURE C.1 (d,e,f). Les conclusions sont exactement les mêmes que sur le plexiglas.

#### Conclusions

En somme, nous avons mis en évidence plusieurs effets des fluides complexes et leurs dépendances avec la concentration :

- Plus la concentration est importante, plus la viscosité globale mesurée au rhéomètre augmente. Cependant nous avons trouvé des fluides complexes (solutions de PEO) qui coulent à la même vitesse pour des concentrations du simple au double (et des viscosités 10 fois plus importantes). Ceci met en évidence l'effet élastique de ces fluides. L'estimation de la viscosité effective négative confirme également ce fait.
- Pour les concentrations assez faibles, les fluides complexes semblent se comporter de la même manière que les fluides newtoniens visqueux avec une viscosité effective qui augmente au fur et à mesure de l'écoulement. Pour des concentrations plus importantes, les viscosités effectives trouvées sont bien inférieures à celle attendue avec une telle vitesse. Les fluides coulent à la fois différemment et possèdent des effets élastiques importants.
- Des modulations dans la viscosité effective apparaissent au delà d'une certaine concentration. Plus la concentration augmente plus la fréquence (par rapport à h) et l'intensité de ces modulations sont importantes. Ces événements, non réguliers dans le temps, semblent provenir du comportement élastique du fluide.

Toutes ces affirmations sont également vraies pour un écoulement à travers du verre.

#### 6.3.2 Influence de la longueur des chaînes

Nous nous intéressons à présent à l'influence de la longueur des chaînes. Nous avons effectué des mesures pour des polymères *Floerger* de même anionicité (34%) mais de masses moléculaires différentes :  $M_w = 7, 12$  ou 20 M correspondant au gammes *AN934BPM*, *AN934* et *AN934VHM*. La concentration a été fixée à 0.77 g/L soit 10C<sup>\*</sup> pour la gamme *AN934* 6.5C<sup>\*</sup> pour la gamme *AN934BPM* et 15C<sup>\*</sup> pour la gamme *AN934VHM*.

#### Étude moyenne

Les résultats pour l'étude moyenne (quantités  $\tau_{50}$ ,  $\tau_{90}$ ,  $r_{\text{eff}}$  et  $h_{0\text{eff}}$ ) sont présentés sur la FI-GURE 6.15. Comme les polymères sont les mêmes, la longueur de la chaîne est directement proportionnelle à la masse moléculaire.



FIGURE 6.15 – Propriétés des écoulements de solution de *Floerger* en fonction de la longueur de la chaîne à concentration fixée. [Plexiglas; r = 1.75 mm; *Floerger*/34%] Les courbes de rhéologies associées sont présentées sur les FIGURES B.2 , B.3 & B.4. La concentration est la même et correspond à  $10C^*$  pour la gamme *AN934*, soit 0.77 g/L. (a) Temps d'écoulement à 50% (cercles) et 90% (triangles) du volume total en fonction de la concentration. Les différentes couleurs représentent les différentes hauteurs initiales. (b) Rayon effectif et hauteur initiale effective normalisés, estimés sur la première moitié de l'écoulement, en fonction de la concentration. Les écoulements pour les deux figures sont les mêmes.

L'évolution de l'écoulement en fonction de la masse moléculaire (longueur de la chaîne) est la même que celle pour la concentration avec les solutions de PEO de la FIGURE 6.11 à savoir des valeurs identiques pour les deux premières valeurs (7 et 12 M) et un écoulement plus long pour le 20 M correspondant à un rayon et une hauteur initiale effectifs plus faibles.

Les courbes de rhéologie associées sont présentées sur les FIGURES B.2 , B.3 & B.4. Dans ce cas, l'explication via les courbes de rhéologie est bien plus simple. Les rhéologies pour les gammes AN934BPM et AN934, correspondant aux masses moléculaires de 7 et 12 M, sont quasiment identiques à la fois pour la viscosité et pour les modules élastiques et visqueux. Il est un peu étrange d'obtenir les mêmes courbes de rhéologie mais au vu de la polydispercité des polymères fournis par l'industriel (voir ANNEXE A, il est possible que la répartition des polymères permette cette même rhéologie. Il est donc normal d'obtenir des écoulements quasi identiques (en supposant que le mouillage n'est pas modifié, ce qui est le cas). La solution à 20 M possède une viscosité plus importante sur toute la gamme de mesure, même pour des taux de cisaillement importants. Son élasticité n'est pas particulièrement plus élevée non plus. Ceci correspond bien à un fluide qui va couler plus lentement et dissiper plus d'énergie comme observé pendant l'écoulement.

#### Viscosité effective

Nous pouvons alors présenter l'estimation pour la viscosité effective pour ces trois solutions sur la FIGURE 6.16.

L'évolution moyenne de la viscosité effective est la même pour les trois longueurs de chaînes : globalement constante avant de légèrement chuter à la fin (petits h). En revanche la valeur moyenne de la viscosité effective augmente avec la longueur de la chaîne : 80, 95 et 400 mPa.s. Enfin, les modulations en fonction de h deviennent de plus en plus intenses et nombreuses durant l'écoulement.

Nous pouvons alors comparer ces résultats à la rhéologie effectuée au rhéomètre et présentée sur les FIGURES B.2, B.3 & B.4. Les courbes de viscosité en fonction du taux de cisaillement ont toutes la même allure. Celles à 7 M et 12 M ont quasiment la même rhéologie ce qui explique que les viscosités effectives soient proches. La viscosité effective moyenne correspond à un cisaillement de quelques s<sup>-1</sup>. La courbe à 20 M est décalée vers le haut ce qui explique que la viscosité effective soit plus grande.



FIGURE 6.16 – Viscosité dynamique effective, en fonction de la hauteur de fluide, calculée à partir de la méthode décrite dans le paragraphe 6.2.2 et via l'équation (6.6) pour les solutions de *Floerger* à des concentrations différentes. [Plexiglas; r = 1.75 mm;  $h_0 = 11 \text{ cm}$ ;  $34\%/10C^*$ ] La rhéologie classique de ces fluides est présentée sur les FIGURES B.2, B.3 & B.4. (a)  $M_w = 7 \text{ M}$ : La viscosité est stable avec des petites modulations pendant tout l'écoulement avant de décroître à la fin. (b)  $M_w = 12 \text{ M}$ : La viscosité est stable avec des modulations d'amplitudes importantes pendant tout l'écoulement avant de décroître à la fin. (c)  $M_w = 20 \text{ M}$ : La viscosité est stable avec des modulations d'amplitudes importantes et fréquente (avec h) pendant tout l'écoulement.

La valeur moyenne correspond également à quelques  $s^{-1}$ . Les taux de cisaillement estimés sont bien supérieurs à ceux-ci. Les effets élastiques sont à l'origine de cette différence.

#### Conclusions

En somme, comme pour la concentration, une augmentation de longueur de la chaîne va augmenter le temps d'écoulement et la viscosité du fluide. Les courbes de rhéologie permettent de mettre en évidence que des effets élastiques sont présents car les taux de cisaillement sont très différents. Néanmoins, l'évolution avec la longueur de la chaîne n'est pas prononcée. Nous retrouvons toujours des modulations pendant l'écoulement qui deviennent plus fréquentes et plus importantes à mesure que la longueur de la chaîne augmente (c'est-à-dire l'élasticité). Toutes ces affirmations sont également vraies pour un écoulement à travers du verre.

#### 6.3.3 Influence de la chimie

Une autre propriété des polymères qu'il est possible de contrôler et dont nous avons étudié l'influence est l'anionicité des chaînes. Cela correspond à la proportion de monomères cationiques par rapport au monomère neutre des polymères (voir FIGURE 1.4). Nous notons A cette quantité. Nous allons voir que celle-ci modifie l'interaction avec la plaque percée. Les résultats vont être différents entre le plexiglas et le verre. Nous pouvons également faire référence aux résultats précédents où nous pouvons voir que les écoulements (mais également les rhéologies) pour la solution de PEO à 8M et celle de *Floerger* à 7 M sont très différents pour la même concentration. La seule différence entre les deux est la structure du monomère donc la chimie du polymère.

#### Étude moyenne

Nous avons tracé les mêmes quantités moyennes que les paragraphes précédents pour des écoulements à travers du plexiglas sur la FIGURE 6.17 et à travers du verre sur la FIGURE 6.18. Le rayon du trou est toujours égal à 1.75 mm. La longueur de la chaîne est quasiment constante (10-12 M) et la concentration est fixée à 3.85 g/L correspondant à  $50C^*$ . Les anionicités à dispositions sont 10%, 34% et 56%.

168



FIGURE 6.17 – Propriétés des écoulements de solution de *Floerger* en fonction de l'anionicité des monomères à longueur de chaîne et concentration fixées. [Plexiglas; r = 1.75 mm; *Floerger*/10-12 M ] La concentration est la même et correspond à  $50C^*$ , soit 3.85 g/L. La rhéologie effectuée au rhéomètre est présentée sur les FIGURES B.6, 2.11 & 2.13. (a) Temps d'écoulement à 50%(cercles) et 90% (triangles) du volume total en fonction de la concentration. Les différentes couleurs représentent les différentes hauteurs initiales. (b) Rayon effectif et hauteur initiale effective normalisés, estimés sur la première moitié de l'écoulement, en fonction de la concentration. Les écoulements pour les deux figures sont les mêmes.

La FIGURE 6.17 présente les résultats pour du plexiglas. La figure (a) montre que le temps d'écoulement ne varie pas de manière monotone avec l'anionicité avec des temps d'écoulement plus importants pour A = 34% contrairement aux deux autres. Les valeurs du rayon et de la hauteur initiale effectifs normalisés confirment ce résultat, même si cela est moins flagrant et les points sont plus dispersés.

La rhéologie de ces solutions est présentée, par ordre croissant de A, sur les FIGURES B.6, 2.11 & 2.13. Nous remarquons alors que la rhéologie n'est également pas classée avec l'anionicité. En effet, globalement la solution à 34% a une viscosité plus importante que les deux autres. La solution à 56% est légèrement plus visqueuse que celle à 10%. Cela correspond exactement au classement des temps d'écoulement. Cela signifie donc que l'élasticité ne joue pas de rôle assez important pour intervertir des temps d'écoulement. Sur les courbes de G' et G'', nous remarquons effectivement que les modules élastiques et visqueux ont des valeurs proches et seule la solution à 34% possède des modulations légèrement plus élevées. Ainsi, dans ce cas, les mesures de rhéologie permettent d'expliquer les observations expérimentales des écoulements.

La FIGURE 6.18 présente les résultats pour du verre. Dans ce cas, les temps d'écoulements croissent avec l'anionicité et le rayon effectif normalisé corrobore ce résultat. La hauteur initiale normalisée est plutôt constante. Au vu de l'explication précédente, il n'est pas possible d'expliquer ceci uniquement grâce à la rhéologie du fluide car l'évolution suit celle du plexiglas. Cela signifie que le matériau et donc le mouillage de la plaque joue un rôle important dans ces écoulements mais uniquement lorsque l'anionicité change car l'interaction avec la plaque change. Cette interaction va changer de manière différente avec l'anionicité en fonction des matériaux. Nous pensons qu'il s'agit du phénomène qui se produit ici, à savoir que l'interaction est modifiée de manière différente entre le plexiglas et le verre. Néanmoins, nous n'avons pas observé expérimentalement cette différence. Les angles de contact statique sont les mêmes pour toutes les solutions d'anionicité différentes, c'est pourquoi nous parlons de changements de l'interaction avec la plaque et non du mouillage. De plus, la forme des jets en sortie est quasiment identique pour tous les écoulements sauf pour ceux qui sont assez rapides pour gonfler de manière plus importante en sortie. Des expériences supplémentaires seront nécessaires afin de dégager une dépendance avec le matériau et pour déterminer l'origine physique de cette différence importante entre le plexiglas et le verre. Nous pourrons notamment étudier des concentrations différentes, des



FIGURE 6.18 – Propriétés des écoulements de solution de *Floerger* en fonction de l'anionicité des monomères à longueur de chaîne et concentration fixées. [Verre; r = 1.75 mm; *Floerger*/10-12 M] La concentration est la même et correspond à  $50C^*$ , soit 3.85 g/L. La rhéologie effectuée au rhéomètre est présentée sur les FIGURES B.6, 2.11 & 2.13. (a) Temps d'écoulement à 50%(cercles) et 90% (triangles) du volume total en fonction de la concentration. Les différentes couleurs représentent les différentes hauteurs initiales. (b) Rayon effectif et hauteur initiale effective normalisés, estimés sur la première moitié de l'écoulement, en fonction de la concentration. Les écoulements pour les deux figures sont les mêmes.

matériaux différents ou encore d'autres anionicités. Il serait possible de mettre en évidence du glissement aux parois pour certains fluides. Des mesures de PIV pourront également être effectuées afin de pouvoir visualiser les lignes de courant.

En somme, nous avons vu que l'anionicité avait un effet important sur les écoulements. Les résultats à travers du plexiglas sont directement expliqués par les courbes de rhéologie. En revanche, l'évolution observée à travers le verre reste pour le moment non expliqué.

Nous venons de voir que l'évolution des paramètres mesurés avec l'anionicité dépend du matériau de la plaque percée. Nous avons également affirmé que pour les autres variables (concentration et longueur de chaînes), l'évolution qualitative n'était pas changée entre le plexiglas et le verre. Nous proposons dans ce paragraphe de quantifier ces différences existantes.

Pour cela, nous avons effectué la différence des temps à 50% et 90% de l'écoulement entre le cas à travers du plexiglas et du verre. Nous définissons alors :

$$\Delta \tau_{50} = \tau_{50}^{\text{plexi}} - \tau_{50}^{\text{verre}} \qquad , \qquad \Delta \tau_{90} = \tau_{90}^{\text{plexi}} - \tau_{90}^{\text{verre}} \tag{6.7}$$

Cela permet de bien rendre compte de la différence entre les écoulements sans utiliser les paramètres effectifs car nous avons vu au paragraphe précédent que ceux-ci corroboraient les résultats sur les temps des écoulements. Tous les résultats sont présentés sur les FIGURES 6.19 & 6.20.

La FIGURE 6.19 présente les résultats en fonction de la concentration. La figure (a) concerne les solutions de PEO alors que la figure (b) correspond aux solutions de *Floerger*. Au vu de la définition choisie pour la différence de temps, un  $\Delta \tau$  négatif correspond à un écoulement plus rapide sur du plexiglas. Même si la dispersion des points est parfois un peu grande (surtout aux grandes concentrations) l'écoulement sur du plexiglas est toujours plus rapide (ou de la même vitesse). Plus les polymères sont concentrés (plus la viscosité et le caractère rhéofluidifiant sont importants), plus l'écart devient important. Il peut même atteindre une centaine de secondes pour  $\tau_{90}$  pour les solutions de PEO ce qui correspond à plus d'un tiers du temps total. La différence pour les solutions de *Floerger* est bien moins importante avec environ 10% du temps total pour la solution la plus concentrée.



FIGURE 6.19 – Différences de temps d'écoulement, entre le plexiglas et le verre, en fonction de la concentration en polymères. [r = 1.75 mm] (a) Données pour le PEO/8M. (b) Données pour la solution de polymères *Floerger*, A = 43% et  $M_w = 12$  M.

La FIGURE 6.20 présente les résultats en fonction de la longueur de la chaîne et de l'anionicité pour les solutions de *Floerger*. La figure (a) montre que pour des longueurs de chaînes pas trop importantes (7M et 12M) l'écoulement est légèrement plus rapide sur le plexiglas. Pour les grandes chaînes, la tendance est inversée avec un écoulement plus rapide sur du verre. La figure (b) montre que plus l'anionicité est grande plus le fluide va couler plus rapidement sur le plexiglas que sur le verre. Le cas à A = 10% ne présente pas de différences notables entre le plexiglas et le verre.



FIGURE 6.20 – Différences de temps d'écoulement, entre le plexiglas et le verre, en fonction de la longueur de la chaîne ou de l'anionicité. [r = 1.75 mm; Floerger] (a) Données en fonction de la masse moléculaire du polymère. L'anionicité est de 34% pour ces données. La concentration est la même et correspond à  $10C^*$ , soit 0.77 g/L. (b) Données en fonction de l'anionicité. La masse moléculaire est de 12M pour ces données. La concentration est la même et correspond à  $50C^*$  pour la gamme AN934, soit 3.85 g/L.

Ces résultats montrent que globalement les écoulements des solutions de polymères sont plus rapides à travers du plexiglas que du verre. Ceci est à l'inverse du cas de l'eau vu dans le CHAPITRE 4 où l'écoulement était plus rapide sur du verre. Néanmoins, dans ce cas, le ménisque à la sortie n'est pas différent pour les deux matériaux. Nous pensons que dans le cas des fluides complexes, la différence se situe, non pas à la sortie, mais à l'intérieur du trou. Les différences d'interaction avec la plaque peuvent modifier le glissement aux parois et modifier ainsi l'écoulement à l'intérieur du trou. De plus, nous avons vu qu'en augmentant la concentration ou l'anionicité, l'effet était amplifié alors que pour des longueurs de chaînes assez grandes, l'effet était inversé (plus rapide sur le verre). Nous n'avons pas d'explications physiques de cette différence de comportement entre l'eau et les solutions de polymères. Afin de mieux comprendre ce phénomène, de nouvelles expériences seront nécessaires et notamment avec des matériaux différents comme ceux utilisés au CHAPITRE 4.

#### Viscosité effective

Nous pouvons à présent regarder la viscosité effective pour les solutions d'anionicité différente pour les deux matériaux. La FIGURE 6.21 présente les résultats pour le plexiglas et la FIGURE 6.22 pour le verre.



