



HAL
open science

Imagerie de suspensions pour la mesure des contraintes particulières dans les suspensions non-browniennes

Enzo d'Ambrosio

► **To cite this version:**

Enzo d'Ambrosio. Imagerie de suspensions pour la mesure des contraintes particulières dans les suspensions non-browniennes. Mécanique [physics]. Université Côte d'Azur, 2020. Français. NNT : 2020COAZ4045 . tel-03052285

HAL Id: tel-03052285

<https://theses.hal.science/tel-03052285>

Submitted on 10 Dec 2020

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.



$$\rho \left(\frac{\partial v}{\partial t} + v \cdot \nabla v \right) = -\nabla p + \nabla \cdot T + f$$

$$e^{i\pi} + 1 = 0$$

THÈSE DE DOCTORAT

Imagerie de suspensions pour la
mesure des contraintes
particulaires dans les suspensions
non-browniennes

Enzo D'AMBROSIO

Institut de Physique de Nice (INPHYNI)

**Présentée en vue de l'obtention
du grade de docteur en** Physique
d'Université Côte d'Azur

Dirigée par : Élisabeth LEMAIRE
Co-encadrée par : Frédéric BLANC
Soutenue le : 25 Septembre 2020

Devant le jury, composé de :

Pascale Aussillous,
Maître de Conférence, IUSTI
Georges Gauthier,
Maître de Conférence, FAST
François Lequeux,
Directeur de recherches, SIMM
Guillaume Ovarlez,
Directeur de recherches, LOF
Rudy Valette,
Professeur, CEMEF

Imagerie de suspensions pour la mesure des contraintes particulières dans les suspensions non-browniennes

Jury :

Président du jury

François Lequeux,
Directeur de recherches, Sciences et Ingénierie de la Matière Molle (SIMM) UMR 7615

Rapporteurs

Pascale Aussillous,
Maître de conférence, Institut Universitaire des Systèmes Thermiques et Industriels (IUSTI)
UMR 7343

Georges Gauthier,
Maître de conférence, Fluides, Automatique et Systèmes Thermiques (FAST) UMR 7608

Examineurs

François Lequeux,
Directeur de recherches, Sciences et Ingénierie de la Matière Molle (SIMM) UMR 7615

Guillaume Ovarlez,
Directeur de recherches CNRS, Laboratoire du Futur (LOF) UMR 5258

Rudy Valette,
Professeur, Centre de Mise en Forme de Matériaux (CEMEF), UMR 7635

Directeur de thèse

Elisabeth Lemaire,
Directeur de recherches, Institut de Physique de Nice (INPHYNI), UMR 7010

Co-Directeur de thèse

Frédéric Blanc,
Maître de conférence, Institut de Physique de Nice (INPHYNI), UMR 7010

Imagerie de suspensions pour la mesure des contraintes particulières dans les suspensions non-browniennes

Depuis les travaux précurseurs d'Einstein il y a plus d'un siècle, la rhéologie des suspensions est un domaine de la physique qui a grandement évolué mais qui reste encore largement incompris, en particulier lorsqu'il s'agit des suspensions concentrées. De nos jours, il est reconnu que les contacts entre les particules solides composant une suspension régissent le comportement rhéologique des suspensions non-browniennes concentrées : ils en augmentent la viscosité et entraînent des comportements non-newtoniens. Les contraintes particulières sont également à l'origine de la migration induite par cisaillement observée dans différents types d'écoulement à bas nombre de Reynolds, comme le proposent plusieurs modèles dont le plus populaire est le Suspension Balance Model. Malheureusement, les mesures des contraintes particulières sont assez rares et il est par conséquent assez difficile de tester les modèles qui ont été proposés pour expliquer ou prédire la migration. Au cours de ma thèse, j'ai essayé de contribuer à combler ce manque en orientant mes recherches suivant deux grands axes. Le premier est d'étudier de manière macroscopique l'impact de la forme des particules composant une suspension sur la viscosité de cisaillement et également sur la contribution des contacts à cette viscosité. En outre, je montre que les suspensions non-browniennes et non-colloïdales ont un comportement rhéofluidifiant qui peut être décrit correctement par l'introduction d'une fraction volumique de blocage qui dépend de la contrainte de cisaillement. Le second et principal axe de recherche que j'ai suivi concerne une étude locale du comportement rhéologique d'une suspension dans deux cas distincts. Dans un des cas, les particules et le fluide suspendant ont la même densité, dans l'autre, les particules sédimentent sous l'effet de la gravité et sont resuspendues par un écoulement de cisaillement. J'ai réalisé un montage expérimental qui me permet d'imager la suspension pour mesurer localement non seulement la concentration en particules mais également le taux de cisaillement. Des mesures locales, je déduis d'une part la variation de la viscosité de cisaillement avec la fraction volumique de particules et la contrainte de cisaillement et, d'autre part la variation des contraintes normales particulières dans la direction du gradient de vitesse et de la vorticit . Je mets par ailleurs en  vidence des diff rences significatives dans l' coulement d'une suspension suivant que la gravit  joue un r le ou non. En particulier, je montre que la migration radiale observ e dans un  coulement de Couette cylindrique   large entrefer est beaucoup moins prononc e que ce que pr voit le Suspension Balance Model si les particules n'ont pas la m me densit  que le fluide suspendant.

Mots cl s : rh ologie, suspensions non-browniennes, suspensions concentr es, contacts solides, frottement solide, inversions de cisaillement, migration, resuspension, contraintes particuli res, particules cubiques

Imagery of suspensions to measure particle stresses in non-Brownian suspensions

Many studies have been done on the rheology of suspensions since the previous work of Einstein at the beginning of the 20th century but many scientific puzzles still remain, especially when the concentration increases. Nowadays, we know that the solid contact between particles rules the behavior of non Brownian concentrated suspensions : it increases the viscosity, induces behavior more complex than the basic Newtonian model and are responsible for phenomenon of migrations of solid particles inside a suspension. Naturally, theoretical models as the Suspension Balance Model which predict and describe the behavior of a sheared non Brownian suspension deals with these non hydrodynamic interactions. But there is a lack of experimental measurements to confront these predictions. Indeed, it is very difficult to measure experimentally the contribution of solid particles to the total stress of suspension and this is precisely what I've tried to do during these last three years. I've organized my work following two lines of research. The first one is a macroscopic study of the rheological behavior of different suspensions where the particle form varies from a suspension to another. Therewith, I show that non-Brownian and non-colloidal suspensions have a shear thinning behavior which can be correctly captured by the introduction of a jamming volume fraction which is shear stress-dependant. The second line of research is the biggest part of my work. Thanks to an experimental home-made set up, I study locally the behavior of a non Brownian suspension in two cases : with or without buoyancy effects. Matching the refractive index of the particles and of the fluid, I manage to image the particles inside the suspensions subjected to a shear flow in order to determine the concentration and the velocity fields. From these local measurements, I deduce on the one hand the variation of the shear viscosity with particle volume fraction and shear stress and, on the other hand the variation of the normal particle stresses in the direction of the velocity gradient and the vorticity. I also show that there are significant differences in the flow of a suspension depending on whether gravity plays a role or not. More precisely, I show that the radial migration observed in a cylindrical large gap Couette flow is much less pronounced than what the Suspension Balance Model predicts if the particles do not have the same density as the suspending liquid.

Keywords : rheology, non Brownian suspensions, concentrated suspensions, solid contacts, solid friction, shear reversal, migration, resuspension, particle stresses, cubic particles

Remerciements

Tout d'abord, je souhaite remercier du fond du cœur mes "mentors", Élisabeth Le-maire et Frédéric Blanc, sans qui tout ce travail n'aurait pas été possible. Ils auront su trouver un parfait équilibre entre leur présence encourageante et rassurante tout au long de ces trois années de thèse, et une liberté dans mon travail qui m'aura permis de penser et de réfléchir par moi-même, de grandir. Experts consciencieux dans leur travail, sachant "resserrer les vis" (sans les bousiller comme moi, n'est-ce pas Fred?) quand ma motivation me faisait défaut, ils sont les piliers qui auront permis que je mène mon travail à bien. J'espère sincèrement les avoir rendu fier du travail accompli autant que je suis heureux de les avoir rencontré et côtoyé. Vous êtes des personnes incroyables et inspirantes!

Je souhaite ensuite remercier,

Duncan Gilbert, le seul et l'unique, qui aura été un reboost de joies et de rires au labo mais aussi en dehors, toujours là pour servir de sacrés punchlines avec un humour décapant... Ne changes jamais!

Christophe d'Angelo (chevalier de Saint-Jean de Jérusalem, de Rhodes et de Malte), pour ses prédictions météorologiques légèrement foireuses, ses débats politiques et son écoute lorsque j'avais besoin de parler... tu es une très belle personne!

Guillaume Giombini, un "pote plus plus plus", pour nos délires qui en ont fatigué plus d'un et nos chansons à n'en plus finir dans le bureau (Chester... si tu nous regardes...)... mon seul regret est que tu ne sois pas arrivé plus tôt dans mon bureau mais peut être cela a-t-il sauvé nos deux thèses...

Jordy, mon portugais préféré, pour son humour, ses blagues et anecdotes qui ont pimenté nos midis,

Michel (et non pas "mikélé"), pour sa bonne humeur, sa curiosité, et les fameuses "boules de champagne",

Léandre, mon voisin de bureau que j'ai dû pas mal fatiguer à force de faire le pitre et de parler fort, pour sa patience et nos discussions,

Tous les doctorants du labo que j'ai eu la chance de rencontrer au cours de mon doctorat, et tout particulièrement Manu, qui aura été la rencontre ayant semé l'idée de faire une thèse alors que je n'étais encore qu'en licence,

François Peters et Laurent Lobry, pour leur bonne humeur et leur disponibilité pour répondre à mes questions de rhéologie, ainsi que pour avoir été deux des meilleurs enseignants de physique de toute ma scolarité...

Madalena Neri, pour avoir supporté mes négligences administratives et aidé à organiser les JDPN,

Céline Cohen, pour sa bienveillance et notre collaboration sur la création de particules cubiques,

Bernard Gay-Para et Jérôme Mauro, pour leur disponibilité et leur patience au niveau de mon incompétence informatique,

Sandra, pour son rire, sa bonne humeur et son franc parler rafraîchissant,
L'atelier de méca pour m'avoir permis de monter mon dispositif expérimental sans quoi je n'aurais pu faire mon travail,

Marie-Gabrielle Médici et Nathalie Fraysse pour le prêt du bain thermostaté lorsque le mien m'a lâchée...

Tout le laboratoire de l'Institut de Physique de Nice pour la bonne ambiance,

Le club de plongée Moana qui m'a permis de sortir la tête de ma thèse pour la mettre sous l'eau en éveillant une passion et de réaliser un rêve en partant à la découverte d'un monde merveilleux que l'on se doit de préserver...

Matthias Albert et toute la belle bande de rugby du Riviera Rugby Club qui m'ont permis de redécouvrir le rugby et de me changer les idées, je n'oublierais jamais notre virée à Rome pour aller voir France-Italie ainsi que les troisièmes mi-temps après les entraînements ou les matchs... j'aurais aimé pouvoir mangé de la pelouse plus longtemps avec vous... Longue vie au Cagolin!

Mes potes de Nice et d'ailleurs... en particulier John, Titi, Laulau, Vive et Flo qui ont été et continuent d'être là dans les bons moments et ceux qui sont plus durs...

Enfin, je souhaite remercier,

DD, pour son soutien, sa force, son humour et sa présence depuis de nombreuses années,

Ma chérie Kimberley, qui est arrivée dans ma vie à un moment non évident avec la rédaction mais qui a su faire preuve de patience, de force de caractère et de soutien... tu es ma plus belle rencontre,

Mes deux petites sœurs dont je suis extrêmement fier, les deux perles de ma vie qui sont expertes dans l'art de me casser les pieds comme personne,

Mes grand-parents, mémé et pépé, qui resteront à jamais les deux plus grandes inspirations de mon existence,

Ma maman, la femme la plus incroyable que je connaisse, celle qui a toujours été là pour moi et qui continue de l'être, qui me supporte, qui a fait de moi l'homme que je deviens et celle à qui je dois absolument tout... Ton amour est ma plus grande force et la fierté dans ton regard est la plus belle des récompenses.

A ma grand-mère,

Table des matières

Table des matières

Liste des figures	i
Liste des tableaux	viii
1 Généralités	2
1.1 Régime d'écoulement	4
1.2 Bases de la rhéologie	5
1.3 Lois de comportement	9
1.4 Contraintes normales à l'origine des phénomènes de migration	22
1.5 La resuspension visqueuse induite par cisaillement	24
1.6 Brefs rappels de rhéométrie	28
2 Loi Universelle pour les suspensions non browniennes frictionnelles	30
2.1 Introduction	31
2.2 Description universelle de la rhéologie de suspensions différentes	36
3 Écoulement d'une suspension non-brownienne isodense en géométrie de Couette cylindrique : rhéologie locale	57
3.1 Introduction	58
3.2 Écoulement de suspensions dans une cellule de Couette cylindrique : détermination des lois constitutives	59
3.3 Méthodes expérimentales	61
3.4 Résultats	70
3.5 Conclusion	99
3.6 Annexes	100
4 Resuspension visqueuse induite par cisaillement	105
4.1 Introduction : Une brève histoire de doctorant	106
4.2 Resuspension visqueuse de particules solides dans un écoulement de Couette cylindrique : Lien avec les contraintes normales particulières (Partie 1/2).	116
4.3 Resuspension visqueuse de particules solides dans un écoulement de Couette cylindrique : Lien avec les contraintes normales particulières (Partie 2/2).	147
4.4 Resuspension visqueuse de particules solides dans un écoulement de Couette cylindrique : Particules Cubiques	156
4.5 Conclusion	164
Références	170

Liste des figures

1.1	Décomposition d'un cisaillement simple en un écoulement élongationnel et une rotation solide.	5
1.2	(a) Compilation de différentes évolutions de la viscosité relative mesurée en fonction de la fraction volumique pour différentes sortes de suspensions. (b) Compilation des différentes évolutions de la viscosité relative en fonction du rapport ϕ/ϕ_c pour différentes sortes de suspensions. μ_p est le coefficient de frottement, ϕ_c est la fraction volumique de blocage (notée ϕ_m dans ce manuscrit). Symboles en couleur : expériences. Noirs : simulations numériques. Lignes : modèles. [Guazzelli and Pouliquen, 2018].	8
1.3	Évolution de la viscosité relative en fonction de la fraction volumique pour les limites $\dot{\gamma} \rightarrow 0$ et $\dot{\gamma} \rightarrow \infty$. (\circ) $\mu_d = 0$, (\square) $\mu_d = 1$, (\diamond) $\mu_d = \infty$. Lignes : fit des datas par une loi puissance $\eta_s = C(1 - \phi/\phi_m)^{-\lambda}$. Les meilleurs paramètres d'ajustement sont : $(\phi_m^0, \lambda_m^0, C_m^0) \approx (0.66, 1.6, 1.40)$, $(\phi_m^1, \lambda_m^1, C_m^1) \approx (0.58, 2.3, 0.71)$, $(\phi_m^\infty, \lambda_m^\infty, C_m^\infty) \approx (0.56, 2.4, 0.63)$ [Mari et al., 2014]	10
1.4	Gauche : Evolution de la viscosité relative, notée ici η_r , en fonction de la fraction volumique ϕ pour différents coefficients de frottement inter-particulaire. Symboles : Mesures expérimentales de (\blacktriangledown) Dbouk et al. [2013] et (\blacktriangleright) Zarraga et al. [2000]. Hauteur de rugosités : $h_r/a = 5.10^{-3}$. Droite : Contributions hydrodynamique (H) et de contact (C) à la viscosité relative η_s pour deux coefficients de friction différents $\mu = 0$ (blanc) et $\mu = 0.5$ (gris). η_∞ est la viscosité de la suspension non structurée (aléatoire). [Gallier et al., 2014]	11
1.5	Évolution de la fraction volumique de jamming ϕ_m (noté ici ϕ^*) en fonction du coefficient de friction μ pour différentes hauteurs de rugosité h_r/a . On observe notamment que ϕ_m décroît avec μ mais est quasiment indépendant de h_r/a . [Peters et al., 2016]	12
1.6	Évolution de $\phi_m(\dot{\gamma})$ en fonction de μ pour 2 suspensions différentes (D1 & D2) composées de particules de PVC dans du Dinch. (\square) : D2, $\phi = 0.64$; (\circ) : D2, $\phi = 0.6$; (\square) : D1, $\phi = 0.6$; (\circ) : D1, $\phi = 0.55$ [Chatté et al., 2018]	12
1.7	Evolution de la fraction volumique $\phi(I_\nu)$. Symboles : expériences. Ligne : Fit des mesures expérimentales de Boyer et al. [2011] (eq. 1.17) avec $\phi_m = 0.585$ et $n = 0.5$. [Gallier et al., 2014]	14
1.8	Gauche : Évolution de la viscosité relative en fonction du taux de cisaillement normalisé. Droite : Évolution de la viscosité relative en fonction de la contrainte de cisaillement normalisée par une contrainte critique. $\mu_d = 1$, $0.48 \leq \phi \leq 0.57$. [Mari et al., 2014]	15
1.9	Schéma de la modélisation d'une rugosité d'une particule entrant en contact avec la surface lisse d'une particule voisine. s : distance de séparation hydrodynamique entre les deux particules, h_r : taille de la rugosité, $a_{1,2}$: rayon de la particule. [Lobry et al., 2019]	16

1.10 Lignes colorées : viscosité déduite de simulations en considérant un coefficient de frottement variable, lui-même contrôlé par la contrainte de cisaillement. Symboles : expériences réalisées en écoulement rotatif plan plan pour différentes concentrations. (\circ) : 40%; (Δ) : 45%; (\square) : 47%; (\diamond) : 50%. [Lobry et al., 2019]	17
1.11 Gauche : Schéma du dispositif expérimental utilisé par Chatté et al. [2018] pour mesurer les forces normale et tangentielle entre une paire de particules de PVC. Une particule de PVC est attachée au diapason qui oscille normalement et tangentiellement par rapport à la particule collée sur un substrat. Droite : Variation du coefficient de friction microscopique $\mu_d = F_D^T/F_N$ en fonction de la force normale F_N . [Chatté et al., 2018]	17
1.12 Évolution de la fraction volumique de blocage en fonction de la contrainte de cisaillement réduite. Ligne : modèle. (\diamond) : expériences. Σ_c est une contrainte critique telle que $L_c = \Sigma_c \times (6\pi a^2)$ [Lobry et al., 2019]	18
1.13 Gauche : Transitoire du couple en fonction du temps suite à une inversion de sens de cisaillement, pour une suspension de particules de polystyrène (diamètre : 40 - 50 μm) concentrées ($\phi = 0.50$) dans une huile silicone. Droite : Transitoire du couple réduit en fonction de la déformation pour la même suspension. (\square) $\dot{\gamma} = 0.15s^{-1}$. (\circ) $\dot{\gamma} = 0.38s^{-1}$. (∇) $\dot{\gamma} = 0.60s^{-1}$. (Δ) $\dot{\gamma} = 2.4s^{-1}$. [Gadala-Maria and Acrivos, 1980]	19
1.14 Haut : évolution de la viscosité relative η_s en fonction de la déformation γ lors d'une inversion de cisaillement ($\phi = 0.45$, $\mu = 0.5$, $h_r/a = 5.10^{-3}$). Milieu : contribution hydrodynamique à la viscosité, η^H . Bas : contribution des contact à la viscosité, η^C . Les cadres représentent la dynamique rapide ayant lieu lors de l'inversion pour visualiser la relaxation des forces de contact. L'inversion a lieu à $t = 0$. [Peters et al., 2016]	19
1.15 Schéma explicatif du processus mis en jeu lors d'une inversion de sens de cisaillement pour une paire de particules alignées initialement suivant l'axe de compression d'un cisaillement simple ambient (a) avant inversion, (b) juste après inversion, et enfin (c) suite à la relaxation des forces de contacts. [Peters et al., 2016]	20
1.16 Haut : Évolution de la viscosité relative de la suspension en fonction de la déformation suite à une inversion de sens de cisaillement. Milieu : Contribution hydrodynamique à la viscosité. Bas : Contribution des contacts à la viscosité. [Peters et al., 2016]	21
1.17 Différence entre la viscosité stationnaire η_s et le minimum de viscosité, soit $\eta_s - \eta_{min}$, en fonction de la viscosité de contact pour : $0.25 \leq \phi \leq 0.5$; $h_r/a = 5.10^{-3}; 10^{-2}; 2.10^{-2}$; $\mu = 0; 0.3; 0.5; 1$. [Peters et al., 2016]	22
1.18 Schéma de la resuspension de Acrivos et al. [1993] : Écoulement de Couette cylindrique, rhéomètre fait avec du plexiglass, $R_i = 7.575cm$ & $R_e = 8.1214cm$ ($gap = 0.639cm$). Une couche de mercure empêche la migration de particules sous le rotor.	26
1.19 Tracés du modèle théorique (en trait continu) et des mesures expérimentales effectuées sur 4 suspensions : billes de verres ($2a = 139\mu m$) + huile minérale ($\eta_0 = 0.143Pa.s$ & $\Delta\rho = 1.57g/cm^3$); billes de verres $139\mu m$ + huile silicone ($0.471Pa.s$ & $1.47g/cm^3$); billes de verres $68\mu m$ + huile silicone; billes PMMA $387\mu m$ + huile silicone $\Delta\rho = 0.21g/cm^3$ Acrivos et al. [1993]	26
2.1 Photo des différentes sortes de particules : TS80 (a), sucre (b) et polyamide (c)	31

2.2	Rapport d'aspect (a) et rayon équivalent des particules (b) pour les particules de sucre (première ligne) et les particules de polyamide (seconde ligne). Le rayon équivalent est défini comme le rayon qu'aurait une sphère de même volume que la particule non sphérique.	32
2.3	Viscosité relative en fonction de la contrainte de cisaillement pour les trois types de suspensions : TS80 (a), sucre (b) et PA6 (c). Concentration : 0.3 (bleu), 0.35 (orange), 0.37 (vert), 0.4 (rouge), 0.43 (violet), 0.45 (marron), 0.47 (rose), 0.49 (gris), 0.51 (jaune).	33
2.4	Variation du paramètre α_0 et de la fraction volumique de blocage ϕ_m avec la contrainte de cisaillement τ pour la suspension de sphères (bleue), de sucre (orange) et polyamide (vert).	33
2.5	Viscosité relative η_s en fonction du rapport ϕ/ϕ_m . Bleu : TS80. Orange : Sucre. Vert : PA6.	34
2.6	Viscosité apparente η_{app} normalisée par η_0 en fonction de la déformation γ . Haut : TS80. Milieu : Sucre. Bas : PA6.	35
2.7	Minimum de viscosité lors d'une inversion de cisaillement en fonction de la contrainte de cisaillement pour les trois types de suspensions : TS80 (a), sucre (b) et PA6 (c). Concentration : 0.3 (bleu), 0.35 (orange), 0.37 (vert), 0.4 (rouge), 0.43 (violet), 0.45 (marron), 0.47 (rose), 0.49 (gris), 0.51 (jaune).	36
2.8	Différence entre la viscosité stationnaire et le minimum de viscosité en fonction du rapport ϕ/ϕ_m . Bleu : TS80. Orange : Sucre. Vert : PA6.	36
3.1	Distribution de la taille des particules.	63
3.2	(a) Schéma du dispositif expérimental. (b) Vue du dessus. Le plan laser est décalé d'une longueur $y_0 < R_1$ par rapport à la position radiale (ligne en tirets). x est la position horizontale dans le plan laser, et z est la position verticale. $z = 0$ est localisé à l'interface mercure/suspension.	63
3.3	Image type d'une expérience. $\bar{\phi} = 0.458$. Rotor en haut, stator en bas, mercure à droite.	64
3.4	Gauche : Portion d'une image type. Droite : Image binarisée.	66
3.5	Cartographies de la suspension isodense au niveau du plan laser pour différentes concentrations moyennes $\bar{\Phi}$. Le rotor est sur la gauche de chaque image, le stator est sur la droite. L'interface mercure/suspension correspond au bas de chaque image. Première ligne : cartographie de la fraction volumique en particule moyennée sur 10000 images. Deuxième ligne : vitesse azimutale normalisée par la vitesse au rotor ΩR_1 et moyennée sur 100 champs de vitesse. Troisième ligne : vitesse verticale normalisée par ΩR_1 et moyennée sur 100 champs de vitesse.	67
3.6	Profils verticaux de (a) la taille apparente des particules a_{app} et de (b) la densité en nombre n (unité arbitraire), moyenné sur la moitié centrale du gap pour 3 concentrations moyennes de la suspension, $\bar{\Phi} = 0.520, 0.458$ et 0.394 . L'interface avec le mercure se situe en $z = 0$. n est constant pour $10 \text{ mm} < z < 34 \text{ mm}$ tandis que la densité décroît pour $z < 10 \text{ mm}$ et $z > 34 \text{ mm}$. Au contraire, a_{app} dépend de $\bar{\Phi}$, et varie sur l'ensemble de la hauteur de la nappe laser.	69
3.7	Profils radiaux expérimentaux pour les différentes concentrations moyennes $\bar{\phi}$: 0.394, 0.414, 0.435, 0.458, 0.483 et 0.520, avec une résolution de 200 points à travers le gap : $\delta x = (R_2 - R_1)/200$	72

3.8	Schéma général du gap. La région qui est vue à la caméra correspond à la partie de l'entrefer éclairée par la nappe laser. La région que l'on considère pour étudier le comportement de la suspension est celle délimitée par la ligne discontinue noire.	73
3.9	Profils radiaux expérimentaux pour les différentes concentrations moyennes $\bar{\phi}$: 0.394, 0.414, 0.435, 0.458, 0.483 et 0.520, avec une résolution de 14 points à travers le gap : $\delta x = (R_2 - R_1)/14$	74
3.10	Profils radiaux expérimentaux pour les différentes concentrations moyennes $\bar{\phi}$: 0.394, 0.414, 0.435, 0.458, 0.483 et 0.520, avec une résolution de 14 points à travers le gap : $\delta x = (R_2 - R_1)/14$. Seuls les points compris entre r_i et r_o pour chaque concentration $\bar{\phi}$ sont représentés. Droite : ajustement polynomial du troisième ordre dont les coefficients sont représentés sur le tableau ci-dessus, $\phi = c_0 + c_1 r + c_2 r^2 + c_3 r^3$	75
3.11	Profils de vitesse azimutale mesurés pour des vitesses angulaires : $\Omega = 0.05$ tr/min, $\Omega = 0.3$ tr/min, $\Omega = 1$, et $\Omega = 2$ tr/min pour 3 concentrations $\bar{\phi}$: 0.520, 0.458 et 0.394.	76
3.12	Cartographie du taux de cisaillement mesuré $\dot{\gamma}(r, z)$ pour $10 \text{ mm} < z < 34 \text{ mm}$, normalisé par le taux de cisaillement $\dot{\gamma}_N(r)$ pour un fluide newtonien (équation 3.4) pour plusieurs vitesses angulaires $\Omega = 0.05, 0.3, 1$ et 2 tr/min. On observe que le taux de cisaillement mesuré est plus faible que le taux de cisaillement nominal, en particulier au voisinage du stator. On observe également une localisation du cisaillement proche du rotor dans le cas des plus fortes concentrations.	79
3.13	Haut : Loi de comportement rhéologique pour cinq fractions volumiques $\phi \pm 0.001$. Cela permet de déduire les paramètres de rhéofluidification pour un comportement obéissant à une loi d'Herschel-Buckley : $\Sigma_{12} = \tau_c + K\dot{\gamma}^m$. τ_c est la contrainte seuil et m est l'indice de rhéofluidification. On observe que plus la concentration est importante, plus la rhéofluidification est prononcée. Milieu : Évolution des paramètres de comportement pour un fit obéissant à une loi d'Herschel-Bulkley : $\Sigma_{12} = \tau_c + K\dot{\gamma}^m$. (a) Évolution de l'indice de consistance. (b) Évolution de l'indice de rhéofluidification. (c) Évolution de la contrainte seuil. Bas : Évolution de l'indice de consistance K en fonction de la contrainte seuil τ_c	80
3.14	Évolution de l'inverse de la racine carrée de la viscosité réduite, déduite des mesures expérimentales de $\dot{\gamma}$ et Σ_{12} en fonction de la fraction volumique mesurée. (points de couleurs). Ligne continue : Ajustement par une loi de Maron Pierce modifiée permettant d'obtenir la fraction volumique de blocage ϕ_m et le coefficient α_0 pour chaque contrainte de cisaillement.	81
3.15	(Gauche) Évolution de la fraction volumique de blocage ϕ_m déduite de l'équation 3.19, en fonction de la contrainte de cisaillement Σ_{12} . (Droite) Évolution du paramètre d'ajustement α_0	82
3.16	Évolution de la viscosité réduite, déduite des mesures expérimentales de $\dot{\gamma}$ et Σ_{12} en fonction de la fraction volumique mesurée. Points de couleur : expériences. Ligne continue : Ajustement par une loi de Zarraga et al. [2000] permettant d'obtenir la fraction volumique de blocage ϕ_m pour chaque contrainte de cisaillement.	84
3.17	Évolution de la fraction volumique de blocage ϕ_m déduite de l'équation 3.20, en fonction de la contrainte de cisaillement Σ_{12} . Ligne continue : Ajustement des mesures suivant la loi de Richards et al. [2020]	85

3.18	Haut : Évolution de q en fonction de ϕ/ϕ_m . Couleur : Dédit des différentes concentrations moyennes $\bar{\Phi}$, cisailée à $\Omega = 1$ tr/min (2 tr/min pour $\bar{\Phi} = 0.414$ et $\bar{\Phi} = 0.394$). Ligne bleue : loi constitutive 3.25 de Zarraga et al. [2000]. Ligne orange : loi constitutive 3.23 de Boyer et al. [2011]. Ligne noire : Ajustement par un polynôme de degré 2. Bas : Evolution de η_n en fonction de ϕ/ϕ_m . Ligne bleue : loi constitutive 3.25 (avec $\phi_m = 0.62$) de Zarraga et al. [2000]. Ligne orange : loi constitutive 3.24 de Boyer et al. [2011].	88
3.19	Évolution du coefficient microscopique μ (haut) et du rapport ϕ/ϕ_m (bas) en fonction du nombre visqueux I_v . Ligne orange : travaux de Boyer et al. [2011] (équation 3.23). Ligne bleue : inverse de la fonction q de Zarraga et al. [2000] avec $\phi_m = 0.62$	89
3.20	Profils radiaux de fraction volumique pour chaque concentration moyenne $\bar{\Phi}$: 0.394, 0.414, 0.435, 0.458, 0.481 et 0.520. Chaque profil observé expérimentalement (formé par les points de couleur) est comparé à un profil théorique (ligne discontinue colorée) prédit par le Suspension Balance Model pour une suspension dont la concentration moyenne ϕ_{bulk} est déterminée en moyennant la concentration ϕ mesurée expérimentalement en dehors des régions structurées proches des parois de la suspension : $r_i \leq r \leq r_o$	91
3.21	Profils radiaux de fraction volumique pour chaque concentration moyenne $\bar{\Phi}$: 0.394, 0.414, 0.435, 0.458, 0.481 et 0.520. Chaque profil observé expérimentalement (formé par les points de couleur) est comparé à un profil théorique (ligne discontinue colorée) prédit par le Suspension Balance Model pour une suspension dont la concentration moyenne ϕ_{bulk} est déterminée en moyennant la concentration ϕ mesurée expérimentalement en dehors des régions structurées proches des parois : $r_i \leq r \leq r_o$	92
3.22	Profils de vitesse azimutale mesurés pour toutes les vitesses angulaires Ω pour 3 concentrations $\bar{\Phi}$: 0.520, 0.483 et 0.458. Pour chaque concentration $\bar{\Phi}$, un profil théorique est calculé à partir des équations 3.26, 3.20 et 3.30.	95
3.23	Profils de vitesse azimutale mesurés pour toutes les vitesses angulaires Ω pour 3 concentrations $\bar{\Phi}$: 0.435, 0.414 et 0.394. Pour chaque concentration $\bar{\Phi}$, un profil théorique est calculé à partir des équations 3.26, 3.20 et 3.30.	96
3.24	Graphe illustrant comment déterminer les vitesses de glissement au niveau du rotor et du stator pour chaque expérience de cisaillement $(\bar{\Phi}, \Omega)$ via l'équation 3.30.	97
3.25	Évolution du coefficient de glissement β en fonction de la fraction volumique ϕ (graphe du haut) et du rapport ϕ/ϕ_m (graphe du bas).	98
3.26	Schéma des ménisques dus à la présence du mercure au fond de la cellule de Couette.	100
3.27	Cartographie du taux de cisaillement mesuré $\dot{\gamma}(r, z)$ pour $10 \text{ mm} < z < 34 \text{ mm}$, normalisé par le taux de cisaillement $\dot{\gamma}_N(r)$ pour un fluide newtonien (équation 3.4) pour les vitesses angulaires les plus basses : $\Omega = 0.05, 0.1, 0.2$, et 0.3 tr/min pour toutes les concentrations $\bar{\Phi}$	103
3.28	Cartographie du taux de cisaillement mesuré $\dot{\gamma}(r, z)$ pour $10 \text{ mm} < z < 34 \text{ mm}$, normalisé par le taux de cisaillement $\dot{\gamma}_N(r)$ pour un fluide newtonien (équation 3.4) pour les vitesses angulaires les plus hautes : $\Omega = 0.5, 0.7, 1$, et 2 tr/min pour toutes les concentrations $\bar{\Phi}$	104

4.1	Schéma de la suspension dans l'entrefer. Encadré rouge : zone où les mesures de ϕ et $\dot{\gamma}$ sont utilisées pour compiler α_3 . Cette région exclue les zones structurées près des parois et la zone à proximité de l'interface avec le mercure où les mesures du champ de concentration sont altérées par la réflexion de la nappe laser sur la surface métallique.	107
4.2	Profils radiaux de concentration de toutes les expériences de resuspension. Pour chaque état, les profils radiaux sont tracés pour 3 hauteurs différentes. Les profils radiaux sont calculés à partir de 10000 images, avec un échantillonnage $\delta x = (R_2 - R_1)/200$ et moyennés suivant z sur $\pm 0.05h_s$. La structuration aux parois est observée pour chaque état. En dehors de ces régions structurées, les profils sont plats (ligne de couleur), en contradiction avec les prédictions du Suspension Balance Model [Morris and Boulay, 1999] (lignes en tirets).	109
4.3	Profils de vitesse azimutale mesurés pour les expériences de resuspension : $\Omega = 0.3, 0.5, 1, 2$ tr/min. Pour chaque expérience : trois hauteurs différentes z de la suspension (soient trois concentrations différentes ϕ) sont étudiées. Les profils théoriques déduits de la fraction volumique moyenne mesurée $\bar{\Phi}_{bulk}$. Lignes pleines : profils newtoniens sans glissement aux parois. Ligne en tirets : profils newtoniens avec du glissement estimé par Jana et al. [1995]. Ligne en pointillés : profils prédit par le SBM sans glissement, et avec glissement pour les lignes discontinues avec pointillés.	110
4.4	Profils de vitesse azimutale mesurés pour les expériences de resuspension : $\Omega = 5, 10, 20, 30, 40$ et 60 tr/min. Pour chaque expérience : trois hauteurs différentes z de la suspension (soient trois concentrations différentes ϕ) sont étudiées. Les profils théoriques déduits de la fraction volumique moyenne mesurée $\bar{\Phi}_{bulk}$. Lignes pleines : profils newtoniens sans glissement aux parois. Ligne en tirets : profils newtoniens avec du glissement estimé par Jana et al. [1995]. Ligne en pointillés : profils par le SBM sans glissement, et avec glissement pour les lignes discontinues avec pointillés.	111
4.5	Rayon apparent a_{app} des particules en fonction de leur position au travers du gap pour $\Omega = 0.3$ (bleu), 1 (orange), 20 (vert) et 60 (rouge) tr/min.	112
4.6	Rayon apparent des particules en fonction de la densité de particules. Chaque couleur renvoie à une vitesse de rotation du rotor.	112
4.7	Espacement des bandes structurées au rotor en fonction du taux de cisaillement pour différentes concentrations.	113
4.8	Première ligne : Cartographie de la fraction volumique pour chaque expérience de resuspension. Seconde ligne : cartographie de la contrainte de cisaillement déduite de l'équation 4.7 et des mesures de ϕ et de $\dot{\gamma}$ pour chaque expérience de resuspension. Troisième ligne : cartographie de ϕ/ϕ_m . ϕ_m est déduite de la cartographie de la contrainte de cisaillement et de l'équation 4.5 pour chaque expérience de resuspension.	148
4.9	$\Sigma_{33}^p/\Sigma_{22}^p = \lambda_3/\lambda_2 \approx \lambda_3$. La valeur de Σ_{22}^p est déduite de la corrélation 3.26 de $q(\phi/\phi_m)$ obtenue au chapitre 3 dans le domaine $0.67 < \phi/\phi_m < 0.90$	149
4.10	Évolution de la troisième contrainte particulaire en fonction de la contrainte de cisaillement pour chaque concentration mesurée au cours des différentes expériences de resuspension.	151

4.11	Évolution du coefficient directeur (a) et de l'ordonnée à l'origine (b) lorsqu'on ajuste linéairement les mesures de la troisième contrainte normale particulière en fonction de la contrainte de cisaillement. La variation $\partial\Sigma_{33}^p/\partial\Sigma_{12}$ en fonction de ϕ (pour $\phi < 0.51$) est ajustée suivant une loi de puissance : $y = a \times x^n$ où a et n sont laissés en paramètres libres.	152
4.12	Première ligne : Évolution de α_3 en fonction de ϕ . Seconde ligne : Évolution de α_3 en fonction de ϕ/ϕ_m . Troisième ligne : Évolution de Σ_{33}^p en fonction de Σ_{12} . Barre de couleur : contrainte de cisaillement.	153
4.13	Évolution du coefficient microscopique μ et du rapport ϕ/ϕ_m en fonction du nombre visqueux I_v . Bleu : à partir des expériences de resuspension ($\lambda_2 = 1$ & $\lambda_3 = 1/2$). Orange : à partir des expériences sur la suspension isodense et de la mesure de q_2 ($\lambda_2 = 1$). Rouge : lois de Boyer et al. [2011] . Vert : Travaux expérimentaux de Zarraga et al. [2000] . Noire : Travaux numériques de Gallier et al. [2014] . Violet : Travaux numériques de Chèvremont et al. [2019]	155
4.14	Gauche : photos de cubes de volume $270 \times 270 \times 300 \mu m^3$. Droite : photos de cubes $300 \times 300 \times 300 \mu m^3$	158
4.15	Photo d'hexaèdres fabriqués par le protocole décrit (longueur de côté : $100 \mu m$), observés au microscope électronique à balayage.	158
4.16	Haut : Image du sédiment où l'encadré correspond à la zone où la variation du niveau de gris est mesurée. Bas : Variation de niveau de gris à l'intérieur de l'encadré jaune de l'image. Cela permet de mesurer la hauteur de sédiment h_0 en pixel.	159
4.17	De gauche à droite : Image du sédiment / Somme des 10 000 images pour : $\Omega = 0.5$ tr/min / $\Omega = 2$ tr/min / $\Omega = 5$ tr/min / $\Omega = 20$ tr/min / $\Omega = 60$ tr/min.	159
4.18	Haut : Image de la somme cumulée des 10000 photos de la suspension lorsque $\Omega = 2$ tr/min où l'encadré jaune correspond à la zone où la variation du niveau de gris est mesurée. Bas : Variation de niveau de gris à l'intérieur de l'encadré jaune de l'image. Cela permet de mesurer la hauteur de sédiment h_s en pixel.	161
4.19	Haut : Image de la somme cumulée des 10000 photos de la suspension lorsque $\Omega = 2$ tr/min où l'encadré jaune correspond à la zone où la variation du niveau de gris est mesurée. Bas : Variation de niveau de gris à l'intérieur de l'encadré jaune de l'image. Cela permet de mesurer la hauteur de sédiment h_s en pixel.	161
4.20	Variation de la hauteur de resuspension normalisée par la hauteur de sédiment. Points bleus : mesures expérimentales. Ligne discontinues rouge et verte : Ajustement par une loi puissance $y = 1 + C \times x^n$ où les paramètres d'ajustement sont C et n pour la courbe verte et seulement C pour la courbe rouge (l'exposant est alors fixé à $1/3$). Ligne discontinue noire : Ajustement de la variation de hauteur de resuspension d'une suspension de particules sphériques par Zarraga et al. [2000]	162
4.21	Haut : Variation de la concentration au bas de la suspension $\phi(0)$ en fonction du nombre de Shields A . Bas : Variation de la concentration au bas de la suspension $\phi(0)$ normalisée par la fraction volumique au sein du sédiment ϕ_0 en fonction du nombre de Shields A	163
4.22	Haut : Variation du coefficient α_3 en fonction de $\phi(0)$ pour les suspensions composée de hexaèdres (carré bleus) et pour les suspensions composées de sphères (ligne discontinue noire) [Zarraga et al., 2000]. Bas : Variation du coefficient α_3 en fonction de $\phi(0)/\phi_0$	164

Liste des tableaux

3.1	Tableau des différentes masses de fluide introduite dans le gap.	62
3.2	Tableau de l'ensemble des positions de l'interface entre la région de la suspension structurée au voisinage du rotor notée r_i ou au voisinage du stator, notée r_o , et la région non structurée, pour chaque concentration $\bar{\Phi}$ de la suspension; fractions volumiques locales correspondant à ces positions. . .	71
3.3	Vitesse normalisée $v_\theta/\Omega R_1$ mesurée au voisinage du rotor pour chaque concentration $\bar{\Phi}$ et vitesse de rotation Ω du rotor. La mesure au voisinage du stator est faite en $(r - R_1)/(R_2 - R_1) = 0.96$ et la mesure au voisinage du rotor est faite en $(r - R_1)/(R_2 - R_1) = 0.03$	77
3.4	Tableau regroupant les mesures de couple M et les hauteurs H pour chaque concentration $\bar{\Phi}$ de la suspension et chaque vitesse angulaire Ω du rotor. Les valeurs des contraintes déduites en $r = r_i$ et $r = r_o$ sont également regroupées sur ce tableau voir section 3.4.1.1	78
3.5	Tableau regroupant la fraction volumique et la fraction volumique de blocage, en $r = r_i$ et $r = r_o$, et servant à établir la courbe $q(\phi/\phi_m)$	86
3.6	Tableau regroupant les différentes valeurs $\bar{\phi}_{bulk}$ et $\bar{\phi}_m$ servant à prédire les profils de concentration obtenus à $\Omega = 1$ ou 2 tr/min	90
4.1	M_Σ : Couples calculés à partir du champ de $\Sigma_{12}(r, z)$ pour l'ensemble des expériences de resuspensions. M : Couples mesurés par le rhéomètre (erreur absolue : $\pm 100 \mu Nm$).	154
4.2	Tableau regroupant les différentes hauteurs mesurées.	160

Introduction

Les suspensions sont des fluides complexes constitués de particules solides immergées dans une matrice liquide. On les rencontre partout autour de nous, dans l'industrie sous forme de béton frais, dans le transport de nourriture jusqu'aux carburants des fusées Ariane en passant par les peintures, les cosmétiques... Dans la nature, la boue, la lave, les éboulements sous-marin, le transport de sédiment dans les cours d'eau ou encore le sang dans nos veines sont autant de suspensions complexes. Il est donc très important de comprendre leur rhéologie, les propriétés et mécanismes mis en jeu lors de leurs écoulements, afin de pouvoir prédire le comportement de ces systèmes complexes et omniprésents. La nature même des constituants de ces matériaux peut introduire une multitude de paramètres (tailles et formes des particules solides, degré de polydispersité, propriétés rhéologiques du fluide suspendant, différence de densité entre les deux phases, ...) et engendrer de facto une abondance de comportements rhéologiques complexes : thixotropie, rhéofluidification, rhéoépaississement, contrainte seuil, ... Cependant même une suspension extrêmement simple constituée de particules sphériques, monodisperses non-browniennes et non- colloïdales immergées dans un liquide newtonien présente une physique très riche qui continue de poser de nombreuses questions. Depuis les travaux fondateurs d'[Einstein \[1906\]](#), les différentes études théoriques, expérimentales et numériques ont permis de mieux comprendre ce pan de la physique en mettant en évidence des propriétés communes aux suspensions telles que l'augmentation de la viscosité avec la concentration en particules solides jusqu'à la divergence pour une certaine fraction volumique dite de blocage ou de *jamming* pour laquelle la suspension se bloque. La compréhension d'autres propriétés importantes telles que la structuration des particules au voisinage de parois solides qui entraîne vraisemblablement du glissement ou la localisation du cisaillement est également de premier ordre. Enfin, la migration des particules induite par cisaillement revêt également un enjeu majeur dans la compréhension de la rhéologie des suspensions d'un point de vue fondamental, mais également pour l'optimisation de procédés industriels qui souvent requièrent des suspensions homogènes.

Aujourd'hui, nous savons qu'on peut distinguer deux types d'interactions qui jouent un rôle dans l'écoulement des suspensions non-browniennes concentrées : hydrodynamique et non-hydrodynamique. L'hydrodynamique regroupe des interactions à longue portée et des interactions à courte portée sous la forme de forces de lubrification. Les interactions non hydrodynamiques quant à elles sont essentiellement liées au contact direct entre les particules solides qui a longtemps été considéré impossible en raison des forces de lubrification qui divergent quand deux particules viennent au contact. En réalité, ces contacts sont rendus possibles par la présence de rugosités qui tapissent la surface des particules "réelles". La littérature souligne aujourd'hui le rôle majeur que jouent ces contacts directs dans la rhéologie des suspensions fortement concentrées : ils augmentent drastiquement la viscosité de la suspension, peuvent être à l'origine d'un comportement rhéofluidifiant et des phénomènes de migration. Notamment, le Suspension

Balance Model de **Morris and Boulay [1999]**, qui est un modèle diphasique, établit que le flux migratoire de particules est proportionnel à la divergence des contraintes normales particulières. Plus tard, **Lhuillier [2009]** et **Nott et al. [2011]** modifient le SBM en introduisant l'idée que seules les contraintes particulières dont l'origine est le contact solide entre particules jouent un rôle dans la migration. Ainsi, l'émergence du SBM a motivé de nombreuses études numériques et expérimentales visant à déterminer les contraintes particulières intervenant dans la migration.

De façon générale, il y a actuellement un enjeu à proposer des lois constitutives pour les suspensions non-browniennes afin d'être à même de décrire ou de prédire leur écoulement. Une première loi concerne la variation de la viscosité de cisaillement avec la fraction volumique et éventuellement la contrainte de cisaillement. La seconde loi constitutive concerne la variation de la viscosité normale (rapport des contraintes normales particulières sur le taux de cisaillement) avec la fraction volumique. Or, pour les raisons évoquées précédemment (migration, glissement aux parois), des mesures fiables de ces lois sont difficiles à réaliser.

Concernant la première loi constitutive, la manière la plus courante de mesurer la viscosité de cisaillement d'une suspension est de travailler à fraction volumique imposée. Cela signifie que la suspension est préparée au préalable : on mélange une certaine quantité de particules solides avec une certaine quantité de fluide suspendant, puis on coule le tout dans une cellule de rhéomètre et finalement on effectue les mesures de contraintes de cisaillement et de taux de cisaillement à partir des mesures du couple et de la vitesse de rotation du rotor. Mais il y a plusieurs problèmes avec cette méthode. Tout d'abord, il s'agit d'un travail fastidieux et long car il faut préparer un échantillon de suspension pour chaque concentration que l'on souhaite étudier. Par ailleurs, la suspension devient extrêmement visqueuse lorsque la fraction volumique tend vers la fraction volumique de blocage et il est difficile de la cisailier de manière homogène. Par ailleurs, des instabilités peuvent survenir. Par exemple, dans une géométrie plan-plan, la gamme de contrainte pour cisailier la suspension est limitée par le phénomène de "edge fracture". De plus, le taux de cisaillement varie entre l'axe de rotation et le bord du disque tant et si bien que des corrections doivent être introduites pour mesurer correctement la viscosité de cisaillement si le comportement de la suspension n'est pas newtonien (et il ne l'est pas comme nous le verrons!). Dans une géométrie de Couette cylindrique, d'autres problèmes ont lieu. Par exemple, la structuration des particules au voisinage des parois de la géométrie impose d'avoir un entrefer suffisamment grand par rapport à la taille des particules. Cependant, un entrefer suffisamment large induit une migration des particules solides vers le stator, rendant impropres les mesures rhéométriques macroscopiques usuelles.

Concernant la seconde loi constitutive (soit la viscosité normale) dont la mesure est directement reliée à celle des contraintes normales particulières, la mesure est encore plus difficile car, non seulement toutes les difficultés de mesures précédemment évoquées pour l'obtention de la viscosité de cisaillement sont présentes, mais il faut en plus imaginer un dispositif ou une méthode expérimentale qui permet d'isoler, pour les mesurer, les contraintes particulières de la contrainte totale subie par la suspension.

Une méthode originale explorée ces dernières années fût de travailler à pression imposée et de laisser le volume total de la suspension s'adapter à cette pression. Ainsi, **Boyer et al. [2011]** ont pu non seulement explorer une gamme de concentrations rarement at-

teintes mais également mesurer la seconde contrainte normale particulaire. Le principe est simple mais diablement efficace et consiste à cisailer une suspension entre une paroi et une grille qui laisse passer le fluide mais pas les particules. Une force contrôlée est appliquée sur la grille et impose ainsi une pression sur les particules de la suspension qui, quand elle est cisailée adapte son volume. Cette méthode présente le très grand avantage de permettre d'étudier des suspensions extrêmement concentrées. En revanche, elle n'est pas adaptée pour l'étude de suspensions dont la concentration est moins grande ($\phi \lesssim 0.4$). Une autre méthode qui a notamment été mise en avant par [Ovarlez et al. \[2006\]](#) est d'étudier localement une suspension dans une géométrie de Couette cylindrique large entrefer et de se servir de la migration pour balayer une certaine gamme de fractions volumiques, pouvant éventuellement être proches de la fraction volumique de blocage.

Ainsi, si les modèles tels que le Suspension Balance Model semblent prometteurs pour décrire le comportement rhéologique des suspensions, ces derniers souffrent cruellement d'un manque de mesures expérimentales pour venir étayer leur théorie. Mes travaux, à caractère exclusivement expérimental, ont eu pour vocation de "combler le *gap*" dans la mesure du possible afin de mieux comprendre les mécanismes mis en jeu lors des écoulement de suspensions non-browniennes concentrées. J'ai donc consacré cette thèse à la mesure des viscosités normale et de cisaillement.

Après avoir résumé ce qui est désormais connu sur les suspensions non-browniennes et non-colloïdales au cours d'un premier chapitre, je présente mes travaux sur des inversions de cisaillement effectuées en écoulement plan-plan rotatif au cours du chapitre 2. Ces travaux permettent notamment de mieux appréhender l'importance du rôle joué par les contacts en rhéologie des suspensions concentrées. Dans le chapitre 3, je présente les travaux qui m'ont permis de mesurer la viscosité de cisaillement et la contrainte normale particulaire dans la direction du gradient de vitesse dans une suspension isodense en écoulement de Couette cylindrique. Pour cela, je mesure, dans une suspension transparente, les champs de vitesse et de concentration. L'analyse des profils radiaux de concentration me permet de mesurer la deuxième contrainte normale particulaire tandis que l'étude du profil radial de vitesse me donne accès à la mesure locale de la viscosité de cisaillement. Le chapitre 4 est consacré à l'étude de la resuspension visqueuse des mêmes particules que celles étudiées au cours du chapitre 3, mais cette fois dispersées dans un liquide moins dense qu'elles. Le dispositif expérimental est identique à celui que j'ai utilisé pour mesurer la deuxième contrainte normale particulaire et la viscosité de cisaillement. La mesure des profils verticaux de concentration me permet, cette fois, de déterminer la contrainte normale particulaire dans la direction de la vorticit . Ainsi, gr ce aux mesures conjointes men es sur la suspension isodense et sur la resuspension visqueuse, je suis en mesure d' tablir une caract risation quasi-compl te de la rh ologie de la suspension en  coulement de cisaillement avec des lois constitutives sur la contrainte de cisaillement et les contraintes normales particuli res dans les directions du gradient de vitesse et de la vorticit . Enfin, mon manuscrit s'ach ve sur la description d'une exp rience un peu plus exploratoire de resuspension de particules cubiques.

Chapitre 1

Généralités

« *Savoir écouter, c'est posséder,
outré le sien, le cerveau des autres.*
»

Léonard de Vinci

Sommaire

1.1 Régime d'écoulement	4
1.1.1 Nombre de Péclet	4
1.1.2 Nombre de Reynolds	4
1.1.3 Forces en présence	5
1.2 Bases de la rhéologie	5
1.2.1 Déformation, contrainte et viscosité	6
1.2.2 Rhéologie des suspensions	6
1.3 Lois de comportement	9
1.3.1 Contact et frottement	9
1.3.2 Rhéologie à pression particulaire imposée	12
1.3.3 Comportement non newtonien	13
1.3.4 Les inversions de cisaillement	18
1.4 Contraintes normales à l'origine des phénomènes de migration	22
1.4.1 Le Suspension Balance Model	23
1.5 La resuspension visqueuse induite par cisaillement	24
1.5.1 Modèle diffusif de la resuspension	24
1.5.2 Resuspension : Mesure de la contrainte suivant la vortécité en écoulement de Couette	26
1.6 Brefs rappels de rhéométrie	28
1.6.1 Écoulement de Couette cylindrique	28
1.6.2 Écoulement Plan-Plan	28

Dans ce chapitre, je présente quelques généralités qui concernent la rhéologie des suspensions concentrées non-browniennes. Après avoir caractérisé le type des suspensions que j'étudie parmi le champs des possibles, je présente un état de l'art de leurs propriétés rhéologiques et le lien fort avec leur microstructure. J'insiste notamment sur l'importance du frottement solide au sein de la suspension qui régit le comportement rhéologique des suspensions non-browniennes concentrées. Je m'attarde ensuite sur l'historique des expériences d'inversion de cisaillement et l'intérêt que celles-ci ont quant à la caractérisation des suspensions et de leur écoulement. Enfin, je rappelle le lien existant entre les contraintes normales particulières et la fraction volumique au sein d'un écoulement en me référant aux études et modèles existants qui permettent de caractériser les phénomènes de migration. Dans une dernière partie, je dresse un état de l'art plus spécifique du phénomène de resuspension visqueuse qui correspond à une migration des particules solides suivant la direction verticale.

1.1 Régime d'écoulement

Les différents types d'écoulements peuvent être définis par différents nombres adimensionnés qui quantifient l'importance de certains effets au sein de l'écoulement.

1.1.1 Nombre de Péclet

Le mouvement de particules de petite taille peut être affecté par l'agitation moléculaire du fluide. Le nombre de Péclet Pe , essentiel en rhéologie des suspensions, définit l'importance relative de la convection hydrodynamique par rapport à la diffusion brownienne. Il s'exprime de manière générale par la relation :

$$Pe = \frac{\text{effets hydrodynamique}}{\text{effets thermiques}} = \frac{Ua}{D} \quad (1.1)$$

U correspond à la vitesse de l'écoulement tandis que a est le rayon des particules. Le coefficient de diffusion D est égal à $K_b T / 6\pi\eta_0 a$ selon la relation d'Einstein. η_0 correspond à la viscosité du fluide suspendant, K_b la constante de Boltzmann et T la température; en posant $U = \dot{\gamma}a$ où $\dot{\gamma}$ est le taux de cisaillement, l'équation 1.1 devient :

$$Pe = \frac{6\pi\eta_0 \dot{\gamma} a^3}{k_b T} \quad (1.2)$$

Ainsi, comme souligné par l'équation 1.2, ce n'est pas seulement la taille des particules qui permet de distinguer une suspension brownienne d'une suspension non-brownienne mais également les conditions d'écoulement. Par ailleurs, il est important de noter que lorsque les particules sont browniennes, des forces colloïdales (forces électrostatiques, de Van der Waals ou stériques) entrent généralement en jeu et peuvent influencer la rhéologie. Notons toutefois que les travaux de cette thèse ne concernent que des écoulements à grand nombre de Péclet ($Pe \gg 1$). En effet, les particules considérées auront une taille d'une centaine de microns, elles seront suspendues dans un fluide de viscosité de l'ordre du Pa.s. et les suspensions seront soumises à des taux de cisaillement supérieurs ou de l'ordre de 10^{-3} s^{-1} , ce qui conduit à des nombre de Péclet supérieurs à 10^{10} .

1.1.2 Nombre de Reynolds

Le nombre de Reynolds représente le rapport entre les forces inertielles et les forces visqueuses mises en jeu dans un écoulement :

$$Re = \frac{\rho U l_c}{\eta} \quad (1.3)$$

avec ρ la masse volumique, l_c la taille caractéristique du système, U la vitesse d'écoulement et η la viscosité du matériau. Dans le cas d'un écoulement de Couette cylindrique : $U \sim \dot{\gamma} \times R_1$ avec $\dot{\gamma}$ le taux de cisaillement et R_1 le rayon interne. Dans mon système, l'entrefer mesure 5 mm, la masse volumique est de l'ordre de 10^3 kg/m^3 , la vitesse d'écoulement est inférieure ou égale à 10^{-1} m/s ($\dot{\gamma} \lesssim 10^1 \text{ s}^{-1}$, $R_1 = 19 \text{ mm}$) et la viscosité est de l'ordre de quelques Pa.s. On obtient un nombre de Reynolds qui est inférieur ou de l'ordre de 1, ce qui permet de négliger l'inertie dans les travaux décrits dans ce manuscrit.

1.1.3 Forces en présence

Dans l'écoulement d'une suspension, les particules solides constituent des obstacles à la déformation du fluide faisant ainsi apparaître des forces hydrodynamiques. Nous verrons qu'elles exercent également les unes sur les autres des forces de contact direct. Nous donnons ici quelques détails sur ces forces qui, dans les systèmes étudiés au cours de mon travail de thèse, ont toujours dominé d'éventuelles forces colloïdales entre particules :

1. *Les forces hydrodynamiques* : on les découpe généralement en forces hydrodynamiques à longue portée et forces hydrodynamiques à courte portée. Pour le premier type, les particules solides présentes au sein de la matrice liquide perturbent l'écoulement du fluide. Ces perturbations sont transmises par le fluide aux autres particules solides. Le second type correspond aux forces hydrodynamiques à courte portée qui ont un rôle très important en rhéologie des suspensions concentrées. Lors du rapprochement de deux particules solides, le liquide interstitiel présent entre les deux particules s'évacue de plus en plus difficilement et il est de plus en plus difficile de diminuer la distance entre les particules. Notons que, en raison de la divergence de cette force lorsque $\epsilon = r - 2a$ tend vers 0 (r est ici la distance entre les centres de deux particules voisines), le contact direct entre deux particules a longtemps été considéré comme impossible. Aujourd'hui, nous savons que la rugosité des particules permet des contacts directs singuliers entre les particules via leurs aspérités [Mari et al., 2014; Peters et al., 2016].
2. *Les forces de contact direct entre particules solides* jouent un rôle extrêmement important dans la rhéologie des suspensions non-browniennes concentrées. Elles se décomposent en forces normales F_N et forces tangentielles (frottement) F_T et jouent un rôle majeur à plusieurs niveaux. Premièrement, les forces de contact sont responsables de la microstructure asymétrique (par rapport à la direction du gradient de vitesse) observée dans les suspensions en écoulement de cisaillement simple et également de l'irréversibilité des trajectoires de particules observée dans les suspensions assez concentrées, y compris en régime de Stokes. Deuxièmement, les forces de contact sont responsables de phénomènes de migration des particules solides dont je reparlerais plus précisément dans la suite de ce manuscrit. Enfin, plusieurs études [Blanc, 2012; Gallier et al., 2014; Mari et al., 2014; Morris and Boulay, 1999] ont montré que le frottement solide accroissait de manière considérable la viscosité d'une suspension.

1.2 Bases de la rhéologie

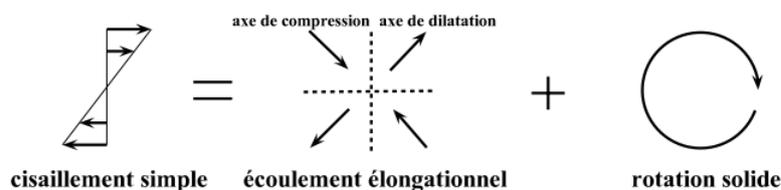


FIGURE 1.1 – Décomposition d'un cisaillement simple en un écoulement élongationnel et une rotation solide.

L'essentiel des travaux présentés dans ce manuscrit concernent des écoulements de cisaillement simple qui peuvent être vus comme la superposition d'un écoulement élongationnel (compression/dilatation) et d'une rotation solide (voir la figure 1.1).

1.2.1 Déformation, contrainte et viscosité

Le comportement rhéologique d'un fluide se caractérise par une loi de comportement qui relie la contrainte Σ à la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$: $\Sigma = f(\dot{\epsilon})$. Σ est la force par unité de surface orientée dans la direction i qui s'exerce sur une surface dont la normale est orientée dans la direction j , soit $\Sigma_{ij} = dF_i/dS_j$, et $\dot{\epsilon}$ est défini par la partie symétrique du tenseur gradient de vitesse tel que :

$$\dot{\epsilon}_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial v_i}{\partial x_j} + \frac{\partial v_j}{\partial x_i} \right) \quad (1.4)$$

Plus précisément, dans le cas d'un cisaillement simple, les tenseurs de taux de déformation et de contrainte s'écrivent respectivement :

$$\dot{\epsilon} = \frac{1}{2} \begin{pmatrix} 0 & \dot{\gamma} & 0 \\ \dot{\gamma} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad \& \quad \Sigma = \begin{pmatrix} \Sigma_{11} & \Sigma_{12} & 0 \\ \Sigma_{12} & \Sigma_{22} & 0 \\ 0 & 0 & \Sigma_{33} \end{pmatrix} \quad \text{avec} \quad \Sigma_{12} = \eta \dot{\gamma} \quad (1.5)$$

$\dot{\gamma}$ est communément appelé le taux de cisaillement tandis que Σ_{12} est la contrainte de cisaillement et est aussi parfois notée τ (les deux notations seront utilisées dans mon manuscrit). Un fluide simple se caractérise par une égalité des contraintes normales avec la pression hydrodynamique : $\Sigma_{11} = \Sigma_{22} = \Sigma_{33} = -p$. La contrainte dans le matériau est alors donnée par : $\Sigma = -p\mathbf{I} + 2\eta\dot{\epsilon}$. Mais, dans le cas de fluides non-newtoniens comme les suspensions, il peut exister des différences de contraintes normales non-nulles :

$$N_1 = \Sigma_{11} - \Sigma_{22} \quad \& \quad N_2 = \Sigma_{22} - \Sigma_{33} \quad (1.6)$$

où les indices 1,2 et 3 indiquent respectivement la direction de l'écoulement, du gradient de vitesse et de la vorticit .

1.2.2 Rh ologie des suspensions

Les suspensions sont des mat riaux compos s de particules solides immerg es dans une matrice liquide. J'insiste sur le fait que, pour l'int gralit  de mes travaux, les suspensions sont non-browniennes et le fluide suspendant est un liquide newtonien. Dans ce cadre, un param tre essentiel   la compr hension de la rh ologie de ces suspensions est la fraction volumique ϕ , qui se d finit comme le rapport du volume solide (ou particulaire) sur le volume total de la suspension : $\phi = V_p/V_t$.