FIGURE 6.21 – Viscosité dynamique effective, en fonction de la hauteur de fluide, calculée à partir de la méthode décrite dans le paragraphe 6.2.2 et via l'équation (6.6) pour les solutions de *Floerger* à des anionicités différentes. [Plexiglas; r = 1.75 mm;  $h_0 = 11 \text{ cm}$ ; 10-12  $M/50C^*$ ] La rhéologie classique de ces fluides est présentée sur les FIGURES B.6, 2.11 & 2.13. (a) A = 10%: Une viscosité qui décroît pendant l'écoulement avec des faibles modulations. (b) A = 34%: Une viscosité qui décroît globalement pendant l'écoulement avec des fortes modulations. (c) A = 56%: Une viscosité qui décroît globalement pendant l'écoulement avec des modulations

modérées.

Observons ces six courbes dans l'ensemble. Elles ont toutes globalement la même tendance : une décroissance au fur et à mesure de l'écoulement (lorsque h) décroît. Elles présentent toutes des modulations qui sont plus ou moins importantes et fréquentes pendant l'écoulement. Regardons à présent l'évolution de la viscosité effective moyenne (au début de l'écoulement) pour chaque série. Pour le plexiglas, dans l'ordre d'anionicité croissante nous avons : 160, 320 et 240 mPa.s. Pour le verre, dans l'ordre d'anionicité croissante nous avons : 170, 400 et 550 mPa.s. Ces viscosités évoluent de la même manière que le temps d'écoulement. Ceci nous donne la même information que l'étude moyenne mais permet d'étudier l'évolution au cours de l'écoulement et repérer d'éventuels comportements différents pendant l'écoulement. Ce n'est pas le cas ici. Néanmoins, ces courbes nous permettent d'expliquer cette différence de classement entre le verre et le plexiglas et de mettre en évidence l'effet de l'interaction avec la plaque. En effet, si nous regardons les courbes pour une anionicité et 10% et 34 %, les courbes de viscosité effective pour les deux matériaux sont quasiment identiques, celles pour le verre ont une valeur moyenne légèrement plus haute. En revanche, pour une anionicité de 56%, la différence est énorme. La valeur moyenne pour le verre est plus de deux fois plus importante que pour le plexiglas. Les modulations sur le verre sont plus importantes et fréquentes que pour le plexiglas. Ceci met en évidence que l'interaction avec la plaque de verre est bien différente comparée à celle sur du plexiglas pour cette anionicité. Les événements faisant fortement varier la viscosité semblent être un signe de dissipation importante lors de l'écoulement.



FIGURE 6.22 – Viscosité dynamique effective, en fonction de la hauteur de fluide, calculée à partir de la méthode décrite dans le paragraphe 6.2.2 et via l'équation (6.6) pour les solutions de *Floerger* à des anionicités différentes. [Verre; r = 1.75 mm;  $h_0 = 11 \text{ cm}$ ; 10-12  $M/50C^*$ ] La rhéologie classique de ces fluides est présentée sur les FIGURES B.6, 2.11 & 2.13. (a) A = 10%: Une viscosité qui décroît pendant l'écoulement avec des faibles modulations. (b) A = 34%: Une viscosité qui décroît globalement pendant l'écoulement avec des fortes modulations.

(c) A = 56%: Une viscosité qui décroît globalement pendant l'écoulement avec des modulations importantes et fréquentes.

#### Conclusions

En somme, nous avons vu que la chimie du polymère modifiait à la fois la rhéologie de la solution mais également l'interaction avec la plaque percée. La viscosité mesurée au rhéomètre est plus importante pour une anionicité de 34% ce qui entraîne un temps d'écoulement plus important sur du plexiglas. En revanche, la solution pour A = 56% met bien plus longtemps à couler à travers du verre. La viscosité effective nous a permis de mettre en évidence la différence d'interaction entre les plaques de verre et de plexiglas avec des modulations bien plus importantes durant l'écoulement pour le verre. Des expériences supplémentaires sont nécessaires avec d'autres matériaux afin de pouvoir comprendre le mécanisme physique de cette interaction.

# 6.4 Conclusion

Après avoir étudié les écoulements de fluides simples lors de la vidange d'un réservoir au CHAPITRE 4, nous avons effectué la même étude avec des fluides complexes, plus particulièrement avec des fluides viscoélastiques qui étaient des solutions semi-diluées de polymères de grande masse moléculaire. Une première étude qualitative nous a montré que les écoulements de ces systèmes étaient notablement différents de ceux des fluides simples. Pour ces fluides complexes, nous avons pu observer qu'en fonction du caractère plus ou moins marqué de la viscoélasticité, le débit oscillait plus ou moins en fonction de la hauteur de fluide dans la cuve. Nous avons également vu des différences par rapport aux fluides simples dans la forme des jets de sortie et, dans certains cas, nous pu voir une déformation de la surface libre du fluide dans la cuve et/ou une rotation du jet en sortie que nous n'avions pas observé avec les fluides newtoniens.

Nous avons ensuite proposé deux méthodes pour caractériser les écoulements de fluides complexes : une moyennant les phénomènes sur tout l'écoulement en mesurant les temps  $\tau_{50}$  et  $\tau_{90}$  ainsi que les paramètres effectifs; l'autre définissant une viscosité effective à tout instant de l'écoulement à partir de calibration d'écoulements de fluides complexes visqueux. Les deux approches semblent complémentaires. Nous avons également étudié l'influence sur l'écoulement de différents paramètres, tel que la concentration en polymères des solutions, mais aussi la longueur des chaines, la chimie des polymères et l'interaction entre ces solutions de polymères et la surface de fond de la cuve. Pour la plupart des écoulements, le temps de vidange augmente avec la viscosité  $\eta_0$  des solutions. Néanmoins, cette aug174

mentation n'est pas proportionnelle à la viscosité cinématique comme pour les fluides simples. De plus, il est évident que le caractère élastique de ces solutions viscoélastiques joue un rôle important dans leur écoulement ; au point que parfois une solution plus "visqueuse" coule plus vite qu'une solution moins "visqueuse". Cette composante élastique semble aussi favoriser les variations de la viscosité effective, c'est-à-dire les oscillations du débit en fonction de la hauteur de fluide dans la cuve, ou des variations du débit qui ne sont pas celles d'un fluide newtonien visqueux. Pour finir, il apparaît que le débit du fluide est aussi fonction de l'interaction entre les solutions de polymères et la surface de fond de la cuve ; en particulier, dans nos expériences, nous avons observé que cet effet est d'autant plus fort que l'anionicité de la chaîne est importante.

Les travaux présentés dans ce chapitre sont des expériences préliminaires qui montrent que c'est un sujet qui est à la fois très riche et très complexe, et que la notion de viscosité effective est probablement une manière intéressante pour essayer de lier la rhéologie de ces fluides à leurs écoulements. Comme c'est une problématique qui a été très peu étudiée jusqu'à présent, nous pensons qu'il serait intéressant d'aller plus loin. Pour cela, il faudrait probablement améliorer le dispositif expérimental en montant une expérience de PIV sur notre cuve afin de pouvoir étudier les lignes de courants dans la cuve pendant les écoulements. En terme de systèmes, on pourrait continuer à étudier les fluides viscoélastiques, toujours en jouant sur la concentration en polymères, sur la longueur des chaînes, la chimie, mais aussi, en étudiant des solutions semi-diluées de micelles géantes de CTAB qui ont l'avantage d'être des fluides dont la rhéologie est parfaitement Maxwellienne (ce qui pourrait en faire un système modèle pour cette étude). Ensuite, nous pourrions aussi nous intéresser à d'autres fluides complexes ayant des rhéologies différentes. Nous pouvons penser à des fluides rhéoépaississants, soit des fluides rhéoépaississants peu visqueux (comme des solutions diluées de micelles géantes de CTAB dont la viscosité en fonction du cisaillement passe de celle de l'eau à environ 50 fois celle de l'eau), soit des fluides rhéoépaississants très visqueux comme des solutions concentrées d'amidon; à des suspensions granulaires; ou à des fluides à seuils, par exemple des solutions de Carbopol, mais aussi des mousses (en utilisant un dispositif d'augmentation de pression dans la cuve, qui n'a pas été décrit, pour mettre ces fluides en écoulement).

# Chapitre 7

# Écrasement de fluides complexes

Qui comprend invente. Louis Scutenaire

71	Dispo	sitif expérimental	178
1.1	711	Motivations	178
	7.1.1 7.1.9	Dispositif	170
	7.1.2	Caractáristiques techniques	170
	(.1.5		179
		Moteur	179
		Capteurs de force	179
		Capteurs de position	179
		Caméra	180
	7.1.4	Expérimentation	181
		Description d'une expérience	181
7.2	Un fluide mou et à seuil : la mousse à raser		181
	7.2.1	Expérience type	182
	7.2.2	Variation de la vitesse d'écrasement	184
	7.2.3	Variation de la vitesse d'étirement	187
	7.2.4	Variation du gap final	189
	7.2.5	Relaxation de la mousse	191
7.3	Un flu	In fluide non homogène : le milieu granulaire humide	
7.4	Un fluide dur et cassant : le gel d'agar-agar		195
7.5	Concl	$usion \ldots \ldots$	197

Dans ce dernier chapitre, nous allons présenter le second dispositif expérimental que nous avons construit au cours de cette thèse, ainsi que les expériences préliminaires que nous avons réalisées avec ce nouveau montage. Ce second dispositif est une machine permettant d'écraser et d'étirer un fluide entre deux plaques parallèles. Ce second dispositif est une sorte de machine de force/rhéomètre en compression et, nous avons expliqué son intérêt en détail dans l'introduction générale de cette thèse. Comme nous l'avons déjà écrit dans l'introduction générale, notre objectif en construisant cet appareil était, principalement, d'étudier les propriétés mécaniques et des écoulements des fluides à seuil, ou du moins de fluides très visqueux. L'idée derrière ça étant de compléter l'étude expérimentale d'écoulements "forcés" de fluides complexes que nous avons commencée au chapitre 6 (là, le forçage est le poids), ceci afin de comprendre comment les propriétés rhéologiques de tels fluides, ainsi que leur interaction avec les surfaces, influencent leur écoulement, ainsi que leurs propriétés mécaniques, leur étalement, leur fracture. Donc, contrairement aux chapitres précédents où nous avons étudié la vidange d'un réservoir pour des fluides relativement "liquides", et capables de couler sous leur propre poids, nous étudierons ici des fluides très visqueux ou possédant un seuil d'écoulement.

Nous proposons dans ce chapitre la seconde mise en situation réelle de fluides complexes que nous avons choisie de mettre en place durant cette thèse : l'écrasement et l'étirement de ceux-ci. En effet, une des motivations principales de cette thèse est d'étudier les fluides complexes en situation réelle. L'écrasement correspond à ce type de situation qu'il est possible de rencontrer dans la vie quotidienne ou dans l'industrie. Nous avons conçu un système permettant de faire un écrasement modèle entre deux plaques planes. Nous proposons dans ce chapitre de décrire le système expérimental conçu et construit lors de cette thèse et les différents aspects expérimentaux. Nous présenterons par la suite les résultats sur trois fluides différents : de la mousse à raser, un milieu granulaire immergé et un gel d'agar-agar. Notons que les résultats présentés ici ne sont que préliminaires afin d'explorer les possibilités de ce système.

# 7.1 Dispositif expérimental

Nous avons conçu et construit notre propre système expérimental pour l'écrasement de fluides complexes. Nous justifions tout d'abord ce choix en présentant les motivations avant de décrire le système et toutes ses caractéristiques.

#### 7.1.1 Motivations

Certains dispositifs commerciaux permettent d'effectuer de la compression de fluides ou de solides comme des machines de force ou encore certains rhéomètres. Même si ces appareils sont en général faciles d'utilisation et assez précis, ils possèdent des inconvénients pour des écrasements de fluides complexes :

- Les échelles de forces disponibles sont en général restreintes. En effet, un moteur et un capteur de force vont être performants et précis dans une certaine gamme par exemple pour des déplacements importants et des grandes forces. Cette restriction provient du fait que dans ces machines, le moteur et le capteur de force ne sont pas modifiables. Cependant, la variété des fluides complexes est tellement importante qu'il est nécessaire de pouvoir sonder des gammes très variées de force et de déplacement. Par exemple, une mousse nécessitera un déplacement important avec une faible contrainte alors qu'un gel concentré demandera des contraintes importantes pour être déformé d'une faible fraction.
- Les accessoires entre lesquels les fluides peuvent être compressés sont normalisés et choisis par le constructeur. Il est possible de demander des pièces sur mesure, mais les prix de ces pièces sont en général très élevés.
- Nous souhaitons, pendant l'écrasement, visualiser le fluide mais également ajouter, à terme, un système de diffusion de la lumière ou de microscopie. Pour cela, il est nécessaire d'avoir des plaques transparentes ce qui n'est jamais le cas sur les options de base des machines commer-

ciales. Des accessoires peuvent exister sur certains systèmes mais leur nombre est restreint et leur coût est important.

- Nous souhaitons également utiliser des matériaux divers pour les plaques écrasant le fluide. Cela permet de changer la structure ou la chimie de la surface.
- En dehors de tous les accessoires et options de ces machines, leur coût de base peut être déjà assez important.

Ainsi, afin d'avoir un système expérimental complètement ajustable et à un prix raisonnable nous avons décidé de concevoir et construire notre propre système présenté dans le paragraphe suivant.

#### 7.1.2 Dispositif

Notre dispositif expérimental conçu et fabriqué pour cette thèse est présenté en FIGURE 7.1. Une structure rigide, vissée à une table en nids d'abeille, forme la base du système. Elle possède deux tiges parfaitement verticales maintenues par deux pièces (en haut et en bas), elles mêmes fixées par une structure non représentée sur le schéma. Cette structure permet également que la pièce du bas ne repose pas sur la table mais permette de placer un miroir à  $45^{\circ}$  en dessous pour la visualisation. Toute cette structure fixe est représentée en pointillés sur le schéma. Une grande pièce, représentée en trait plein, est contrainte à se translater verticalement le long des deux longues tiges. Le mouvement vertical est assuré et contrôlé par un servo-moteur pas à pas, entraînant une tige filetée en rotation. La pièce mobile est équipée d'un capteur de force, d'une plaque faisant office d'écran et d'un disque de verre tout en bas. Sur ce disque est collée une tige filetée au bout permettant de le fixer sur le capteur de force. Une entretoise permet d'assurer le parallélisme. Le fluide étudié est écrasé entre ce disque de verre et une plaque de verre fixe de la structure. Une caméra filme le fluide pendant l'écrasement après réflexion sur le miroir à  $45^{\circ}$ . La zone verte représente le champ visible par la caméra. Deux capteurs de positions inductifs repèrent la position d'une plaque fixée sur la structure mobile. La partie inférieure (capteur de force, plaques de verre, capteurs de position) est facilement démontable afin de permettre l'ajustement ou le remplacement de ces éléments.

#### 7.1.3 Caractéristiques techniques

#### Moteur

Le moteur est un servo-moteur contenant l'électronique de régulation intégrée dans le bloc moteur de la marque *Brushless* et de la série MAC 140, équipé d'un motoréducteur de la même marque et de la série MP053 possédant un rapport de 45. Ce système entraîne une vis sans fin de 12 mm de diamètre, permettant la translation verticale de la structure pour l'écrasement.

#### Capteurs de force

Les capteurs de forces sont de la marque *Teswell* et de la série KD40S. Les valeurs nominales des capteurs utilisés varient entre 2 N et 500 N permettant de sonder des gammes de force très larges. Les capteurs peuvent supporter jusqu'à 4 fois leur valeur nominale et leur sensibilité est de l'ordre d'un millième de la valeur nominale. Le capteur en place est relié à un boitier de la même marque, de la série GSV-1A, permettant l'alimentation de celui-ci et l'amplification du signal de sortie. Le capteur consiste simplement en un pont de Wheatstone dont une des résistances varie avec la déformation du capteur. Nous avons vérifié la bonne linéarité des capteurs et mesuré les coefficients de proportionnalité entre la tension et la force par une calibration avec des masses connues. Nous avons utilisé dans cette thèse des capteurs de valeurs nominales : 5 N, 10 N, 50 N, 100 N et 500 N. Un système d'offset permet de mettre le capteur à zéro. Cela permet de retrancher facilement le poids de la structure sous le capteur.

#### Capteurs de position

Les capteurs de position utilisés sont de la marque *Baumer* de la série S14 et S14C. Ils sont inductifs, c'est-à-dire qu'ils détectent la présence d'un matériau magnétique devant eux par l'émission



FIGURE 7.1 – **Dispositif expérimental pour l'écrasement de fluides.** Les pièces en pointillés sont fixes par rapport au laboratoire. Les éléments en traits pleins peuvent avoir un mouvement vertical en bloc. L'échantillon est représenté en bleu, les vis en orange et le champ de la caméra en vert. Une structure externe (non représentée) maintient les deux parties fixes de part et d'autre de deux longues tiges verticales. Les fils partant des capteurs de position et de forces sont branchés à un système électronique (non représenté) avant d'être relié à l'ordinateur.

d'un champ magnétique. La plaque, fixée sur la structure mobile et placée devant les détecteurs, est donc en acier. Nous avons utilisé deux capteurs, afin d'avoir à la fois une grande plage de mesure et une résolution suffisante. Le premier détecte sur une plage de 16 mm avec une résolution de  $100 \,\mu$ m alors que le second sur une plage de 2 mm avec une résolution entre 12 et 65 nm (en fonction de la résolution temporelle souhaitée). Ainsi, nous pouvons, avec ceci, mesurer la position de la plaque de verre sur une grande course et avec une précision très importante proche du contact. Ces capteurs sont reliés à un système électronique, fabriqué par nos soins, permettant d'alimenter les capteurs et de mettre en forme le signal de sortie avant de l'acquérir sur l'ordinateur. Ces capteurs ont été calibrés pour connaître la dépendance de la tension avec la position. Le système nous oblige à repérer le contact entre les deux plaques de verre régulièrement car les variations de température et les glissements de centaines pièces décalent légèrement le contact dans le temps. Le contact est également repéré à chaque fois qu'une pièce (capteur de force, capteur de position ou disque de verre) est changée. Ce repérage, permet d'ajouter le bon offset pour que le zéro corresponde au contact.

#### Caméra

La caméra utilisée pour les films est de la marque *Balser* et de la série acA1600-20um. Il s'agit d'une caméra similaire à une de celle utilisée pour l'écoulement avec une résolution légèrement plus faible. Des objectifs de faibles focales fixes ont été utilisés permettant d'obtenir des images de la totalité de l'écrasement ou seulement un zoom sur une partie. Le miroir à  $45^{o}$  permet simplement de placer la caméra à l'horizontal sur une surface stable.

#### 7.1.4 Expérimentation

Ce système permet de contrôler à la fois la position du disque de verre par rapport à la plaque de verre fixe mais également la vitesse de déplacement. La précision du déplacement vertical possible avec le moteur est de 10 nm ce qui est inférieur à la précision du capteur de position (12 nm). Avec la taille de la vis sans fin choisie, la vitesse de translation peut varier entre  $622 \text{ nm.s}^{-1}$  et  $1.9 \text{ mm.s}^{-1}$ . La plus grande difficulté de ce genre de système est que les deux plaques entre lesquelles le fluide est confiné soient parallèles. La construction devrait permettre de répondre à cette problématique surtout que nous avons pris toutes les précautions nécessaires (tous les contacts sont des contacts entre deux plans afin de propager le parallélisme). Néanmoins, les plaques n'ont pas toujours été parfaitement parallèles, ce qui a engendré certains motifs finaux dissymétriques (par exemple dans le paragraphe 7.2.3). Les courbes de force n'ont pas l'air d'être beaucoup affectées par ce problème. Ceci s'explique par des pièces qui ont de légers défauts qui se propagent le long du système et des contacts pas toujours assez larges.

#### Description d'une expérience

Les expériences réalisées durant cette thèse consistent à compresser le fluide jusqu'à une épaisseur faible puis de l'étirer en écartant les plaques. Elles ont toutes suivi le même protocole :

- 1. Le disque de verre est grandement écarté de la plaque de verre afin de permettre de nettoyer ces deux éléments plus facilement et pour pouvoir charger l'échantillon.
- 2. L'échantillon de fluide est placé sous la plaque de verre.
- 3. La plaque est alors approchée à une première distance de travail  $d_1$  de la plaque de verre fixe à une vitesse permettant de ne pas altérer l'échantillon.
- 4. (Facultatif) Le surplus de fluide, s'il existe, est ôté du tour du disque. Nous laissons relaxer la force jusqu'à zéro.
- 5. Le fluide est alors écrasé avec le disque de verre à une vitesse constante  $v_{ec}$  jusqu'à une distance  $d_2$  de la plaque de verre. Le fluide est donc écrasé sur la distance  $d_1 d_2$ .
- 6. Le surplus de fluide, qui existe toujours dans ce cas, est ôté du tour du disque. Le temps d'attente pour laisser le fluide relaxer à ce moment là peut varier.
- 7. Le disque de verre remonte ensuite à une vitesse constante  $v_{et}$  jusqu'à qu'il n'existe plus de lien de fluide entre les deux plaques de verre.

Pendant toute la phase d'écrasement et d'étirement du fluide ainsi que pendant les phases de relaxation du fluide, nous enregistrons les valeurs de la position du disque du verre, de la force ressentie et une vidéo du fluide. Nous présenterons directement les résultats pour les fluides étudiés.

# 7.2 Un fluide mou et à seuil : la mousse à raser

Le premier fluide complexe que nous avons étudié est une mousse à raser industrielle *Mennen Pro-Tech - Barbes difficiles.* Nous ne disposons pas de système permettant de fabriquer des mousses, c'est pourquoi nous avons utilisé ce produit industriel. Ces bombes sont très faciles d'utilisation et produisent en général des mousses de qualité (stable, homogène...). Les mousses sont probablement polydisperses mais assez reproductibles entre deux pressions sur le levier. Néanmoins, la pression dans la bombe diminue au fur et à mesure de son utilisation et la mousse devient de moins en moins aérée. Ainsi, entre deux expériences réalisées à des moments différents de la bombe, la mousse ne sera pas forcément la même car la rhéologie sera différente. La rhéologie présentée dans le CHAPITRE 2 a été effectuée au début de la bombe. Cependant, le comportement général ne varie pas et les résultats présentés ici sont des résultats préliminaires où nous avons cherché à définir l'impact de plusieurs paramètres : vitesse d'écrasement, vitesse d'étirement et taille du gap final. Avant de s'intéresser à ces études, nous présentons une expérience afin de détailler les mesures effectuées.

### 7.2.1 Expérience type

Le protocole d'une expérience a été décrit dans le paragraphe 7.1.4. En notant  $R_d$  le rayon du disque écrasant le fluide, ce protocole suppose que le volume initial de fluide écrasé vaut  $\pi R_d^2 d_1$  avec  $d_1$  la première distance d'arrêt. La force normale  $F_e$ , la distance entre les deux plaques  $z_e$  et une vidéo sont enregistrées à partir de cette distance  $d_1$ . Les résultats d'une expérience avec de la mousse à raser sont présentés sur la FIGURE 7.2. La figure (a) représente la force normale en fonction du temps, la figure (b) la distance interplaque en fonction du temps et la figure (c) la force normale en fonction de la distance entre les plaques. Notons qu'une valeur positive de  $F_e$  correspond à une compression du capteur de force alors qu'une valeur négative à un étirement.

L'expérience peut être découpée en plusieurs parties :

- Entre le moment où l'acquisition est lancée et le début de l'expérience, les variables n'évoluent pas. Cette partie est représentée en noir et est ignorée systématiquement dans les traitements.
- L'écrasement démarre : la force normale augmente alors que la distance interplaque diminue linéairement. Cette partie est notée I et représentée en bleu. La vitesse de la plaque pendant l'écrasement est fixée ici à 13  $\mu$ m.s<sup>-1</sup> et il s'agit de la vitesse que nous mesurons via la pente.
- Dès que le gap final souhaité est atteint, l'écrasement s'arrête. La force décroît alors instantanément car la mousse sous contrainte est en train de relaxer. Cette partie est notée *II* et représentée en rouge. La figure (b) permet de vérifier que la plaque de verre ne bouge plus.
- Une fois que nous considérons que la mousse a suffisamment relaxé (le capteur ne mesure plus de variation de force), nous ôtons l'excédant de mousse autour et laissons encore le fluide au repos. Cette partie est notée II' et représentée en orange sur la figure. Nous remarquons que la plaque ne bouge toujours pas mais que la force normale continue à diminuer. Notons que la décroissance n'atteint pas zéro car le fluide est toujours sous contrainte.
- Lorsque la force n'évolue plus, il est possible d'étirer le fluide à vitesse constante (à 19.6 μm.s<sup>-1</sup> ici). La figure (b) nous permet de confirmer que la vitesse d'étirement est constante et a la bonne valeur. Pendant cette phase, notée *III* et en vert, la force devient négative et importante en valeur absolue avant de diminuer et tendre vers zéro. Cette force provient de l'adhésion du fluide qui résiste sur quelques centaines de microns. Introduire de l'air dans cette galette de fluide sous contrainte a un coût en énergie important qui se traduit par une force adhésive. Une fois la structure du fluide brisée, la force diminue lentement au fur et à mesure que la surface de contact entre le fluide et les plaques diminue.

La présentation d'une expérience type et des différentes étapes est effectuée sur les FIGURES 7.2 (a) et (b). Le principal problème de ces figures est qu'il s'agit d'une représentation temporelle qui nécessite des remises à zéros manuelles pendant le traitement car les temps d'attente seront différents et que, à terme, nous souhaitons faire varier les vitesses d'écrasement et d'étirement. Une représentation plus pratique et utilisée par la suite est celle de la force normale en fonction de la distance entre les plaques comme illustré sur la figure (c). Le diagramme se lit de manière chronologique de droite à gauche en haut puis de gauche à droite en bas. Les couleurs permettent de suivre le déroulé de l'expérience. Toutes les courbes  $F_e = f(z_e)$  auront cette forme avec : une croissance de la force à l'écrasement et un maximum au moment où l'écrasement s'arrête et un minimum de force lors de l'étirement à une position définie.

Le système optique permet d'enregistrer une vidéo de l'état du fluide. Le contraste et les capacités de visualisation vont principalement dépendre du fluide et de son opacité. Les deux plaques étant en verre, la visualisation à travers s'effectue sans problème. Les vidéos sont enregistrées à 10 images par seconde (sauf certains films précis où la dynamique rapide était étudiée). Des exemples d'images de l'expérience FIGURE 7.2 sont présentés sur la FIGURE 7.3. Les images ont été choisies à des instants particuliers de l'expérience. Celles à 33 s et 136 s correspondant au début et à la fin de l'écrasement permettent d'observer l'évolution de la mousse lors de la compression. Les bulles sont plus nombreuses et plus importantes : la mise sous contrainte favorise le murissement des mousses. Les photographies à 248 s et 306 s correspondent au début et à la fin de l'étirement, une digitation apparaît à certains endroits sur le bord de la mousse. Ceux-ci ne sont jamais isotropes. Ces doigts



FIGURE 7.2 – Quantités mesurées au cours du temps lors de l'écrasement et l'étirement de mousse à raser.  $[R_d = 3 \text{ cm}; v_{ec} = 13 \ \mu \text{m.s}^{-1}; v_{et} = 19.6 \ \mu \text{m.s}^{-1}]$  Les différentes couleurs représentent les différents moments pendant l'expérience. La partie *I* en bleu est l'écrasement. La partie *II* en rouge est la relaxation de la mousse une fois que l'écrasement est stoppé. La partie *II'* en orange correspond à la relaxation après avoir enlevé l'excès de mousse sur les bords. La partie *III* en vert représente l'étirement. (a) Force normale mesurée par le capteur de force en fonction du temps. Une valeur positive correspond à une compression et une négative à un étirement. Le zéro de la force a été défini avec la plaque de verre accrochée : le capteur ne mesure que la force due au fluide. (b) Distance entre les deux plaques de verre en fonction du temps. Les plateaux correspondent aux moments où le disque de verre est immobile. (c) Représentation de la force en fonction de la distance entre les plaques. Le diagramme se lit de droite à gauche en haut puis de gauche à droite en bas. Le code couleur permet de suivre le déroulé de l'expérience.

d'air grossissent au fur et à mesure de l'étirement jusqu'à former un motif comme la dernière image. Ces motifs sont différents pour chaque expérience, avec ou sans les mêmes paramètres d'expérience. Néanmoins, qualitativement, la forme et le nombre de branches varient lorsque nous modifions les différents paramètres par la suite. Nous présenterons des images pour chaque paramètre que nous avons fait varier afin de voir d'éventuelles effets.



FIGURE 7.3 – Photographies de la mousse lors de l'écrasement et l'étirement.  $[R_d = 3 \text{ cm}]$ Les photographies correspondent à l'expérience de la FIGURE 7.2 et les instants de gauche à droite sont 33 s, 136 s, 248 s et 306 s. Cela permet de visualiser quatre moments importants : le début de l'écrasement, la fin de l'écrasement, le début de l'étirement avec la digitalisation et le motif à fin de l'étirement. L'échelle est donnée par la taille du disque.

La description d'une expérience type a été faite avec les courbes tracées et les vidéos prises. Nous pouvons à présent étudier différents paramètres sur l'écrasement et l'étirement de la mousse à raser. Nous regarderons l'effet de la vitesse d'écrasement, d'étirement, de la taille finale du gap et enfin nous étudierons la relaxation de la mousse.

#### 7.2.2 Variation de la vitesse d'écrasement

Le premier paramètre que nous faisons varier est la vitesse d'écrasement  $v_{ec}$ . Le volume de fluide au départ est fixé par la distance  $d_1$  (environ 700  $\mu$ m), le gap final vaut toujours 100  $\mu$ m et la vitesse d'étirement  $v_{et}$  vaut toujours 19.6  $\mu$ m.s<sup>-1</sup>. Les résultats sont présentés sur la FIGURE 7.4.



FIGURE 7.4 – Influence de la vitesse d'écrasement d'une mousse à raser. (a)  $[R_d = 3 \text{ cm}; d_1 = 700 \ \mu\text{m}; d_2 = 100 \ \mu\text{m}; v_{et} = 19.6 \ \mu\text{m.s}^{-1}]$  Force normale en fonction de l'écart entre les deux plaques. Les différentes nuances de gris représentent les différentes vitesses d'écrasement. La vitesse d'étirement est fixée à 19.6  $\mu\text{m.s}^{-1}$ . (b) Force maximale (atteinte pour le gap le plus faible) en fonction de la vitesse d'écrasement pour différentes configurations : taille de disque et distance de départ et d'arrivée entre les deux plaques. Les courbes en pointillés sont des ajustements de la forme de l'équation (7.12).

La figure (a) présente la force normale en fonction de la distance interplaque pour différentes vitesses d'écrasement. Les niveaux de gris représentent les différentes vitesses d'approche du disque de verre  $v_{ec}$ . Nous remarquons que plus la vitesse est importante, plus la force est importante sur l'ensemble de l'écrasement. Pour chaque expérience, nous avons laissé relaxer la mousse au maximum avant et après avoir ôté l'excédant sur les bords. Lors de l'étirement, il n'y aucune différence entre les expériences. Cela signifie que l'élasticité et l'effet mémoire de la mousse à raser ont complètement disparu et donc que la vitesse d'écrasement n'a aucune influence sur l'étirement de la mousse. Ces résultats sont valables jusqu'à de très faibles valeurs de gap final et donc pour des contraintes importantes. La seule condition est de laisser la mousse suffisamment relaxer, c'est-à-dire attendre que la capteur de force ne détecte plus d'évolution de la force mesurée.

Nous pouvons maintenant nous intéresser de plus près aux courbes d'écrasement. Tous les débuts d'écrasement sont quasiment identiques sur les courbes. La courbe en insert de la figure (a) propose un zoom de cette partie de la courbe. La mousse à raser est dans le régime élastique de déformation sur cette courte distance. La vitesse de déformation de la mousse ne doit pas influer sur la réponse de la mousse, ce qui est observé expérimentalement sauf pour la plus faible vitesse. La mousse suit alors la loi de Hooke en compression et nous pouvons écrire :

$$\frac{F_e}{S_e} = E \frac{\Delta z_e}{z_e} \tag{7.1}$$

avec  $S_e$  la surface du disque (où la force est appliquée), E le module d'Young de la mousse,  $F_e$  la force nécessaire pour déformer la mousse d'une distance  $\Delta z_e$  et  $z_e$  l'épaisseur moyenne de la mousse pendant la déformation. Dans le cas de la FIGURE 7.4, nous trouvons  $F_e = 1$  N,  $S_e = \pi R_d^2$  avec  $R_d = 3$  cm,  $z_e = 700 \ \mu m$  et  $\Delta z_e = 14 \ \mu m$ . Cela permet d'estimer le module de Young de la mousse à 17.7 kPa. Une autre mesure avec un disque de 1.5 cm de rayon permet de l'estimer à 36 kPa. Ces valeurs semblent être un bon ordre de grandeur pour une mousse de faible densité [Cantat2010, Gibson1999].