1.2.2.1 Influence de la fraction volumique sur la viscosit 

La viscosit  caract rise la r sistance d'un mat riaux   l' coulement et est d finie par le rapport entre la contrainte de cisaillement et le taux de cisaillement : $\eta = \Sigma_{12}/\dot{\gamma}$. On d finit la viscosit  relative (ou r duite) des suspensions telle que :

$$\eta_s = \frac{\eta}{\eta_0} \quad (1.7)$$

o  η_0 est la viscosit  du fluide suspendant et $\eta > \eta_0$.

Le graphe 1.2 illustre la d pendance de la viscosit  relative η_s (not e aussi η_r) d'une suspension vis- -vis de la fraction volumique en particules solides ϕ . Ce graphe met en  vidence une croissance de η_s avec ϕ et une divergence lorsque ϕ tend vers une fraction

volumique maximale ϕ_m (noté ϕ_c sur le graphe 1.2) appelée fraction volumique de blocage ou encore "de jamming".

Dans le cas d'une suspension monodisperse de sphères dures, plusieurs modèles pour déterminer $\eta_s(\phi)$ ont été développés au cours du temps depuis les premiers travaux de [Einstein \[1906\]](#). Pour les systèmes suffisamment dilués, on estime que les particules ne ressentent pas la présence des autres particules. Leur mouvement n'est pas influencé par les autres particules et on peut négliger les interactions de paires de particules. [Einstein \[1906\]](#) établit la relation :

$$\eta_s = 1 + 2.5\phi \quad (1.8)$$

Cette loi reste valide uniquement pour des fractions volumiques extrêmement faibles, de l'ordre de quelques pourcents. Rapidement, il apparaît nécessaire de considérer les interactions hydrodynamiques entre paires de particules. Plus de 70 ans après les travaux d'Einstein, [Batchelor \[1977\]](#) démontre que :

$$\eta_s = 1 + [\eta]\phi + B\phi^2 \quad (1.9)$$

où $[\eta]$ correspond à la viscosité intrinsèque de la suspension et dépend de la forme des particules solides. Pour des particules sphériques, $[\eta] = 2.5$; ce qui permet de retrouver l'équation d'Einstein (eq. 1.8). B est une constante égale à 7.6 pour une suspension non-brownienne en écoulement de déformation pure [\[Batchelor, 1977\]](#). Le domaine de validité de l'équation 1.9 reste également très restreint avec une limite de l'ordre de $\phi \leq 0.1$. Lorsque la fraction volumique augmente, on ne peut représenter la viscosité qu'au travers de formulations semi-empiriques ou empiriques qui idéalement devraient obéir à deux conditions : vérifier la relation d'Einstein en milieu dilué et diverger lorsque ϕ tend vers une fraction volumique de blocage ϕ_m . Citons quelques exemples bien connus. [Maron and Pierce \[1956\]](#) proposent un modèle semi-empirique souvent utilisé en rhéologie des suspensions :

$$\eta_s = (1 - \phi/\phi_m)^{-2} \quad (1.10)$$

[Krieger and Dougherty \[1959\]](#) et [Zarraga et al. \[2000\]](#) proposent respectivement :

$$\eta_s = (1 - \phi/\phi_m)^{-[\eta]\phi_m} \quad (1.11)$$

$$\eta_s = e^{-2.34\phi} \left(1 - \frac{\phi}{\phi_m}\right)^{-3} \quad (1.12)$$

Si la divergence de $\eta_s(\phi)$ lorsque ϕ tend vers ϕ_m est commune à toutes les suspensions, nous verrons dans la suite de ce manuscrit que la valeur de ϕ_m dépend de la suspension considérée et éventuellement de la contrainte appliquée. Ainsi, ϕ_m peut varier de 0.54 à 0.64 pour des particules sphériques comme le montre la figure 1.2.

1.2.2.2 Les différences de contraintes normales

Les suspensions étant des matériaux diphasiques, il est assez intuitif de décomposer la contrainte totale subie par le matériau en deux contributions d'origines différentes [\[Batchelor, 1970\]](#) :

$$\Sigma = \Sigma^f + \Sigma^p \quad \text{avec} \quad \Sigma^f = -p\mathbf{I} + 2\eta_0\dot{\epsilon} \quad (1.13)$$

Σ^f est la contrainte due au fluide suspendant. Σ^p , nommée "contrainte particulaire", traduit quant à elle la contribution des particules à la contrainte sous forme d'interactions hydrodynamiques et sous forme d'interaction de contacts directs. [Morris and Boulay \[1999\]](#) proposent un modèle où ces contraintes particulières sont responsables des

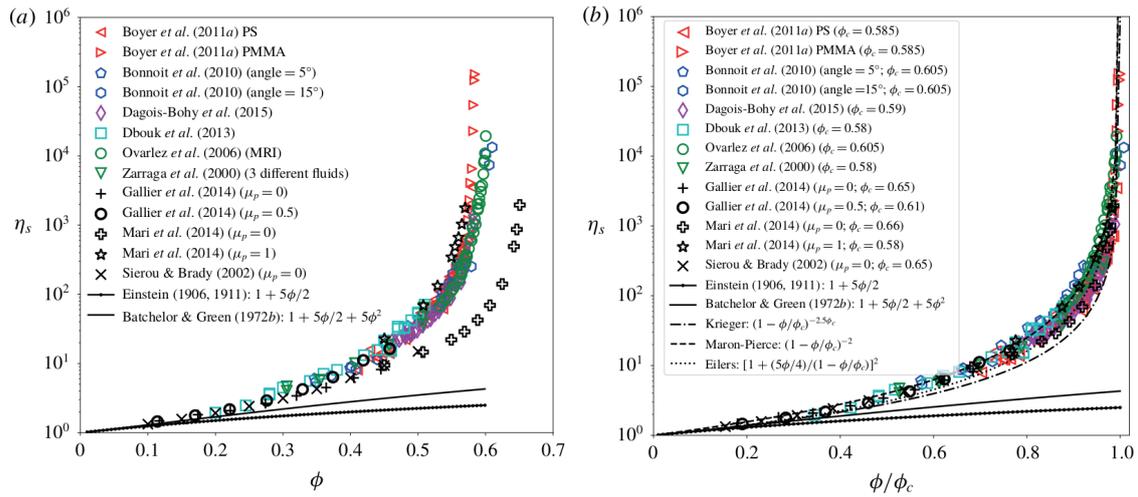


FIGURE 1.2 – (a) Compilation de différentes évolutions de la viscosité relative mesurée en fonction de la fraction volumique pour différentes sortes de suspensions. (b) Compilation des différentes évolutions de la viscosité relative en fonction du rapport ϕ/ϕ_c pour différentes sortes de suspensions. μ_p est le coefficient de frottement, ϕ_c est la fraction volumique de blocage (notée ϕ_m dans ce manuscrit). Symboles en couleur : expériences. Noirs : simulations numériques. Lignes : modèles. [Guazzelli and Pouliquen, 2018].

phénomènes de migration des particules solides dans une suspension. Plus récemment, Lhuillier [2009] précise que ce n'est pas la contrainte particulaire dans sa globalité qui est responsable de la migration, mais plutôt la contrainte Σ^c , qui trouve son origine dans les contacts directs entre particules. Ces forces non-hydrodynamiques correspondent à des interactions asymétriques au sein de l'écoulement qui engendrent une structure microscopique anisotrope, et asymétrique par rapport à la direction du gradient de vitesse au sein du matériau. Lors du cisaillement, il est ainsi plus probable de trouver une particule B voisine d'une particule A dans le quadrant de compression de la particule A [Blanc, 2012; Gao et al., 2010; Parsi and Gadala-Maria, 1987]. Cette anisotropie de la microstructure explique en outre que les différences de contraintes normales ne sont pas nulles dans une suspension.

Gadala-Maria [1979] montre que les différences de contraintes normales N_1 et N_2 sont proportionnelles à la contrainte de cisaillement τ , au contraire de ce qui se passe pour les polymères où les différences de contraintes normales dépendent du taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ de manière quadratique. Cependant, encore aujourd'hui, de nombreuses interrogations persistent et peu de choses sont connues avec certitude sur les différences de contraintes normales dans les suspensions. Si de nombreux travaux se sont entendus sur le signe de N_2 , à savoir négatif, le signe de N_1 ainsi que son amplitude et celle de N_2 sont encore activement discutés. De récentes études menées par Dbouk et al. [2013] montrent que la première différence N_1 est positive alors qu'elle avait auparavant été mesurée négative [Singh and Nott, 2003; Zarraga et al., 2000] ou nulle [Couturier et al., 2011]. Plus tard, Gallier et al. [2016] ont montré via des simulations numériques que la structuration des particules aux parois due au confinement dans certaines expériences est susceptible de modifier drastiquement N_1 . Par ailleurs, tandis que Zarraga et al. [2000] mesurent un rapport des différences de contraintes normales N_2/N_1 indépendant de la fraction volumique, Singh and Nott [2003], et plus récemment Gallier et al. [2014] via une étude numérique, montrent que ce rapport varie avec ϕ dans le cas de suspensions frictionnelles. Gallier et al. [2014] montrent notamment que la dispersion des mesures expérimentales pourrait en partie

être expliquée par le frottement solide au sein des différentes suspensions étudiées. Dans le cas d'une suspension concentrée, les auteurs montrent que la valeur de N_1 dépend fortement du coefficient de frottement inter-particulaire pour $\mu_d \leq 0.5$ (coefficients typiques établis pour les matériaux courants).

Ceci démontre que l'étude des contraintes normales ainsi que leur impact sur les propriétés d'écoulement des suspensions demeure un champ d'investigation largement ouvert. Ces différences de contraintes normales n'étant pas l'objet central de mes travaux, nous ne nous attarderons pas davantage sur le sujet. En revanche, dans la prochaine section, je prends le temps de discuter en détail l'influence du frottement sur la viscosité des suspensions non-browniennes et non-colloïdales.

1.3 Lois de comportement

Le type d'écoulement considéré, les caractéristiques des particules et celles du fluide suspendant, le degré de polydispersité ainsi que la concentration en particules solides sont autant de paramètres qui régissent l'organisation d'une suspension. Dans cette section, je m'attarde sur le rôle joué par les forces de contacts directs entre particules et en particulier par les forces de frottement dans la rhéologie des suspensions concentrées. Dans un second temps, je présente les expériences d'inversion de cisaillement et leur apport pour une meilleure compréhension de la rhéologie d'une suspension concentrée.

1.3.1 Contact et frottement

En raison de la force de lubrification, les physiciens ont longtemps cru que tout contact direct entre des particules sphériques au sein d'une suspension était impossible. Et cela reste tout à fait exact... dans le cas de sphères parfaitement lisses! Dans la réalité, bien qu'une sphère puisse paraître parfaitement lisse à première vue, des rugosités d'une taille de l'ordre de $5 \cdot 10^{-3} a$ (a étant le rayon de la particule), peuvent garnir la surface de la sphère. Par ces rugosités, le contact direct entre les particules est possible malgré la force de lubrification et il a bien lieu. Je propose ici de décrire l'influence de ces contacts directs, et plus particulièrement celle du frottement solide, sur la rhéologie des suspensions concentrées non-browniennes au gré des travaux effectués ces dernières années.

Depuis les années 2010, des simulations numériques ont montré que les forces de contact frictionnel jouaient un rôle majeur dans la rhéologie des suspensions, en accroissant la viscosité jusqu'à retrouver ce qui était observé expérimentalement [Gallier et al., 2014; Mari et al., 2014; Peters et al., 2016]. Les travaux de Seto et al. [2013] et Mari et al. [2014] montrent, dans le cadre d'études numériques sur le comportement rhéoépaississant des suspensions, que le frottement solide affecte la divergence de viscosité, et notamment que la fraction volumique de blocage ϕ_m est abaissée si les particules deviennent frictionnelles. Dans le scénario proposé pour expliquer le rhéoépaississement, *Continuous ou Discontinueous Shear Thickening* en anglais (respectivement *CST* et *DST*) observé dans certaines suspensions, Mari et al. [2014] considèrent des particules non-browniennes interagissant entre elles via un potentiel répulsif qui les empêche d'entrer en contact. Sous écoulement, si la contrainte appliquée est suffisamment grande pour que la barrière de potentiel répulsif soit franchie, les particules entrent en contact direct et sont susceptibles de frotter les unes sur les autres : la suspension passe d'un régime non frictionnel à un régime frictionnel. Cette transition et ses manifestations spectaculaires

illustrent l'importance du rôle joué par les forces de contact en rhéologie des suspensions non-browniennes. La figure 1.3 représente l'évolution de la viscosité relative η_r (notée η_r sur le graphe) en fonction de la fraction volumique pour différents coefficients de frottement μ_d (noté μ sur le graphe). On y observe la variation de la fraction volumique de blocage ϕ_m (noté ϕ_j^μ par [Mari et al. \[2014\]](#)) en fonction de μ_d et de $\dot{\gamma}$. Lorsque $\dot{\gamma} \rightarrow 0$, les forces de répulsion entre particules empêchent le frottement solide ($\mu_d = 0$). La suspension est non frictionnelle et ϕ_m est environ égale à 0.66. Lorsque le cisaillement devient plus important ($\dot{\gamma} \rightarrow \infty$) et qu'une contrainte de cisaillement critique est atteinte (indépendamment de ϕ), les particules entrent en contact, la suspension est frictionnelle et ϕ_m diminue à 0.58 pour $\mu_d = 1$ et 0.56 pour $\mu_d \rightarrow \infty$. Ces valeurs de ϕ_m sont typiques de celles qui sont mesurées expérimentalement pour des suspensions non-browniennes, non-colloïdales mais frictionnelles, comme c'est le cas dans mes expériences.

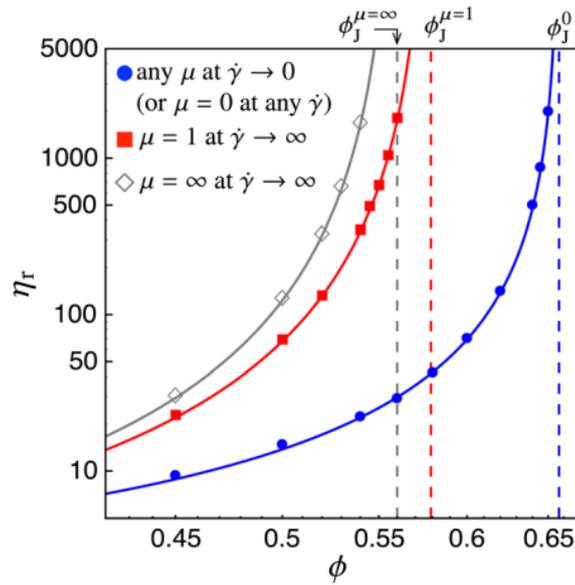


FIGURE 1.3 – Évolution de la viscosité relative en fonction de la fraction volumique pour les limites $\dot{\gamma} \rightarrow 0$ et $\dot{\gamma} \rightarrow \infty$. (○) $\mu_d = 0$, (□) $\mu_d = 1$, (◇) $\mu_d = \infty$. Lignes : fit des datas par une loi puissance $\eta_s = C(1 - \phi/\phi_m)^{-\lambda}$. Les meilleurs paramètres d'ajustement sont : $(\phi_m^0, \lambda_m^0, C_m^0) \approx (0.66, 1.6, 1.40)$, $(\phi_m^1, \lambda_m^1, C_m^1) \approx (0.58, 2.3, 0.71)$, $(\phi_m^\infty, \lambda_m^\infty, C_m^\infty) \approx (0.56, 2.4, 0.63)$ [[Mari et al., 2014](#)]

Comme je l'ai dit précédemment, les interactions entre particules dans les suspensions non-colloïdales et non-browniennes proviennent des forces hydrodynamiques et des forces de contact. Dès lors, on peut décomposer la contrainte totale dans la suspension en une contrainte d'origine hydrodynamique, Σ^H et une contrainte provenant des forces de contact, Σ^C [[Lhuillier, 2009](#); [Morris and Boulay, 1999](#)] et faire de même pour la viscosité : $\eta^H = \Sigma^H/\dot{\gamma}$ et $\eta^C = \Sigma^C/\dot{\gamma}$ avec $\eta_s = \eta^H + \eta^C$. [Gallier et al. \[2014\]](#) étudie l'influence du frottement solide sur le comportement rhéologique de la suspension via des simulations numériques pour des suspensions concentrées ($0.1 \leq \phi \leq 0.45$) dans un écoulement de cisaillement simple. La rugosité relative des particules h_r/a est imposée de l'ordre de $5 \cdot 10^{-3}$, en accord avec des mesures précédentes de rugosités de surface faites avec un microscope de force atomique [[Blanc et al., 2011a](#)]. Comme il est constaté sur la figure 1.4, la viscosité relative augmente considérablement à haute fraction volumique ($\phi \geq 0.3$) lorsque du frottement inter-particulaire est pris en compte, et les valeurs de viscosité obtenues numériquement rejoignent celles qui sont typiquement mesurées expérimentalement [[Dbouk et al., 2013](#); [Zarraga et al., 2000](#)] (voir figure 1.4 - gauche). De

manière plus poussée, ils étudient et comparent l'influence du coefficient de frottement solide μ_d sur la contribution hydrodynamique et la contribution des forces de contact à la viscosité totale de la suspension (voir figure 1.4 - droite). Comme on peut s'y attendre, μ_d n'influe quasiment pas sur la contribution hydrodynamique. En revanche, μ_d a une influence considérable sur la contribution des contacts à la viscosité (et donc sur la viscosité elle-même), pour $\phi \gtrsim 0.3$. Pour une suspension frottante ($\mu_d = 0.5$), au-delà de $\phi = 0.4$, la contribution des forces de contact à la viscosité devient même prépondérante.

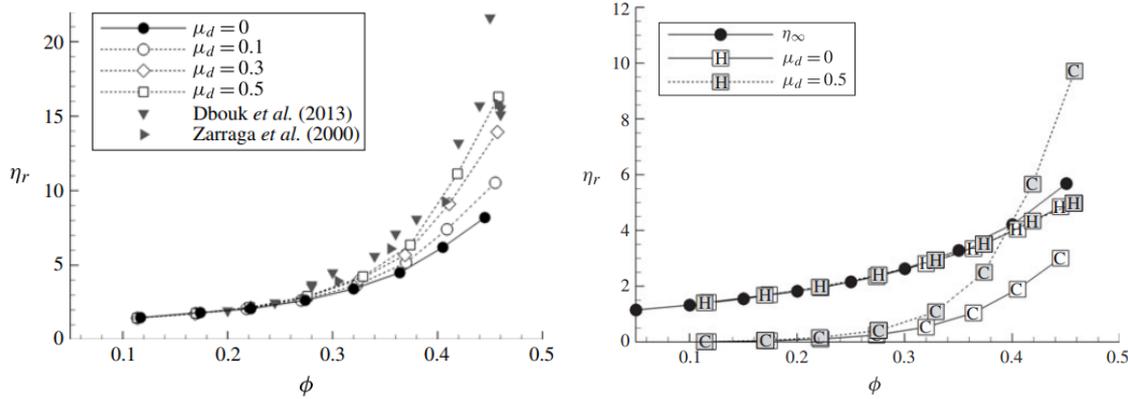


FIGURE 1.4 – Gauche : Evolution de la viscosité relative, notée ici η_r , en fonction de la fraction volumique ϕ pour différents coefficients de frottement inter-particulaire. Symboles : Mesures expérimentales de (▼) Dbouk et al. [2013] et (►) Zarraga et al. [2000]. Hauteur de rugosités : $h_r/a = 5.10^{-3}$. Droite : Contributions hydrodynamique (H) et de contact (C) à la viscosité relative η_s pour deux coefficients de friction différents $\mu = 0$ (blanc) et $\mu = 0.5$ (gris). η_∞ est la viscosité de la suspension non structurée (aléatoire). [Gallier et al., 2014]

En 2016, des simulations numériques [Peters et al., 2016] s'intéressent également à l'influence du coefficient de frottement μ_d (noté μ par les auteurs) et de la hauteur des rugosités sur l'évolution de la viscosité relative η_s . Plus particulièrement, les auteurs étudient l'évolution de la fraction volumique de blocage ϕ_m (noté ϕ^* par les auteurs) en fonction du coefficient de frottement solide. Ces résultats sont représentés sur la figure 1.5. Dans la gamme de hauteurs de rugosité étudiée, ils montrent que la hauteur des rugosités a peu d'influence sur la variation de la viscosité de la suspension η_s et sur la fraction volumique de blocage ϕ_m , à l'inverse du coefficient de friction μ_d . On observe qu'une augmentation du coefficient de 0 à 1 induit une diminution de ϕ_m de 0.7 à 0.56, venant appuyer les résultats obtenus pas Mari et al. [2014]. Cette dépendance de la fraction volumique de blocage ϕ_m vis à vis du coefficient de friction microscopique est également observé par Chatté et al. [2018] (voir figure 1.6). En effet, Chatté et al. [2018] étudient le comportement rhéologique d'une suspension rhéofluidifiante et mesurent via un AFM (Atomic Force Microscope), l'évolution du coefficient de frottement avec la force normale. Ils montrent qu'il existe une corrélation entre la fraction volumique de blocage ϕ_m qui augmente lorsque $\dot{\gamma}$ croît et le coefficient de frottement qui diminue quand, dans les expériences d'AFM, la force normale augmente. Comme nous le verrons dans la prochaine section, de récentes études montrent qu'une variation du coefficient de friction microscopique pourrait expliquer le comportement rhéofluidifiant de certaines suspensions généralement observé dans les suspensions non-browniennes concentrées et frictionnelles (autrement dit, lorsque la transition de rhéoépaississement est déjà dépassée).

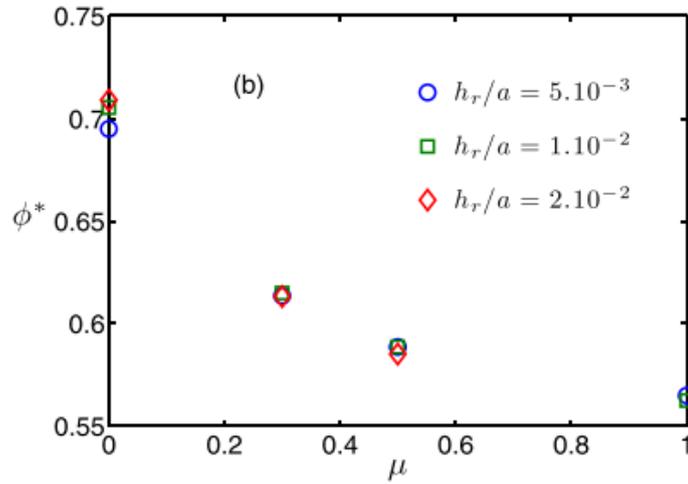


FIGURE 1.5 – Évolution de la fraction volumique de jamming ϕ_m (noté ici ϕ^*) en fonction du coefficient de friction μ pour différentes hauteurs de rugosité h_r/a . On observe notamment que ϕ_m décroît avec μ mais est quasiment indépendant de h_r/a . [Peters et al., 2016]

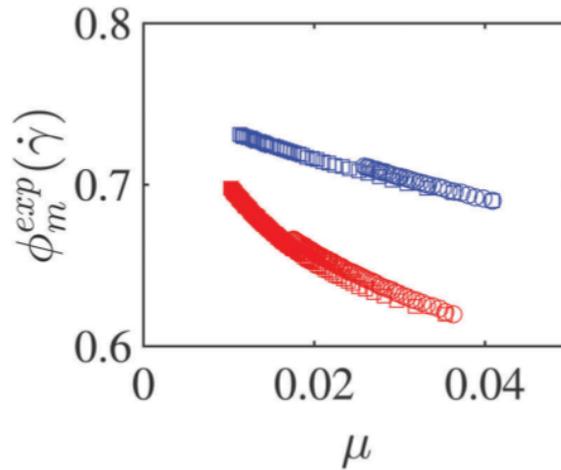


FIGURE 1.6 – Évolution de $\phi_m(\dot{\gamma})$ en fonction de μ pour 2 suspensions différentes (D1 & D2) composées de particules de PVC dans du Dinch. (□) : D2, $\phi = 0.64$; (○) : D2, $\phi = 0.6$; (□) : D1, $\phi = 0.6$; (○) : D1, $\phi = 0.55$ [Chatté et al., 2018]

1.3.2 Rhéologie à pression particulaire imposée

Au cours de la dernière décennie de nombreuses études se sont intéressées au rôle des forces de contact dans la rhéologie des suspensions et ont montré que les milieux granulaires secs et les suspensions pouvaient être décrits dans un cadre partagé. En 2011, Boyer et al. [2011] s'inspirent de la rhéologie granulaire et montrent que, dans le cas de suspensions très concentrées ($0.45 \leq \phi \leq 0.580$), le comportement de la suspension peut entièrement être caractérisé par le coefficient de friction effective μ , tel que $\tau = \mu(I_\nu) \times P^p$, ainsi que par la fraction volumique $\phi(I_\nu)$, tous deux fonctions uniques d'un nombre visqueux sans dimension :

$$I_\nu = \frac{\eta_0 \dot{\gamma}}{P^p} \quad (1.14)$$

où $P^p = \eta_n(\phi)\eta_0\dot{\gamma}$ est la pression particulaire. Le nombre adimensionné I_ν peut être perçu comme le rapport entre le temps visqueux de réarrangement $t_{micro} = \eta_0/P^p$ et le temps de déformation $t_{macro} = 1/\dot{\gamma}$, et s'inspire du nombre d'inertie I , connu pour contrôler de

manière fiable la rhéologie des matériaux granulaires denses. [Boyer et al. \[2011\]](#) effectuent des mesures à pression particulière imposée sur des suspensions très concentrées (I_ν très petit) : via leur dispositif expérimental, ils imposent à la fois la contrainte de cisaillement et la pression particulière tandis que la fraction volumique s'adapte. En imposant une contrainte de cisaillement très petite et une pression granulaire importante, leur dispositif expérimental leur permet d'explorer des fractions volumiques très grandes. Ils proposent une première loi constitutive où $\mu(I_\nu)$ est la somme de deux contributions (une première hydrodynamique μ^h et une seconde provenant des contacts μ^c) :

$$\mu(I_\nu) = \mu^c + \mu^h \quad (1.15)$$

où

$$\mu^c = \mu_1 + \frac{\mu_2 - \mu_1}{1 + I_0/I_\nu} \quad \& \quad \mu^h = I_\nu + \frac{5}{2} \phi_m I_\nu^{1/2} \quad (1.16)$$

En accord avec les valeurs que l'on trouve dans la littérature pour les milieux granulaires secs ou immergés, [Boyer et al. \[2011\]](#) déterminent $\mu_1 = 0.32$, $\mu_2 = 0.7$ et $I_0 = 0.005$. μ^h est établi de telle manière à retrouver la viscosité d'Einstein en régime très dilué. Les auteurs proposent également une seconde loi constitutive :

$$\phi(I_\nu) = \frac{\phi_m}{1 + I_\nu^n} \quad \text{avec} \quad n = 1/2 \quad (1.17)$$

En utilisant les expressions 1.15, 1.16 et 1.17, on peut déduire la variation des viscosités relatives de cisaillement et normale avec la fraction volumique :

$$\eta_s(\phi) = 1 + \frac{5}{2} \phi \left(1 - \frac{\phi}{\phi_m}\right)^{-1} + \mu^c(\phi) \eta_n(\phi) \quad \text{où} \quad \eta_n(\phi) = \left(\frac{\phi}{\phi_m - \phi}\right)^2 \quad (1.18)$$

La viscosité normale η_n est définie telle que $\eta_n = \Sigma_{11}/\eta_0 \dot{\gamma}$ et, suivant certains modèles théoriques (comme le Suspension Balance Model, détaillé en section 1.4.1) joue un rôle central pour comprendre la migration induite par cisaillement. L'évolution de ϕ avec I_ν est tracée sur la figure 1.7 où est aussi présenté l'ajustement des données expérimentales par l'équation 1.17. Ce modèle est plus tard globalement confirmé par [Gallier et al. \[2014\]](#) via une étude numérique, mais les auteurs notent que, pour les grandes valeurs de I_ν (i.e. des valeurs modérées de ϕ), les résultats numériques s'éloignent un peu des lois proposées par Boyer pour $\phi(I_\nu)$ (eq. 1.17) et $\mu(I_\nu)$ (eq. 1.16).

1.3.3 Comportement non newtonien

Les suspensions peuvent présenter des comportements rhéologiques divers et variés avec une viscosité qui varie avec le taux de cisaillement (ou la contrainte). Le comportement de la suspension est qualifié de rhéoépaississant si la viscosité augmente avec le taux de cisaillement, et de rhéofluidifiant si η diminue avec $\dot{\gamma}$. En vérité, les deux comportements peuvent être observés pour une seule et même suspension suivant le domaine de cisaillement étudié. [Chatté et al. \[2018\]](#) mettent en évidence une succession de deux régimes rhéofluidifiants séparés par un régime rhéoépaississant (on parle alors de transition de rhéoépaississement). Je tente ici, brièvement, d'expliquer les divers processus susceptibles d'être à l'origine de ces différents régimes. Après avoir brièvement discuté du premier régime de rhéofluidification et rappelé comment la transition de rhéoépaississement peut être expliquée par une transition d'un régime non-frictionnel vers un régime frictionnel, je m'attarderai sur la rhéofluidification observée après la transition de rhéoépaississement, en m'appuyant notamment sur les récents travaux de [Chatté et al. \[2018\]](#) et [Lobry et al. \[2019\]](#).

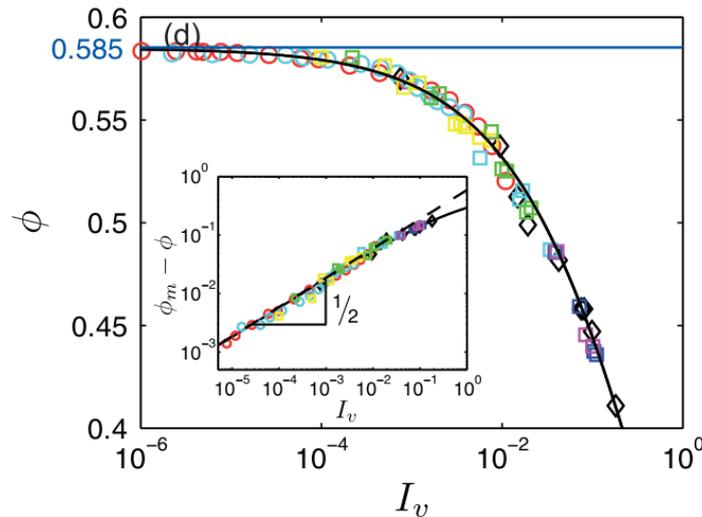


FIGURE 1.7 – Evolution de la fraction volumique $\phi(I_v)$. Symboles : expériences. Ligne : Fit des mesures expérimentales de Boyer et al. [2011] (eq. 1.17) avec $\phi_m = 0.585$ et $n = 0.5$. [Gallier et al., 2014]

1.3.3.1 Premier régime rhéofluidifiant et transition rhéoépaississante

Le premier régime de rhéofluidification, qui a lieu à faible contrainte, est caractérisé par une rhéologie non frictionnelle et peut être expliqué par une diminution de la fraction volumique effective lorsqu'on accroît la pression inter-particulaire, abaissant de facto la viscosité. Cette diminution de la fraction volumique effective trouve son origine au niveau de forces répulsives à courte portée entre les particules qui composent la suspension [Mari et al., 2014; Seto et al., 2013]. En effet, pour des contraintes basses, en raison d'un potentiel répulsif, le système se compose de particules dont le rayon apparent est plus grand que le rayon réel des particules : le système s'apparente à une suspension de particules "molles", composées d'un "noyau dur" auquel s'ajoute une couche non frictionnelle dont la longueur est caractéristique de la force répulsive. Lorsque la contrainte augmente, l'épaisseur de cette couche non frictionnelle diminue (autrement dit le rayon apparent des particules diminue) abaissant ainsi la fraction volumique apparente de la suspension et par conséquent sa viscosité au fur et à mesure que la contrainte appliquée augmente (exemple sur la figure 1.8 pour les faibles taux de cisaillement).

Lorsqu'on accroît suffisamment la pression particulaire, les particules entrent en contact direct via leurs rugosités et au fur et à mesure que la contrainte appliquée (ou la pression) croît, le nombre de contacts directs entre particules augmente et la rhéologie de la suspension transite d'un régime non-frictionnel vers un régime de plus en plus frictionnel. Comme nous l'avons vu précédemment, Mari et al. [2014] ont étudié cette transition par le biais de simulations numériques et ont mis en évidence des transitions de rhéoépaississement plus ou moins marquées en fonction de la concentration en particules (figure 1.8). Une dernière remarque très intéressante concerne le graphe de droite de la figure 1.8. Mari et al. [2014] mettent en évidence que, cette transition de rhéoépaississement a lieu pour une contrainte de cisaillement critique dont la valeur est indépendante de la fraction volumique de particules, ce qui avait déjà été observé expérimentalement, par exemple dans les travaux de Maranzano and Wagner [2001]. Ce dernier point suggère notamment que le paramètre de contrôle important dans une suspension non-brownienne n'est pas le taux de cisaillement mais *la contrainte de cisaillement*.

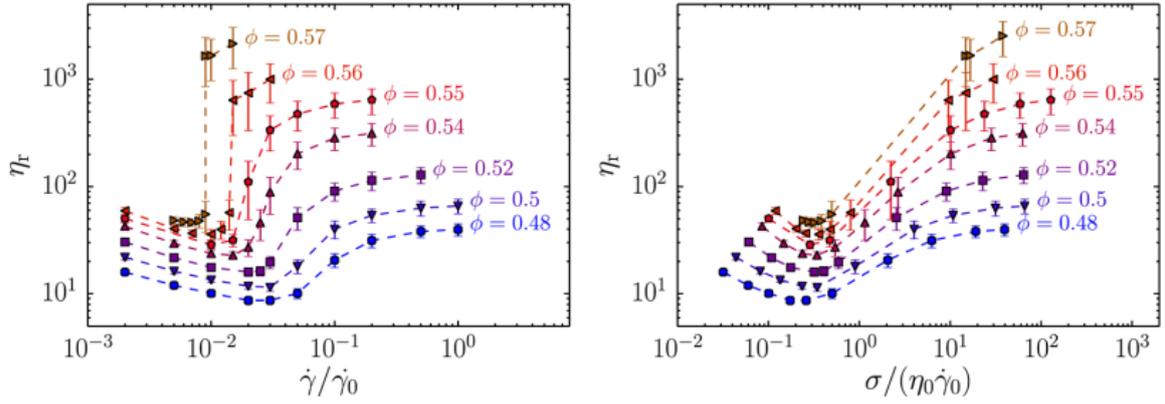


FIGURE 1.8 – Gauche : Évolution de la viscosité relative en fonction du taux de cisaillement normalisé. Droite : Évolution de la viscosité relative en fonction de la contrainte de cisaillement normalisée par une contrainte critique. $\mu_d = 1$, $0.48 \leq \phi \leq 0.57$. [Mari et al., 2014]

1.3.3.2 Second régime rhéofluidifiant

Un second régime rhéofluidifiant a lieu après la transition de rhéoépaississement. Dans ce cas, la suspension est frictionnelle, comme c'est le cas pour une suspension non-brownienne et non-colloïdale "ordinaire" ¹. Dans un premier temps, Acrivos et al. [1994] proposent d'expliquer la rhéofluidification qu'ils observent dans un écoulement de Couette cylindrique par la différence de densité entre les particules et le fluide suspendant. Leur raisonnement est le suivant : si les particules sont plus denses que le fluide dans lequel elles sont immergées, elles tendent à sédimenter formant une couche qui a une concentration en particules plus élevée que la concentration moyenne de la suspension. Au fur et à mesure que la suspension est cisillée, l'écoulement tend à homogénéiser la suspension, d'autant plus efficacement que la contrainte de cisaillement est grande, ce qui se traduit par une baisse de la viscosité apparente de la suspension. Si cette explication prend sens dans le cas d'écoulement de Couette cylindrique, elle n'est pas satisfaisante pour expliquer la rhéofluidification également observée dans d'autres géométries. Par exemple, on peut facilement montrer que, dans un écoulement rotatif plan plan, la resuspension conduit à une augmentation de la viscosité mesurée, ce qui est contradictoire avec cette explication ! Plus tard, Vázquez-Quesada et al. [2016] expliquent quant à eux la rhéofluidification d'une suspension par un comportement rhéofluidifiant du liquide suspendant, lorsqu'il est très fortement cisillé entre les particules solides de la suspension. Mais les auteurs observent eux mêmes [Vázquez-Quesada et al., 2017] que ce mécanisme n'est pas générique et ne permet d'expliquer la rhéofluidification dans tous les cas où elle est observée. Un peu plus tard, Chatté et al. [2018] et Lobry et al. [2019] proposent une nouvelle explication basée sur la décroissance du coefficient de frottement solide μ_d lorsque la force normale entre particules augmente. C'est ce dernier mécanisme que je rapporte ici.

Cette explication qui relie le comportement rhéofluidifiant des suspensions à un coefficient de frottement variable entre les particules a été étudié par Lobry et al. [2019] via des simulations numériques basées sur le modèle de Brizmer et al. [2007], ainsi que par Chatté et al. [2018] via des expériences de mesure de μ_d et de ϕ_m . Lobry et al. [2019]

1. en réalité, les forces colloïdales sont négligeables devant les autres forces (hydrodynamiques, frottement)

considèrent que les particules entrent en contact élastique via une ou quelques rugosités seulement (modèle mono-aspérité), représentées par des demi-sphères (voir figure 1.9). Dans de telles conditions, on s'attend à ce que le coefficient de frottement μ_d décroisse avec la charge normale, contrairement à la loi de Coulomb où μ_d reste constant.

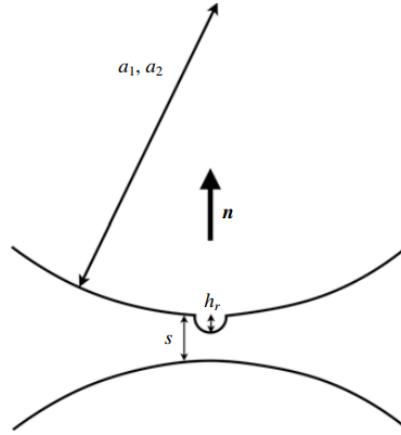


FIGURE 1.9 – Schéma de la modélisation d'une rugosité d'une particule entrant en contact avec la surface lisse d'une particule voisine. s : distance de séparation hydrodynamique entre les deux particules, h_r : taille de la rugosité, $a_{1,2}$: rayon de la particule. [Lobry et al., 2019]

Suivant la théorie de Hertz, l'aire de la zone de contact élastique $A_{contact}$ entre une sphère et un plan varie selon $F_N^{2/3}$ (F_N est la force normale, F_T est la force tangentielle), ce qui donne :

$$\mu_d = \frac{F_T}{F_N} \propto \frac{A_{contact}}{F_N} \propto \frac{F_N^{2/3}}{F_N} = F_N^{-1/3} \quad (1.19)$$

Au delà d'une certaine force critique L_c , le contact se plastifie et le coefficient de frottement tend vers une constante. C'est cette transition d'un régime élastique vers un régime plastique que représente le modèle numérique de Brizmer et al. [2007]. Le coefficient de frottement variable est établi tel que :

$$\mu_d = 0.27 \coth \left[0.27 \left(\frac{|F_N|}{L_c} \right)^{0.35} \right] \quad (1.20)$$

Dans une suspension non-brownienne, les études numériques de Lobry et al. [2019] montrent que la force normale que subissent les particules est donnée par $F_N \approx 6\pi\tau a^2$. Ainsi, le modèle de Brizmer et al. [2007] montre que lorsque la contrainte de cisaillement τ croît, le coefficient de frottement μ_d diminue puis tend vers une constante lorsque τ devient très grand. Afin de corroborer l'explication selon laquelle le second régime de rhéofluidification provient d'une diminution de μ_d , Lobry et al. [2019] ont déduit l'évolution de la viscosité relative prédite par leur modèle en fonction de τ . Ils ont ensuite comparé ces prédictions à des mesures expérimentales effectuées en géométrie plan-plan (voir la figure 1.10). Le très bon accord entre leurs mesures expérimentales et les prédictions de leur modèle corrobore l'explication selon laquelle la rhéofluidification dans le régime frictionnel (après la transition de rhéoépaississement) provient d'une diminution du coefficient de frottement quand la contrainte de cisaillement augmente.

Les travaux de Lobry et al. [2019] font écho aux travaux de Chatté et al. [2018] qui ont mesuré simultanément les forces tangentielle et normale entre une paire de particules de

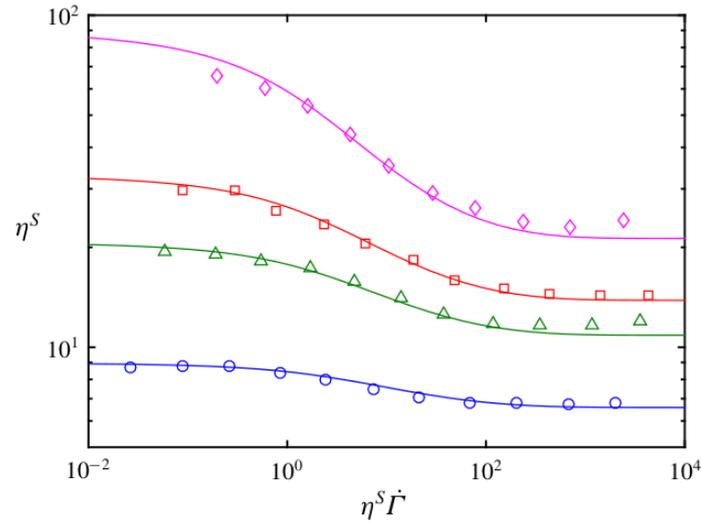


FIGURE 1.10 – Lignes colorées : viscosité déduite de simulations en considérant un coefficient de frottement variable, lui-même contrôlé par la contrainte de cisaillement. Symboles : expériences réalisées en écoulement rotatif plan plan pour différentes concentrations. (○) : 40%; (△) : 45%; (□) : 47%; (◇) : 50%. [Lobry et al., 2019]

PVC grâce à un microscope à force atomique (AFM) muni d'un diapason à quartz (schématisé sur la figure 1.11-Gauche). A partir de ces mesures, [Chatté et al. 2018] ont déduit la variation du coefficient de frottement solide inter-particulaire avec la force normale, $\mu_d = F_T/F_N$. La figure 1.11 illustre la décroissance de μ_d avec F_N , passant de 0.12 à 0.03 quand la force normale F_N croît de 10 à $2 \cdot 10^3$ nN. [Chatté et al. 2018] mesurent également la viscosité de suspensions de particules de PVC et sa variation avec la contrainte de cisaillement. Ils montrent qu'il existe une corrélation entre la fraction volumique de blocage ϕ_m et le coefficient de frottement entre les particules μ_d (voir figure 1.6).

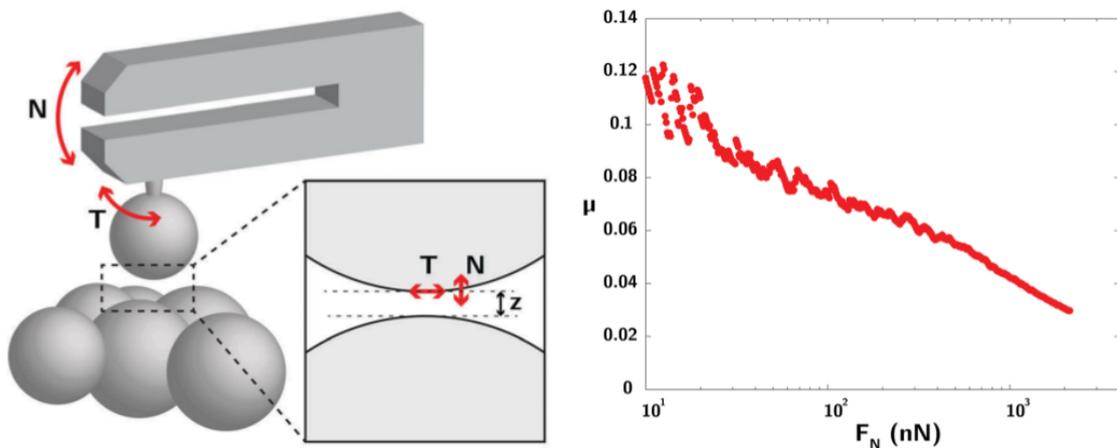


FIGURE 1.11 – Gauche : Schéma du dispositif expérimental utilisé par [Chatté et al. 2018] pour mesurer les forces normale et tangentielle entre une paire de particules de PVC. Une particule de PVC est attachée au diapason qui oscille normalement et tangentiellement par rapport à la particule collée sur un substrat. Droite : Variation du coefficient de friction microscopique $\mu_d = F_D^T/F_N$ en fonction de la force normale F_N . [Chatté et al., 2018]

Pour résumer, plus la force normale qui est proportionnelle à la contrainte de cisaillement est importante, plus le coefficient de frottement μ_d est petit. Or, plus μ_d est faible,

plus ϕ_m est grand, et donc plus la suspension s'écoule facilement. Il apparaît donc naturel qu'un moyen de capturer la rhéofluidification d'une suspension est d'introduire une fraction volumique de blocage ϕ_m qui dépend de la contrainte de cisaillement (voir figure 1.12). Cette dépendance de ϕ_m en τ est notamment utilisée tout au long de ce manuscrit.

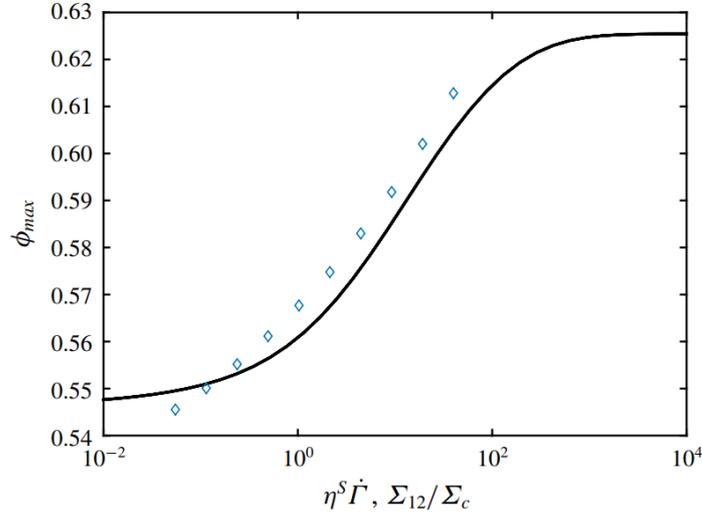


FIGURE 1.12 – Évolution de la fraction volumique de blocage en fonction de la contrainte de cisaillement réduite. Ligne : modèle. (\diamond) : expériences. Σ_c est une contrainte critique telle que $L_c = \Sigma_c \times (6\pi a^2)$ [Lobry et al., 2019]

1.3.4 Les inversions de cisaillement

Une expérience d'inversion du sens de cisaillement est une expérience où la suspension est cisailée à une certaine contrainte dans une direction donnée puis la direction du cisaillement est inversée tout en maintenant la contrainte constante. Gadala-Maria and Acrivos [1980] observent les premiers, lors d'une telle inversion pour des suspensions concentrées ($0.3 < \phi < 0.5$), un régime transitoire de la viscosité durant lequel η chute brusquement au moment de l'inversion et passe par un minimum avant de recroître progressivement jusqu'à la valeur de plateau qu'elle avait avant l'inversion. Ils observent notamment que la durée de ce régime transitoire dépend du taux de cisaillement appliqué (figure 1.13 - gauche) mais qu'en traçant les courbes en fonction de la déformation cumulée à partir du moment de l'inversion (figure 1.13 - droite), on obtient une courbe maîtresse dépendant uniquement de la fraction volumique. Ils interprètent ce transitoire par un changement de microstructure induit par l'écoulement.

Plus tard, différentes études expérimentales [Blanc et al., 2013; Gao et al., 2010; Parsi and Gadala-Maria, 1987] et numériques [Bossis and Brady, 1984; Bricker and Butler, 2007] confirment cette interprétation et démontrent que, dans le cas d'un cisaillement simple, la probabilité d'observer une paire de particules au contact est plus grande suivant l'axe de compression que suivant l'axe de dilatation. Ainsi, au moment d'une inversion du sens de cisaillement, les axes de compression et de dilatation s'inversent instantanément, la microstructure asymétrique se brise pour se reformer suivant les nouvelles directions de l'écoulement. Peters et al. [2016] effectuent des simulations d'inversions de cisaillement, pour des déformations γ de l'ordre de 10, en faisant varier la concentration ϕ , la hauteur des rugosités des particules h_r et le coefficient de friction inter-particulaire μ_d . La

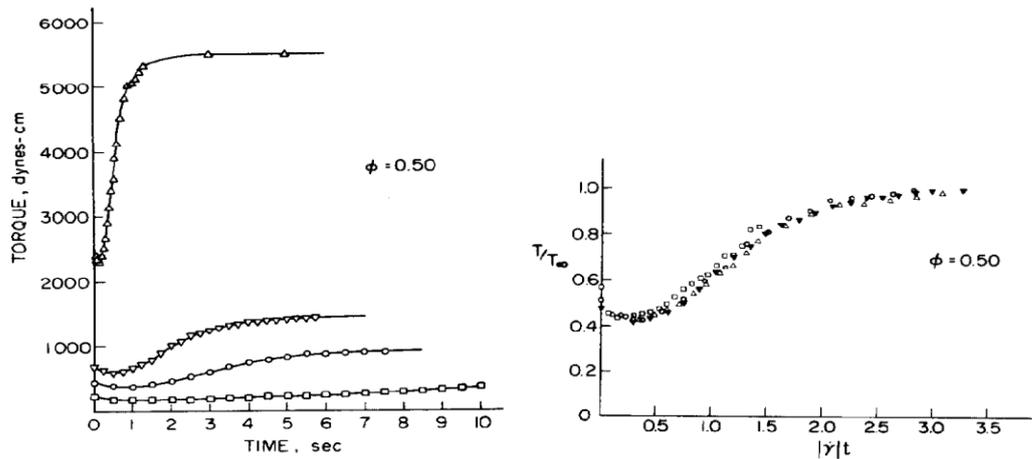


FIGURE 1.13 – Gauche : Transitoire du couple en fonction du temps suite à une inversion de sens de cisaillement, pour une suspension de particules de polystyrène (diamètre : 40 - 50 μm) concentrées ($\phi = 0.50$) dans une huile silicone. Droite : Transitoire du couple réduit en fonction de la déformation pour la même suspension. (\square) $\dot{\gamma} = 0.15s^{-1}$. (\circ) $\dot{\gamma} = 0.38s^{-1}$. (∇) $\dot{\gamma} = 0.60s^{-1}$. (Δ) $\dot{\gamma} = 2.4s^{-1}$. [Gadala-Maria and Acrivos, 1980]

figure 1.14 représente l'évolution de la viscosité relative η_s en fonction de la déformation γ lors d'une inversion de cisaillement pour une suspension concentrée ($\phi = 0.45$), de particules rugueuses ($h_r/a = 5.10^{-3}$) et frictionnelles ($\mu_d = 0.5$). Les contributions hydrodynamiques et des contacts à la viscosité, notées respectivement η^H et η^C , sont également tracées.

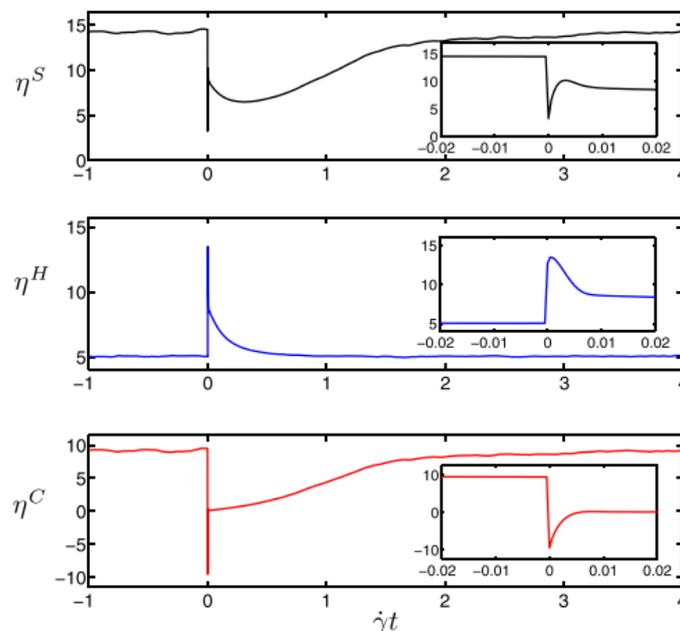


FIGURE 1.14 – Haut : évolution de la viscosité relative η_s en fonction de la déformation γ lors d'une inversion de cisaillement ($\phi = 0.45$, $\mu = 0.5$, $h_r/a = 5.10^{-3}$). Milieu : contribution hydrodynamique à la viscosité, η^H . Bas : contribution des contacts à la viscosité, η^C . Les cadres représentent la dynamique rapide ayant lieu lors de l'inversion pour visualiser la relaxation des forces de contact. L'inversion a lieu à $t = 0$. [Peters et al., 2016]

Concentrons nous dans un premier temps sur l'échelle des temps courts (les encadrés de la figure 1.14). On observe que, juste au moment de l'inversion, η_s chute instantanément, η^H est maximum tandis que η^C devient instantanément négatif. Les auteurs interprètent ces différentes évolutions ainsi :

- (i) Au moment de l'inversion, les particules voisines sont toujours en contact direct. Cependant, en raison de l'inversion des axes de compression et dilatation de l'écoulement qui a lieu instantanément avec l'inversion de sens de cisaillement, ces forces de contacts, répulsives jusque là, deviennent instantanément propulsives dans le nouvel écoulement (cela explique le changement de signe de η^C). Ensuite, très rapidement, les forces de contact relaxent.
- (ii) Les forces de lubrification, quant à elles, sont maximum puisque les particules au contact sont très proches les unes des autres et doivent se séparer "rapidement", ce qui explique le bond de η^H . Ensuite les forces de lubrification ne font que décroître quand la distance entre les particules qui étaient au contact augmente.

La figure 1.15 présente un schéma récapitulatif du processus mis en jeu à cette échelle de déformation.

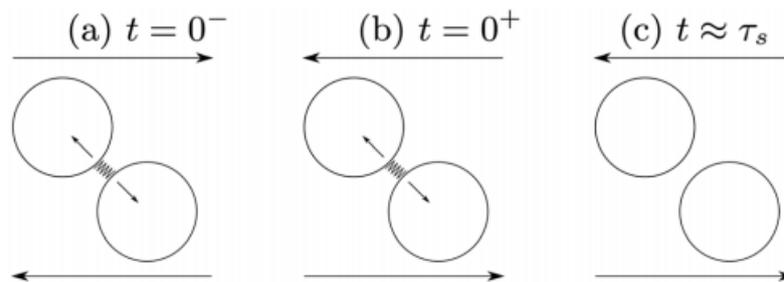


FIGURE 1.15 – Schéma explicatif du processus mis en jeu lors d'une inversion de sens de cisaillement pour une paire de particules alignées initialement suivant l'axe de compression d'un cisaillement simple ambiant (a) avant inversion, (b) juste après inversion, et enfin (c) suite à la relaxation des forces de contacts. [Peters et al., 2016]

Passons maintenant sur l'échelle de déformation plus longue. Sur la figure 1.16, nous observons que η_s passe par un minimum η_{min} avant de croître progressivement jusqu'à la valeur plateau qu'elle avait avant l'inversion. η^H , après avoir atteint son maximum sur l'échelle de déformation courte, décroît progressivement pour atteindre rapidement sa valeur stationnaire, en une déformation caractéristique de l'ordre de 0.5. Enfin, η^C augmente progressivement pour ré-atteindre sa valeur plateau en une déformation caractéristique plus importante que pour η^H . Ces différentes évolutions s'expliquent par l'émergence de nouveaux contacts se formant entre les particules solides selon la restructuration imposée par le nouvel écoulement. Petit à petit, les contacts se reforment, ce qui, d'une part se traduit par l'augmentation de η^C et d'autre part par une diminution de η^H puisque les contacts nouvellement formés réduisent fortement le mouvement relatif des particules.

On comprend finalement que la viscosité au voisinage du minimum est celle d'une suspension à peu près déstructurée tandis que la viscosité stationnaire correspond à la viscosité d'une suspension dans laquelle la géométrie de l'écoulement impose aux particules d'être en contact suivant l'axe de compression. On peut en déduire que la différence

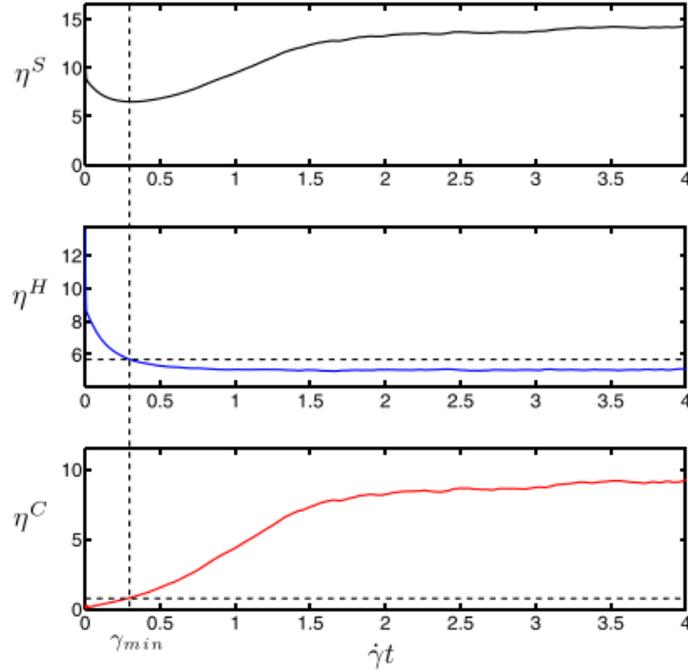


FIGURE 1.16 – Haut : Évolution de la viscosité relative de la suspension en fonction de la déformation suite à une inversion de sens de cisaillement. Milieu : Contribution hydrodynamique à la viscosité. Bas : Contribution des contacts à la viscosité. [Peters et al., 2016]

entre la viscosité stationnaire η_s et le minimum de viscosité atteint lors de l'inversion (figure 1.16) correspond approximativement à la contribution des contacts à la viscosité. Pour être plus précis, Peters et al. [2016] déterminent que cette différence correspond en réalité à 85% de "la viscosité de contact" pour des suspensions de particules sphériques (voir figure 1.17). Une dernière remarque concerne la contribution hydrodynamique à la viscosité de la suspension. Précédemment, j'ai présenté la figure 1.4 (droite) où on observe, entre autres, que la contribution hydrodynamique à la viscosité η^H est environ équivalente à la viscosité dite aléatoire de la suspension, noté η_∞ , obtenue par Sierou and Brady [2002]. Dans leurs simulations, les particules sont placées aléatoirement et la viscosité est mesurée avant que la suspension "ait le temps" ² de se structurer sous l'effet du cisaillement. Gallier et al. [2014] soulignent que ce résultat témoigne d'un faible impact de la microstructure anisotrope sur η^H , autre preuve d'une viscosité quasi-hydrodynamique juste au moment d'une inversion de cisaillement ($\eta^H \approx \eta_\infty$).

². en réalité, il vaudrait mieux dire "soit trop déformée", car ici c'est bien la déformation γ qui compte et pas le temps t

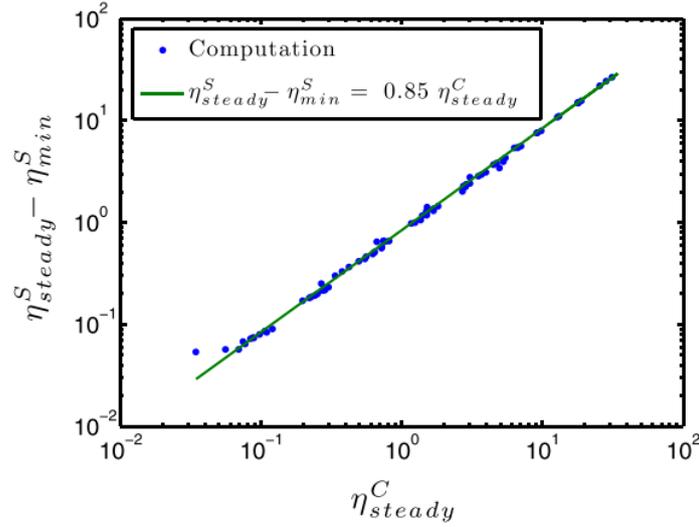


FIGURE 1.17 – Différence entre la viscosité stationnaire η_s et le minimum de viscosité, soit $\eta_s - \eta_{min}$, en fonction de la viscosité de contact pour : $0.25 \leq \phi \leq 0.5$; $h_r/a = 5.10^{-3}; 10^{-2}; 2.10^{-2}$; $\mu = 0; 0.3; 0.5; 1$. [Peters et al., 2016]

1.4 Contraintes normales à l'origine des phénomènes de migration

Parmi les multiples phénomènes complexes que l'on observe dans les suspensions, la migration de particules induite par cisaillement occupe une place de choix et a reçu une attention toute particulière au cours des dernières décennies. Si celle-ci peut être due à des effets inertiels [Segre and Silberberg, 1962], elle est également susceptible d'apparaître à faible nombre de Reynolds. Dans un premier temps, il a été montré que les particules ont tendance à migrer depuis les régions du matériau fortement cisailées vers celles qui le sont moins. Par exemple, dans un écoulement de Poiseuille, les particules migrent vers le centre du tube [Butler and Bonnecaze, 1999; Hampton et al., 1997; Koh et al., 1994; Snook et al., 2016]. Dans un écoulement de Couette cylindrique à large entrefer, elles migrent vers le cylindre externe [Abbott et al., 1991; Chow et al., 1994; Graham et al., 1991; Sarabian et al., 2019]. Cependant, la migration des régions fortement cisailées vers celles qui le sont moins n'est pas une généralité. Par exemple, dans une géométrie cône-plan, où le taux de cisaillement est constant, il a été montré que les particules migrent vers l'extérieur [Chow et al., 1995]. Au contraire, dans un écoulement rotatif plan-plan, il n'y a pas [Chapman, 1990; Chow et al., 1994] ou peu [Merhi et al., 2005] de migration alors que le taux de cisaillement croît linéairement de 0 au niveau de l'axe de rotation jusqu'à $\Omega R/h$ (R et h étant respectivement le rayon des deux disques et la hauteur de l'entrefer les séparant).

Je rappelle que la contrainte totale subie par le matériau peut se décomposer comme la somme de 2 contraintes d'origine différente Batchelor [1970] :

$$\Sigma = \Sigma^f + \Sigma^p \quad \text{avec} \quad \Sigma^f = -p\mathbf{I} + 2\eta_0\dot{\epsilon} \quad (1.21)$$

Σ^f comprend la contrainte due au fluide suspendant. Σ^p , nommée "contrainte particulaire", traduit la contribution des particules sous forme d'interactions hydrodynamiques et sous forme de contacts directs. Comme nous le verrons dans la partie 1.4.1, Morris and Boulay [1999] suggèrent que ce sont ces contraintes particulières qui sont responsables des phénomènes de migration et de resuspension des particules dans une sus-

pension. Plus tard, [Lhuillier \[2009\]](#) précise que ce n'est pas la contrainte particulière dans sa globalité qui est responsable des phénomènes cités, mais bien la contrainte Σ^c , qui trouve son origine dans les contacts directs entre particules.