Dès lors que la mousse commence à s'écouler, le comportement élastique laisse place à un comportement plastique. Pendant ces phases, les bulles s'effondrent et la compression augmente la densité des bulles ce qui se traduit par une augmentation de la force nécessaire pour écraser la mousse. L'étude de l'écoulement d'un fluide newtonien, de viscosité dynamique  $\eta$ , entre deux plaques en mouvement permet de calculer la force normale ressentie [Oswald2005]. Plaçons nous dans le repère cylindrique ( $\xi$ ,  $\theta$ , z) et notons  $\mathbf{v}$  la vitesse du fluide. Nous sommes à bas nombre de Reynolds. Supposons que  $z_e \ll R_d$ permettant de dire que  $v_z \ll v_{\xi}$  et  $\partial v_{\xi}/\partial \xi \ll \partial v_{\xi}/\partial z$ . Nous nous plaçons à vitesse constante pour que tous les effets inertiels soient nuls et nous avons donc trois équations du mouvement, avec P la pression du fluide :

$$0 = -\frac{\partial P}{\partial \xi} + \eta \frac{\partial^2 v_{\xi}}{\partial z^2}$$
(7.2)

$$0 = -\frac{\partial P}{\partial z} \tag{7.3}$$

$$0 = \frac{1}{\xi} \frac{\partial}{\partial \xi} (\xi v_{\xi}) + \frac{\partial v_z}{\partial z}$$
(7.4)

Les conditions aux limites sont une vitesse radiale nulle sur les parois, une vitesse normale nulle sur la plaque du bas (z = 0) et la vitesse normale en  $z = z_e$  est égale à la vitesse de la plaque  $v_{ec}$ . La pression en  $\xi = R_d$  est égale à la pression atmosphérique  $P_0$ . Ceci permet d'exprimer les vitesses et la pression :

$$v_{\xi} = 3 \frac{v_{ec}}{z_e} \xi \frac{z(z_e - z)}{z_e^2}$$
(7.5)

$$v_z = \frac{v_{ec}}{z_e^3} z^2 (3z_e - 2z) \tag{7.6}$$

$$P - P_0 = -3\eta \frac{v_{ec}}{z_e^3} \left( 1 - \left(\frac{\xi}{R_d}\right)^2 \right) R_d^2$$

$$\tag{7.7}$$

On en déduit que la force à exercer pour déformer l'échantillon de fluide newtonien vaut (avec  $\sigma_{zz}$  la composante du tenseur des contraintes appliquées dans la direction z à une surface perpendiculaire à z):

$$F_e^n = -2\pi \int_0^{R_d} (P - P_0 + \sigma_{zz}) \xi d\xi = \frac{3\pi}{2} \frac{R_d^4}{z_e^3} \eta v_{ec}$$
(7.8)

Nous avons vu dans le paragraphe 2.5.1 que la viscosité de la mousse à raser suivait une loi de puissance par morceaux en fonction du taux de cisaillement. Il est donc nécessaire d'estimer un taux de cisaillement moyen de la mousse à raser entre les deux plaques. Pour cela, exprimons la vitesse radiale au milieu de l'échantillon, au rayon  $R_d/2$ :

$$v_{\xi}(z_e/2) = \frac{3}{8} \frac{v_{ec}}{z_e} R_d \tag{7.9}$$

Et donc le taux de cisaillement moyen vaut :

$$\dot{\gamma}_m = \frac{v_{\xi}(z_e/2)}{z_e/2} = \frac{3}{4} \frac{v_{ec}}{z_e^2} R_d \tag{7.10}$$

Si la viscosité de la mousse est de la forme  $\eta = \eta_0 \dot{\gamma}^{\alpha_r}$  alors la force s'exprime comme :

$$F_e^n = \frac{3\pi}{2} \frac{R_d^4}{z_e^3} \eta_0 v_{ec} \left(\frac{3}{4} \frac{v_{ec}}{z_e^2} R_d\right)^{\alpha_r} \propto \frac{v_{ec}^{1+\alpha_r}}{z_e^{3-2\alpha_r}}$$
(7.11)

Estimons alors le taux de cisaillement moyen de la mousse avec une vitesse entre 30 et 5  $\mu$ m.s<sup>-1</sup> et  $z_e$  entre 700 et 100  $\mu$ m. Nous trouvons en ordre de grandeur un taux de cisaillement entre 1 et 100 s<sup>-1</sup>. Cela correspond à la dernière région de fluidification de la mousse à raser de la FIGURE 2.14 d'équation  $\eta = 12.1\dot{\gamma}^{-0.626}$  donc un coefficient  $\alpha_r = -0.626$ . Cela donne alors :

$$F_e^n \propto \frac{v_{ec}^{0.374}}{z_e^{1.748}} \tag{7.12}$$

Or expérimentalement, nous avons effectué des ajustements de la courbe  $F_e = f(z_e)$  lors de l'écrasement avec une loi de puissance et deux principaux problèmes se posent : l'ajout d'une constante est nécessaire pour que l'ajustement soit valable et la valeur moyenne de l'exposant est d'environ -0.15. Cette constante n'a pas lieu d'être car cela signifierait qu'une force persistante existe lorsque les deux plaques sont infiniment écartées.

Nous avons alors testé plusieurs ajustements de la force normale  $F_e$  en fonction de la distance  $z_e$  lors de la compression. Sans que nous puissions le justifier, un ajustement par une seule exponentielle ne rend pas bien compte de l'évolution mais la somme de deux exponentielles de la forme :

$$F_e(z_e) = F_{e1}e^{-z_e/\ell_1} + F_{e2}e^{-z_e/\ell_2}$$
(7.13)

permet de rendre parfaitement compte de l'évolution.  $F_{e1}$  et  $F_{e2}$  sont des coefficients, homogènes à une force, pondérant les exponentielles.  $\ell_1$  et  $\ell_2$  sont des tailles caractéristiques. Pour les expériences de la FIGURE 7.4 (a) nous trouvons des tailles caractéristiques quasiment constantes pour toutes les vitesses d'écrasement :  $\ell_1 = 97.4 \pm 29.4 \ \mu m$  et  $\ell_2 = 530.8 \pm 28.2 \ \mu m$ . Il semble raisonnable de penser que la plus petite valeur  $\ell_1$  correspond à la taille moyenne des bulles dans la mousse alors que la plus grande taille  $\ell_2$  correspond à une taille caractéristique de réarrangement des bulles (soit environ 5 bulles). Nous rappelons que ces conclusions ne sont que des suppositions que nous ne pouvons pas expliquer avec un modèle physique.

Nous avons repéré pour chaque vitesse la force maximale  $F_{\text{max}}$  atteinte au moment où l'écrasement est arrêté. Cette force dépend du gap final, c'est pourquoi nous avons arrêté l'écrasement systématiquement pour le même gap final. Ces mesures ont également été faites pour d'autres expériences, avec d'autres gaps initial et final et une expérience avec une plaque de rayon  $R_d = 1.5$  cm. Nous avons représenté sur la FIGURE 7.4 (b) cette force maximale en fonction de la vitesse d'écrasement pour chaque expérience avec des couleurs différentes. Cette force augmente avec la vitesse mais également lorsque la taille du disque augmente (car la force est en  $R_d^4$ ) et lorsque le gap final diminue. Une exception est tout de même à noter : l'expérience en rond noir pour  $R_d = 3 \text{ cm}$  et des distances  $d_1 = 700 \ \mu\text{m}$  et  $d_2 = 100 \ \mu\text{m}$ . Cette expérience a été réalisée avec une mousse fabriquée avec une bombe de mousse à raser pleine alors que toutes les autres avec le même  $R_d$  ont été réalisées avec une bombe de mousse à moitié vide. Nous avons donc vérifié la rhéologie de cette mousse et nous avons trouvé que le comportement en fonction du taux de cisaillement était identique mais que la viscosité était globalement plus faible (la courbe est décalée en bloc). Ceci s'explique simplement par le fait que la pression dans la bombe de mousse à raser diminue au fur et à mesure de l'utilisation et que la mousse devient de plus en plus humide car la quantité d'air injectée est de moins en moins importante. Ainsi, la formule (7.12) reste valable car les exposants ne sont pas modifiés entre les deux moments de la bombe. Nous avons donc effectué des ajustements en  $v_{ec}^{0.374}$  et les résultats sont plutôt satisfaisants. Ils ont été tracés en pointillés avec les nuances de gris correspondant aux points sur la FIGURE 7.4 (b). La théorie de l'écrasement d'un fluide newtonien avec une viscosité dépendant du taux de cisaillement permet de rendre compte des observations sur la force maximale nécessaire pour écraser de la mousse à raser.



FIGURE 7.5 – Photographies des motifs que forme la mousse après différentes vitesses d'écrasement.  $[R_d = 3 \text{ cm}; d_1 = 700 \ \mu\text{m}; d_2 = 100 \ \mu\text{m}; v_{et} = 19.6 \ \mu\text{m.s}^{-1}]$  Les photographies correspondent aux expériences de la FIGURE 7.4. Les vitesses d'écrasement correspondantes de gauche à droite sont 1.24, 6.51, 13.0, 19.6 et 26.0  $\mu\text{m.s}^{-1}$ . Nous remarquons que les photographies sont toutes qualitativement identiques. L'échelle est donnée par la taille du disque.

Ainsi, nous avons étudié l'influence de la vitesse d'écrasement sur la force en fonction de la distance entre les plaques. La théorie a permis de justifier la dépendance de la force maximale avec la vitesse d'écrasement en loi de puissance mais pas pour la distance  $z_e$ . L'évolution exponentielle de la force avec la distance reste encore non expliquée.

Nous pouvons également étudier les motifs que forme la mousse après l'étirement. La FIGURE 7.5 présente les photographies des motifs de la mousse à raser après étirement pour différentes vitesses d'écrasement. Nous pouvons remarquer que tous les motifs ont la même apparence et donc que, comme nous l'avons vu sur la courbe  $F_e = f(z_e)$ , l'étirement n'est pas modifié par la vitesse d'écrasement si le temps de relaxation a été assez long.

#### 7.2.3 Variation de la vitesse d'étirement

Nous nous intéressons à présent à l'effet de la vitesse d'étirement. Pour cela, nous fixons les distances  $d_1$  et  $d_2$  respectivement égales à 780  $\mu$ m et 60  $\mu$ m. La vitesse d'écrasement est également fixée à 13  $\mu$ m.s<sup>-1</sup> et le rayon du disque vaut  $R_d = 3$  cm. Les résultats sont présentés sur la FIGURE 7.6.

La phase d'écrasement est reproductible aux erreurs de manipulations près ce qui permet de partir d'un point unique où la mousse est confinée à 60  $\mu$ m et a relaxé jusqu'à une force quasiment nulle. L'étirement peut avoir lieu et les différentes nuances de gris sur le graphique représentent les différentes vitesses d'étirement. Plus la vitesse augmente plus le minimum de force, noté  $F_{\min}$ , devient important. Cela provient de l'adhésion de la mousse confinée qu'il est plus difficile de décoller rapidement car il est difficile pour l'air de s'engouffrer entre les deux plaques. De plus, la position du minimum, noté  $z_{\min}$ , augmente avec la vitesse d'étirement. Ceci peut être dû à une certaine thixotropie de la mousse, c'està-dire qu'elle met un certain temps à répondre à la contrainte (ou encore la viscosité évolue au cours



FIGURE 7.6 – Effet de la vitesse d'étirement sur les courbes de la force en fonction de la distance entre les plaques pour de la mousse à raser.  $[R_d = 3 \text{ cm}; d_1 = 780 \ \mu\text{m}; d_2 = 60 \ \mu\text{m}; v_{ec} = 13 \ \mu\text{m.s}^{-1}]$  Les nuances de gris représentent les différentes vitesses d'étirement.

du temps pour une même contrainte). Cette hypothèse reste à confirmer notamment avec des mesures de rhéologie effectuées au rhéomètre. Il est à présent possible de repérer l'intensité et la position des minima de force pour chaque vitesse. Pour cela, un ajustement quadratique au niveau du minimum est effectué. Il rend bien compte de la forme de la courbe et permet d'avoir une technique de mesure reproductible. Les résultats de ces mesures (positions et minima) sont présentés sur la FIGURE 7.7.



FIGURE 7.7 – Effet de la vitesse d'étirement sur le minimum de force pour de la mousse à raser. $[R_d = 3 \text{ cm}; d_1 = 780 \ \mu\text{m}; d_2 = 60 \ \mu\text{m}; v_{ec} = 13 \ \mu\text{m.s}^{-1}]$  Les points sont tirés des expériences présentées sur la FIGURE 7.6. Un ajustement quadratique sur le minimum de chaque courbe est effectué pour trouver précisément la valeur de la position et la valeur du minimum. (a) Position du minimum de force en fonction de la vitesse d'étirement. (b) Valeur du minimum en fonction de la vitesse d'étirement. Une parabole (non tracée) permet de rendre compte de l'évolution.

Dans les deux cas (position et intensité) l'évolution est plus lente qu'une loi linéaire. Le minimum  $z_{\min}$ , sur la figure (a) semble converger vers une valeur après avoir rapidement augmenté. Aucun ajustement semble rendre compte de cette évolution. L'intensité augmente (en valeur absolue) de manière régulière et un ajustement par une parabole rend compte de l'évolution mais cette parabole n'a aucune signification physique, elle permet juste de visualiser l'évolution. Des expériences supplémentaires sont nécessaires avec des gaps finaux différents afin d'observer une tendance de ces courbes.



FIGURE 7.8 – Photographies des motifs que forme la mousse après différentes vitesses d'étirement.  $[R_d = 3 \text{ cm}; d_1 = 780 \ \mu\text{m}; d_2 = 60 \ \mu\text{m}; v_{ec} = 13 \ \mu\text{m.s}^{-1}]$  Les photographies correspondent aux expériences de la FIGURE 7.6. Les vitesses d'étirement correspondantes de gauche à droite sont 3.31, 6.94, 13.87, 20.84, 34.67 et 41.68  $\mu\text{m.s}^{-1}$ . Nous remarquons que les photographies sont toutes qualitativement différentes avec des branches de plus en plus ramifiées lorsque la vitesse augmente. L'échelle est donnée par la taille du disque.

Nous pouvons comme dans le paragraphe précédent, comparer les motifs que forme la mousse à la fin de l'étirement. Ces photographies, pour toutes les vitesses d'étirement de la FIGURE 7.6 sont présentées sur la FIGURE 7.8. Dans ce cas, les motifs présentent des différences notables en fonction de la vitesse d'étirement. Chaque motif présente des branches (toutes orientées vers le haut à cause d'un problème de parallélisme des plaques). Plus la vitesse est importante, plus le nombre de branches et de ramifications augmente. Cela signifie que plus la mousse est étirée rapidement plus les structures créées sont petites. Des expériences supplémentaires sont nécessaires pour répondre à de nouvelles questions : Comment la taille dépend de la vitesse ? Quelle est la taille minimale des structures ? Peut-on parler d'objet fractal ?

#### 7.2.4 Variation du gap final

Le troisième et dernier paramètre que nous avons fait varier est la taille du gap final  $d_2$ . La distance initiale  $d_1$  est fixée à 860  $\mu$ m et les vitesses d'écrasement et d'étirement valent respectivement 13  $\mu$ m.s<sup>-1</sup> et 6.5  $\mu$ m.s<sup>-1</sup>. Les courbes de la force normale en fonction de la distance entre les plaques sont présentées sur la FIGURE 7.9 (a).

Chaque nuance de gris sur le graphique représente un gap final donné. Plus le gap est petit, plus la force atteinte pendant l'écrasement est importante. Après relaxation, l'étirement fait toujours apparaître un minimum de force pour chaque gap. Ce minimum est de plus en plus intense et proche de la plaque de verre au fur et à mesure que le gap diminue. Sur ces graphiques, il est possible d'extraire trois variables : le rapport entre le maximum et le minimum de force, présenté sur la FIGURE 7.9 (b) ; la valeur et la position du minimum en fonction du gap final présentées sur la FIGURE 7.10.

La norme du rapport entre la force maximale atteinte pendant l'écrasement et la force minimale atteinte pendant l'étirement n'est pas monotone avec le gap final pour les vitesses utilisées. Pour des très petits gaps, la force à l'écrasement est plus importante puis le rapport décroît jusqu'à atteindre un maximum autour de 65  $\mu$ m avant de réaugmenter légèrement. Nous nous demandons si cette taille ne correspond pas à la taille des bulles et qu'en dessous de cette taille les bulles sont déformées. Nous avons trouvé une valeur proche de 100  $\mu$ m lors des ajustements lors de l'écrasement. Nous n'avons pas d'autres explications sur ce phénomène mais cela nous permet de dire que le comportement et la sollicitation de la mousse sont très différents entre l'écrasement et l'étirement.

Concernant la position et l'intensité du minimum lors de l'étirement, nous trouvons contrairement à l'étude avec la vitesse d'étirement de la FIGURE 7.7 que le minimum et l'intensité ont une évolution



FIGURE 7.9 – Effet de la distance finale entre les deux plaques sur l'écrasement et l'étirement de la mousse à raser.  $[R_d = 3 \text{ cm}; d_1 = 780 \ \mu\text{m}; v_{ec} = 13 \ \mu\text{m.s}^{-1}; v_{et} = 6.5 \ \mu\text{m.s}^{-1}]$ (a) Force normale mesurée en fonction de la distance entre les plaques. Les différents niveaux de gris représentent les différents gaps finaux atteints. (b) Norme du rapport entre la force maximale lors de l'écrasement et de la force minimale lors de l'étirement en fonction du gap final atteint. Les barres d'erreur horizontales sont estimées à partir de l'erreur de mesure sur le gap final.



FIGURE 7.10 – **Propriété du minimum de force en fonction de la taille du gap final.**  $[R_d = 3 \text{ cm}; d_1 = 780 \ \mu\text{m}; v_{ec} = 13 \ \mu\text{m.s}^{-1}; v_{et} = 6.5 \ \mu\text{m.s}^{-1}]$  Certains points correspondent aux expériences de la FIGURE 7.9. (a) Position du minimum de force pendant l'étirement en fonction de la distance du gap final. (b) Valeur du minimum de la force pendant l'étirement en fonction du gap final.

similaire avec la valeur du gap final. En revanche, l'évolution n'est pas tout à fait linéaire et la concavité de la courbe est opposée entre les deux graphiques. Cela nous permet de penser que les deux quantités sont liées. Le calcul de la force en fonction de la position et de la vitesse de l'équation (7.12) ne correspond pas à l'évolution observée ici. Néanmoins, nous pouvons dire qu'il est normal de trouver une force d'adhésion plus importante lorsque le gap diminue car il est plus difficile d'introduire de l'air entre les deux plaques lorsque le gap est plus petit à cause de la tension de surface et de la rhéologie du fluide. De plus, avec l'explication présentée auparavant, nous nous attendrons pour un fluide newtonien à ce que le minimum soit linéaire avec le gap final car la vitesse d'étirement est fixée. Or, pour la mousse à raser ce n'est pas exactement le cas, ce qui signifie que la rhéologie de la mousse joue un rôle pendant l'étirement. Des expériences supplémentaires sont nécessaires afin de mieux comprendre les mécanismes physiques en jeu ici. Enfin, nous pouvons observer les motifs formés par la mousse après l'étirement en fonction du gap atteint. La FIGURE 7.11 présente les photographies de l'expérience de la FIGURE 7.9 (a) avec le gap croissant de gauche à droite. Les motifs sont qualitativement différents avec un nombre de branches et de ramifications qui semble augmenter à mesure que le gap final est faible. Afin de corréler ces observations avec la FIGURE 7.8, nous pouvons dire que plus la force d'étirement est importante, plus les structures des motifs deviennent petits en taille. Il est nécessaire de vérifier si l'image tout à gauche (pour le gap le plus faible), qui présente moins de ramifications que prévu est un artefact ou non. Des expériences supplémentaires sont nécessaires afin de comprendre les mécanismes de formation de ces motifs.