1.4.1 Le Suspension Balance Model

Le rôle des contraintes normales particulières vis-à-vis du phénomène de migration dans le cas d'un écoulement visqueux et non-brownien ($Re \ll 1$ et $Pe \gg 1$) est expliqué par [Nott and Brady \[1994\]](#) qui relie le flux migratoire de particules à un gradient de pression particulière :

$$\vec{j}_\perp \propto -\vec{\nabla}\Pi^p \quad (1.22)$$

[Morris and Boulay \[1999\]](#) étendent ce modèle pour tenir compte de l'anisotropie des contraintes normales particulières. A partir des équations de conservation de la masse et du mouvement, ils établissent un modèle diphasique pour une suspension monodisperse de particules rigides, sphériques de rayon a , suspendues dans un fluide newtonien. Le flux migratoire s'y écrit :

$$\vec{j}_\perp = \frac{2a^2}{9\eta_s} f(\phi) [\vec{\nabla} \cdot \Sigma^p + \phi \Delta \rho \vec{g}] \quad (1.23)$$

$f(\phi)$ est la fonction "de freinage" qui rend compte de la diminution de la vitesse de sédimentation d'une particule induite par la présence des autres particules. Elle est généralement prise de la forme [\[Richardson and Zaki, 1954\]](#) :

$$f(\phi) = (1 - \phi)^\alpha \quad \text{avec} \quad \alpha = 4 \quad \text{ou} \quad 5 \quad (1.24)$$

La contrainte particulière s'écrit, quant à elle, sous la forme :

$$\Sigma^p = -\eta_0 \dot{\gamma} \mathbf{Q}(\phi) + 2\eta_0 \eta_s^p(\phi) \dot{\epsilon} \quad \text{avec} \quad \mathbf{Q} = \eta_n^p(\phi) \hat{\mathbf{Q}} = \eta_n^p(\phi) \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \lambda_2^p & 0 \\ 0 & 0 & \lambda_3^p \end{pmatrix} \quad (1.25)$$

Je rappelle que les indices 1, 2 et 3 renvoient respectivement aux directions de la vitesse, du gradient de vitesse et de la vorticit . Le param tre η_s^p d crit la contribution des particules   la viscosit  relative de cisaillement tandis que la fonction η_n^p correspond   une viscosit  normale adimensionn e, d finie par le rapport $\Sigma_{11}^p / (-\eta_0 \dot{\gamma})$. Les param tres λ_2^p et λ_3^p d crivent l'anisotropie des contraintes normales. Afin de rendre compte de l'absence de migration en  coulement stationnaire rotatif plan-plan [\[Chow et al., 1994\]](#), [Morris and Boulay \[1999\]](#) d terminent $\lambda_3^p = 0.5$, dont la valeur est ensuite confirm e par d'autres travaux [\[Dbouk et al., 2013; Gallier et al., 2014\]](#). En analysant les profils stationnaires de fraction volumique mesur s par [Chapman \[1990\]](#), [Phillips et al. \[1992\]](#) (Couette large entrefer) et [Chow et al. \[1994\]](#) (c ne-plan), [Morris & Boulay](#) d terminent $\lambda_2^p \approx 0.8$. Enfin, gr ce aux mesures de ϕ en r gime transitoire dans un  coulement de Couette cylindrique [\[Phillips et al., 1992\]](#), [Morris and Boulay \[1999\]](#)  tablissent une expression pour $\eta_n^p(\phi)$. Ils proposent la loi empirique :

$$\eta_n^p = K_n \left(\frac{\phi / \phi_m}{1 - \phi / \phi_m} \right)^2 \quad (1.26)$$

avec $K_n = 0.75$ et $\phi_m = 0.68$. Plus tard, [Gallier et al. \[2014\]](#) ajustent cette loi avec les r sultats de leurs simulations et les mesures exp rimentales de [Dbouk et al. \[2013\]](#) pour  tablir : $K_n = 1.13$ et $\phi_m = 0.58$. De leur c t , [Boyer et al. \[2011\]](#)  tablissent $K_n = 1$ et

$\phi_m = 0.585$.

Dans le SBM de [Morris and Boulay \[1999\]](#) les valeurs des paramètres d'anisotropie λ_2^p et λ_3^p sont fixées ($\lambda_2^p = 0.8$ et $\lambda_3^p = 0.5$) et sont supposées indépendantes de ϕ . Les auteurs remarquent toutefois eux-mêmes que cette simplification n'est certainement pas valide de manière générale mais permet d'obtenir des résultats qualitativement corrects. Plus tard, des résultats numériques [[Gallier et al., 2014](#)] et expérimentaux [[Dbouk et al., 2013](#)] viennent confirmer que $\lambda_3^p \approx 0.5$ et $\lambda_2^p \approx 1$ et montrent une faible variation de λ_2^p et λ_3^p avec la fraction volumique. [Lhuillier \[2009\]](#) propose un modèle qui suggère que seules la contribution des contacts, soit Σ^c , doit être introduite dans le SBM en lieu et place de la contrainte particulaire Σ^p . Les paramètres usuels η_n^p et λ_i^p sont ainsi remplacés par η_n^c et λ_i^c . Je tiens néanmoins à souligner que, d'un point de vue pragmatique, la nature exacte de la contrainte particulaire que l'on doit considérer dans le SBM ne devrait pas impacter considérablement les prédictions du SBM, et ce pour deux raisons. La première est qu'il a été montré que les contraintes dues aux contacts gouvernent la rhéologie des suspensions frictionnelles dès que la concentration est suffisamment grande ($\phi > 0.4 - 0.45$) [[Gallier et al., 2014](#)]. Ainsi, le fait de considérer Σ^p au lieu de Σ^c ne devrait pas induire de changements significatifs dans les prédictions. La seconde est que [Morris and Boulay \[1999\]](#) estiment la valeur de ces paramètres en les ajustant pour que le modèle puisse bien représenter des observations expérimentales de migration, sans faire d'hypothèses sur la nature exacte de ces contraintes. La nature exacte des contraintes intervenant dans le SBM posant encore de nombreuses questions ouvertes, j'utilise dans la suite de ce manuscrit les termes λ_2 , λ_3 et $\eta_n(\phi)$ pour décrire le SBM, sans présager de la nature de la contrainte à l'origine des phénomènes de migration.

1.5 La resuspension visqueuse induite par cisaillement

Un exemple particulier de migration induite par cisaillement est la resuspension visqueuse où un lit initial de particules plus denses que la matrice liquide s'étend verticalement vers le haut lorsqu'un écoulement horizontal a lieu. La resuspension visqueuse a été pour la première fois observée par [Gadala-Maria and Acrivos \[1980\]](#) et ensuite expliquée par [Leighton and Acrivos \[1986\]](#) et [Acrivos et al. \[1993\]](#), qui ont démontré que la hauteur de la couche de particules resuspendue est le résultat d'une compétition entre le flux gravitationnel vers le bas et un flux de diffusion dirigé vers le haut et induit par le cisaillement. Je détaille dans cette section ce premier modèle établi par [Acrivos et al. \[1993\]](#) dans le cadre de la resuspension puis, à partir du *Suspension Balance Model* dont les équations ont été vues dans la section 1.4.1, j'explique brièvement les travaux de [Zarraga et al. \[2000\]](#) pour établir une relation entre Σ_{33}^p et $\dot{\gamma}$.

1.5.1 Modèle diffusif de la resuspension

1.5.1.1 Hauteur de resuspension

La resuspension visqueuse ($Re \ll 1$) est un phénomène de migration de particules solides induite par cisaillement, qui vient s'opposer à la sédimentation. Dans le cas d'un écoulement de Couette cylindrique, c'est une migration selon la direction 3, celle de la vorticit , qui est mise en jeu. Le cisaillement se situe dans le plan (r, θ) et la resuspension s'effectue perpendiculairement à ce plan (direction z). Ce phénomène, observé pour la première fois par [Gadala-Maria \[1979\]](#), est interprété par un processus de diffusion induit

par le cisaillement par [Acrivos et al. \[1993\]](#) qui tentent de prédire la hauteur stationnaire de la couche resuspendue de sédiments. Une couche de particules sédimentées de hauteur initiale h_0 est cisailée dans un rhéomètre de Couette à faible entrefer pour différents taux de cisaillement et ce, pour différentes suspensions. Pour chaque expérience, la hauteur de la couche resuspendue, h , est mesurée puis comparée aux prédictions d'un modèle diffusif (voir figures 1.18 & 1.19) [[Acrivos et al., 1993](#); [Leighton and Acrivos, 1986](#)]. Ce modèle théorique part du principe que le flux de particules "vers le bas" dû à la gravité et le flux "vers le haut" dû au cisaillement s'équilibrent lorsque l'écoulement est stationnaire. Ces flux s'écrivent respectivement :

$$N_s = \frac{2}{9} \frac{\phi f(\phi)}{\eta_r} \frac{a^2 g \Delta \rho}{\eta_0} \quad \& \quad N_r = -D_r \frac{d\phi}{dz} \quad (1.27)$$

où $\Delta \rho$ correspond à la différence de masse volumique entre les particules et le fluide suspendant, a est le rayon des particules et D_r est un coefficient de diffusion qui dépend du taux de cisaillement, de la taille des particules et de la fraction volumique locale : $D_r = \hat{D}_r(\phi) \dot{\gamma} a^2$ avec $\hat{D}_r \sim \frac{1}{3} \phi^2 (1 + 0.5 e^{8.8\phi})$ [[Chapman and Leighton, 1991](#)]. $f(\phi)$ est la fonction "de freinage" déjà introduite précédemment (eq. 1.24).

A l'équilibre, les deux flux N_s et N_r se compensent et on peut prédire la hauteur stationnaire h relativement à sa hauteur initiale h_0 [Acrivos et al. \[1993\]](#) :

$$\frac{h - h_0}{h_0} = A \int_0^{\phi(0)} \frac{\hat{D}(\phi)}{f(\phi)} \left(\frac{1}{\phi} - \frac{1}{\phi_0} \right) d\phi \quad \text{avec} \quad A = \frac{9}{2} \frac{\eta_0 \dot{\gamma}}{g \Delta \rho h_0} \quad (1.28)$$

ϕ_0 est la fraction volumique maximale en particules solides dans la couche de sédiment lorsque celle-ci a une hauteur h_0 . $\phi(0)$ correspond à la fraction volumique au fond de la suspension, en $z = 0$. Le paramètre de Shields, A , représente le rapport entre les forces visqueuses et la force de gravité exercée par la colonne de particules en $z = 0$. La hauteur stationnaire de la resuspension est entièrement déterminée par A , si on excepte les paramètres $\hat{D}(\phi)$ et $f(\phi)$ intrinsèquement liés à la suspension. Notons qu'il est assez remarquable que ce soit bien la hauteur de sédiment h_0 qui intervienne dans le paramètre caractéristique (le nombre de Shields) tandis que la hauteur stationnaire de resuspension h apparaît pour être complètement indépendante de la taille des particules de la suspension. En estimant différents cas asymptotiques de l'équation 1.28, [Acrivos et al. \[1993\]](#) proposent une relation d'ajustement pour décrire la variation de la hauteur de la couche resuspendue, qui s'écrit :

$$\frac{h}{h_0} = [1 + (CA^{1/3})^m]^{1/m} \quad (1.29)$$

avec $m = 0.93$. La constante C est déterminée en étudiant le cas asymptotique lorsque $A \rightarrow \infty$; ce qui induit, en utilisant la conservation du nombre de particules, que $C = 0.25(6\phi_m)^{2/3}$. En estimant $\phi_0 \approx 0.58$, [Acrivos et al. \[1993\]](#) estiment $C \approx 0.574$.

La figure 1.19 illustre le tracé de cet ajustement (équation 1.29) qui prédit la hauteur stationnaire de la couche resuspendue et la compare aux mesures expérimentales d'[Acrivos et al. \[1993\]](#). D'un point de vue pratique, en plus de la concordance des prédictions avec les résultats expérimentaux, ce graphe a été très utile à mon travail car il m'a permis de dimensionner mon montage expérimental. En particulier, on observe $h/h_0 \approx 1.6$ pour $A = 1$, ce qui m'a permis d'estimer la quantité maximale de particules que je pouvais introduire dans le gap pour que le champ de la caméra me permette de visualiser les particules sur toute la hauteur au cours des différentes expériences de resuspension.

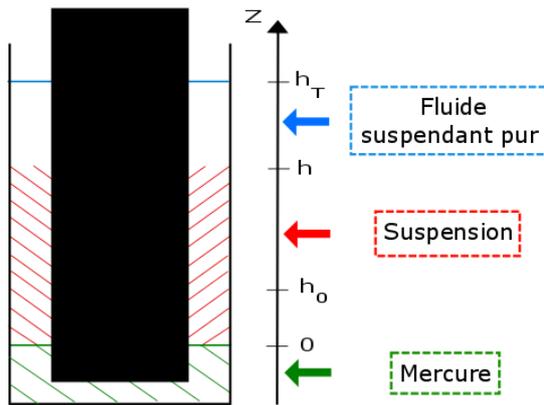


FIGURE 1.18 – Schéma de la resuspension de [Acrivos et al. \[1993\]](#) : Écoulement de Couette cylindrique, rhéomètre fait avec du plexiglass, $R_i = 7.575\text{cm}$ & $R_e = 8.1214\text{cm}$ ($gap = 0.639\text{cm}$). Une couche de mercure empêche la migration de particules sous le rotor.

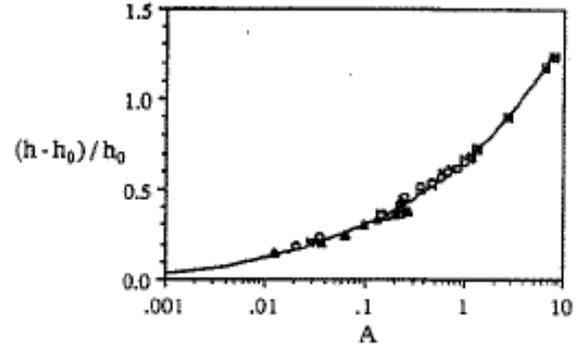


FIGURE 1.19 – Tracés du modèle théorique (en trait continu) et des mesures expérimentales effectuées sur 4 suspensions : billes de verres ($2a = 139\mu\text{m}$) + huile minérale ($\eta_0 = 0.143\text{Pa}\cdot\text{s}$ & $\Delta\rho = 1.57\text{g}/\text{cm}^3$); billes de verres $139\mu\text{m}$ + huile silicone ($0.471\text{Pa}\cdot\text{s}$ & $1.47\text{g}/\text{cm}^3$); billes de verres $68\mu\text{m}$ + huile silicone; billes PMMA $387\mu\text{m}$ + huile silicone $\Delta\rho = 0.21\text{g}/\text{cm}^3$ [Acrivos et al. \[1993\]](#).

1.5.1.2 Taille des particules et temps caractéristique de resuspension

Dans le cadre de cette thèse, seul l'état stationnaire de resuspension a été étudié. Néanmoins, je tiens à préciser que suivant le modèle de diffusion d'[Acrivos et al. \[1993\]](#), le temps nécessaire pour atteindre une hauteur de resuspension est inversement proportionnel au carré du rayon des particules solides :

$$\Delta t \propto \frac{(\Delta h)^2}{D} \propto \frac{A^{2/3} h_0^2}{\dot{\gamma} a^2} \quad (1.30)$$

Pour mon système, avec un rayon moyen de particules solides de l'ordre de la centaine de microns, une hauteur initiale de sédiment h_0 de l'ordre de 20 mm, un $\dot{\gamma}$ de l'ordre de 20 s^{-1} pour un nombre de Shields de 1, le temps nécessaire pour atteindre l'état stationnaire est de l'ordre de 10^3 s. La déformation nécessaire pour atteindre l'état stationnaire est ainsi estimée à 10^4 . Comme nous le verrons, c'est donc au delà de cette déformation que j'ai effectué les mesures de profils de concentration afin qu'ils soient véritablement représentatifs de l'état stationnaire.

1.5.2 Resuspension : Mesure de la contrainte suivant la vorticit  en  coulement de Couette

Dans un  coulement de Couette cylindrique   l' quilibre (hauteur stationnaire atteinte), [Zarraga et al. \[2000\]](#) proposent que la resuspension soit induite par la contrainte normale particulaire dans la direction de la vorticit . L' quation 1.23 du "Suspension Balance model" de Morris & Boulay se r duit alors   [\[Zarraga et al., 2000\]](#) :

$$\frac{\partial \Sigma_{33}^p}{\partial z} = \Delta\rho g\phi \quad (1.31)$$

En posant la proportionnalité entre la troisième contrainte normale particulière et la contrainte de cisaillement, $\Sigma_{33}^p = -q_3(\phi)\Sigma_{12}$, la variation de la fraction volumique locale s'écrit :

$$\phi(z) = -\frac{\eta_0 \dot{\gamma}}{\Delta \rho g} \frac{\partial(q_3 \eta_s)}{\partial z} \quad (1.32)$$

que l'on peut réécrire et intégrer sous deux formes :

$$\int_0^h \phi dz = -\frac{\eta_0 \dot{\gamma}}{\Delta \rho g} (q_3 \eta_s)|_{\phi(0)} \quad \text{avec} \quad \phi(h) = 0 \quad (1.33)$$

et

$$h = \int_0^{\phi(0)} \frac{\partial z}{\partial \phi} d\phi = \int_0^{\phi(0)} \frac{9Ah_0}{2\phi} \frac{\partial q_3 \eta_s}{\partial \phi} d\phi \quad (1.34)$$

avec A le nombre de Shields [Acrivos et al., 1993] (équation 1.28). La conservation du volume s'écrit : $\int_0^h \phi dz = \phi_0 h_0$. En couplant cette équation de conservation avec l'équation 1.33, on détermine la condition :

$$(q_3 \eta_s)|_{\phi(0)} = \frac{9\phi_0}{2A} \quad (1.35)$$

A partir de l'équation 1.34 et à l'aide de l'équation 1.35, on détermine la fraction volumique $\phi(0)$:

$$\phi(0) = \frac{h_0 \phi_0}{h - dh/d \ln A} \quad (1.36)$$

En couplant les équations 1.35 et 1.36, on remarque que la connaissance de la fraction volumique dans le sédiment et de la hauteur totale de particules resuspendues suffisent à déterminer Σ_{33}^p . Zarraga et al. [2000] révisent alors les résultats d'Acrivos et al. [1993] pour déduire la troisième contrainte normale particulière, Σ_{33}^p à partir de la hauteur de resuspension. Ils établissent : $h/h_0 = 1 + 0.66A^{1/3}$, et en déduisent finalement l'expression suivante pour Σ_{33}^p :

$$\Sigma_{33}^p = -\frac{\phi^3}{(1 - \phi/\phi_m)^3} \eta_0 \dot{\gamma} \quad (1.37)$$

où $\phi_m \approx 0.62$. Enfin, je rappelle que le Suspension Balance Model de Morris and Boulay [1999] dont j'ai parlé précédemment (section 1.4.1) établit que :

$$\left| \frac{\Sigma_{33}^p}{\eta_0 \dot{\gamma}} \right| = \lambda_3 \eta_n(\phi) \quad \text{avec} \quad \lambda_3 = 0.5 \quad \text{et} \quad \eta_n(\phi) = K_n \left(\frac{\phi/\phi_m}{1 - \phi/\phi_m} \right)^2 \quad (1.38)$$

(i) pour Morris and Boulay [1999] : $K_n = 0.75$; $\phi_m = 0.68$

(ii) pour Boyer et al. [2011] : $K_n = 1$; $\phi_m = 0.585$

(iii) pour Dbouk et al. [2013] & Gallier et al. [2014] : $K_n = 1.13$; $\phi_m = 0.58$

La détermination du rapport $\alpha_3(\phi) = \Sigma_{33}^p/\eta_0 \dot{\gamma}$ et celle du rapport $q_3(\phi) = \Sigma_{33}^p/\Sigma_{12}$ constituent l'objet d'étude principal de mes travaux que je rapporte au chapitre 4 de ce manuscrit. On pourra notamment noter que $\alpha_3 = q_3 \times \eta_s$. De même, la détermination de $q_2(\phi) = \Sigma_{22}^p/\Sigma_{12}$ constituera l'objet d'étude principal du chapitre 3. Par ailleurs, en accord avec le Suspension Balance Model, on notera $q = \eta_n/\eta_s$. Ainsi, nous pourrions définir : $q_3 = \lambda_3 \times q$ et $q_2 = \lambda_2 \times q$. Nous verrons plus tard que nous faisons l'approximation que $\lambda_2 \approx 1$ et que nous étudierons alors directement $q = q_2$ au cours du chapitre 3. Par ailleurs, nous verrons que, puisque les suspensions que j'étudie ont un comportement rhéofluidifiant, il sera plus logique pour nous d'établir des lois en fonction du rapport ϕ/ϕ_m en lieu et place de la fraction volumique ϕ .

1.6 Brefs rappels de rhéométrie

Afin de clôturer ce premier chapitre, je propose ici de décrire les deux géométries d'écoulement que j'ai utilisées au cours de mes travaux. Concernant la géométrie de Couette cylindrique, je rappelle simplement l'expression du tenseur du taux de déformation qui me servira à calculer le taux de cisaillement dans les expériences de cisaillement visant à étudier le phénomène de migration des particules dans ce type d'écoulement (chapitres 3 et 4). Dans un second temps, je traite de la géométrie plan-plan que j'utilise pour étudier la rhéologie de différents types de suspensions et qui est l'objet d'étude du chapitre 2.

1.6.1 Écoulement de Couette cylindrique

Dans l'écoulement de Couette cylindrique considéré, la suspension s'écoule suivant θ , le gradient de cisaillement est suivant r et la vorticit  est suivant z . Ainsi, la direction suivant θ correspond   la direction 1, r   la direction 2, et z   la direction 3.

Le tenseur de taux de d formation est sym trique et ses composantes sont ind pendantes de θ par sym trie. Ainsi, il s'exprime sous la forme :

$$\dot{\mathbf{e}} = \begin{pmatrix} \frac{\partial v_r}{\partial r} & \frac{1}{2} \left(\frac{\partial v_\theta}{\partial r} - \frac{v_\theta}{r} \right) & \frac{1}{2} \left(\frac{\partial v_r}{\partial z} + \frac{\partial v_z}{\partial r} \right) \\ \dot{e}_{\theta r} & \frac{v_r}{r} & \frac{1}{2} \left(\frac{\partial v_\theta}{\partial z} \right) \\ \dot{e}_{zr} & \dot{e}_{z\theta} & \frac{\partial v_z}{\partial z} \end{pmatrix} \quad (1.39)$$

L' quation 1.39 est la forme g n rale du tenseur de vitesse de d formation et nous l'utiliserons pour v rifier que dans les exp riences de resuspension (chapitre 4), l' coulement est quasi 1D. Dans ce cas, le tenseur de vitesse de d formation se r duit  

$$\dot{\mathbf{Y}} = \dot{e}_{r\theta} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial v_\theta}{\partial r} - \frac{v_\theta}{r} \right) \quad (1.40)$$

Dans le cas d'un  coulement 1D, pour un mat riau homog ne verticalement, la seule composante non nulle de la contrainte de cisaillement est $\tau_{r\theta}$ qui s' crit en utilisant l' quation d' quilibre des moments :

$$\Sigma_{12} = \frac{M}{2\pi r^2 L} \quad (1.41)$$

o  L est la hauteur de la suspension dans la cellule de Couette et M est le couple appliqu  au rotor. Bien  videmment, cette relation n'est plus valable lorsque la suspension est inhomog ne verticalement (comme c'est le cas lors des exp riences de resuspension) et nous montrerons au cours du chapitre 4 comment nous avons alors contourn  cette difficult  et d termin  $\Sigma_{12}(r, z)$ dans ce cas-l .

1.6.2  coulement Plan-Plan

Dans un  coulement rotatif plan-plan, la viscosit  apparente est g n ralement d termin e telle que :

$$\eta_{app} = \frac{\Sigma_{12}}{\dot{\mathbf{Y}}_R/2} \quad \text{avec} \quad \dot{\mathbf{Y}}_R = \frac{R}{h} \Omega \quad \& \quad \Sigma_{12} = \frac{M}{\pi R^3} \quad (1.42)$$

M est le couple, Ω est la vitesse angulaire et $\dot{\mathbf{Y}}_R$ est le taux de cisaillement en $r = R$. On peut ainsi r  crire :

$$\eta_{app} = \frac{2h}{\Omega} \frac{M}{\pi R^4} \quad (1.43)$$

Dans le cadre de mon étude avec cette géométrie (rapporté au chapitre 2), j'ai mené des expériences d'inversion de sens de cisaillement où d'éventuels problèmes d'inertie doivent être pris en compte pour s'assurer de mesurer correctement la viscosité au moment de l'inversion. Le moment d'inertie du rhéomètre (moteur + rotor), I , est donné égal à $1.27 \cdot 10^{-5} \text{ kg} \cdot \text{m}^2$. En prenant en compte la correction d'inertie, la viscosité apparente s'écrit alors :

$$\eta_{app} = \frac{2h}{\Omega \pi R^4} \left[M - \frac{I d\Omega}{dt} \right] \quad (1.44)$$

L'argument fort pour étudier la rhéologie de suspensions en écoulement torsionnel plan-plan concerne l'absence ou en tout cas la très faible migration induite par le cisaillement dans cette géométrie. En effet, s'il est désormais bien connu que les particules migrent vers certaines régions préférentielles du matériau dans les autres géométries d'écoulement, [Leighton and Acrivos \[1987a\]](#), [Leighton and Acrivos \[1987b\]](#) et [Krishnan et al. \[1996\]](#) mettent en évidence un flux migratoire de particules solides qui est extrêmement faible, quasi-nul, dans le cas de la géométrie torsionnel plan-plan. Ainsi, l'étude des lois constitutives dans cette géométrie est favorisée puisque la suspension reste homogène dans le gap. Cependant elle présente l'inconvénient que le taux de cisaillement n'est pas homogène et croît de 0 en $r = 0$ à $\Omega R/h$ en $r = R$ (Ω est la vitesse angulaire, R le rayon des disques et h la hauteur séparant les deux disques). Ainsi, puisque les suspensions que nous avons étudiées sont non-newtoniennes, il faudra appliquer une correction pour tenir compte de l'hétérogénéité du taux de cisaillement lorsque nous voudrons mesurer la viscosité. Il s'agit là de la correction de Mooney-Rabinovitch qui est définie telle que :

$$\eta = \eta_{app} \left[1 + \frac{1}{4} \frac{d \ln(\eta_{app})}{d \ln(\dot{\gamma}_R)} \right] \quad (1.45)$$

Chapitre 2

Loi Universelle pour les suspensions non browniennes frictionnelles

*« L'expérience ne se trompe
jamais, ce sont nos jugements qui
se trompent. »*

Léonard de Vinci

Sommaire

2.1 Introduction	31
2.2 Description universelle de la rhéologie de suspensions différentes	36

2.1 Introduction

Dans le cadre d'un projet avec le groupe SAFRAN sur la rhéologie des propergols qui sont les carburants des fusées Ariane, j'ai eu l'occasion d'étudier des suspensions plus complexes que de simples suspensions de sphères. En effet, les propergols sont constitués de particules de perchlorate d'ammonium et de particules d'aluminium dispersées dans un polymère réticulable. Avant réticulation, les propergols sont donc des suspensions très concentrées (la fraction volumique de particules est de l'ordre de 75%) assez complexes puisque la forme des particules s'éloigne de celle de simples sphères. De surcroît, la suspension est très largement polydispense puisque les particules de perchlorate ont des diamètres typiquement compris entre 5 et 400 μm tandis que la distribution de taille des particules d'aluminium s'étend de 1 à 50 μm . Ces caractéristiques (fraction volumique élevée, forme des particules complexe et polydispersité) confèrent aux propergols des comportements rhéologiques encore largement incompris. Ils manifestent en particulier une rhéofluidification beaucoup plus prononcée que celle qui est attendue pour des suspensions de sphères et, à contrainte de cisaillement donnée, leur viscosité est très supérieure à celle d'une suspension de particules sphériques. Ce projet nous a donné l'idée d'explorer l'influence de la forme des particules sur la rhéologie d'une suspension. C'est ce que je décris dans ce chapitre où le comportement d'une suspension de particules de polystyrène, sphériques et monodisperses est comparé au comportement de deux suspensions dont les particules ont une forme plus complexe : des particules de sucre cristallisé très facettées et des particules de polyamide ayant une forme intermédiaire entre les sphères et les particules facettées de sucre. Toutes ces particules sont dispersées dans une huile silicone newtonienne. Je rappelle dans cette longue introduction le contexte de l'étude et présente les principaux résultats obtenus. Ceux-ci sont décrits plus en détail dans la seconde partie du chapitre qui est constituée d'un article publié dans *Physical Review of Fluids*.

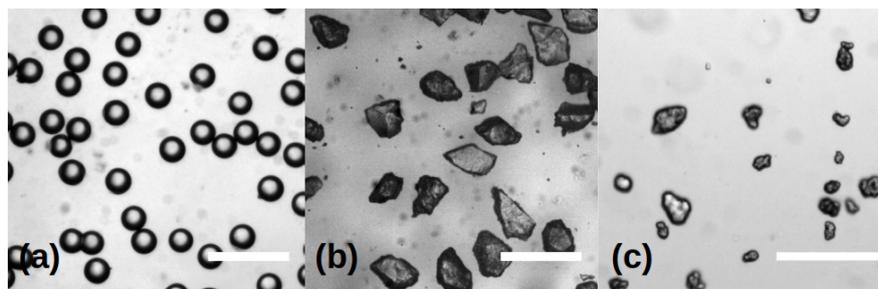


FIGURE 2.1 – Photo des différentes sortes de particules : TS80 (a), sucre (b) et polyamide (c)

La figure 2.1 montre la morphologie des trois sortes de particules et la figure 2.2 montre que les particules de sucre comme celles de polyamide ont un rapport d'aspect voisin de 1. Les particules de sucre ont une taille qui est du même ordre de grandeur que celle des particules sphériques de polystyrène qui sont monodisperses et ont un diamètre de 80 μm . Les particules de polyamide sont beaucoup plus petites (environ 5 fois plus petites que les particules de polystyrène).

Pour chacun des systèmes, nous procédons à des expériences d'inversion de cisaillement qui nous permettent d'une part de caractériser la viscosité stationnaire, η_S des différentes suspensions et d'autre part d'isoler les contributions respectives des forces de contact, η^C , et des forces hydrodynamiques, η^H , à la viscosité totale (cf. section 1.3.4).

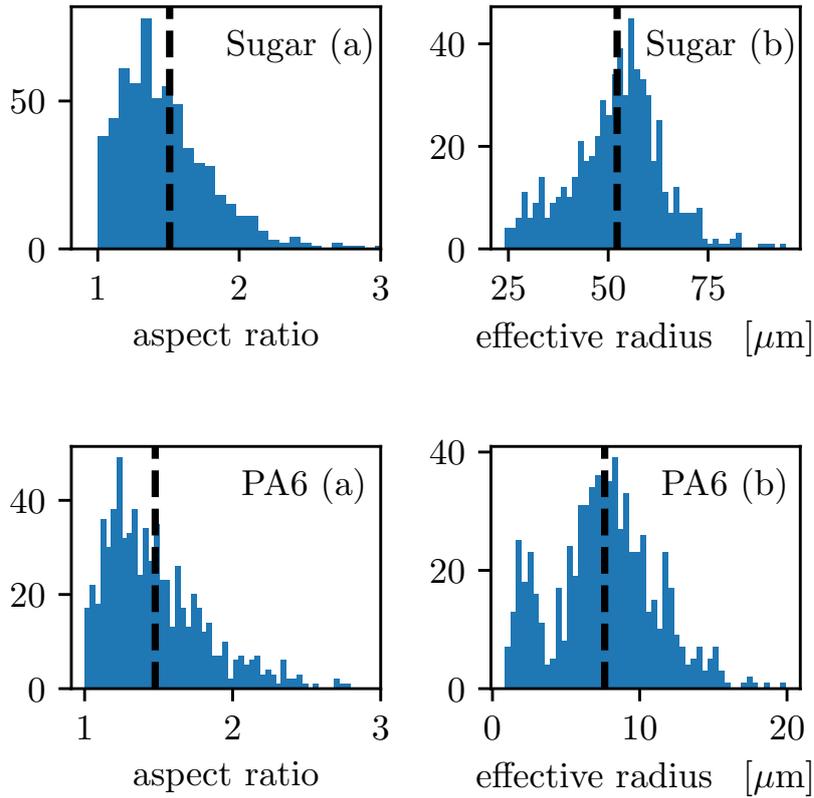


FIGURE 2.2 – Rapport d’aspect (a) et rayon équivalent des particules (b) pour les particules de sucre (première ligne) et les particules de polyamide (seconde ligne). Le rayon équivalent est défini comme le rayon qu’aurait une sphère de même volume que la particule non sphérique.

Les expériences d’inversion de cisaillement sont réalisées pour différentes fractions volumiques et différentes contraintes. Ainsi, pour chacune des trois suspensions nous obtenons la loi $\eta_s(\phi, \tau)$ qui montre que, à τ et ϕ fixés, la viscosité des suspensions de particules de sucre et de particules de polyamide est très supérieure à celle de la suspension de particules sphériques (voir figure 2.3). On observe également sur cette figure que, pour chacune des suspensions, la viscosité augmente quand la fraction volumique augmente et diminue quand la contrainte de cisaillement augmente. La rhéofluidification est beaucoup plus marquée pour les suspensions de particules de sucre ou de polyamide que pour la suspension de sphères.

Nous montrons dans ce chapitre qu’on peut rendre compte de la rhéofluidification en introduisant une fraction volumique de blocage qui dépend de la contrainte de cisaillement : $\phi_m(\tau)$ et que le comportement des différentes suspensions est assez bien représenté par une loi de Maron-Pierce [Maron and Pierce, 1956] modifiée :

$$\eta_s = \frac{\alpha_0(\tau)}{\left(1 - \frac{\phi}{\phi_m(\tau)}\right)^2} \quad (2.1)$$

$\alpha_0(\tau)$ est un paramètre d’ajustement dont la valeur est voisine de 1 et varie peu avec τ (voir figure 2.4.a). Ainsi, c’est véritablement la variation de ϕ_m avec τ (voir figure 2.4.b) qui représente l’essentiel de la rhéofluidification qui est observée et c’est sa valeur qui donne la mesure de la viscosité. Nous pouvons alors discuter du comportement des trois

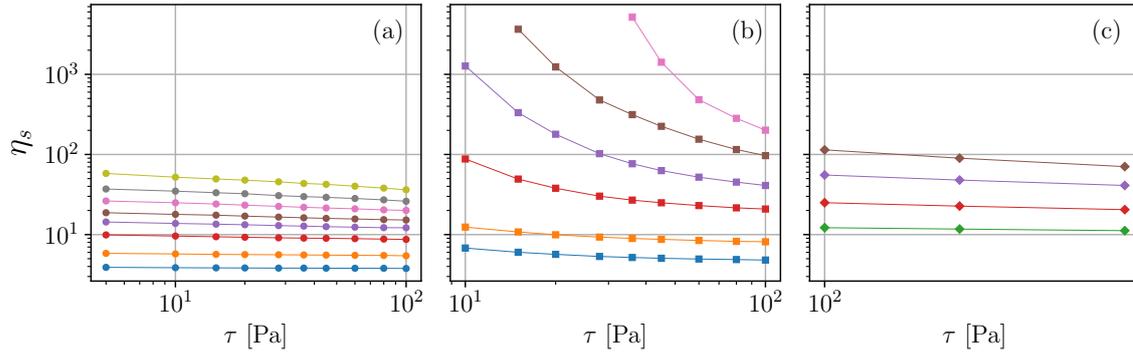


FIGURE 2.3 – Viscosité relative en fonction de la contrainte de cisaillement pour les trois types de suspensions : TS80 (a), sucre (b) et PA6 (c). Concentration : 0.3 (bleu), 0.35 (orange), 0.37 (vert), 0.4 (rouge), 0.43 (violet), 0.45 (marron), 0.47 (rose), 0.49 (gris), 0.51 (jaune).

suspensions en commentant les valeurs de ϕ_m et leur variation avec τ :

- (i) plus la valeur de ϕ_m sera grande, moins la suspension sera visqueuse (pour une fraction volumique donnée)
- (ii) plus ϕ_m sera variable avec τ , plus la rhéofluidification sera prononcée.

La figure 2.4.b montre ainsi que les suspensions de particules de sucre et de polyamide sont beaucoup plus visqueuses (à ϕ et τ donnés) que les suspensions de particules sphériques et qu'elles sont beaucoup plus rhéofluidifiantes.

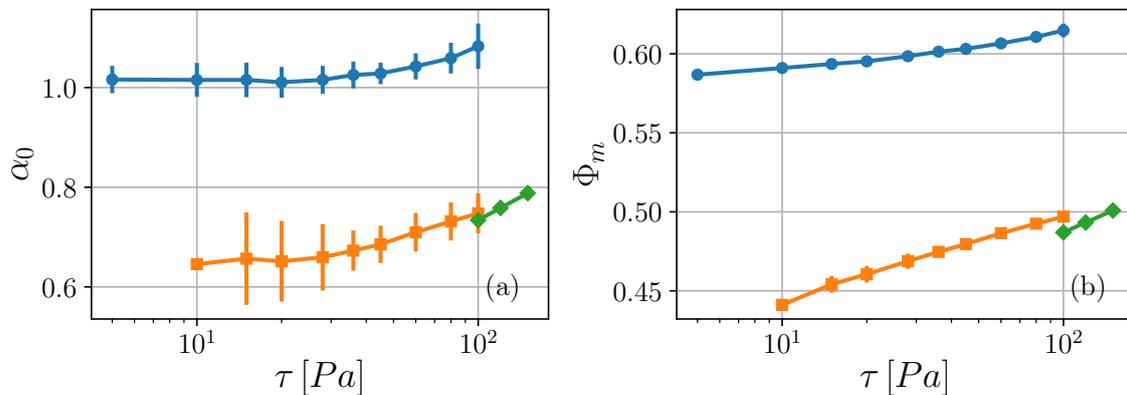


FIGURE 2.4 – Variation du paramètre α_0 et de la fraction volumique de blocage ϕ_m avec la contrainte de cisaillement τ pour la suspension de sphères (bleue), de sucre (orange) et polyamide (vert).

On peut tracer η_s en fonction de ϕ/ϕ_m pour les trois suspensions étudiées. On observe alors que, malgré les valeurs très différentes de la viscosité (voir figure 2.3) pour les trois suspensions (à ϕ et τ donnés), les points se regroupent assez grossièrement, même si on peut encore distinguer les courbes se rapportant à chacune des trois suspensions (figure 2.5). Remarquons enfin que, de façon assez étonnante, dans cette représentation -à ϕ/ϕ_m fixé- la viscosité de la suspension de sphères est un peu plus grande que celle des suspensions de particules irrégulières.

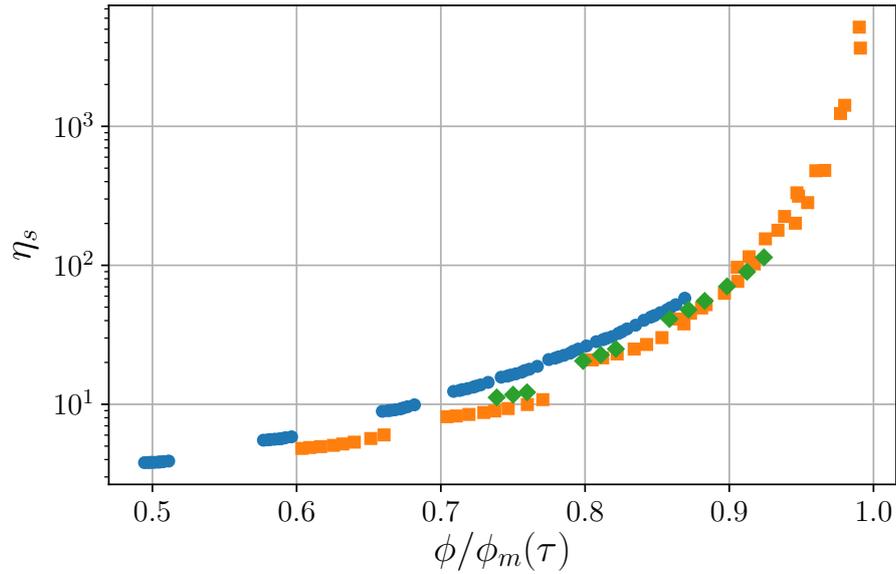


FIGURE 2.5 – Viscosité relative η_s en fonction du rapport ϕ/ϕ_m . Bleu : TS80. Orange : Sucre. Vert : PA6.

Venons en maintenant aux expériences d'inversion du cisaillement. Nous avons vu au chapitre précédent que, dans un écoulement de cisaillement simple, une suspension se structurait avec des paires de particules au contact majoritairement orientées suivant l'axe de compression de l'écoulement. Ainsi, quand le sens de l'écoulement est inversé, l'axe de compression et l'axe de dilatation s'inversent conduisant à la destruction de la microstructure qui doit se reconstruire suivant les nouveaux axes principaux de l'écoulement. La destruction de la microstructure et la disparition associée des contacts entre particules conduit à une baisse de la viscosité. C'est ce que montrent les transitoires de viscosité représentés sur la figure 2.6. L'interprétation des transitoires de viscosité après inversion du sens de l'écoulement par la destruction et la reconstruction de la microstructure permet de se rendre compte que la viscosité minimum correspond grossièrement à la contribution hydrodynamique (les particules sont peu au contact entre elles) et, par conséquent, que la différence entre la viscosité stationnaire et le minimum de viscosité donne une évaluation de la contribution des forces de contact à la viscosité.

Pour des suspensions de particules sphériques, [Lin et al. \[2015\]](#) et [Peters et al. \[2016\]](#) montrent plus rigoureusement et quantitativement que la différence entre la viscosité stationnaire et le minimum de viscosité est égale à 85% de la viscosité de contact. Rien ne nous autorise à étendre cette corrélation aux suspensions de particules non-sphériques. Cependant, si on trace la viscosité au minimum en fonction de la fraction volumique de particules, on se rend compte que la viscosité au minimum mesurée pour les suspensions de sphères et pour les suspensions de particules facettées sont, sinon identiques, du même ordre de grandeur (voir figure 2.7). Cette observation nous permet d'avancer que l'essentiel des différences entre les comportements rhéologiques (valeur de la viscosité, rhéofluidification plus ou moins marquée) observées pour les suspensions de sphères et les suspensions de particules plus irrégulières provient des contacts qui sont certainement très différents dans les deux systèmes. On peut alors se demander si on peut représenter ces différences dans la contribution des forces de contact à la viscosité par la valeur de $\phi_m(\tau)$. La figure 2.8 montre en effet que la contribution des forces de contacts à la vis-

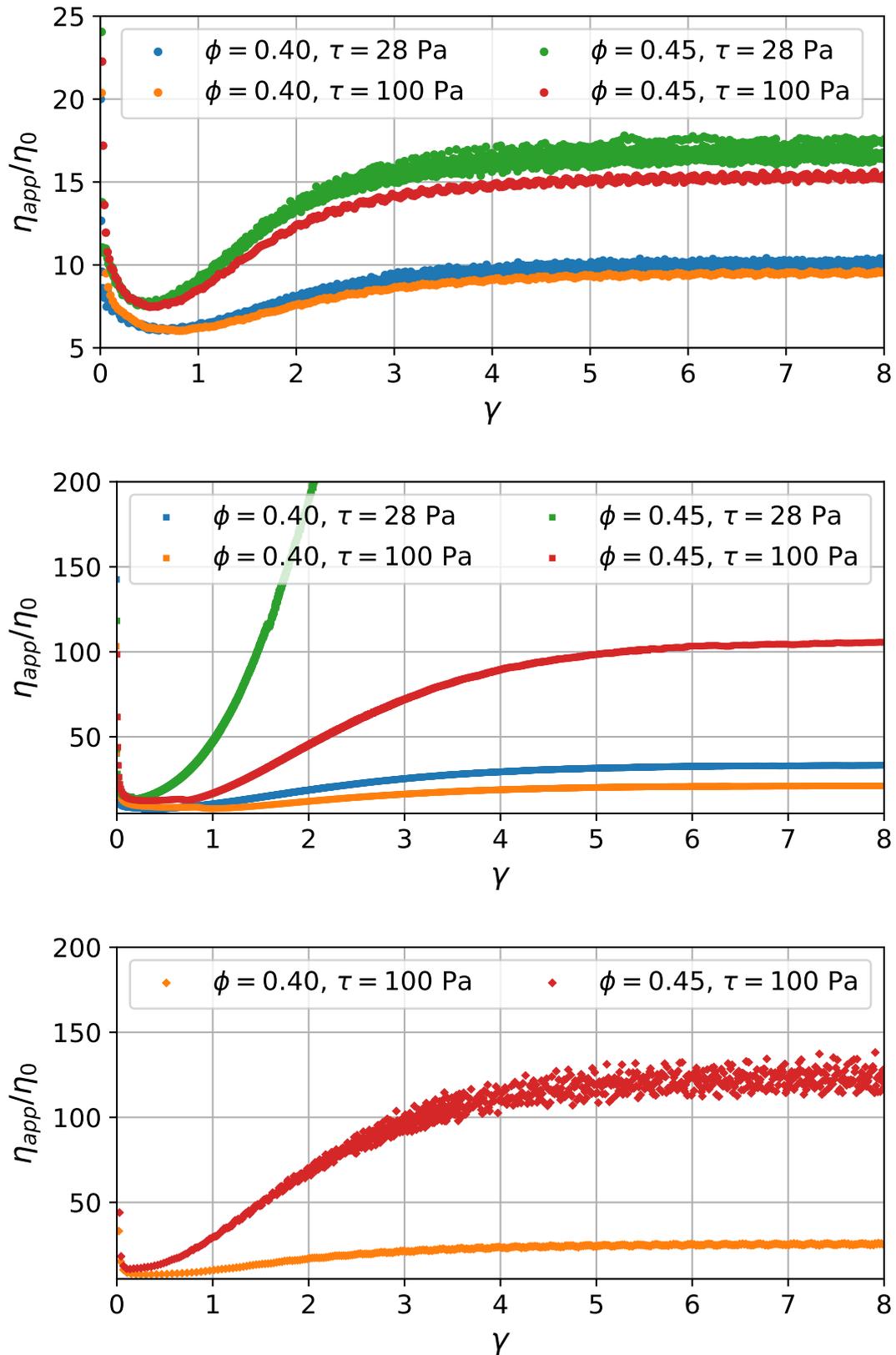


FIGURE 2.6 – Viscosité apparente η_{app} normalisée par η_0 en fonction de la déformation γ . Haut : TS80. Milieu : Sucre. Bas : PA6.

cosité totale, est du même ordre de grandeur, à ϕ/ϕ_m fixé, pour la suspension de sphères et la suspension de particules de sucre. Cependant, comme c'était déjà le cas pour la vis-

cosité stationnaire, le collapse des points sur une courbe unique est loin d'être parfait.

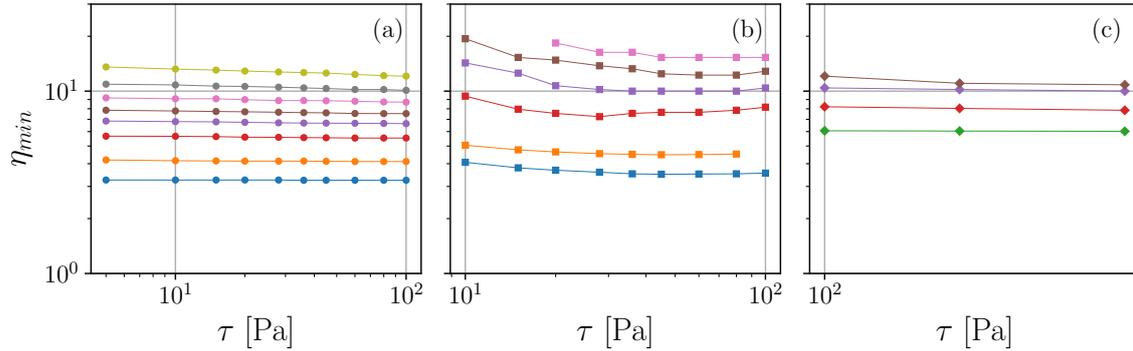


FIGURE 2.7 – Minimum de viscosité lors d'une inversion de cisaillement en fonction de la contrainte de cisaillement pour les trois types de suspensions : TS80 (a), sucre (b) et PA6 (c). Concentration : 0.3 (bleu), 0.35 (orange), 0.37 (vert), 0.4 (rouge), 0.43 (violet), 0.45 (marron), 0.47 (rose), 0.49 (gris), 0.51 (jaune).

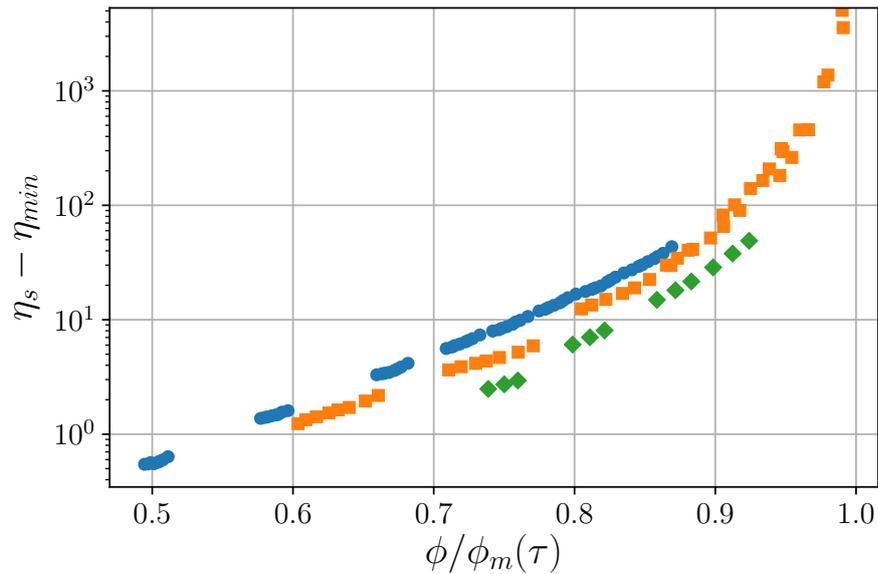


FIGURE 2.8 – Différence entre la viscosité stationnaire et le minimum de viscosité en fonction du rapport ϕ/ϕ_m . Bleu : TS80. Orange : Sucre. Vert : PA6.

Dans l'article qui constitue le coeur de ce chapitre, nous montrons qu'une courbe unique est obtenue quand on trace la variation de la différence de viscosité, $\eta_s - \eta_{min}$, normalisée par η_s , en fonction de ϕ/ϕ_m . Ainsi la grandeur qui semble être universelle (au moins pour des particules rigides, non-colloïdales, non-browniennes et peu élancées) est la part relative de la contribution des contacts à la viscosité quand elle est évaluée à ϕ/ϕ_m fixé.

2.2 Description universelle de la rhéologie de suspensions différentes

Universal scaling law in frictional non-Brownian suspensions

Frédéric Blanc, Enzo D'Ambrosio, Laurent Lobry, François Peters, and Elisabeth Lemaire*

Université Côte d'Azur, CNRS, InPhyNi-UMR 7010, 06108 Nice Cedex 2, France(Received 5 January 2018; revised manuscript received 30 April 2018;
published 30 November 2018)

We compare the rheology of two kinds of non-Brownian suspensions. One is made of spherical monodisperse polystyrene particles ($80\ \mu\text{m}$ in diameter), and the other is made of faceted sugar particles (average size, $100\ \mu\text{m}$), both suspended in a Newtonian silicon oil. We perform shear reversal experiments on both suspensions for several particle volume fractions, ϕ , and several shear stresses, τ . The two suspensions behave in a quite different fashion. For the faceted particle suspensions (FPSs), a large shear thinning is observed, while it is much more moderate for the spherical polystyrene particle suspensions (SPSs). Another striking difference lies in the value of the jamming packing fraction, ϕ_m , which is much lower for FPSs than for SPSs. Despite these differences, we will show that shear reversal experiments make it possible to obtain a universal scaling that holds for both FPSs and SPSs. In this scaling, the difference between the steady viscosity and the viscosity at the minimum that follows the shear reversal, normalized by the steady viscosity, is shown to depend only on the ratio $\phi/\phi_m(\tau)$. The collapse of all the data suggests that concentrated non-Brownian suspensions behave in a universal way regardless of the mechanisms responsible for flow hindering (rotation frustration or sliding friction).

DOI: [10.1103/PhysRevFluids.3.114303](https://doi.org/10.1103/PhysRevFluids.3.114303)**I. INTRODUCTION**

Non-Brownian suspensions are widespread in many industrial fields, e.g., paints, fresh concrete or food engineering, and natural flows, e.g., mud or lava flows or submarine avalanches, to mention but a few. In the past several years, active research has been carried out on the rheology of concentrated non-Brownian suspensions and has revealed the central role played by direct solid contact on the flow properties of suspensions. Boyer *et al.* [1] succeeded in applying a granular paradigm to describe the rheological behavior of non-Brownian and noncolloidal spheres suspended in a Newtonian fluid, showing the key role played by contact interactions between particles. The proliferation of frictional contacts is also known to be causing the discontinuous shear-thickening transition that is observed in very concentrated suspensions when the applied shear stress is high enough to overcome repulsive interactions between particles and to push them into contact [2–4]. These numerical and theoretical findings have been supported by macroscopic rheological measurements [5,6] as well as by atomic force microscopy measurements that directly relate the normal stress needed to enter the frictional regime at the nanoscale to the shear stress at which shear thickening occurs [7]. More generally, Guy *et al.* [8] proposed a constraint-based phenomenological model that, in addition to friction, enables accounting for more complex interactions between particles such as adhesion or rolling resistance. The authors show that all types of flow curves can be described by this model where constraints that are formed or released by stress are introduced.

*Corresponding author: elemaire@unice.fr

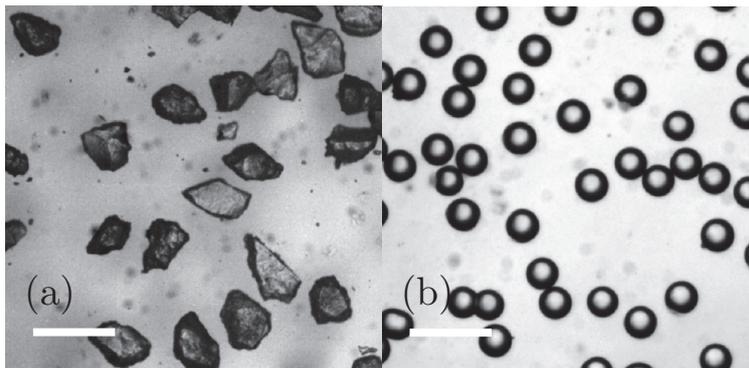


FIG. 1. (a) Sugar particles. (b) Polystyrene particles. Scale bar = 200 μm .

Coming back to basic frictional suspensions, the influence of solid friction between spherical particles on the rheology of non-Brownian suspensions has been extensively studied in the numerical work of Gallier *et al.* [9] where it is shown that microscopic friction between particles is a key parameter that governs the rheology of concentrated non-Brownian suspensions. To give an idea of the role played by solid friction between particles, the viscosity of a 45% suspension doubles when the friction coefficient, μ , is increased from 0 to 1. When the viscosity is split into hydrodynamic viscosity (ratio of the hydrodynamic stress to the shear rate) and contact viscosity (ratio of the contact stress to the shear rate), it is observed that the hydrodynamic viscosity hardly depends on the value of the friction coefficient while contact viscosity is highly sensitive to it [9]. As a consequence, when μ is varied from 0 to 0.5, at $\phi = 0.45$, the ratio of contact stress to hydrodynamic stress varies from 0.5 to 2. This great influence of the frictional properties of particles may be responsible for the scatter that is observed in experimental data that are found in literature when the variation of the viscosity with particle volume fraction is represented for suspensions made of different kinds of particles [10]. Some numerical studies [3,11,12] show that friction essentially changes the jamming fraction. Shear reversal experiments [13–15], numerical simulations [11,15,16], and theoretical modeling [17,18] have also been used to explore rheology of non-Brownian suspensions. As the shear is reversed, viscosity undergoes a steplike decrease, passes through a minimum, and increases again to reach the steady value it had before shear reversal. For suspensions of spherical particles, it has been shown that the difference between the steady viscosity, η_S , and the minimum viscosity, η_{min} , that follows the shear reversal is equal to 85% of the contact viscosity [11], which opens a way to estimate the value of contact viscosity upon performing shear reversal experiments.

In this article, we compare the rheology of two kinds of suspensions. One is made of spherical monodisperse polystyrene particles (SPSs) and the other is made of faceted sugar particles (FPSs), both suspended in a Newtonian silicon oil. In Sec. II we present the experimental systems and the experimental procedure. In Sec. III we present the main results and show that although these two suspensions exhibit quite different flow properties, their rheological behavior can be unified when the difference between the steady and the minimum viscosity normalized by the total shear viscosity is plotted against the ratio of the particle volume fraction to the jamming volume fraction.

II. EXPERIMENTS

A. Suspensions

The faceted particles are commercial crystal sugar particles [Fig. 1(a)]. Their density is measured to be 1.41 g/cm^3 . The particles are sieved between 80 and 100 μm in order to reduce the initially large size distribution. Their mean aspect ratio, $\langle r \rangle \approx 1.5$, has been evaluated by quantitative image analysis (see the Appendix). The spherical particles [Fig. 1(b)] are nominally monodisperse polystyrene particles (Microbeads TS 80), 80 μm in diameter and with a density of 1.05 g/cm^3 .

The polystyrene particles are rinsed several times with distilled water, vacuum filtered, and finally carefully dried in an oven at 60 °C. Sugar and polystyrene particles are both dispersed in a Newtonian silicon oil (Rhodorsil 47 V1000) with density $\rho = 0.97 \text{ g/cm}^3$ and viscosity of 0.98 Pa·s at $T = 23 \text{ °C}$. Particles are introduced in the silicon oil, and the suspension is carefully mixed. Then, air bubbles are removed by exposing the suspension to a vacuum. At last, the suspension is gently stirred in order to resuspend the particles that would have settled during the degassing procedure.

B. Rheometry experiments

Rheometric experiments were carried out in a controlled-stress rheometer Mars II (ThermoFisher) with smooth rotating parallel plates (radius $R = 30 \text{ mm}$, gap height $h = 2 \text{ mm}$). Parallel rotating disk geometry is chosen because there is no or weak shear-induced particle migration in such a torsional flow [19,20]. The drawback is that shear rate is not constant in the gap but increases from 0 at the center to $\dot{\gamma}_R = \Omega R/h$ at the rim, Ω being the angular velocity of the rotating plate. To take into account this shear rate variation in the determination of the viscosity, η_{susp} that is a function of shear rate, we use the well-known Mooney-Rabinovitch correction:

$$\eta_{susp} = \eta_{app} \left[1 + \frac{1}{4} \frac{d \ln(\eta_{app})}{d \ln(\dot{\gamma}_R)} \right], \quad (1)$$

where η_{app} is the apparent viscosity measured by the rheometer:

$$\eta_{app} = \frac{2}{\pi R^3} \frac{\Gamma}{\dot{\gamma}_R}, \quad (2)$$

with Γ being the applied torque.

The plate surfaces are smooth and we have checked that there was no wall slip by changing the gap between the disks. The value of the measured viscosity is found not to depend on the gap height, which indicates that there is not any detectable wall slip [21]. Shear reversal tests were performed for various shear stress values, τ , between 10 and 100 Pa for FPSs and 5 and 100 Pa for SPSs (see the Supplemental Material for details on the protocol [22]). The particle packing fractions, ϕ , are in the range 0.3–0.47 for FPSs and 0.3–0.51 for SPSs. Within these conditions, the Reynolds number is small enough for inertial effects to be negligible, $\text{Re} = \frac{\rho \tau h^2}{\eta^2} < 0.1$, and the Péclet number high enough to neglect Brownian effects, $\text{Pe} = \frac{6\pi \tau a^3}{k_B T} > 10^9$.

III. RESULTS AND DISCUSSION

Figure 2 gives an example of the transient response of both suspensions for $\phi = 0.43$ where the reduced viscosity (suspension viscosity, η_{susp} , normalized by the suspending liquid viscosity, η_0) corrected with the Mooney-Rabinovitch method [Eq. (1)] is plotted against the accumulated strain from the shear reversal at the rim, γ . As already observed, shear reversal is accompanied by a steplike decrease of the viscosity. Then the viscosity continues to decrease, passes through a minimum, η_{min} , and increases again to reach the value it had before shear reversal, η_S . This is the behavior observed in all shear reversal experiments [13,14] and in simulations [11,16]. Ness *et al.* (2016) and Peters *et al.* (2016) showed that the transient response is the result of two contributions: the contact viscosity which vanishes almost instantaneously after the shear reversal and the hydrodynamic viscosity which almost instantaneously increases at shear reversal and then decreases much more slowly. Inspection of Fig. 2 shows that the steady (reduced) viscosity is much higher for FPSs than for SPSs, while the viscosity values of the two suspensions are not that different at the minimum. The observation that the steady viscosity is higher for FPSs than for SPSs has already been reported by several authors [23–25]—even though, in these papers, the particle aspect ratio is often much higher than 1—but shear reversal experiments give more information on the mechanisms through which particle shape affects suspension rheology. For SPSs, it has been shown

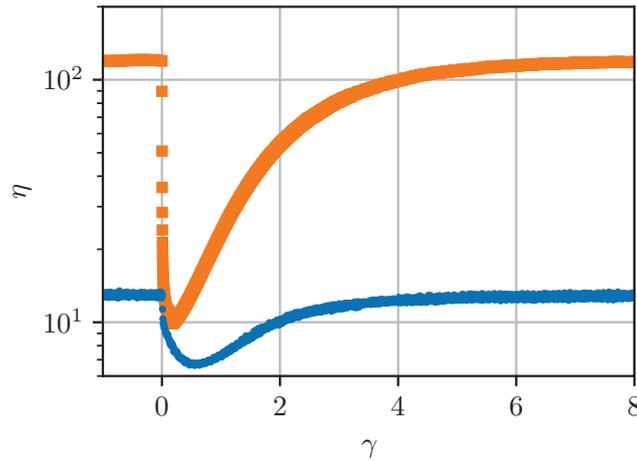


FIG. 2. Transient response of the viscosity under shear reversal. The reduced viscosity is plotted against the accumulated strain after shear reversal. Orange squares: Sugar particle suspension (FPS). Blue disks: polystyrene particle suspension (SPS). $\phi = 0.43$ and $\tau = 28$ Pa.

that this kind of rheometric test provides a way to split the viscosity into hydrodynamic and contact contributions. This idea was first proposed by Lin *et al.* [15], and later Peters *et al.* [11] established a correlation according to which the difference between the steady viscosity and the viscosity at the minimum is equal to 85% of the contact viscosity. Then inspection of Fig. 2 [see also Figs. 3(c) and 3(d)] suggests that the hydrodynamic contribution to the viscosity is roughly the same for both

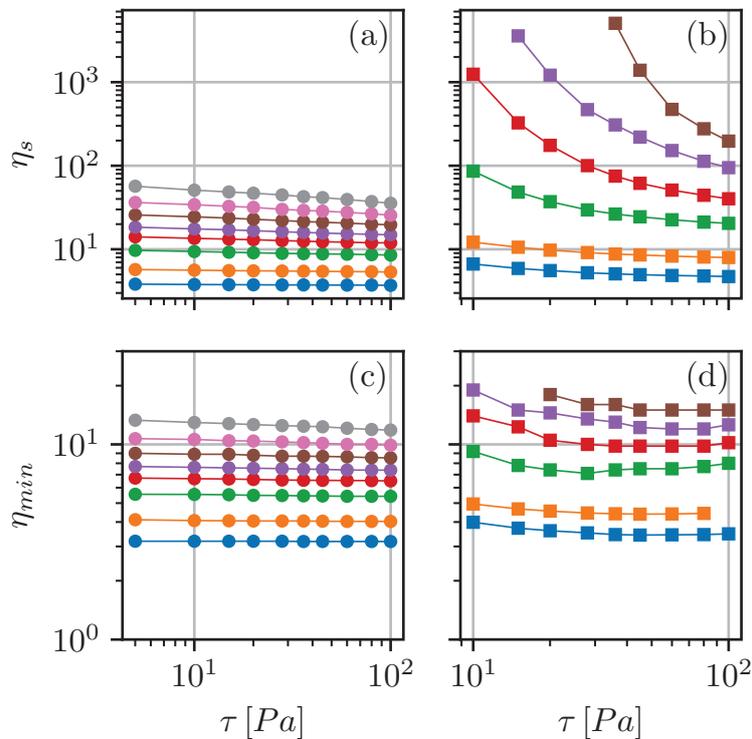


FIG. 3. The reduced viscosity curves as a function of shear stress for both FPSs (squares) and SPSs (disks). Blue: $\phi = 0.3$. Orange: $\phi = 0.35$. Green: $\phi = 0.40$. Red: $\phi = 0.43$. Purple: $\phi = 0.45$. Brown: $\phi = 0.47$. Pink: $\phi = 0.49$. Gray: $\phi = 0.51$. Steady viscosity of the SPSs (a) and FPSs (b). Viscosity at minimum of the SPSs (c) and FPSs (d). The sugar particle suspension exhibits a highly shear-thinning behavior, while the shear-thinning behavior demonstrated by the spherical particle suspension is much weaker. The viscosity at the minimum only slightly decreases with increasing shear stress for both FPSs and SPSs.

suspensions irrespective of the particle shape, faceted or spherical. Contrarily, the FPSs display a steady viscosity that is much higher than that of the SPSs, which suggests that the contact viscosity is greater for faceted particles than for spherical ones.