FIGURE 7.11 – Photographies des motifs que forme la mousse après différents gap finaux. $[R_d = 3 \text{ cm}; d_1 = 780 \ \mu\text{m}; v_{ec} = 13 \ \mu\text{m.s}^{-1}; v_{et} = 6.5 \ \mu\text{m.s}^{-1}]$  Elles correspondent aux expériences de la FIGURE 7.9 (a) et donc les valeurs des gaps finaux de gauche à droite valent : 42, 54, 69, 83 et 93  $\mu$ m. Tous les motifs sont qualitativement différents.

#### 7.2.5 Relaxation de la mousse

Pendant toutes ces études de paramètres, nous avons à plusieurs reprises parler de la relaxation de la mousse après l'écrasement et après avoir ôté l'excédant de mousse sur les bords. Nous proposons dans ce paragraphe, d'étudier la relaxation de la mousse. La FIGURE 7.12 présente des courbes de force normale en fonction du temps lors de la relaxation des mousses.

La figure (a) présente la relaxation de la mousse en fonction du temps après l'écrasement entre 700 et 100  $\mu$ m pour différentes vitesses d'écrasement représentées par les nuances de gris. L'origine des temps pour chaque relaxation a été choisie au moment de l'arrêt de l'écrasement. En insert, sont présentées les même courbes mais où l'origine des temps est différente pour chaque courbe (ainsi chaque  $t_i$  est différent) afin de pouvoir superposer les courbes. Il est possible de les superposer car la vitesse d'écrasement n'influe pas sur la relaxation de la mousse. Cela signifie que, dans les gammes d'écrasement de nos expériences, la structure générale de la mousse n'est pas détruite par l'écrasement et qu'elle garde le même comportement une fois la contrainte relâchée. Les relaxations de matériaux ont souvent un comportement exponentiel avec le temps. Nous avons donc essayé des ajustements sous forme exponentielle et une équation de la forme :

$$F(t) = F'_{e0} + F'_{e1}e^{-(t-t_i)/\tau_{e1}} + F'_{e2}e^{-(t-t_i)/\tau_{e2}}$$
(7.14)

permet de rendre compte de l'évolution temporelle de la mousse lors de la relaxation. Deux temps caractéristiques  $\tau_{e1}$  et  $\tau_{e2}$  apparaissent et valent 1.42 s et 8.11 s pour l'exemple de la FIGURE 7.12. Ces deux temps correspondent toujours à deux échelles de la mousse qui vont relaxer à des vitesses différentes. Il est probable que les petites structures de l'ordre de la taille des bulles vont relaxer rapidement (1.42 s ici) et des plus grosses structures de l'ordre d'un arrangement de bulles vont avec un temps de relaxation plus long (8.11 s ici). En revanche, nous ignorons pour le moment le lien entre ces temps et les tailles caractéristiques de la mousse rencontrées dans le paragraphe 7.2.2. La valeur de  $F'_{e0}$  correspond à la force résiduelle qui ne relaxera pas à cause du confinement. Les coefficients  $F'_{e1}$ et  $F'_{e2}$ , homogènes à une force, sont du même ordre de grandeur.

La figure (b) présente la relaxation pour la même vitesse d'écrasement mais pour des gap finaux atteints  $d_2$  différents. Dans ce cas, les courbes ne peuvent pas se superposer et nous avons défini l'instant



FIGURE 7.12 – Relaxation de la mousse à raser par la représentation de la force normale en fonction du temps.  $[R_d = 3 \text{ cm}]$  Le moment où la force redescend correspond à l'instant où l'écrasement a été arrêté. (a)  $[d_1 = 700 \ \mu\text{m}; d_2 = 100 \ \mu\text{m}]$  Écrasement entre 700 et 100  $\mu\text{m}$  à différentes vitesses. La définition du zéro de temps pour chaque relaxation est l'arrêt de l'écrasement. En insert, il s'agit des mêmes courbes où la définition du zéro de temps est différente afin d'obtenir une superposition des courbes. (b)  $[d_1 = 880 \ \mu\text{m}; v_{ec} = 13 \ \mu\text{m.s}^{-1}]$  Écrasement jusqu'à un gap final  $d_2$  variable. La définition du zéro est la même pour toutes les expériences :  $t - t_i = 0$  lorsque l'écrasement est stoppé. La valeur de  $t_i$  varie pour chaque expérience.

initial (t = 0) le moment où l'écrasement s'arrête pour toutes les expériences. Toutes les courbes n'ont pas la même forme et ne convergent pas vers la même valeur. La taille du gap final joue donc un rôle important dans la relaxation de la mousse. Pour essayer de mieux comprendre ce phénomène, nous avons ajusté les courbes avec l'équation (7.14) afin d'extraire les temps caractéristiques et les coefficients  $F'_{ei}$ . Nous remarquons que les temps caractéristiques augmentent légèrement avec la taille du gap. Ainsi, les temps caractéristiques de relaxation dépendent de la mousse mais également du système dans lequel elle est placée. Deux hypothèses sont possibles pour expliquer cela :

- Ce qui est important pour la mousse n'est pas la taille caractéristique des structures de la mousse mais ces tailles rapportées à la taille du confinement (qui correspond au nombre de structures dans le gap);
- La relaxation de la mousse étudiée ici est juste après l'arrêt de l'écrasement. À ce moment là, il reste le surplus de mousse sur les bords correspondant à la différence de volume avant et après l'écrasement. Il est probable que cette mousse, qu'il faut pousser lors de la relaxation joue un rôle sur celle-ci. Lorsque le gap final est modifié, nous modifions la quantité de mousse qui relaxe entre les deux plaques mais également le volume de mousse en excès sur les bords car le volume est fixé au départ.

À l'heure actuelle, il nous est impossible de dire si l'un ou l'autre ou les deux jouent un rôle sur le temps de relaxation. Une expérience qui devra être effectuée dans le futur pour discriminer les deux hypothèses est de modifier le volume de départ (donc la valeur de  $d_1$ ) et d'adapter la valeur de  $d_2$  afin d'avoir la même quantité de mousse en excès sur les bords. Ces expériences pourront être complétées par des essais avec des volumes initiaux différents (modification de  $d_1$ ) et des gaps finaux identiques. Il serait également possible d'utiliser les films afin de tirer des informations sur la modification de la mousse. Pour aller plus loin, nous pourrions également ajouter un système de diffusion de la lumière qu'il serait possible de coupler aux mesures de forces pour suivre l'évolution de la structure de la mousse en fonction de la contrainte appliquée.

En somme, nous avons dans cette partie étudié l'influence des vitesses d'écrasement et d'étirement et des gaps initial et final sur le comportement et la réponse mais également sur la relaxation de la mousse. Nous avons réussi, avec ces premiers résultats, à dégager des tendances assez claires mais des questions restent encore à élucider. Ces expériences avec une mousse à raser facile à préparer et à moindre coût ont permis de dégager ces tendances claires et de savoir quelles sont les expériences futures pouvant permettre de mieux comprendre le comportement des fluides complexes lors du confinement. Néanmoins, nous ne contrôlions pas bien ce système de mousse à raser (humidité, taille et dispersion des bulles...) et il évoluait au fur et à mesure de l'utilisation de la bombe. Les expériences futures consisteront tout d'abord à effectuer les expériences avec des fluides newtoniens visqueux afin d'obtenir des formes de courbes  $F_e = f(z_e)$  avec lesquelles nous pouvons comparer.

Par la suite, les expériences avec les fluides complexes devront être effectuées avec des systèmes dont nous pouvons contrôler les paramètres, c'est-à-dire créer nous même nos fluides complexes. Nous avons essayé de faire ceci sur deux systèmes : un milieu granulaire humide et des gels d'agar-agar. Nous présentons ici les quelques résultats obtenus avec ces systèmes.

# 7.3 Un fluide non homogène : le milieu granulaire humide

Ces solutions sont des billes de silice polydisperses d'un diamètre compris entre 75 et 150  $\mu$ m, en suspension dans un mélange eau/glycérol. L'augmentation de la viscosité permet de changer la rhéologie du système mais les billes sédimenteront toujours car la différence de densité est trop importante. Le choix de la viscosité du fluide est assez important pour ces solutions. Une solution trop peu visqueuse permettra aux billes de sédimenter et de former un lit de billes que nous viendrons écraser par la suite. Ce n'est pas le but recherché ici. Une viscosité trop forte nécessitera des contraintes trop importantes. De plus, pour que des phénomènes propres aux milieux granulaires apparaissent, il faut que la concentration en grains soit suffisamment importante pour que des frottements solides soient présents. Pour cela, il faut se rapprocher de la compaction maximale aléatoire (*random close packing*) qui vaut pour des sphères dures monodisperses 0.66 [Baranaua2014]. Ce nombre va légèrement différer pour nos billes polydisperses. De plus, lors de la préparation d'une solution, nous allons placer une fraction de billes et de liquide visqueux, mais à cause de la sédimentation, la fraction de billes ne sera pas constante sur l'épaisseur de l'échantillon.

Malgré ces nombreux problèmes, nous présentons ici les expériences réalisées avec ces solutions. La FIGURE 7.13 présente les courbes de la force normale en fonction de la distance entre les plaques. Nous travaillons dans ce cas là à volume initial donné (en plaçant la bonne quantité de fluide au départ à savoir environ 5 mL) et le fluide est écrasé depuis l'infini à une vitesse constante égale à 6.51  $\mu$ m.s<sup>-1</sup>. L'écrasement était systématiquement arrêté lorsque la force normale atteignait 50 N pour éviter de détériorer le système. Après une relaxation très rapide, la plaque est tirée à une vitesse constante de 65.1  $\mu$ m.s<sup>-1</sup>. La figure (a) présente plusieurs expériences où nous avons ajouté des billes dans la solution entre chaque système. La solution de départ est un mélange en fraction massique 20/20/60 en billes/eau/glycérol. Nous obtenons alors la courbe notée  $c_b$  "faible". Celle-ci augmente assez rapidement mais de manière assez régulière lors de l'écrasement. La croissance devient linéaire sur la fin, assimilant ainsi le lit de grains à un solide déformable. Le calcul de l'équation (7.1) permet d'estimer un module élastique de 66.7 kPa. Nous mesurons bien le module du fluide complexe "lit de grains humides" et non l'élasticité du verre qui est en général six ordres de grandeur supérieur. Lors de l'étirement, nous obtenons la même forme globale que pour la mousse à raser avec un minimum de force qui est bien plus faible (en valeur absolue) que le maximum de 50 N atteint.

Nous avons, par la suite, augmenté la fraction de billes en ajoutant une certaine quantité par deux fois. Une expérience a été réalisée à chaque fois et nous obtenons les courbes notées  $c_b$  "moyen" et  $c_b$  "élevée". Plus la fraction de grains augmente, plus la force normale de 50 N est atteinte pour un gap plus grand. De plus, des sauts dans la courbe de force apparaissent et sont plus importants pour la concentration "élevée". Ceux-ci peuvent se produire lors de réarrangements importants du lit de grains où certaines contraintes sont libérées. Plus la concentration de grains est importante, plus ces réarrangements vont être nombreux et importants (car vont concerner un plus grand nombre de grains). Au bout d'une certaine force (ou gap) la courbe devient également linéaire permettant d'estimer un module élastique valant 92.6 kPa pour  $c_b$  "moyen" et 111.9 kPa pour  $c_b$  "élevée". L'élasticité du lit de grains augmente avec la concentration car le lit devient de plus en plus épais comme le volume initial placé sous la plaque est fixé. L'étirement est également modifié par cette concentration en grains. Le minimum de force est plus important à mesure que la concentration en grains augmente et une mesure permet également d'affirmer que la distance interplaque entre le maximum et le minimum de force augmente avec la concentration. Ainsi, lors de l'étirement, le lit de grains va jouer le rôle d'un milieu poreux à travers lequel le liquide visqueux va devoir s'écouler. Plus la concentration de grains est importante, plus le milieu poreux va être épais et l'écoulement à travers ce milieu sera plus difficile. Ceci explique ce minimum de force qui devient plus important.



FIGURE 7.13 – Courbes de la force normale mesurée en fonction de la distance entre les plaques de verre pour des milieux granulaires humides de compositions différentes.  $[R_d = 3 \text{ cm}; d_1 = \infty; v_{ec} = 6.51 \ \mu \text{m.s}^{-1}; v_{et} = 65.1 \ \mu \text{m.s}^{-1}]$  (a) La concentration "faible" en billes correspond à un mélange 20/20/60 en billes/eau/glycérol. Des billes ont ensuite été ajoutées au fur et à mesure pour obtenir les deux autres concentrations. La concentration élevée correspond à une concentration en billes d'environ 50%. (b) Même expérience réalisée avec une mélange 20/40/40 en billes/eau/glycérol. L'expérience n'est pas reproductible.

Enfin, une propriété commune aux trois expériences est la relaxation du lit de grains. Une fois que l'écrasement est arrêté, le système relâche les contraintes, mais nous pouvons observer sur les courbes que le disque continue de descendre de quelques dizaines de micromètres pendant la relaxation. Notre système expérimental possède certains jeux mécaniques pour son bon fonctionnement, et une force trop importante peut déplacer une partie du système de quelques micromètres dans ces jeux. Nous ne pouvons affirmer si ce déplacement après l'arrêt de l'écrasement est dû à la relaxation du lit de grains ou au système. Remarquons également que, après relaxation, la force résiduelle peut atteindre jusqu'à 30 N. Le système est toujours bloqué dans une configuration confinée et seul l'étirement peut relâcher cette contrainte.

Une autre série d'expériences réalisées est présentée sur la figure (b). Les conditions (vitesse, volume initial...) sont les mêmes mais le fluide est un mélange 20/40/40. Le fluide qui immerge les billes est donc moins visqueux. Nous avons répété plusieurs fois l'expérience et les courbes étaient à chaque fois différentes. La figure (b) présente deux de ces courbes. Le gap nécessaire pour atteinte 50 N est modifié de 10% et la courbe en noire présente des sauts dans la force alors que ce n'est pas le cas pour celle de gauche. Ceci s'explique par la condition initiale. Dans le cas de l'expérience 1 (courbe de droite) le lit de grains n'était pas bien compact à la base et l'écrasement a permis certains réarrangements mais pas suffisamment pour former un lit de grains bien compact. Dans le cas de l'expérience 2 (courbe de gauche), le lit de grains s'est préparé (car nous ne pouvons pas contrôler ce paramètre) sous forme assez compacte et l'écrasement n'a fait qu'écraser ce lit de billes sans réarrangement important pendant celui-ci. Le gap pour 50 N est plus faible signifie que le lit de grains de l'expérience 2 est au final mieux organisé et que l'écrasement d'un lit de grains ne permet pas de le réarranger suffisamment.



FIGURE 7.14 – Photographies lors de l'écrasement et l'étirement de la solution 50/12.5/37.5 correspondant à la concentration "élevée" de la FIGURE 7.13.  $[R_d = 3 \text{ cm}; d_1 = \infty; v_{ec} = 6.51 \ \mu \text{m.s}^{-1}; v_{et} = 65.1 \ \mu \text{m.s}^{-1}]$  Les quatre photographies de gauche à droite correspondent : au début de l'écrasement, à la fin de l'écrasement, au début de l'étirement et à la fin de l'étirement avant que le fluide ne soit plus au contact des deux plaques. L'échelle est donnée par la taille des plaques.

Enfin, nous présentons des photographies sur la FIGURE 7.14 de l'expérience avec la concentration "élevée". Les images ont été choisies de gauche à droite : début et fin d'écrasement et début et fin d'étirement. Il n'y a pas de différences visibles du fluide avec et sans contrainte lors de l'écrasement. Un éclairage plus adapté pourrait peut-être permettre d'observer des réarrangements. Lors de l'étirement, la digitation du fluide est visible comme pour la mousse à raser. En revanche, le motif final ne reste pas sur le disque car le fluide n'est pas à seuil et coule une fois les deux plaques assez éloignées.

En somme, ces expériences ont permis de mettre en avant quelques propriétés des milieux granulaires mais ne constituent pas une étude exhaustive sur un fluide complexe car celui-ci n'est pas suffisamment contrôlable dans sa préparation avant l'écrasement.

# 7.4 Un fluide dur et cassant : le gel d'agar-agar

Enfin, nous proposons dans cette dernière partie de présenter quelques expériences sur l'écrasement et l'étirement de gel d'agar-agar. L'agar-agar est un polymère comestible extrait de la paroi cellulaire des algues. Il forme un gel après avoir été mélangé à de l'eau chaude (entre 80 et 90°C) puis refroidi à température ambiante. Ce gel est utilisé en biologie dans les électrophorèses sous sa forme pure (gel d'agarose). Il est également utilisé en cuisine pour épaissir ou gélifier une solution. D'un point de vue rhéologique, il s'agit d'un fluide à seuil rhéofluidifiant.

La principale difficulté liée à l'utilisation de ce gel réside dans la reproductibilité de sa fabrication : un gel est un système hors équilibre. Il est donc très sensible au vieillissement et à la façon dont il est refroidi. Pour fabriquer une galette de gel (afin de pouvoir l'écraser), il faut laisser une couche de solution chaude prendre en masse à l'air libre avant de la placer au réfrigérateur pour accélérer la prise. Elle est ensuite sortie à température ambiante pour réaliser l'expérience autour de 25°C. Pour avoir des gels ayant rigoureusement la même composition, il faut donc maîtriser les temps de repos de chaque phase. Ceci suppose que les galettes de gel avaient toutes la même épaisseur, ce qui n'est pas le cas. En effet, lors de la fabrication dans un moule de 6 cm de diamètre le fluide avait tendance à remonter le long des parois à cause de la tension de surface. Nous avons donc abandonné l'idée du moule pour effectuer de grandes plaques de gels qu'il est possible de couper. L'épaisseur de la plaque doit être de l'ordre de grandeur de la longueur capillaire qui vaut 2.7 mm pour de l'eau à 60°C (température de prise du gel). En pratique, la valeur moyenne de l'épaisseur du gel est de  $2.9 \pm 0.2$  mm.

Nous présentons ici, quelques expériences dans les meilleures conditions : galette homogène en composition et en taille sans fissures sur les bords lors du découpage. Les courbes de la force normale et de la distance entre les plaques en fonction du temps sont présentées sur la FIGURE 7.15. La représentation  $F_e = f(z_e)$  n'était pas adaptée pour visualiser ce qui se passait durant l'expérience. Les différentes courbes avec les différentes couleurs représentent des concentrations en masse en agar-agar différentes : 1 %, 2.5 % et 5 %. L'épaisseur des galettes sont quasiment identiques mais les vitesses d'écrasement sont de 3.11, 6.51 et 13  $\mu$ m.s<sup>-1</sup> pour les concentrations 1 %, 2.5 % et 5 % respectivement.



FIGURE 7.15 – Évolution de la force normale et de la position de la plaque au cours du temps pour différentes solutions d'agar-d'agar. Les concentrations sont exprimées en masse.
(a) Force normale en fonction du temps. Les courbes pour les concentrations les plus élevées présentent des sauts importants et répétés pendant l'écrasement. (b) Distance entre les deux plaques en fonction du temps. Lors de l'écrasement des gels, le déplacement n'est plus linéaire avec le temps alors qu'il s'agit de la consigne imposée. Les courbes des deux capteurs ont été superposées afin d'avoir toute la gamme de déplacement et une précision suffisante lorsque les deux plaques sont proches.

La vitesse d'étirement pour 1 et 2.5 % vaut 6.51  $\mu$ m.s<sup>-1</sup> et 13  $\mu$ m.s<sup>-1</sup> pour celle à 5 %.

La figure (a) présente la force normale en fonction du temps pour différentes concentrations en agar-agar. Pour la solution à 1 % la force augmente assez peu et de manière continue un peu comme un fluide visqueux mais il n'y a pas de comportement particulier. La solution à 2.5 % présente des variations très rapides au début de l'écrasement puis un saut et une forte augmentation. La solution à 5 % présente quant à elle de très fortes variations au niveau de la force avec des croissances et des décroissances rapides jusqu'à 20 N. La figure (b) nous informe sur la distance interplaque au cours du temps. Les données des deux capteurs ont été superposées afin d'obtenir une courbe sur toute la gamme de l'écrasement. Nous voyons que pour la solution à 5 % la position présente également des sauts. Ils sont de l'ordre de dizaines de micromètres et correspondent à des moments où la force subit une décroissance. Notre système d'écrasement met sous contrainte le gel et lorsque le gel "cède" et que la force décroît subitement, le moteur avance d'un coup car son temps de réponse dans la boucle de rétroaction n'est pas assez rapide par rapport à la réponse du gel.

La vidéo permet de comprendre ce qui se passe physiquement. La FIGURE 7.16 présente des photographies pendant l'étirement et l'écrasement. Les trois premières illustrent, pendant l'écrasement, la formation d'une fissure dans le gel qui cicatrise au bout de quelques dizaines de micromètres. Les chutes de force correspondent exactement à ces événements où la contrainte est relâchée au moment de la fissure. Ainsi, un gel plus concentré est plus cassant même s'il est plus dur. Ces phénomènes sont présents à chaque écrasement de gel d'agar-agar et d'autant plus importants que la concentration est élevée.

Enfin la phase d'étirement ne présente pas de différence particulière avec les autres fluides. La force passe par un minimum avant de remonter lentement. Les valeurs atteintes en étirement sont importantes mais n'ont pas vraiment de dépendance claire avec la concentration. Le fait remarquable est qu'au moment où la force remonte, le fluide, qui était sous forme liquide à cause de la contrainte, se fracture en de nombreux petits copeaux de gels. Ce phénomène est illustré par les deux dernières photographies de la FIGURE 7.16 représentant avant et après le minimum de force.

En somme, l'étude de l'étirement et de l'écrasement de gels comme ceux d'agar-agar permet de mettre en évidence des propriétés physiques intéressantes. Il serait maintenant possible d'effectuer des expériences supplémentaires en trouvant un protocole permettant de fabriquer des galettes le plus



FIGURE 7.16 – Photographies lors de l'écrasement et l'étirement d'un gel d'agar-agar de concentration en masse 2.5 %.  $[R_d = 3 \text{ cm}]$  Les photographies sont classées de gauche à droite dans l'ordre chronologique. Les trois premières ont été prises pendant l'écrasement où nous pouvons voir la formation puis la cicatrisation d'une fissure. Lors de l'étirement, le gel casse en plein de petits morceaux en quelques millisecondes. L'échelle est donnée par la taille du disque.

reproductible possible. Il est également possible de fabriquer des gels avec d'autres substances comme le Carbopol.

# 7.5 Conclusion

Ce chapitre décrit une machine de force/rhéomètre en compression que nous avons construit. Avec cet appareil, nous mesurons conjointement la force normale induite par la compression/étirement d'un matériau et de la distance entre les plaques. Ainsi, les mesures que nous pouvons faire avec cet appareil mettent en jeu la compression/dilatation d'un matériau entre deux plans parallèles et les réponses que nous obtenons à ces contraintes/déformations sont liées aux propriétés mécaniques et/ou rhéologiques du matériau utilisé. Ces expériences offrent des avantages sur les mesures en cisaillement par rotation car la fracture du bord de l'échantillon, le séchage et le glissement à la paroi peuvent être largement évités. De même, les mesures à faibles cisaillements peuvent être faites beaucoup plus rapidement par des mesures de rhéologie en compression. De plus, ce type de dispositif est parfaitement adapté à l'étude des fluides à seuil pour des contraintes inférieures à la contrainte seuil conduisant à l'écoulement de ces fluides.

Il y a aussi un certain nombre d'autres avantages avec notre dispositif " fait maison". Tout d'abord, comme nous pouvons changer le capteur de force qui se trouve sur l'axe et qui mesure la force normale, nous avons accès à une très large gamme de force. Nous pouvons utiliser les matériaux que nous voulons pour les deux plaques, ce qui nous permet de jouer à volonté avec la chimie ou avec la texture de ces plaques. Si on utilise des plaques transparentes, il est possible d'effectuer de la visualisation du matériau sous contrainte, mais on peut aussi imaginer pouvoir coupler à notre dispositif une expérience de diffusion de la lumière ou de microscopie afin d'avoir accès aux déformations dans l'échantillon comprimé. Mais, pour le moment nous n'en sommes qu'au début, et les expériences présentées dans ce chapitre sont des expériences préliminaires dont le but a surtout été d'optimiser le fonctionnement de ce dispositif expérimental.

Après avoir décrit le système, les caractéristiques et les méthodes de mesure, nous avons effectué des études sur trois fluides : une mousse à raser industrielle, un lit de grains immergé et du gel d'agar-agar. Toutes les expériences présentent les mêmes formes de courbe  $F_e = f(z_e)$  : pendant l'écrasement la force monte jusqu'à une valeur maximale atteinte lors de l'arrêt de l'écrasement ; pendant l'étirement, l'adhésion des deux plaques grâce au fluide fait passer la force par un minimum avant de tendre vers 0. Pour la mousse à raser, nous avons fait varier à la fois la vitesse d'écrasement et d'étirement mais également le gap final. Nous avons pu montrer que les lois théoriques permettaient de rendre compte des résultats sur le minimum de force a été faite sans pouvoir justifier théoriquement les observations. Il en est de même pour le gap final. Nous nous sommes également intéressés à la relaxation de la mousse après la compression et nous avons pu mettre en évidence une évolution exponentielle avec

le temps avec deux temps caractéristiques pour la mousse. Ensuite, l'écrasement d'un lit de grains immergé a permis de mettre en évidence des réorganisations structurelles du lit de grains mais aucun véritable comportement de fluides complexes. Enfin, l'écrasement de gel d'agar-agar a permis de mettre en évidence une propriété importante des gels, à savoir la fracture et la cicatrisation des fissures.

En somme, les premiers résultats sur ce système d'écrasement sont prometteurs et il nécessite d'être utilisé avec divers fluides complexes afin de pouvoir exploiter aux maximum ces capacités. De plus, l'adhésion des fluides lors de l'étirement de fluides complexes a révélé des comportements sensiblement différents de ceux des fluides simples. Il serait intéressant de pouvoir prospecter dans cette direction également.
### Conclusion

Le sujet de cette thèse portait sur l'étude expérimentale d'écoulements forcés de fluides simples et complexes, afin de comprendre comment les propriétés rhéologiques de tels fluides, ainsi que leurs interactions avec les surfaces, qui dépendent tous les deux des propriétés micro et mésoscopiques caractéristiques de ces systèmes liées à leur composition (donc à la physico-chimie), influencent leur comportement « mécanique », leur étalement, leur « fracture » et aussi leur écoulement dans des géométries particulières. Cette étude a été menée à bien grâce à la combinaison de différentes expériences : la vidange d'un réservoir à travers un orifice ainsi que des écoulements induits par l'écrasement et/ou la dilatation d'un échantillon. Des mesures classiques de matière molle (rhéologie, tension de surface, mouillage) nous ont permis de caractériser complètement la structure et la rhéologie des fluides étudiés. Des mesures utilisant les deux dispositifs expérimentaux que nous avons montés, nous permettrons d'étudier ces fluides autrement.

Le CHAPITRE 3 a présenté le dispositif expérimental permettant d'effectuer des écoulements de fluides, les méthodes de mesures et les différents traitements sur les données brutes. Nous avons comme données mesurables à notre disposition : le volume écoulé V(t) au cours du temps, le débit volumique  $Q_V(t)$  au cours du temps et la visualisation du jet en sortie avec la détection de son contour. Le chapitre suivant était consacré aux expériences d'écoulements de fluides simples.

Dans le CHAPITRE 4, qui a constitué la majeure partie du travail de cette thèse, nous avons montré que pour décrire correctement la vidange d'un réservoir rempli de fluide newtonien à travers un orifice dont la taille est de l'ordre de la longueur capillaire du fluide, le modèle de Torricelli devait être adapté en utilisant des paramètres effectifs pour la taille du trou et la hauteur de fluide dans la cuve. En ça, nos expériences ont démontré que même pour des fluides simples, nous observions des comportements bien plus riches et bien plus complexes que ce qui est prévu par la théorie classique pour l'écoulement d'un fluide parfait à travers un orifice. Pour les fluides visqueux, nous avons montré que nous pouvions modifier le modèle de Torricelli pour prendre en compte les différentes sources de dissipation et ainsi rendre compte de l'écoulement d'un fluide visqueux à travers un orifice sur la plus grande partie de son écoulement. Mais, le résultat principal présenté dans ce chapitre est l'étude qui montre l'importance du mouillage du fluide sur la surface externe du réservoir, autour du trou de sortie, sur le débit du jet. Grâce à la qualité de nos expériences nous avons pu mettre à jour des résultats complètement nouveaux et inattendus. En particulier, nous avons montré que l'effet du mouillage sur l'écoulement du fluide en fonction de l'angle de mouillage statique est non monotone, et que cet effet sur le ralentissement du débit est maximal pour un angle de mouillage statique  $\theta_S$  d'environ 60°. Nous avons développé un modèle qui calcule la variation d'énergie cinétique due à un écoulement dans le ménisque qui se forme à la sortie du trou pour rendre compte de nos observations.

Nos expériences sur l'effet du mouillage ont apporté un second résultat lui aussi original et inattendu que nous n'avons pas décrit dans le CHAPITRE 4. Nos expériences ont aussi montré l'existence d'une instabilité du jet à la sortie du réservoir qui, à notre connaissance, n'a jamais été décrite précédemment. Cette instabilité semble, elle aussi, pilotée par le mouillage du fluide sur la surface externe du réservoir autour du trou de sortie. L'étude détaillée de cette instabilité est le propos du CHAPITRE 5. Après avoir cartographié ces instabilités en présentant des diagrammes de phases en fonction des différents paramètres, nous avons pu conclure que l'instabilité était favorisée pour des matériaux hydrophiles, un optimum pour le rayon à 1.75 mm, une longueur de trou de 4 mm par rapport à 2 mm, une tension de surface plus faible et une viscosité pas trop grande. Nous avons ensuite étudié l'effet de l'instabilité sur l'écoulement en étudiant à la fois le temps passé dans chaque régime et les paramètres effectifs. Les conclusions permettent à la fois de confirmer les résultats de la première partie du chapitre mais également d'affiner l'étude globale effectuée dans le CHAPITRE 4. La partie suivante consistait à étudier l'instabilité et ses mécanismes de formation. Une étude globale a été effectuée et nous avons trouvé que le nombre de Froude permettait de caractériser l'apparition des instabilités en fonction du mouillage. Par la suite, l'étude de la dynamique du ménisque a permis de montrer que l'origine de l'instabilité est une oscillation de la ligne triple et que les gouttes sont créées par une compétition entre la force de gravité et de tension de surface. Enfin, une étude approfondie sur les ondes a montré que l'onde possédait une fréquence d'excitation principale, pilotée par le mouillage au niveau de la ligne triple, et d'autres fréquences qui apparaissent le long du jet à cause de la compétition entre l'instabilité et la tension de surface. Nous avons pu alors tracer les relations de dispersion.

Après avoir étudié les écoulements de fluides simples lors de la vidange d'un réservoir au CHAPITRE 4, nous avons effectué la même étude avec des fluides complexes, plus particulièrement avec des fluides viscoélastiques. Une première étude qualitative nous a montré que les écoulements de ces systèmes étaient notablement différents de ceux des fluides simples. Pour ces fluides complexes, nous avons pu observer qu'en fonction du caractère plus ou moins marqué de la viscoélasticité, le débit oscillait plus ou moins en fonction de la hauteur de fluide dans la cuve. Nous avons également vu des différences par rapport aux fluides simples dans la forme des jets de sortie et, dans certains cas, nous pu voir une déformation de la surface libre du fluide dans la cuve et/ou une rotation du jet en sortie que nous n'avions pas observé avec les fluides newtoniens. Nous avons ensuite proposé deux méthodes pour caractériser l'écoulement de fluides complexes : une moyennant les phénomènes sur tout l'écoulement ; l'autre définissant une viscosité effective à tout instant de l'écoulement. Nous avons également étudié l'influence sur l'écoulement de différents paramètres, tels que la concentration en polymères des solutions, mais aussi la longueur des chaines, la chimie des polymères et l'interaction entre ces solutions de polymères et la surface de fond de la cuve. Il est évident que le caractère élastique de ces solutions viscoélastiques joue un rôle important dans leur écoulement; au point que parfois une solution plus "visqueuse" coule plus vite qu'une solution moins "visqueuse". Cette composante élastique semble aussi favoriser les variations de la viscosité effective, c'est-à-dire les oscillations du débit en fonction de la hauteur de fluide dans la cuve, ou des variations du débit qui ne sont pas celles d'un fluide newtonien visqueux. Pour finir, il apparaît que le débit du fluide est aussi fonction de l'interaction entre les solutions de polymères et la surface de fond de la cuve; en particulier, dans nos expériences, nous avons observé que cet effet est d'autant plus fort que l'anionicité de la chaîne est importante.

Le CHAPITRE 7 décrit le second système expérimental construit lors de cette thèse, à savoir une machine de force/rhéomètre en compression. Ainsi, les mesures que nous pouvons faire avec cet appareil mettent en jeu la compression/dilatation d'un matériau entre deux plans parallèles et les réponses que nous obtenons à ces contraintes/déformations sont liées aux propriétés mécaniques et/ou rhéologiques du matériau utilisé. Il y a aussi un certain nombre d'autres avantages avec notre dispositif "fait maison". Tout d'abord, comme nous pouvons changer le capteur de force qui se trouve sur l'axe et qui mesure la force normale, nous avons accès à une très large gamme de force. Nous pouvons utiliser les matériaux que nous voulons pour les deux plaques, ce qui nous permet de jouer à volonté avec la chimie ou avec la texture des ces plaques. Si on utilise des plaques transparentes, il est possible d'effectuer de la visualisation du matériau sous contrainte, mais, on peut aussi imaginer pouvoir coupler à notre dispositif une expérience de diffusion de la lumière ou de microscopie afin d'avoir accès aux déformations dans l'échantillon comprimé. Après avoir décrit le système, les caractéristiques et les méthodes de mesure, nous avons effectué des études sur trois fluides : une mousse à raser industrielle, un lit de grains immergé et du gel d'agar-agar. Toutes les expériences présentent les mêmes formes de courbe de la force en fonction de la distance entre les plaques. Pour la mousse à raser, nous avons fait varier à la fois la vitesse d'écrasement et d'étirement mais également le gap final. Nous avons pu montrer que les lois théoriques permettaient de rendre compte des expériences d'écrasement pour la vitesse mais pas pour la distance. À l'étirement, une description des résultats sur le minimum de force a été faite sans pouvoir justifier théoriquement les observations. Il en est de même pour le gap final. Nous nous sommes également intéressés à la relaxation de la mousse après la compression et nous avons

pu mettre en évidence une évolution exponentielle avec le temps avec deux temps caractéristiques pour la mousse. Ensuite, l'écrasement d'un lit de grains immergé a permis de mettre en évidence des réorganisations structurelles du lit de grains mais aucun véritable comportement de fluides complexes. Enfin, l'écrasement de gel d'agar-agar a permis de mettre en évidence une propriété importante des gels, à savoir la fracture et la cicatrisation des fissures. En somme, les premiers résultats sur ce système d'écrasement sont prometteurs et il nécessite d'être utilisé avec divers fluides complexes afin de pouvoir exploiter aux maximum ces capacités.