The experiment is repeated for several shear stresses and particle volume fractions. Figure 3 displays the variation of the steady viscosity, η_S , and of the viscosity at the minimum, η_{min} , with shear stress for the SPSs [Figs. 3(a) and 3(c), respectively] and for the FPSs [Figs. 3(b) and 3(d), respectively]. The minimum viscosity is almost constant with shear stress, while the steady viscosity decreases with increasing shear rate. Furthermore, the shear-thinning behavior of the steady viscosity is much more pronounced for the FPSs than for the SPSs. Shear thinning is common in frictional non-Brownian suspensions (see, for instance, Refs. [14,26–29]) though its physical origin is still debated. Weak adhesive forces between particles may cause shear thinning since they would lead to particle aggregation. In this scenario, suspensions are expected to exhibit a yield stress that may be understood as the minimum stress needed to break the aggregates and that makes the apparent viscosity decrease with the increase of shear stress. This explanation would be consistent with the observation that shear thinning is more pronounced in FPSs than in SPSs. In the former, the faceted shape of the particles favors Van der Waals interactions since it offers a much larger contacting surface between particles. The drawback of this explanation is that particle flocculation, if any, should also affect the viscosity at the minimum which thus would be stress-dependent. By contrast, the viscosity at the minimum is observed to hardly vary with shear stress. Furthermore, it can be seen by comparing Figs. 3(b) and 3(d) that, for the largest concentrations and the smallest stresses, it was possible to measure the viscosity at the minimum while the suspension is jammed ($\eta \rightarrow \infty$) at steady state. However, even though, in this case, adhesive forces may not modify the mesoscopic structure of the suspensions, they may change the contact interactions between particles. It is thus possible that the adhesive forces exerted between the faceted particles participate in the marked shear thinning which is observed in FPSs since, as described in the introduction, the rheology of concentrated suspensions is very sensitive to contact forces. For SPSs, another mechanism has recently been proposed based on stress-induced variable friction between particles [30–32]. Chatté *et al.* [30] studied the second shear-thinning regime that occurs after the shear-thickening transition in a concentrated suspension of PVC particles dispersed in a plasticizer. In this frictional regime, the authors show using atomic force microscopy measurements that the friction coefficient decreases as the normal load increases, and they relate this decrease of the microscopic friction to the shear-thinning behavior. As for FPSs, however, the fine mechanisms leading to the marked shear-thinning behavior exhibited remain to be discovered and are expected to be more complicated than in the case of SPSs.

More generally, suspensions with rate-dependent viscosity are frequently encountered in either a Brownian [33–35] or non-Brownian regime [5,27,36]. It has been shown that rheology was well captured by introducing a stress-dependent jamming volume fraction. Without making any assumption about the underlying microscopic mechanisms, we follow this approach and define ϕ_m for each fixed shear stress value. For this purpose, the variation of the reduced viscosity with packing fraction is fitted to a modified Maron-Pierce law, *for each value of the shear stress*:

$$\eta_S = \frac{\alpha_0(\tau)}{\left[1 - \frac{\phi}{\phi_m(\tau)}\right]^2}, \quad (3)$$

where $\phi_m(\tau)$ is the jamming packing fraction at a given τ . We recall that, in the original Maron-Pierce equation, $\alpha_0 = 1$. Here α_0 is a second fitting parameter which is needed to obtain an accurate fit of the experimental data, especially for the FPSs. Its physical meaning, if any, is not clear, and α_0 should be seen only as a fitting parameter whose introduction makes sense only for concentrated suspensions since for $\phi \rightarrow 0$, η_S obviously tends toward 1. For very dilute suspensions, it has been shown experimentally and theoretically that the intrinsic viscosity, $[\eta] = \lim_{\phi \rightarrow 0} \frac{\eta_S - 1}{\phi}$, of a suspension of cubes differs from that of a suspension of spheres [37]. This is even less surprising that, for concentrated suspensions, the original Maron-Pierce relation cannot be applied rigidly. To deduce

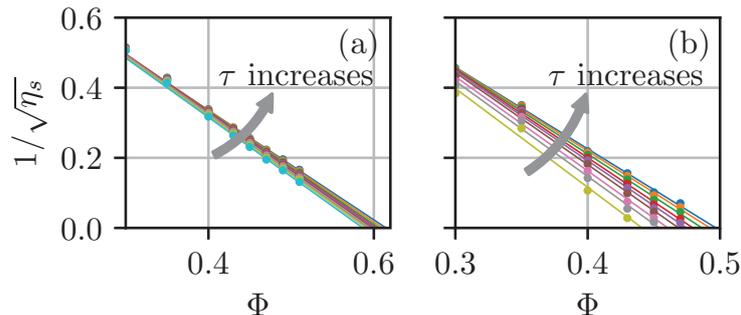


FIG. 4. The inverse of the square root of the reduced steady viscosity as a function of particle volume fraction for all the tested stresses. Each color corresponds to a given stress ($\tau \in [5 \text{ Pa} - 100 \text{ Pa}]$ for SPSs and $\tau \in [10 \text{ Pa} - 100 \text{ Pa}]$ for FPSs). (a) SPSs, (b) FPSs. Symbols: experimental data. Solid lines: fits.

the parameters α_0 and ϕ_m , we plot the inverse of the square root of the steady viscosity with packing fraction for all values of the tested shear stresses [see Fig. 4(a) for SPSs and Fig. 4(b) for FPSs]. The fit of each of these curves for $\phi \geq 0.4$ for SPSs and $\phi \geq 0.3$ for FPSs provides the values of ϕ_m and α_0 for each applied shear stress. As the shear stress decreases, the slope becomes larger in magnitude, and the jamming fraction decreases (see the Supplemental Materials for further details on fits and uncertainties [22]). Figure 5 displays the variation of these two parameters with τ . As expected, the jamming packing fraction is smaller for FPSs than for SPSs. This is consistent with what is observed in granular media where the maximum packing fraction decreases as the grain angularity increases (see, for instance, Refs. [38,39]). The values of ϕ_m measured for SPSs [0.59–0.615] are in the typical range that is reported in the literature for suspensions of frictional non-Brownian spheres [1,11,12,26,40]. For FPSs, ϕ_m lies in the range 0.43 to 0.50, which is of the same order as the jamming fraction fraction measured by Hafid *et al.* for suspensions of faceted river sand particles with an aspect ratio of 1.5 ($\phi_m \simeq 0.45$) [41].

The two kinds of suspensions appear to behave in a way that is quantitatively different: FPSs are much more shear thinning than SPSs and exhibit much lower maximum packing fractions, and the question arises whether it is possible to unify their behavior. It is sometimes proposed that the viscosity of non-Brownian suspensions depends only on the ratio of ϕ/ϕ_m (see, for instance, Ref. [42] or [43]). Rather, our results displayed in Fig. 6 show that this collapse is quite poor. For the

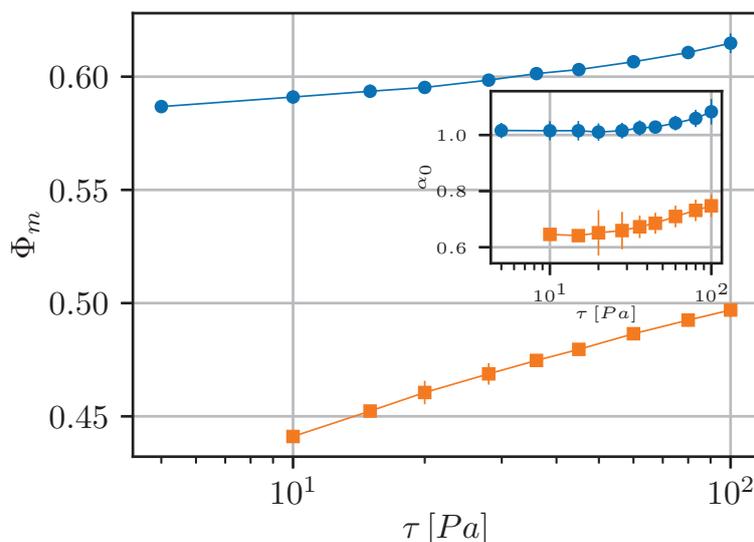


FIG. 5. Variation of the jamming packing fraction with the shear stress for FPSs (orange squares) and SPSs (blue disks). Inset: Variation of α_0 with τ .

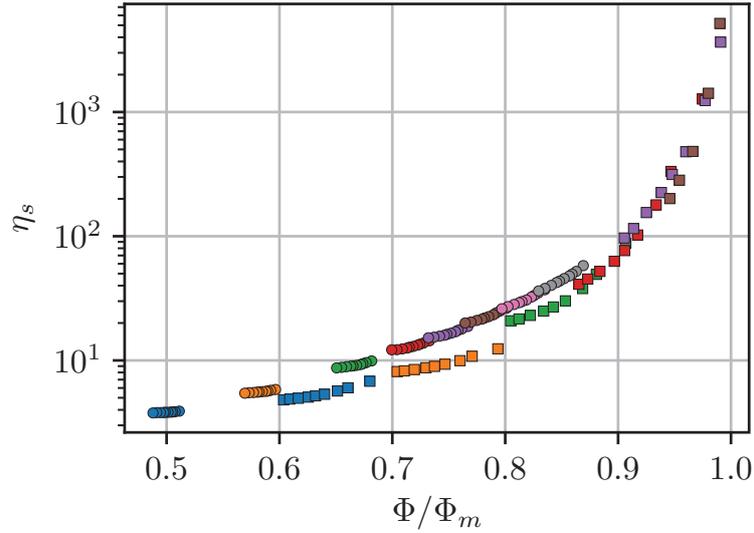


FIG. 6. Steady viscosity as a function of ϕ/ϕ_m . Squares: Sugar particles. Disks spherical polystyrene particles. Blue: $\phi = 0.3$. Orange: $\phi = 0.35$. Green: $\phi = 0.40$. Red: $\phi = 0.43$. Purple: $\phi = 0.45$. Brown: $\phi = 0.47$. Pink: $\phi = 0.49$. Gray: $\phi = 0.51$.

same ratio ϕ/ϕ_m , the steady viscosity of FPSs is lower than that of SPSs. Furthermore, even when the two suspensions are considered separately, the steady viscosity data, obtained for one kind of particles, are far from defining a unique curve when plotting against the ratio ϕ/ϕ_m . Nevertheless, if rather than the steady viscosity, the ratio of the difference between the steady and the minimum viscosity to the steady viscosity, $(\eta_s - \eta_{min})/\eta_s$, is plotted against the ratio of the packing fraction to the maximum packing fraction, ϕ/ϕ_m , all measurements obtained for both the SPSs and the FPSs for all packing fractions and all shear stresses collapse onto a single curve. Figure 7 displays these

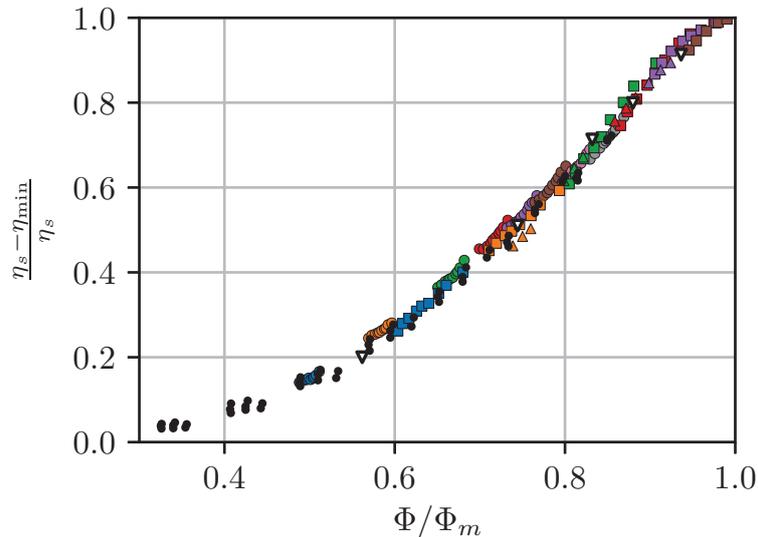


FIG. 7. Ratio of the difference between the steady viscosity and the viscosity at minimum normalized by the steady viscosity as a function of the ratio ϕ/ϕ_m . Squares: FPSs, disks: SPSs. Blue: $\phi = 0.3$. Orange: $\phi = 0.35$. Green: $\phi = 0.40$. Red: $\phi = 0.43$. Purple: $\phi = 0.45$. Brown : $\phi = 0.47$. Pink: $\phi = 0.49$. Gray: $\phi = 0.51$. Black disks: numerical simulations from Ref. [11] obtained for different sliding friction coefficients between 0 and 1 (no rolling friction). Empty triangles: PMMA particles 31 μm in diameter (Microbeads, CA30), dispersed in a Newtonian liquid from [13] ($\phi_m = 0.534$). Solid triangles: polyamide particles (see Supplemental Materials [22])

results together with the numerical simulations of shear reversal of Peters *et al.* [11] performed for spherical particles with several sliding friction coefficients between 0 and 1 and with experimental data of Blanc *et al.* obtained with suspensions of PMMA spherical particles [13]. We have also tested this scaling with a highly polydisperse suspension made of irregular faceted polyamide particles (average diameter $15\ \mu\text{m}$) dispersed in a different silicon oil (see the Appendix for the description of the system). Again, the results collapse on the master curve (solid triangles in Fig. 7).

Recalling that, in the case of non-Brownian suspensions of spherical particles, the difference between the steady viscosity and the viscosity at the minimum is an estimate of the contact contribution to the viscosity [11], the collapse obtained for spherical particles suggests that a universal scaling can be obtained when the contact viscosity, η^C , normalized by the steady viscosity is plotted against the ratio $\phi/\phi_m(\tau)$. Concerning the suspensions of irregularly shaped particles, there is no proof that the difference between the steady and the minimum viscosity amounts to 85% of the contact viscosity. However, the comparison of Figs. 3(c) and 3(d) shows that the minimum viscosity of FPSs is not that different from that of SPSs, suggesting that, for FPSs, the minimum viscosity is roughly the hydrodynamic viscosity, η^H , as is the case for SPSs for which $\eta_{min} = \eta^H + 0.15\eta^C$ [11]. It should be noted that it is not surprising that the hydrodynamic viscosity does not much depend on the precise shape of the particles and should be almost the same for polyhedral or spherical particles provided that the aspect ratio is close to one. Identifying η_{min} and η^H would mean that the difference between η_S and η_{min} is also an estimate of the contact viscosity for FPSs. Following this conjecture, it appears that, for a given particle volume fraction, the contact viscosity is much higher for FPSs than for SPSs. This could probably be explained by the contact properties that should be different in the two suspensions. On the one hand, it has been shown that the contact viscosity of SPSs is very sensitive to the friction coefficient between particles. On the other hand, in the case of dry granular media, Estrada *et al.* [44] showed from 2D numerical simulations that the main effect of particle angularity is to hinder rotation and that this rotation frustration is somehow equivalent to some rolling resistance in an assembly of circular particles. Thus, the collapse of Fig. 7 suggests that regardless of the microscopic contact properties, the relative contribution of the contacts to the viscosity (η^C/η_S) is a function of the unique variable ϕ/ϕ_m .

IV. CONCLUSION

To conclude, we have shown that suspensions of spherical particles (SPSs) and of faceted particles (FPSs) with an aspect ratio close to one behave in a quite different fashion. At a given particle volume fraction, FPSs have a steady viscosity much higher than SPSs and are also much more shear thinning. These differences are rationalized in terms of a jamming packing fraction, $\phi_m(\tau)$, that is lower and more rapidly changing with shear stress for FPSs than for SPSs. Despite the tremendous differences observed in SPS and FPS behaviors, shear reversal experiments offer a unified framework for the rheology of suspensions based on either spherical or irregular-shaped particles. The ratio of the difference between the steady and the minimum viscosity (which is equal to 85% of the contact viscosity for SPSs and may be also an estimate of the contact viscosity for FPSs) to the steady viscosity depends only on the ratio ϕ/ϕ_m and defines a unique curve where the data obtained with both suspensions collapse. This scaling also collapses the results obtained with a highly polydisperse suspension of irregular polyamide particles, the numerical data of Peters *et al.* for rough frictional spherical particles [11] obtained for different friction coefficients ranging from 0 to 1, and the experimental data of Blanc *et al.* [13]. This scaling seems to be valid as long as the particle aspect ratio is close to one, regardless of size (in the non-Brownian limit), polydispersity, and shape of the particles. At a given ϕ , particle shape essentially affects the contact contribution to the viscosity, and the relative contact contribution to the viscosity can be simply described by a change in ϕ_m . Finally, introducing a shear stress-dependent jamming fraction, $\phi_m(\tau)$, enables us to capture the shear-thinning behavior of both suspensions. A possible interpretation of the increase of ϕ_m as the shear stress increases is a decrease of the friction coefficient between

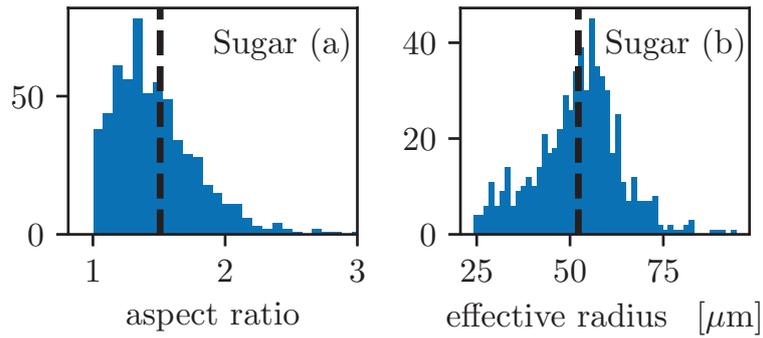


FIG. 8. (a) Aspect ratio distribution. (b) Equivalent size distribution.

particles as already measured by Chatté and explored in detail [32] for spherical particles. It is likely that the microscopic mechanisms involved in the variation of ϕ_m with stress are much more complicated in the case of FPSs. In particular, adhesion, which is favored by the flat surfaces of the particles, is likely to play a role in the flow hindrance since adhesive forces between faceted particles may increase significantly the rolling resistance that is already generated by the particle shape. It would be interesting to perform numerical simulations that include both sliding friction and rolling resistance between spherical particles in order to test if it is possible to capture the behavior of suspensions of angular-shaped particles as has been shown in 2D dry granular media by Estrada *et al.* [44].

Finally, from a practical point of view, the existence of the universal scaling depicted above opens the possibility of inferring the jamming packing fraction of a non-Brownian suspension from only one shear reversal experiment without varying particle concentration.

ACKNOWLEDGMENTS

We warmly thank Stany Gallier for fruitful discussions. This work was granted access to the HPC and visualization resources of the Centre de Calcul Interactif hosted by the Université Nice Sophia Antipolis.

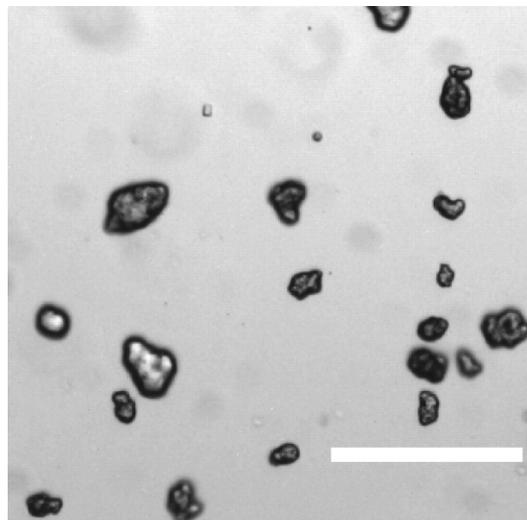


FIG. 9. Polyamide particles. Scale bar = 100 μm .

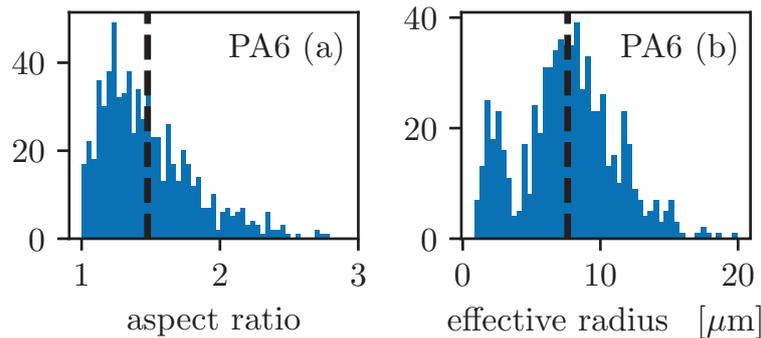


FIG. 10. (a) Aspect ratio distribution. (b) Equivalent size distribution.

APPENDIX: EXPERIMENTAL SYSTEMS AND PROCEDURE

1. Sugar particles

The size and aspect ratio distributions are determined by image processing. Figure 8 displays the aspect ratio distribution [Fig. 8(a)] and the equivalent radius distribution [Fig. 8(b)]. The equivalent radius is the radius of a disk that has the same area as the particles: $a_{eff} = \sqrt{\frac{\text{area}}{\pi}}$.

2. Suspensions of polyamide particles

We also tested the scaling presented in Fig. 6 with suspensions made of polyamide particles (Polyamide-Nylon 6 Powder PA 6, Goodfellow) dispersed in a silicon oil of viscosity 0.47 Pa·s at $T = 23^\circ\text{C}$. Four particle fractions were studied: $\phi = [0.37, 0.40, 0.43, 0.45]$. Figure 9 displays a picture of the polyamide particles that are very polydisperse with an average equivalent diameter ($\sim 15 \mu\text{m}$) much smaller than that of the TS80 or sugar particles. Their shape is quite irregular, and they are neither as spherical as the polystyrene particles TS80 that have been used nor as sharp faceted as the sugar particles (see Fig. 1).

The histograms of aspect ratio and size distributions are displayed in Fig. 10.

-
- [1] F. Boyer, É. Guazzelli, and O. Pouliquen, Unifying Suspension and Granular Rheology, *Phys. Rev. Lett.* **107**, 188301 (2011).
 - [2] R. Seto, R. Mari, J. F. Morris, and M. M. Denn, Discontinuous Shear Thickening of Frictional Hard-Sphere Suspensions, *Phys. Rev. Lett.* **111**, 218301 (2013).
 - [3] R. Mari, R. Seto, J. F. Morris, and M. M. Denn, Shear thickening, frictionless and frictional rheologies in non-Brownian suspensions, *J. Rheol.* **58**, 1693 (2014).
 - [4] M. Wyart and M. E. Cates, Discontinuous Shear Thickening without Inertia in Dense Non-Brownian Suspensions, *Phys. Rev. Lett.* **112**, 098302 (2014).
 - [5] B. M. Guy, M. Hermes, and W. C. K. Poon, Towards a Unified Description of the Rheology of Hard-Particle Suspensions, *Phys. Rev. Lett.* **115**, 088304 (2015).
 - [6] J. R. Royer, D. L. Blair, and S. D. Hudson, Rheological Signature of Frictional Interactions in Shear Thickening Suspensions, *Phys. Rev. Lett.* **116**, 188301 (2016).
 - [7] J. Comtet, G. Chatté, A. Niguès, L. Bocquet, A. Siria, and A. Colin, Pairwise frictional profile between particles determines discontinuous shear thickening transition in non-colloidal suspensions, *Nat. Commun.* **8**, 15633 (2017).
 - [8] B. M. Guy, J. A. Richards, D. J. M. Hodgson, E. Blanco, and W. C. K. Poon, Constraint-Based Approach to Granular Dispersion Rheology, *Phys. Rev. Lett.* **121**, 128001 (2018).

- [9] S. Gallier, E. Lemaire, F. Peters, and L. Lobry, Rheology of sheared suspensions of rough frictional particles, *J. Fluid Mech.* **757**, 514 (2014).
- [10] C. Chang and R. L. Powell, Effect of particle size distributions on the rheology of concentrated bimodal suspensions, *J. Rheol.* **38**, 85 (1994).
- [11] F. Peters, G. Ghigliotti, S. Gallier, F. Blanc, E. Lemaire, and L. Lobry, Rheology of non-Brownian suspensions of rough frictional particles under shear reversal: A numerical study, *J. Rheol.* **60**, 715 (2016).
- [12] A. Singh, R. Mari, M. M. Denn, and J. F. Morris, A constitutive model for simple shear of dense frictional suspensions, *J. Rheol.* **62**, 457 (2018).
- [13] F. Blanc, F. Peters, and E. Lemaire, Local transient rheological behavior of concentrated suspensions, *J. Rheol.* **55**, 835 (2011).
- [14] F. Gadala-Maria and A. Acrivos, Shear-induced structure in a concentrated suspension of solid spheres, *J. Rheol.* **24**, 799 (1980).
- [15] N. Y. C. Lin, B. M. Guy, M. Hermes, C. Ness, J. Sun, W. C. K. Poon, and I. Cohen, Hydrodynamic and Contact Contributions to Continuous Shear Thickening in Colloidal Suspensions, *Phys. Rev. Lett.* **115**, 228304 (2015).
- [16] C. Ness and J. Sun, Two-scale evolution during shear reversal in dense suspensions, *Phys. Rev. E* **93**, 012604 (2016).
- [17] R. N. Chacko, R. Mari, S. M. Fielding, and M. E. Cates, Shear reversal in dense suspensions: The challenge to fabric evolution models from simulation data, *J. Fluid Mech.* **847**, 700 (2018).
- [18] O. Ozenda, P. Saramito, and G. Chambon, A new rate-independent tensorial model for suspensions of noncolloidal rigid particles in Newtonian fluids, *J. Rheol.* **62**, 889 (2018).
- [19] A. W. Chow, S. W. Sinton, J. H. Iwamiya, and T. S. Stephens, Shear-induced particle migration in Couette and parallel-plate viscometers: NMR imaging and stress measurements, *Phys. Fluids* **6**, 2561 (1994).
- [20] D. Merhi, E. Lemaire, G. Bossis, and F. Moukalled, Particle migration in a concentrated suspension flowing between rotating parallel plates: Investigation of diffusion flux coefficients, *J. Rheol.* **49**, 1429 (2005).
- [21] A. Yoshimura and R. K. Prud'homme, Wall slip corrections for Couette and parallel disk viscometers, *J. Rheol.* **32**, 53 (1988).
- [22] See Supplemental Material at <http://link.aps.org/supplemental/10.1103/PhysRevFluids.3.114303> for the experimental procedure is described in the first part and the raw data of the variation of the viscosity with shear stress and particle volume fraction are given in the second part.
- [23] T. Kataoka, T. Kitano, Y. Oyanagi, and M. Sasahara, Viscous properties of calcium carbonate filled polymer melts, *Rheol. Acta* **18**, 635 (1979).
- [24] L. Arbaret, M. Bystricky, and R. Champallier, Microstructures and rheology of hydrous synthetic magmatic suspensions deformed in torsion at high pressure, *J. Geophys. Res.: Solid Earth* **112**, 208 (2007).
- [25] H. M. Mader, E. W. Llewellyn, and S. P. Mueller, The rheology of two-phase magmas: A review and analysis, *J. Volcanol. Geotherm. Res.* **257**, 135 (2013).
- [26] I. E. Zarraga, D. A. Hill, and D. T. Leighton Jr., The characterization of the total stress of concentrated suspensions of noncolloidal spheres in Newtonian fluids, *J. Rheol.* **44**, 185 (2000).
- [27] A. Vázquez-Quesada, R. I. Tanner, and M. Ellero, Shear Thinning of Noncolloidal Suspensions, *Phys. Rev. Lett.* **117**, 108001 (2016).
- [28] A. Vázquez-Quesada, A. Mahmud, S. Dai, M. Ellero, and R. I. Tanner, Investigating the causes of shear-thinning in non-colloidal suspensions: Experiments and simulations, *J. Non-Newtonian Fluid Mech.* **248**, 1 (2017).
- [29] T. Dbouk, L. Lobry, and E. Lemaire, Normal stresses in concentrated non-Brownian suspensions, *J. Fluid Mech.* **715**, 239 (2013).
- [30] G. Chatté, J. Comtet, A. Nigues, L. Bocquet, A. L. Siria, G. Ducouret, F. Lequeux, N. Lenoir, G. Ovarlez, and A. Colin, Shear thinning in non-Brownian suspensions, *Soft Matter* **14**, 879 (2017).
- [31] R. I. Tanner, C. Ness, A. Mahmud, S. Dai, and J. Moon, A bootstrap mechanism for non-colloidal suspension viscosity, *Rheol. Acta* **57**, 635 (2018).