En résumé, les deux systèmes expérimentaux conçus, construits et utilisés lors de cette thèse ont permis de mieux comprendre comment s'écoulent des fluides simples et complexes à travers un orifice ou lors d'un écrasement. Nous avons mis en évidence les effets de la rhéologie des fluides et du mouillage des surfaces.

Des expériences supplémentaires pourraient être nécessaires afin de compléter les résultats sur les écoulements de fluides : étudier certains paramètres de manière plus approfondie comme le rayon ou la longueur du trou ou encore la tension de surface du fluide.

L'étude des instabilités nécessite des expériences supplémentaires sur d'autres matériaux et avec des rayons différents.

Les écoulements des fluides complexes ont permis de tester une méthode de caractérisation via la définition d'une viscosité effective. Cette méthode devra être utilisée sur d'autres fluides complexes afin d'utiliser tout son potentiel et comprendre la signification exacte de cette viscosité effective.

Enfin, les expériences d'écrasement de fluides sont restées à un stade préliminaire. Avec la construction de ce système et les premières expériences réalisées, il est maintenant possible d'effectuer des écrasements de n'importe quel fluide complexe.

### Bibliographie

- [Abdelhaye2008] Abdelhaye, Y. O. M. and Chaouche, M. and Van Damme, H. The tackiness of smectite muds. 1. The dilute regime. Applied Clay Science, 42 :163–167, 2008.
- [Abdelhaye2012] Abdelhaye, Y. O. M. and Chaouche, M. and Chapuis, J. and Charlaix, E. and Hinch, J. and Roux, S. and Van Damme, H. Tackiness and cohesive failure of granular pastes : Mechanistic aspects. *European Physical Journal E*, 35, 2012.
- [Ablett1923] Ablett, R. An investigation of the angle of contact between paraffin wax and water. *Philosophical Magazine Series 6*, 46(272) :244–256, 1923.
- [Acharya2006] Acharya, D. and Kunieda, H. Wormlike micelles in mixed surfactant solutions. Advances in Colloid and Interface Science, pages 401–413, 2006.
- [Adachi1990] Adachi, K. and Tagashira, K. and Banba, Y. and Tatsumi, H. and Machida, H. and Yoshiok, N. Steady Laminar Round Jets of a Viscous Liquid Falling Vertically in the Atmosphere. *AIChE Journal*, 36:738–745, 1990.
- [Adamson1976] Adamson, A. Physical Chemistery of Surfaces. John Wiley and Sons, 1976.
- [Ahmed2014] Ahmed, G. and Sellier, M. and Jermy, M. and Taylor, M. Modeling the effects of contact angle hysteresis on the sliding of droplets down inclined surfaces. *European Journal of Mecha*nics - B/Fluids, 48(0) :218 - 230, 2014.
- [Alenius2014] Alenius, E. Mode switching in a thick orifice jet, an LES and dynamic mode decomposition approach. Computers & Fluids, 90(0) :101 − 112, 2014.
- [Alexandrou2013] Alexandrou, A. N. and Florides, G. C. and Georgiou, G. C. Squeeze flow of semi-solid slurries. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 193 :103 – 115, 2013.
- [Allain1985] Allain, C. and Ausserre, D. and Rondelez, F. A new method for contact-angle measurements of sessile drops. Journal of Colloid and Interface Science, 107:5–13, 1985.
- [Amarouchene2002] Amarouchene, Y. Etude de l'interaction polymére-écoulement. PhD thesis, Université Bordeaux 1, 2002.
- [Andersen2004] Andersen, A. and Bohr, T. and Stenum, B. and Rasmussen, J. and Lautrup, B. The bathtub vortex in a rotating container. *Journal of Fluid Mechanics*, 556 :121–146, 2004.
- [Andrieu1995] Andrieu, C. and Chatenay, D. and Sykes, C. Mesure des angles de contact dynamiques. Comptes rendus de l'Académie des Sciences, 320(7) :351–357, 1995.
- [Baker1953] Baker, O. Design of Pipelines for the Simultaneous Flow of Oil and Gas. Society of Petroleum Engineers, 1953.
- [Ballesta2006] Ballesta, P. and Manneville, S. Shear-thickening induced by Faraday waves in dilute wormlike micelles. *Europhysics Letters*, 76 :429–435, 2006.
- [Balmforth2014] Balmforth, N. J. and Frigaard, I. A. and Ovarlez, G. Yielding to Stress : Recent Developments in Viscoplastic Fluid Mechanics. Annual Review of Fluid Mechanics, 46 :121– 146, 2014.
- [Baranaua2014] Baranaua, V. and Tallarek, U. Random-close packing limits for monodisperse and polydisperse hard spheres. *Soft Matter*, 2014.

- [Barnes1995] Barnes, H. 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 :221–251, 1995.
- [Barnes1999] Barnes, H. The yield stress a review or  $\pi\alpha\nu\tau\alpha\iota \ \rho\epsilon'$  everything flows? Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 81 :133–178, 1999.
- [Barral2009] Barral, Q. and Ovarlez, G. and Chateau, X. and Boujlel, J. and Rabideau, B. and Coussot, P. Adhesion of yield stress fluids. *Soft Matter*, 6 :1343–1351, 2009.
- [Barrat2007] Barrat, J.-L. and Joanny, F. Theory of Polyelectrolyte Solutions. Advances in Chemical Physics : Polymeric Systems, 94, 2007.
- [Baskurt2003] Baskurt, O. and Meiselman, H. Blood Rheology and Hemodynamics. Seminars in Thrombosis and Hemostasis, 29:435–450, 2003.
- [Bernoulli1738] Bernoulli, D. Hydrodynamica, sive de viribus et motibus fluidorium commentarii. Opus academicum ab auctore, dum Petropoli ageret, congestum. J.H. Decker, Basiliensis, 1738.
- [Bird1968] Bird, R. B and Carreau, P. J. A nonlinear viscoelastic model for polymer solutions and melts. *Chemical Engineering Science*, 23:427–434, 1968.
- [Bird1987] Bird, B. R. and Armstrong, R. C. and Hassager, O. Dynamics of polymeric liquids, volume 1, Fluid mechanics. Wiley, 1987.
- [Blake1979] Blake, T. D. and Ruschak, K. J. A maximum speed of wetting. Nature, 282 :489–491, 1979.
- [Boger1993] Boger, D. V.and Walters, K. Rheological Phenomena in Focus. Elsevier Science Ltd, 1993.
- [Bonn2009] Bonn, D. and Eggers, J. and Indekeu, J. and Meunier, J. and Rolley, E. Wetting and spreading. *Review of Modern Physics*, 81:739–805, 2009.
- [Bonn2016] Bonn, D. and Paredes, J. and Denn, M. and Berthier, L. and Divoux, T. and Manneville, S. Yield Stress Materials in Soft Condensed Matter. *Soft Condensed Matter*, page : publication en cours, 2016.
- [Boujlel2012] Boujlel, J. Déplacement d'un objet à travers un fluide à seuil : Couche Limite, Contrainte Seuil et Mouillage. PhD thesis, Université Paris Est, 2012.
- [Bourget2013] Bourget, B. and Dauxois, T. and Joubaud, S. and Odier, P. . Experimental study of parametric subharmonic instability for internal plane waves. *Journal of Fluid Mechanics*, 723 :1–20, 2013.
- [Bourget2014] Bourget, B. and Scolan, H. and Dauxois, T. and Le Bars, M. and Odier, P. and Joubaud, S. Finite-size effects in parametric subharmonic instability. *Journal of Fluid Mechanics*, 759 :739–750, 2014.
- [Boussinesq1870] Boussinesq, J. Essai sur la théorie de l'écoulement d'un liquide par un orifice en mince paroi,. C. R. Académie des Sciences, 114 :704, 1870.
- [Brouzet2017] Brouzet, C. and Ermanyuk, E. and Joubaud, S. and Pillet, G. and Dauxois, T. Internal wave attractors : different scenarios of instability. *Journal of Fluid Mechanics*, 811 :544–568, 2017.
- [Brown2013] Brown, E. and Jaeger, H.M. Shear thickening in concentrated suspensions : phenomenology, mechanisms, and relations to jamming. *Reports on Progress in Physics*, 77(4) :046602, 2013.
- [Burbidge2004] Burbidge, A. S. and Servais, C. Squeeze flows of apparently lubricated thin films. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 124 :115–127, 2004.
- [Bush2006] Bush, J. and Hu D. Walking on water : biolocomotion at the interface. Annual Review of Fluid Mechanics, 38:339–369, 2006.
- [Cantat2010] Cantat, I. and Cohen-Addad, S and Elias, F and Franer, F. and Höhler, R and Pitois, O and Rouyer, F and Saint-Jalmes, A. Les mousses : Structure et dynamique. Collection Echelles - Belin, 2010.

- [Cao1994] Cao, B. H. and Kim, M. W. Molecular weight dependence of the surface tension of aqueous poly(ethylene oxyde) solutions. *Faraday Discuss*, 98 :245 – 252, 1994.
- [Cates2006] Cates, M. and Fielding, S. Rheology of giant micelles. Advances in Physics, 55:799–879, 2006.
- [Chaieb2004] Chaieb, S. Free Surface Deformation and Cusp Formation During the Drainage of a Very Viscous Fluid. ArXiv Physics e-prints, 2004.
- [Chevallier2009] Chevallier, C. Écoulements élongationnels de solutions diluées de polyméres. PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie, 2009.
- [Clanet2000] Clanet, C. Clepsydrae, from Galilei to Torricelli. *Physics of Fluids*, 12(11) :2743–2751, 2000.
- [ClerkMaxwell1867] Clerk Maxwell, J. On the Dynamical Theory of Gases. Philosophical Transactions of the Royal Society of London, 157:49–88, 1867.
- [Cottin2010] Cottin, C. Drainage dans des micromodèles de milieux poreux Application à la récupération assistée du pétrole. PhD thesis, Université Bordeaux 1, 2010.
- [Cotton1980] Cotton, J. P. Polymer excluded volume exponent  $\nu$ : An experimental verification of the n vector model for n = 0. Journal Physique Lettres, 41, 1980.
- [Courrech2006] Courrech du Pont, S. and Eggers, J. Sink Flow Deforms the Interface Between a Viscous Liquid and Air into a Tip Singularity. *Physical Review Letters*, 96(3)(034501), 2006.
- [Coussot2014] Coussot, P. Yield stress fluid flows : A review of experimental data. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 211 :31–49, 2014.
- [Cox1986a] Cox, R. G. The dynamics of the spreading of liquids on a solid surface. Part 1. Viscous flow. Journal of Fluid Mechanics, 168:169 – 194, 1986.
- [Cross1965] Cross, M. Rheologie of non-newtonien fluids : a new flow equation for pseudo plastic systems. Journal of Colloid and Interface Science, 20 :417–437, 1965.
- [Davidson1913] Davidson, G. F. Experiments on the Flow of Viscous Fluids Through Orifices. The Royal Society, 89(608) :91–99, 1913.
- [DeGennes1979] de Gennes, P.-G. Scaling Concepts in Polymer Physics. Cornell University Press, 1979.
- [DeGennes1985] de Gennes, P.-G. Wetting : statics and dynamics. *Reviews of Modern Physics*, 57(3), 1985.
- [DeGennes2002] de Gennes, P.-G. and Brochard-Wyart, F. and Quéré, D. Gouttes, bulles, perles et ondes. Belin, 2002.
- [DeSouzaMendes2014] de Souza Mendes, P. and Thompson, R. and Alicke, A. and Leite, R. The quasilinear large-amplitude viscoelastic regime and its significance in the rheological characterization of soft matter. *Journal of Rheology*, 58, 2014.
- [Delhaye2000] Delhaye, N. and Poitou, A. and Chaouche, M. Squeeze flow of highly concentrated suspensions of spheres. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 94:67–74, 2000.
- [Dimitriou2014] Dimitriou, C. and Ewoldt, R. and McKinley, G. Describing and prescribing the constitutive response of yield stress fluids using large amplitude oscillatory stress (LAOStress). Journal of Rheology, 57, 2014.
- [Divoux2011] Divoux, T. and Barentin, C. and Manneville, S. Stress overshoot in a simple yield stress fluid : An extensive study combining rheology and velocimetry. *Soft Matter*, 2011.
- [Divoux2015] Divoux, T. and Fardin, M. A. Manneville, S. and Lerouge S. Shear Banding of Complex Fluids. Annual Review of Fluid Mechanics, 48:81–103, 2015.
- [Doi1986] Doi, M. and Edwards, S. The theory of polymer dynamics. Oxford University Press, 1986.
- [Duez2006] Duez, C. Effets du mouillage en hydrodynamique macroscopique : traînée, impacts et ruissellement. PhD thesis, Université Claude Bernard Lyon 1, 2006.

- [Duez2007] Duez, C. and Ybert, C. and Clanet, C. and Bocquet, L. Making a splash with water repellency. *Nature physics*, 3, 2007.
- [Duez2010] Duez, C. and Ybert, C. and Clanet, C. and Bocquet, L. Wetting Controls Separation of Inertial Flows from Solid Surfaces. *Physical Review Letters*, 104 :084503, 2010.
- [Dupre1869] Dupré, A. Théorie mécanique de la chaleur. Gauthier-Villars (Paris), 1869.
- [Dussan1979] Dussan V. On the spreading of liquids on solid surfaces : static and dynamic contact lines. Annual Reviews of Fluid Mechanics, 11:371–400, 1979.
- [Edwards1967] Edwards, S. F. Statistical mechanics with topological constraints : I. Proceedings of the Physical Society, 91(3), 1967.
- [Eggers2008] Eggers, J. and Villermaux, E. Physics of liquid jets. *Reports on Progress in Physics*, 71(036601), 2008.
- [Elliott1967] Elliott, G. E. P. and Riddiford, A. C. Dynamic Contact Angles I. The Effect of Impressed Motion. Journal of Colloid and Interface Science, 23:389–398, 1967.
- [Engmannet2005] Engmann, J. and Servais, C. and Burbidge, A. S. Squeeze flow theory and applications to rheometry : A review. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 132 :1–27, 2005.
- [Estelle2007] Estellé, P. and Lanos, C. Squeeze flow of Bingham fluids under slip with friction boundary condition. *Rheology Acta*, 46 :397–404, 2007.
- [Ewoldt2007] Ewoldt, R. H. and McKinley, G. H. Creep Ringing in Rheometry or How to Deal with Oft-discarded Data in Step Stress Tests! *Rheology Bulletin*, 76, 2007.
- [Ewoldt2015] Ewoldt, R. H. and Johnston, M. T. and Caretta, L. M. Complex Fluids in Biological Systems - Chapter 4 - Experimental challenges of shear rheology : how to avoid bad data. Springer, 2015.
- [Fardin2012] Fardin, M. A and Ober, T. J. and Grenard, V. and Divoux, T. and Manneville, S. and McKinley, G. H. and Lerouge, S. Interplay between elastic instabilities and shear-banding : Three categories of Taylor-Couette flows and beyond. *Soft Matter*, 8 :10072–10089, 2012.
- [Fardin2014] Fardin, M. A. and Perge, C. and Taberlet, N. and Manneville, S. Flow-induced structures versus flow instabilities. *Physical Review E*, 89(011001), 2014.
- [Fardin2014b] Fardin, M. A. and Perge, C. and Taberlet N. "The hydrogen atom of fluid dynamics" -introduction to the Taylor-Couette flow for soft matter scientists. Soft Matter, 10:3523–3535, 2014.
- [Farjoud2012] Farjoud, A. and Mahmood, N. and Ahmadian, M. Nonlinear model of squeeze flow of fluids with yield stress using perturbation techniques. *Modern Physics Letters B*, 26(7):1150040, 2012.
- [Ferrand2016] Ferrand, J. and Favreau, L. and Joubaud, S. and Freyssingeas, E. Wetting Effect on Torricelli's Law. *Physcial Review Letters*, 117 :248002, 2016.
- [Fowler1937] Fowler, R. A tentative statistical theory of macleod's equation for surface tension, and the parachor. Proceedings of the Royal Society of London, 159(897) :229–246, 1937.
- [Fox1973] Fox, R. and McDonald, A. Introduction to Fluid Dynamics. Wiley New York, 1973.
- [Freeman1948] Freeman, S. M. and Weissenberg, K. Some New Anisotropic Time Effects in Rheology. *Nature*, 161 :324–325, 1948.
- [Fusi2015] Fusi, L. and Farina, A. and Rosso, F. On the no-slip boundary conditions for squeeze flow of viscous fluids. *Mechanics Research Communications*, 70 :1–3, 2015.
- [Gao2004] Gao, X. and Jiang, L. Biophysics : water-repellent legs of water striders. *Nature*, 432 :36, 2004.
- [Garnier2003] Garnier, N. and Chiffaudel, A. and Daviaud, F. Nonlinear dynamics of waves and modulated waves in 1D thermocapillary flows. I. General presentation and periodic solutions. *Physica D : Nonlinear Phenomena*, 174 :1–29, 2012.

- [Garnier2003b] Garnier, N. and Chiffaudel, A. and Daviaud, F. Nonlinear dynamics of waves and modulated waves in 1D thermocapillary flows. II. Convective/absolute transitions. *Physica D : Nonlinear Phenomena*, 174 :30–55, 2012.
- [Gent1960] Gent, A. N. Theory of the parallel plate viscometer. British Journal of Applied Physics, 11:85–57, 1960.
- [Ghaemsaidi2015] Ghaemsaidi, S. and Joubaud, S. and Dauxois, T. and Odier, P. and Peacock, T. Nonlinear internal wave penetration via parametric subharmonic instability. *Physics of Fluids*, 28(011703), 2015.
- [Gibson1999] Gibson, L. J. and Ashby, M. F. Cellular solids Structure and properties. Cambridge Press University, 1999.
- [Guyon1991] Guyon, E. and Hulin, J.P. and Petit, L. *Hydrodynamique physique*. Editions du CNRS, 1991.
- [Hardy1919] Hardy, W. The spreading of fluids on glass. *Philosophical Magazine*, 38:49–55, 1919.
- [Helmholtz1863] von Helmholtz, H. Monatsberichte der Akad. der Wissenschaften,. Berlin, 1863.
- [Herschel1926] Herschel, W. and Bulkley, R. Der Schallstrahlaugsdruck in Flüssigkeiten. Zeitung für Physick, 39 :435–450, 1926.
- [Hoffman1974] Hoffman, R. L. A Study of the Advancing Interface. I. Interface Shape in liquid-Gas system. Journal of Colloid and Interface Science, 50(2) :228 – 241, 1974.
- [Hohler2005] Hohler, R. and Cohen-Addad, S. Rheology of liquid foam. Journal of Physics : Condensed Matter, 17(41), 2005.
- [Jalikop2012] Jalikop, S. and Juel, A. Oscillatory transverse instability of interfacial waves in horizontally oscillating flows. *Physics of Fluids*, 24(044104), 2012.
- [James1974] James, D. The meniscus on the outside of a small circular cylinder. Journal of Fluid Mechanics, 63:657–664, 1974.
- [Joanny1984] Joanny, J. F. and de Gennes, P. G. A model for contact angle hysteresis. Journal of Chemical Physics, 81(552):552–562, 1984.
- [Joubaud2012] Joubaud, S. and Munroe, J. and Odier, P. and Dauxois, T. Experimental parametric subharmonic instability in stratified fluids. *Physics of Fluids*, 24(041703), 2012.
- [Kirchhoff1876] Kirchhoff, G. Vorlesungen ber matematische Physik,. Forchheimer, Hydraulik, 1876.
- [Kirkwood1949] Kirkwood, J. and Buff, F.P. The statistical mechanical theory of surface tension. *The Journal of chemical physics*, 17(3):338–343, 1949.
- [Kuperkar2008] Kuperkar, K. and Abezgauz, L. and Danino, D. and G. Verma and P.A. Hassan and V.K. Aswal and D. Varade and P. Bahadur. Viscoelastic micellar water/CTAB/NaNO3 solutions : Rheology, SANS and cryo-TEM analysis. *Journal Colloid and Interface Science*, 323 :403–409, 2008.
- [Lalande1771] de Lalande, J. and de Felice, F. Encyclopédie ou dictionnaire universel raisonné des connaissances humaines Volume VII. Yverson, 1771.
- [Laplace1808] de Laplace, P. Exposition du système du monde Volume 2. Courcier (Paris), 1808.
- [Larson1990] Larson, R. G. and Shaqfeh, S. G. and Muller, S. J. A purely elastic instability in Taylor-Couette flow. *Journal of Fluid Mechanics*, 218 :573–600, 1990.
- [Larson2005] Larson, G. L. The rheology of dilute solutions of flexible polymers : Progress and problems. Journal of Rheology, 49(1), 2005.
- [Laun1999] Laun, H.M. and Rady, M. and Hassager, O. Analytical solutions for squeeze flow with partial wall slip. *Journal Colloid and Interface Science*, 81 :1–15, 1999.
- [LeGrand-Piteira2006] Le Grand-Piteira, N. Ruissellement avec effets de mouillage : Gouttes et méandres sur un plan incliné. PhD thesis, Université de Paris 7, 2006.

- [LeMerrer2010] Le Merrer, M. Dissipation aux interfaces : caléfaction, sillages, filaments visqueux. PhD thesis, Ecole Polytechnique, 2010.
- [Lelah1981] Lelah, M. and Marmur, A. Spreading kinetics of drops on glass. Journal of Colloid and Interface Science, 82:518–525, 1981.
- [Liger-Belair2002] Liger-Belair, G. La physique des bulles de champagne. Une première approche des processus physico-chimiques liés à l'effervescence des vins de champagne. Annales de Physique, 27(4) :1–106, 2002.
- [Lo1983] Lo, L. The meniscus on a needle a lesson in matching . Journal of Fluid Mechanics, 132:65–78, 1983.
- [Manero2002] Maneroa, O. and Bautista, F. and Soltero, J. and Puig, J. Dynamics of worm-like micelles : the Cox?Merz rule. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 106 :1–15, 2002.
- [Manneville2007] Manneville, S. and Colin, A. and Watin, G. and Schosseler, F. Wall slip, shear banding, and instability in the flow of a triblock copolymer micellar solution. *Physical Review* E, 75(061502), 2007.
- [Marchand2012] Marchand, A. Mouillage statique et dynamique : Influences géométriques aux échelles moléculaires. PhD thesis, Université Paris 6, 2012.
- [Mason1997] Mason, T. and Lacasse, M.-D. and Grest, G. and Levine, D. and Bibette, J. and Weitz, D. Osmotic pressure and viscoelastic shear moduli of concentrated emulsions. *Physical Review* E, 56(3), 1997.
- [Massalha2013] Massalha, T. and Digilov, R. M. The shape function of a free-falling laminar jet : Making use of Bernoulli's equation. *American Journal of Physics*, 81(10) :733–737, 2013.
- [Massalha2014] Massalha, T. and Digilov, R. M. Experimental Evidence of Capillary Interruption of a Liquid Jet. Open Journal of Applied Sciences, 4 :392–398, 2014.
- [Maurer2016] Maurer, P. and Joubaud, S. and Odier, P. Generation and stability of inertia?gravity waves. Journal of Fluid Mechanics, 808:539–561, 2016.
- [Mazumder1955] Mazumder, Q. CFD Analysis of the Effect of Elbow Radius on Pressure Drop in Multiphase Flow. Modelling and Simulation in Engineering, 34(10) :151–155, 1955.
- [Meeker2004] Meeker, S. and Bonnecaze, R. and Cloitre, M. Slip and flow in pastes of soft particles : Direct observation and rheology. *Journal of Rheology*, 48 :1295–1320, 2004.
- [Mercier2008] Mercier, M. and Garnier, N. and Dauxois, T. Reflection and diffraction of internal waves analyzed with the Hilbert transform. *Physics of Fluids*, 20(086601), 2008.
- [Moller2006] Møller, P. and Mewis J. and Bonn D. Yield stress and thixotropy : on the difficulty of measuring yield stresses in practice. *Soft Matter*, 2 :274–283, 2006.
- [Montanero2011] Montanero, J. M. and Herrada, M. A. and Ferrera, C. and Vega, E. J. and Ganan-Calvo, A. M. On the validity of a universal solution for viscous capillary jets. *Physics of Fluids*, 23 :122103, 2011.
- [Moody1944] Moody, L. Friction factors for pipe flow. Transactions of the ASME, 66:671-684, 1944.
- [Muller1961] Muller, H. G. Weissenberg Effect in the Thick White of the Hen's Egg. *Nature*, 198:213–214, 1961.
- [Nakauma2014] Nakauma, M. and Ishiharan S. and Funami, T. and Yamamoto, T. and Higashimori, M. Deformation behavior of agar gel on a soft substrate during instrumental compression and its computer simulation. *Food Hydrocolloids*, 36 :301–307, 2014.
- [Nase2008] Nase, J. and Lindner, A. and Creton, C. Pattern formation during deformation of a confined viscoelastic layer : From a viscous liquid to a soft elastic solid. *Physical Review Letters*, 101 :074503, 2008.
- [Nikkhoo2013] Nakauma, M. and Ishihara, S. and Funami, T. and Yamamoto, T. and Higashimori, M. Normal stress distribution in highly concentrated suspensions undergoing squeeze flow. *Rheology Acta*, 52 :155–163, 2013.

- [Noblin2004] Noblin, X. Mouillage et démouillage inertiel : triplons, flaques vibrées, ondes de chocs. PhD thesis, Université Paris 6, 2004.
- [Oswald2005] Oswald, P. Rhéophysique, Ou comment coule la matiàre. Éditions Belin, 2005.
- [Ouziaux1966] Ouziaux, R. and Perrier, J. . Mécanique des fluides appliquée Tome 1 Fluides incompressibles. Dunod Paris, 1966.
- [Peng1976] Peng, S. T. J. and Landel, R. F. Preliminary investigation of elongational flow of dilute polymer solutions. *Journal of Applied Physics*, 47(4255), 1976.
- [Poon2006] Poon, W. C. K. and Andelman, D. Soft Condensed Matter Physics in Molecular and Cell Biology. CRC Press, 2006.
- [Rehage1991] Rehage, H. and Hoffmann, H. Viscoelastic surfactant solutions : model systems for rheological research. *Molecular Physics*, 74 :933–973, 1991.
- [Rowlinson1982] Rowlinson, J. and Dilom B. *Molecular Theory of Capillarity*. Dover Publications (London), 1982.
- [Saleta2005] Saleta, M. E. and Tobia, D. and Gil, S. Experimental study of Bernoulli's equation with losses. American Journal of Physics, 73:598–602, 2005.
- [Salkin2016] Salkin, L. and Schmit, A. and Panizza, P. and Courbin, L. Generating Soap Bubbles by Blowing on Soap Films. *Physical Review Letters*, 116(077801), 2016.
- [Sandnes2007] Sandnes, B. and Knudsen, H. A. and Måløy, K. J. and Flekkøy, E. G. Labyrinth Patterns in Confined Granular-Fluid Systems. *Physical Review Letters*, 499(038001), 2007.
- [Senchenko2005] Senchenko, S. and Bohr, T. Shape and stability of a viscous thread. *Physical Review* E, 71 :056301, 2005.
- [Seth2008] Seth, J. R. and Cloitre, M. Bonnecaze, R. T. Influence of short-range forces on wall-slip in microgel pastes. *Journal of Rheology*, 52 :1241–1268, 2008.
- [Sharma2014] Sharma, P. and Fang, T. Breakup of liquid jets from non-circular orifices. Experiments in Fluids, 55(2), 2014.
- [Shaukat2012] Shaukat, A. and Sharma, A. and Joshi, Y. M. Squeeze flow behavior of (soft glassy) thixotropic material. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 167-168 :9–17, 2012.
- [Shaukat2012b] Shaukat, A. and Kaushal, M. and Sharma, A. and Joshi, Y. M. Shear mediated elongational flow and yielding in soft glassy materials. *Soft Matter*, 8 :10107, 2012.
- [Shuler1970] Shuler, R. L. and Zisman, W. A. A study of the behavior of polyoxyethylene at the air-water interface by wave damping and other methods. *The Journal of Physical Chemistry*, 74(7), 1970.
- [Snoeijer2013] Smyrnaios, D.N. and Tsamopoulos, J.A. Moving Contact Lines : Scales, Regimes, and Dynamical Transitions. Annual Review of Fluid Mechanics, 45 :269–292, 2013.
- [Stalder2001] Stalder, A. F. and Melchior, T. and Müller, M. and Sage, D. and Blu, T. and Unser, M. Low-bond axisymmetric drop shape analysis for surface tension and contact angle measurements of sessile drops. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, 364 :72–81, 2001.
- [Stalder2006] Stalder, A.F. and Kulik, G. and Sage, D. and Barbieri, L. and Hoffmann, P. A snakebased approach to accurate determination of both contact points and contact angles. *Colloids* and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects, 286 :92–103, 2006.
- [Streeter1986] Streeter, V. and Wylie, E. Fluid Mechanics. McGraw-Hill, New-York, 1986.
- [Stroble1990] Stroble, G. The Physics of Polymers. Springer Belin, 1990.
- [Synolakis1989] Syolakis, C. and Badeer, H. On Combining the Bernoulli and Poiseuille Equation A Plea to Authors of College Physics Texts. American Journal of Physics, 57 :1013–1019, 1989.
- [Tanner1979] Tanner, L. The spreading of silicone oil drops on horizontal surfaces. Journal of Physics D : Applied Physics, 12(9), 1979.

- [Tay2011] Tay, A. Dynamique du mouillage et du séchage d'une goutte d'eau sur un film de polymère hydrosoluble. PhD thesis, Université Paris 6, 2011.
- [Toplak2007] Toplak, T. and Tabuteau, H. and de Bruyn, J. R. and Coussot, P. Gravity draining of a yield-stress fluid through an orifice. *Chemical Engineering Science*, 62(23):6908-6913, 2007.
- [Torricelli1644] Torricelli, E. Opera Geometrica, De sphera et Solidis Spharalibus; De Motu Gravium; De Dimensione Parabolae. Amadoro Massa & Lorenzo de Landis, Florence, 1644.
- [Ushida2014] Ushida, A. and Hasegawa, T. and Narumi, T. Anomalous phenomena in several types of liquid flows through small orifices in a range of low Reynolds numbers. *Experimental Thermal* and Fluid Science, 52(0):191 – 196, 2014.
- [Voinov1976] Voinov, O. V. Hydrodynamics of wetting. Fluid Dynamics, 11:714-721, 1976.
- [Weissenberg1947] Weissenberg, K. A continum theory of rhelogical phenomena. *Nature*, 159:310–311, 1947.
- [Whitaker1984] Whitaker, S. Introduction to Fluid Mechanics. Robert E. Krieger Publishing Company, 1984 (Original 1968).
- [White1979] White, F. Fluid Mechanics. McGraw-Hill, New-York, 1979.
- [Wilhelm2002] Wilhelm, M. Fourier-Transform Rheology. Macromolecular Materials and Engineering, 287 :83–105, 2002.
- [Winkels2013] Winkels, K. G. Fast contact line motion : fundamentals and applications. PhD thesis, Physics of Fluids, University of Twente, 2013.
- [Wyart2014] Wyart, M. and Cates, M. E. Discontinuous shear thickening without inertia in dense non-Brownian suspensions. *Physical Review Letters*, 112(098302), 2014.
- [Yasuda1979] Yasuda, K. Investigation of the analogies between viscometric and linear viscoelastic properties of polystyrene fluids. PhD thesis, Massachusetts Institute of Technology, 1979.
- [Yasuda1981] Yasuda, K. and Armstrong, R. C. and Cohen, R. E. Shear flow properties of concentrated solutions of linear and star branched polystyrenes. *Rheologica Acta*, 420 :163–178, 1981.
- [Young1805] Young, T. An essay on the cohesion of fluids. Philosophical Transcriptions of the Royal Society of London, 95:65–87, 1805.
- [Zhou2010] Zhou, D. and Feng, J. Selective withdrawal of polymer solutions : computations. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 165 :839–851, 2010.

#### Annexe A

## Classification des polymères *Floerger*

Cette annexe présente le document de l'industriel *SF Floerger* permettant de connaître les caractéristiques des polymères en fonction de leur nomenclature.



FIGURE A.1 – Description des polymères en fonction de leur nomination dans un graphique représentant la masse moléculaire des polymères en fonction de l'anionicité. Nous avons utilisé les catégories AN910, AN934, AN934 BPM, AN934 VHM et AN956. Si rien n'est précisé, il s'agit de la catégorie standard Std. Ainsi, le numéro d'identification correspond à l'anionicité et la description qui suit donne la gamme de masse moléculaire.

#### Annexe B

## Rhéologie des polymères Floerger

Cette annexe présente la rhéologie des solutions de polymères décrite dans la TABLE 2.3.



FIGURE B.1 – **Rhéologie de la solution à**  $3.2C^*$  **de la gamme 934BPM.** (a) Viscosité en fonction du taux de cisaillement. (b) Module élastique et module de perte en fonction de la fréquence d'excitation. Les mesures ont été réalisées avec une géométrie cône-plan  $2^o/60$  mm.



FIGURE B.2 – **Rhéologie de la solution à**  $6.5C^*$  **de la gamme 934BPM.** (a) Viscosité en fonction du taux de cisaillement. (b) Module élastique et module de perte en fonction de la fréquence d'excitation. Les mesures ont été réalisées avec une géométrie cône-plan  $2^o/60$  mm.



FIGURE B.3 – **Rhéologie de la solution à**  $10C^*$  **de la gamme 934.** (a) Viscosité en fonction du taux de cisaillement. (b) Module élastique et module de perte en fonction de la fréquence d'excitation. Les mesures ont été réalisées avec une géométrie cône-plan  $2^o/60$  mm.



FIGURE B.4 – **Rhéologie de la solution à**  $15C^*$  **de la gamme 934VHM.** (a) Viscosité en fonction du taux de cisaillement. (b) Module élastique et module de perte en fonction de la fréquence d'excitation. Les mesures ont été réalisées avec une géométrie cône-plan  $2^o/60$  mm.



FIGURE B.5 – **Rhéologie de la solution à**  $32C^*$  **de la gamme 934BPM.** (a) Viscosité en fonction du taux de cisaillement. (b) Module élastique et module de perte en fonction de la fréquence d'excitation. Les mesures ont été réalisées avec une géométrie cône-plan  $2^o/60$  mm.



FIGURE B.6 – **Rhéologie de la solution à**  $50C^*$  **de la gamme 910.** (a) Viscosité en fonction du taux de cisaillement. (b) Module élastique et module de perte en fonction de la fréquence d'excitation. Les mesures ont été réalisées avec une géométrie cône-plan  $2^o/60$  mm.

#### Annexe C

# Viscosité effective des polymères *Floerger*



FIGURE C.1 – Viscosité effective, en fonction de la hauteur de fluide, calculée à partir de la méthode décrite dans le paragraphe 6.2.2 et via l'équation (6.6) pour les solutions de *Floerger*. [verre; r = 1.75 mm ] Les courbes sont classées ainsi : (d,e,f) correspondent à la même anionicité et longueur de chaîne mais des concentrations différentes. (a,d,g) et (b,e,h) représentent à chaque fois la même anionicité et la même concentration mais des longueurs de chaînes différentes. Enfin (c,f,i) représentent des longueurs de chaîne similaires, une même concentration mais des anionicités différentes.