- [32] L. Lobry, E. Lemaire, F. Blanc, S. Gallier, and F. Peters, Shear thinning in non-Brownian suspensions explained by variable friction between particles, *J. Fluid Mech.* (unpublished).
- [33] C. R. Wildemuth and M. C. Williams, Viscosity of suspensions modeled with a shear-dependent maximum packing fraction, *Rheol. Acta* **33**, 421 (1984).
- [34] J. C. Van der Werff and C. G. De Kruif, Hard-sphere colloidal dispersions: The scaling of rheological properties with particle size, volume fraction, and shear rate, *J. Rheol.* **33**, 421 (1989).
- [35] D. Quemada, Rheological modeling of complex fluids. I. The concept of effective volume fraction revisited, *Eur. Phys. J. Appl. Phys.* **1**, (119) (1998).
- [36] E. Brown, N. A. Forman, C. S. Orellana, H. Zhang, B. W. Maynor, D. E. Betts, J. M. DeSimone, and H. M. Jaeger, Generality of shear thickening in dense suspensions, *Nat. Mater.* **9**, 220 (2010).
- [37] R. K. Mallavajula, D. L. Koch, and L. A. Archer, Intrinsic viscosity of a suspension of cubes, *Phys. Rev. E* **88**, 052302 (2013).
- [38] E. Azéma, Y. Descantes, N. Roquet, J.-N. Roux, and F. Chevoir, Discrete simulation of dense flows of polyhedral grains down a rough inclined plane, *Phys. Rev. E* **86**, 031303 (2012).
- [39] E. Azéma, N. Estrada, and F. Radjai, Nonlinear effects of particle shape angularity in sheared granular media, *Phys. Rev. E* **86**, 041301 (2012).
- [40] G. Ovarlez, F. Bertrand, and S. Rodts, Local determination of the constitutive law of a dense suspension of noncolloidal particles through magnetic resonance imaging, *J. Rheol.* **50**, 259 (2006).
- [41] H. Hafid, G. Ovarlez, F. Toussaint, P. H. Jezequel, and N. Roussel, Effect of particle morphological parameters on sand grains packing properties and rheology of model mortars, *Cement Concrete Res.* **80**, 44 (2016).
- [42] M. Wang and J. F. Brady, Constant Stress and Pressure Rheology of Colloidal Suspensions, *Phys. Rev. Lett.* **115**, 158301 (2015).
- [43] S. Mueller, E. W. Llewellyn, and H. M. Mader, The rheology of suspensions of solid particles, *Proc. R. Soc. London A* **466**, 1201 (2009).
- [44] N. Estrada, E. Azéma, F. Radjai, and A. Taboada, Identification of rolling resistance as a shape parameter in sheared granular media, *Phys. Rev. E* **84**, 011306 (2011).

Supplementary Material

(Dated: November 21, 2018)

I. EXPERIMENTAL PROCEDURE

A. Protocol

Shear reversal tests are separated by preshear steps at $\tau_{presh} = 45 Pa$ (see Fig. 1). The stress step duration is not the same for every value of the shear stress but is chosen in such a way that the viscosity has reached its steady value at the end of the step. The steady value of the viscosity is attained for a total strain after the shear reversal of about 10. Thus, lower is the applied stress, longer is the experiment.

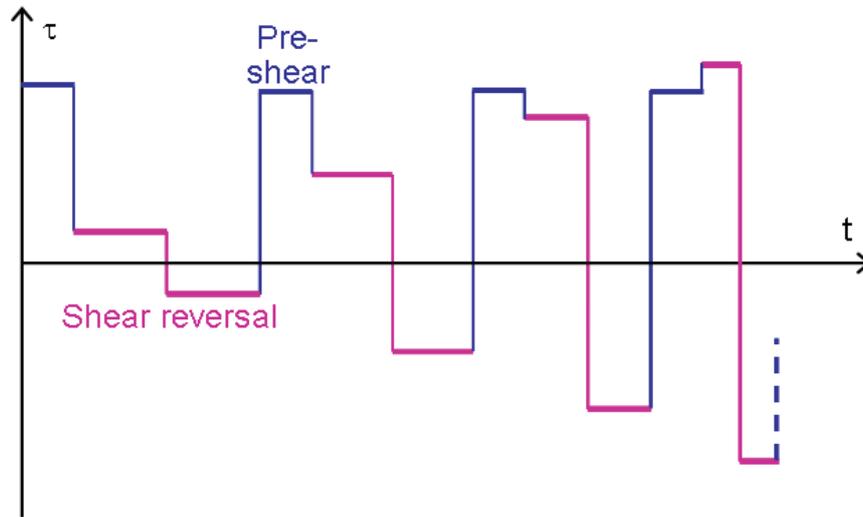


Figure 1: Shear reversal protocol. Shear reversal tests are performed for several applied shear stresses separated by pre-shear steps. The duration of each step is chosen in order to measure the steady value of the viscosity.

The minimum stress is chosen in such a way that the Shield parameter, Sh is larger than one in order to be sure that the particles do not settle :

$$Sh = \frac{\tau}{\delta\rho g D} > 1 \quad (1)$$

where D is the typical particle size and $\Delta\rho$ the density mismatch between the particles and the suspending liquid.

The maximum shear stress is fixed by the occurrence of edge fracture. Edge fracture is expected for a first normal stress that is of the order of the capillary pressure [1]:

$$N_1 \approx \frac{2\gamma}{h} \quad (2)$$

with h , the gap width and $\gamma \approx 30 \text{ mN.m}^{-1}$, the air suspension interfacial tension. Since N_1 is a fraction of τ ($N_1 \lesssim 0.5 \tau$), we obtain the following criterion to avoid edge fracture: $\tau \lesssim 120 \text{ Pa}$.

B. Inertia

The moment of inertia of the rheometer (motor + rotor), I , is about $1.27.10^{-5} \text{ kg.m}^2$, leading to characteristic inertial times smaller than 10^{-2} s^{-1} which is the value calculated for the suspending liquid alone. For all measurements, an inertia correction is made :

$$\eta_{app} = \frac{2h}{\pi R^4 \Omega_{mes}} \left\{ \Gamma - \frac{I}{dt} \frac{d\Omega_{mes}}{dt} \right\} \quad (3)$$

C. Flow reversal curve of a Newtonian fluid

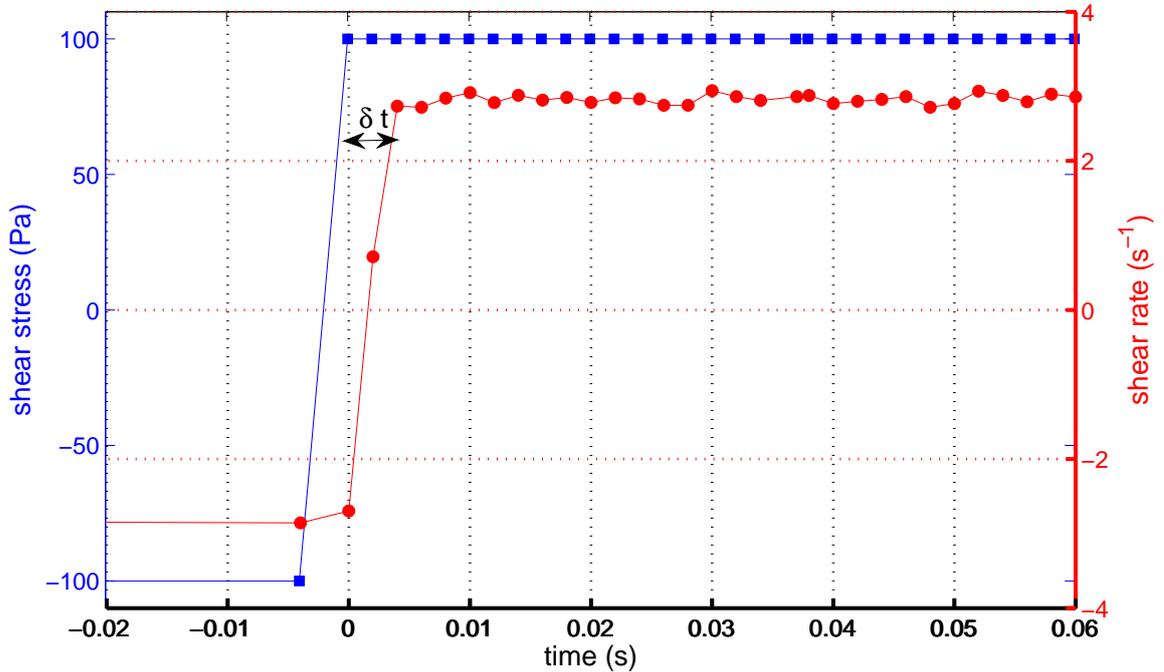


Figure 2: shear rate response of a Newtonian fluid (UCON oil) under shear reversal. $\tau = 100Pa$.

The shear reversal measurements are carried out at controlled stress. To evaluate the time and the strain resolution when the shear is reversed we carried out shear reversal measurements with a Newtonian fluid. The fluid is the UCON oil 75H90000 (*Dow*) of viscosity 35 Pa.s at $T = 25^{\circ}C$. The shear rate response to a shear reversal conducted at $\tau = 100Pa$ against time is displayed on Fig.2. This test allows us to define the minimum time, δt , beyond which viscosity measurements are valid: $\delta t \lesssim 5 \cdot 10^{-3}s$ The minimum strain, $\delta\gamma$ can be obtained: $\delta\gamma \approx \tau/\eta \delta t$

In the whole range of measurements, $\delta\gamma$ ranges from 10^{-5} (for the most viscous suspensions) to 0.1 (for the viscous ones) and is for all shear reversal tests much lower than the strain at the minimum so that the viscosity at the minimum can be measured.

II. VISCOSITY DATA

A. Viscosity fits

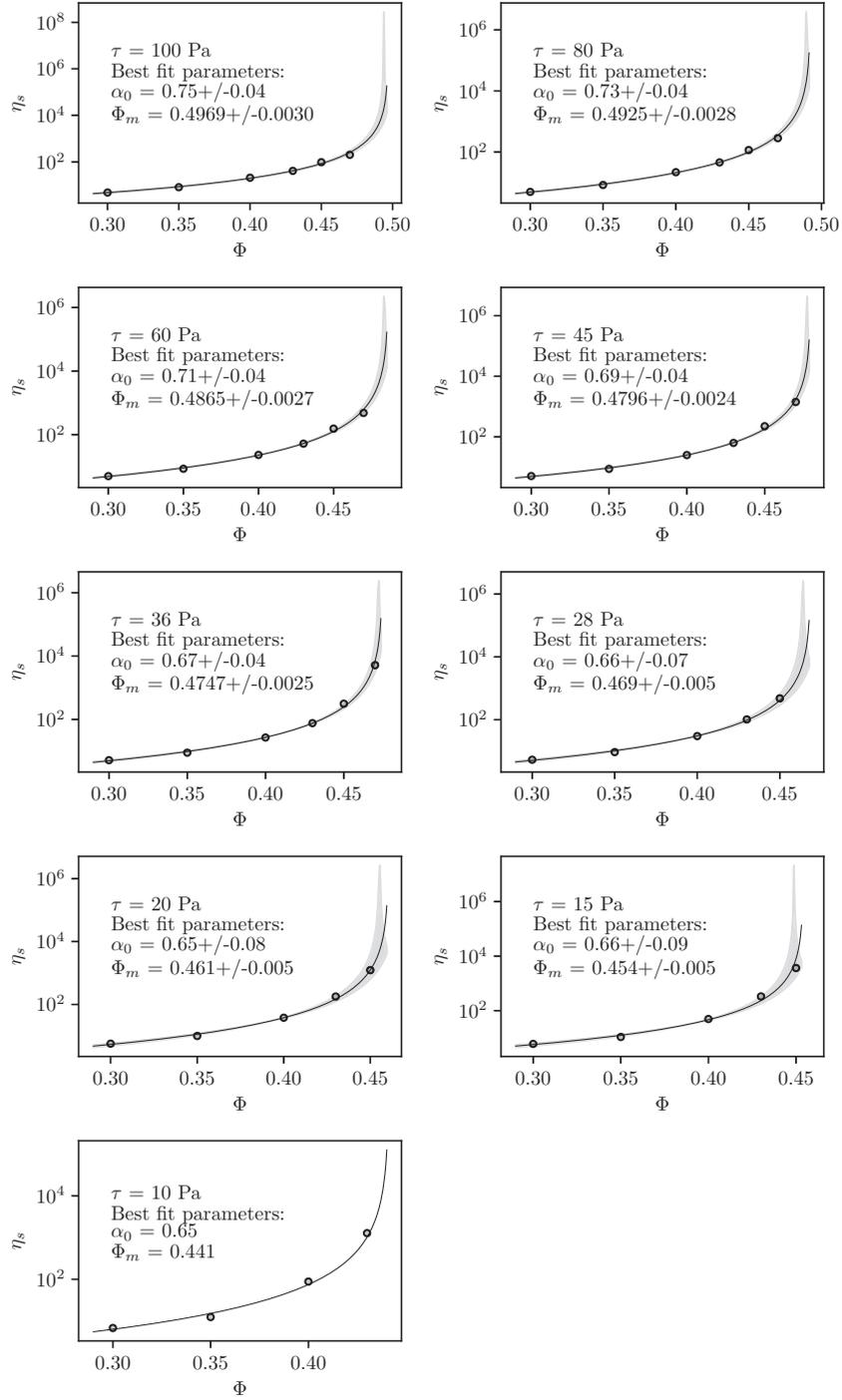


Figure 3: Steady viscosity of the FPS as a function of ϕ for the different stresses.

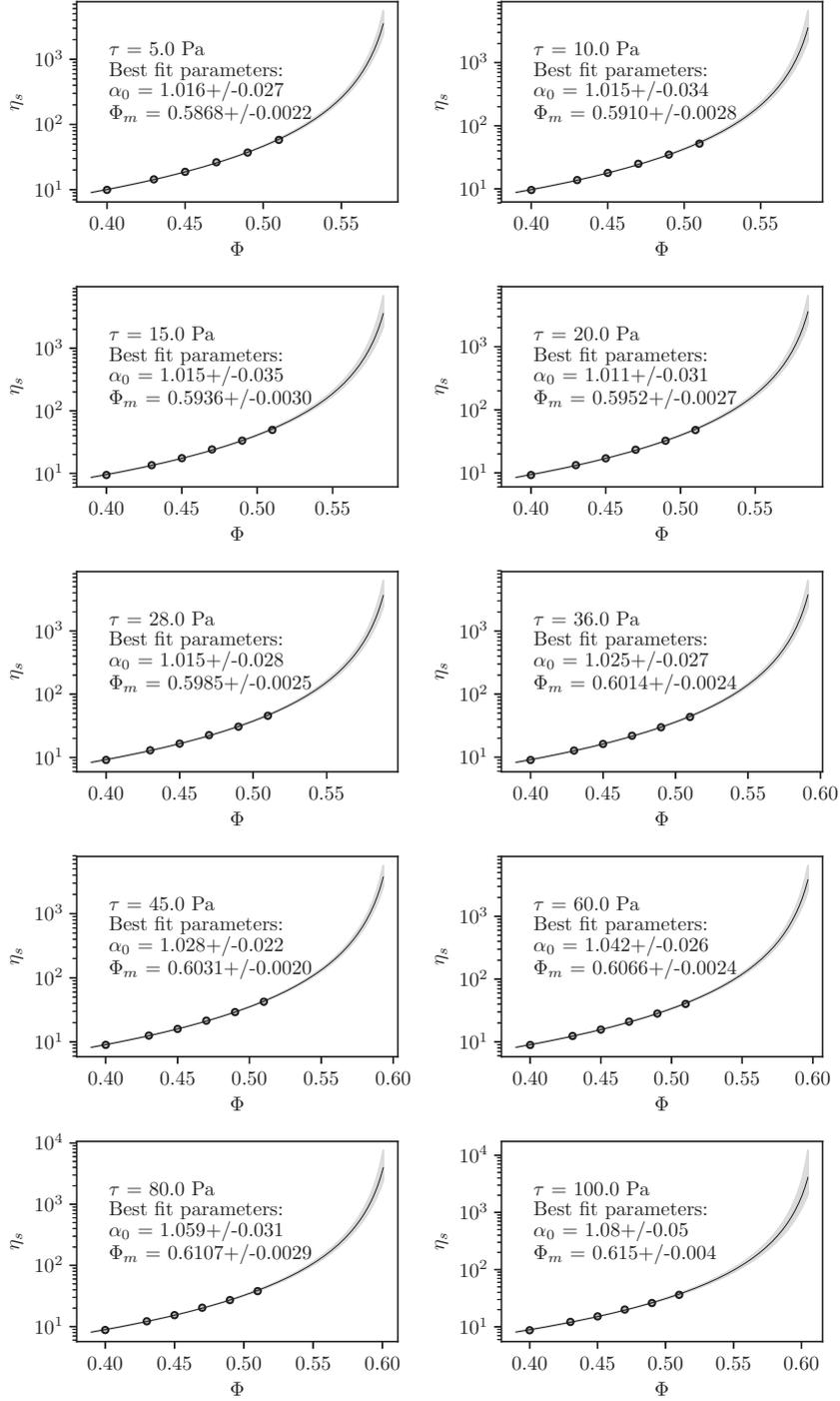


Figure 4: Steady viscosity of the SPS as a function of ϕ for the different stresses.

B. Raw data

The tables below display the measured viscosity (without Mooney-Rabinovitch correction) for both suspensions and all the particle concentrations and stresses that have been tested. Values in *italic* have not been used to construct the universal scaling because the associated Shield number is lower than 1.

Table I: Apparent steady viscosity of SPS (in Pa.s).

Volume fraction	Shear stress [Pa]									
	100	80	60	45	36	28	20	15	10	5
0.30	3.72	3.73	3.73	3.74	3.75	3.75	3.77	3.78	3.80	3.84
0.35	5.38	5.41	5.43	5.47	5.49	5.52	5.55	5.59	5.66	5.74
0.40	8.62	8.70	8.80	8.88	8.94	9.04	9.19	9.33	9.51	9.82
0.43	12.0	12.1	12.3	12.5	12.7	12.9	13.2	13.4	13.7	14.3
0.45	15.1	15.3	15.6	15.9	16.2	16.5	17.0	17.4	17.8	18.7
0.47	20.0	20.4	21.0	21.5	22.0	22.6	23.4	24.1	24.9	26.2
0.49	26.5	27.4	28.4	29.3	30.0	31.0	32.6	33.4	34.9	37.0
0.51	37.1	38.8	40.9	42.9	44.1	46.2	48.2	49.9	52.7	58.9

Table II: Apparent minimum viscosity of SPS (in Pa.s).

Volume fraction	Shear stress [Pa]									
	100	80	60	45	36	28	20	15	10	5
0.30	3.18	3.18	3.18	3.18	3.18	3.19	3.19	3.19	3.19	3.19
0.35	4.03	4.03	4.03	4.04	4.05	4.05	4.05	4.06	4.07	4.11
0.40	5.42	5.42	5.42	5.44	5.45	5.47	5.48	5.52	5.54	5.55
0.43	6.50	6.52	6.53	6.54	6.55	6.57	6.61	6.65	6.67	6.72
0.45	7.38	7.38	7.39	7.45	7.47	7.51	7.55	7.58	7.63	7.70
0.47	8.53	8.55	8.63	8.68	8.7	8.7	8.8	8.9	8.9	9.0
0.49	9.9	10.0	10.0	10.1	10.2	10.3	10.4	10.4	10.6	10.7
0.51	11.8	11.9	12.1	12.3	12.4	12.5	12.6	12.8	13.0	13.3

Table III: Apparent steady viscosity of FPS (in Pa.s).

Volume fraction	Shear stress [Pa]								
	100	80	60	45	36	28	20	15	10
0.30	4.79	4.86	4.95	5.09	5.24	5.44	5.83	6.28	7.28
0.35	8.1	8.25	8.5	8.81	9.10	9.55	10.32	11.37	13.45
0.40	21.2	22.2	23.9	26.2	28.7	32.8	42.0	56.3	104
0.43	43.5	48.4	56.5	69.5	86.5	118	210	400	1550
0.45	106	129	176	258	365	570	1500	4500	–
0.47	230	330	580	1750	6500	–	–	–	–

Table IV: Apparent minimum viscosity of FPS (in Pa.s).

Volume fraction	Shear stress [Pa]								
	100	80	60	45	36	28	20	15	10
0.30	3.5	3.5	3.4	3.4	3.5	3.5	3.6	3.7	4.0
0.35		4.4	4.4	4.4	4.4	4.5	4.6	4.7	5.0
0.40	8.0	7.7	7.5	7.5	7.4	7.1	7.4	7.8	9.2
0.43	10.2	9.8	9.8	9.8	9.8	10.0	10.5	12.3	14.0
0.45	12.6	12.0	12.0	12.2	13.0	13.5	14.5	15.0	19.0
0.47	15	15	15	15	16	16	18	–	–

- [1] M. Keentok and S.-C. Xue. Edge fracture in cone-plate and parallel plate flows. *Rheologica acta*, 38(4):321–348, 1999.

Chapitre 3

Écoulement d'une suspension non-brownienne isodense en géométrie de Couette cylindrique : rhéologie locale

« *Ca va pas du tout!* »

Elisabeth Lemaire

« *Ca m'éclate à chaque fois que je vois de l'isoindice!* »

Frédéric Blanc

Sommaire

3.1 Introduction	58
3.2 Écoulement de suspensions dans une cellule de Couette cylindrique : détermination des lois constitutives	59
3.3 Méthodes expérimentales	61
3.3.1 Suspensions et dispositif expérimental	62
3.3.2 Méthodes expérimentales et méthodes de mesure	64
3.4 Résultats	70
3.4.1 Profils radiaux de concentration et de vitesse	70
3.4.2 Comportement rhéologique de la suspension	73
3.4.3 Viscosité normale de la suspension	85
3.4.4 Profils radiaux	88
3.5 Conclusion	99
3.6 Annexes	100
3.6.1 Annexe A- Influence du ménisque sur la hauteur H de la suspension	100
3.6.2 Annexe B- Démonstration des équations 3.30 - 3.33	100
3.6.3 Annexe C- Cartographie du taux de cisaillement normalisée sur l'ensemble des expériences	102

3.1 Introduction

Dans ce chapitre, je présente mes travaux visant à déterminer deux grandeurs qui sont essentielles en rhéologie des suspensions non-browniennes concentrées : la viscosité de cisaillement η_s et la viscosité normale η_n . Ces deux viscosités sont respectivement définies telles que :

$$\eta_s = \frac{\Sigma_{12}}{\eta_0 \dot{\gamma}} \quad \& \quad \eta_n = \frac{1}{\lambda_2} \frac{\Sigma_{22}^p}{\eta_0 \dot{\gamma}} \quad (3.1)$$

Σ_{12} et Σ_{22}^p sont respectivement la contrainte de cisaillement et contrainte normale particulaire dans la direction du gradient de vitesse, $\dot{\gamma}$ est le taux de cisaillement et η_0 est la viscosité du fluide suspendant. λ_2 est le paramètre anisotropique dans la direction du gradient de vitesse que l'on retrouve dans le Suspension Balance Model de [Morris and Boulay \[1999\]](#) et sur lequel je reviendrai plus tard.

Afin de déterminer η_s et η_n et leur variation avec la fraction volumique et éventuellement la contrainte de cisaillement, j'effectue localement des mesures de la fraction volumique $\phi(r)$ et de la vitesse d'écoulement $v(r)$ au sein d'un écoulement de Couette cylindrique. Les mesures locales sont en effet susceptibles de donner des résultats beaucoup plus fiables que des mesures macroscopiques de rhéométrie conventionnelle qui peuvent être affectées par plusieurs artefacts expérimentaux. Citons par exemple le phénomène de glissement aux parois dans les suspensions non-browniennes qui a déjà été étudié en détail [\[Ahuja and Singh, 2009; Blanc et al., 2011b; Jana et al., 1995; Korhonen et al., 2015\]](#) et est généralement relié à la structuration des particules au voisinage des parois. La structuration des particules se manifeste par une viscosité qui localement est plus petite que celle de la suspension non organisée et conduit à une augmentation du taux de cisaillement au voisinage des parois. Cette augmentation locale du taux de cisaillement se traduit sur le plan macroscopique par une vitesse d'écoulement normalisée par la vitesse du rotor plus petite que 1 au voisinage du rotor et non nulle au voisinage du stator : c'est le phénomène de glissement ! Un autre exemple de phénomène généralement observé dans l'écoulement d'une suspension non-brownienne concentrée et très préjudiciable aux mesures macroscopiques de la viscosité est la migration de particules induite par cisaillement [\[Abbott et al., 1991; Chow et al., 1995, 1994; Phillips et al., 1992; Sarabian et al., 2019\]](#). Pour un écoulement de Couette cylindrique, ce phénomène entraîne une concentration plus élevée de particules au voisinage du cylindre externe que près du cylindre interne. Ainsi, la suspension devient inhomogène au cours de l'écoulement et les mesures macroscopiques n'ont plus beaucoup de sens. En revanche, nous verrons que la migration radiale des particules en géométrie de Couette cylindrique permet de mesurer η_n .

C'est ce que je présenterai au cours de ce chapitre. Je décrirai d'abord comment je déduis la viscosité de cisaillement de la mesure locale de la fraction volumique et de la vitesse d'écoulement. Ensuite, je montrerai comment le rapport de la viscosité normale sur la viscosité de cisaillement, $q = \eta_n / \eta_s$, peut être déduit de la mesure du profil de concentration résultant de la migration induite par cisaillement.

3.2 Écoulement de suspensions dans une cellule de Couette cylindrique : détermination des lois constitutives

Nous considérons ici un écoulement de Couette cylindrique où la suspension s'écoule à petit nombre de Reynolds (écoulement de Stokes) suivant θ , le gradient de cisaillement est suivant r et la vorticité est suivant z . Ainsi, la direction suivant θ correspond par convention à la direction 1, r à la direction 2, et z à la direction 3.

Le tenseur de taux de déformation est symétrique ($\dot{\epsilon}_{r\theta} = \dot{\epsilon}_{\theta r}$, $\dot{\epsilon}_{rz} = \dot{\epsilon}_{zr}$, $\dot{\epsilon}_{z\theta} = \dot{\epsilon}_{\theta z}$) et, par symétrie, ses composantes sont indépendantes de l'angle θ . Ainsi, il s'exprime sous la forme :

$$\dot{\mathbf{\epsilon}} = \begin{pmatrix} \frac{\partial v_r}{\partial r} & \frac{1}{2} \left(\frac{\partial v_\theta}{\partial r} - \frac{v_\theta}{r} \right) & \frac{1}{2} \left(\frac{\partial v_r}{\partial z} + \frac{\partial v_z}{\partial r} \right) \\ \epsilon_{\theta r} & \frac{v_r}{r} & \frac{1}{2} \left(\frac{\partial v_\theta}{\partial z} \right) \\ \epsilon_{zr} & \epsilon_{z\theta} & \frac{\partial v_z}{\partial z} \end{pmatrix} \quad (3.2)$$

Si l'écoulement est véritablement 1D, le tenseur du taux de déformation se réduit à sa composante suivant (r, θ) et le taux de cisaillement s'écrit simplement :

$$\dot{\gamma}(r, z) = \dot{\gamma}(r) \approx \dot{\gamma}_{r\theta} = r \frac{\partial(v_\theta(r, z)/r)}{\partial r} \quad (3.3)$$

Ainsi, la mesure de $v(r)$ permet de déterminer localement le taux de cisaillement $\dot{\gamma}(r)$. Je comparerai notamment ce taux de cisaillement mesuré à un taux de cisaillement nominal, noté $\dot{\gamma}_N(r)$, attendu pour un matériau au comportement newtonien et qui s'écrit :

$$\dot{\gamma}_N(r) = 2\Omega \frac{R_1^2 R_2^2}{R_2^2 - R_1^2} \frac{1}{r^2} \quad (3.4)$$

R_1 et R_2 sont respectivement les rayons du rotor (cylindre interne) et du stator (cylindre externe), Ω est la vitesse angulaire du rotor.

Le champ de contrainte est obtenu en résolvant l'équation d'équilibre des contraintes :

$$\vec{\nabla} \cdot \Sigma = 0 \quad (3.5)$$

qui donne :

$$\Sigma_{12} = \Sigma_{\theta r} = \frac{C}{r^2} \quad \text{avec} \quad C = \frac{M}{2\pi H} \quad (3.6)$$

M est le couple total que nous mesurons avec le rhéomètre et H est la hauteur totale de la suspension introduite dans le gap.

Ainsi, la mesure de $v(r)$ et la connaissance de $\Sigma_{12}(r)$ me permettront de déterminer la viscosité de cisaillement locale :

$$\eta(r) = \frac{\Sigma_{12}(r)}{\dot{\gamma}(r)} \quad (3.7)$$

Pour chaque valeur de r , je déterminerai la fraction volumique locale $\phi(r)$ en mesurant la densité de centres de particules. J'aurai alors accès à la loi constitutive qui relie la viscosité relative de cisaillement à la fraction volumique et à la contrainte de cisaillement : $\eta_s(\phi, \tau)$.

D'autre part, la cellule de Couette que j'ai utilisée au cours de ma thèse a un gap suffisamment grand pour que la contrainte soit hétérogène ($\Sigma_{12}(R_1) \approx 1.6 \times \Sigma_{12}(R_2)$). On s'attend alors à observer une migration des particules dirigée vers le cylindre externe. D'après le Suspension Balance Model (SBM) [Morris and Boulay, 1999], la distribution radiale de particules est donnée par l'équilibre des contraintes normales particulières :

$$\vec{\nabla} \cdot \Sigma^p = 0 \quad (3.8)$$

Cette équation projetée suivant la direction du gradient de vitesse s'écrit :

$$\frac{1}{r} \frac{\partial(r \Sigma_{rr}^p)}{\partial r} - \frac{\Sigma_{\theta\theta}^p}{r} = 0 \quad (3.9)$$

Cette équation peut être réécrite en faisant apparaître la première différence de contrainte normale particulaire, $N_1^p = \Sigma_{\theta\theta}^p - \Sigma_{rr}^p$:

$$\frac{\partial \Sigma_{rr}^p}{\partial r} - \frac{N_1^p}{r} = 0 \quad (3.10)$$

Comme nous en avons discuté dans le chapitre 1, il est probable que les contraintes qui interviennent dans le SBM ne soient pas les contraintes particulières totales mais seulement la partie de ces contraintes issue des forces de contact entre particules. L'équation 3.10 s'écrit alors :

$$\frac{\partial \Sigma_{rr}^C}{\partial r} - \frac{N_1^C}{r} = 0 \quad (3.11)$$

La mesure de N_1^C est très délicate et sa valeur ne fait toujours pas consensus dans la communauté. Cependant la majorité des travaux numériques [Gallier et al., 2014; Lobry et al., 2019] s'accorde pour avancer une valeur de N_1^C qui est très petite devant la contrainte de cisaillement : $N_1^C \ll \Sigma_{12}$. Gallier et al. [2014] montrent que, pour des particules frictionnelles, $\frac{|N_1^C|}{\Sigma_{12}} \lesssim 5 \cdot 10^{-2}$. En revanche, Σ_{22}^C est du même ordre de grandeur que Σ_{12} [Dbouk et al., 2013; Gallier et al., 2014; Zarraga et al., 2000]. Ces ordres de grandeur nous permettent de négliger le terme N_1^C/r dans l'équation 3.11 qui devient :

$$\frac{\partial \Sigma_{rr}^C}{\partial r} = 0 \quad (3.12)$$

Cette équation indique que la seconde contrainte normale de contact ($\Sigma_{22}^C = \Sigma_{rr}^C$) doit être constante dans le gap. En réécrivant Σ_{22}^C sous la forme que Morris and Boulay [1999] proposent dans le SBM : $\Sigma_{22}^C = -\lambda_2 \eta_0 \dot{\gamma} \eta_n$ avec $\lambda_2 = \Sigma_{22}^C / \Sigma_{11}^C \approx 1$ puisque $N_1^C \approx 0$, on obtient :

$$q(\phi) = \frac{\eta_n(\phi)}{\eta_s(\phi)} = \frac{\Sigma_{22}^C}{\Sigma_{12}} \quad (\lambda_2 = 1) \quad (3.13)$$

Autrement dit, nous avons : $\Sigma_{22}^C = q \times \Sigma_{12} = q \times C/r^2$ d'après l'équation 3.6. En injectant cette dernière relation dans l'équation 3.12, on obtient simplement :

$$q(r) = \frac{q_0}{r_0^2} r^2 \quad (3.14)$$

où r_0 est une position radiale de référence choisie arbitrairement et où le rapport de la viscosité normale sur la viscosité tangentielle vaut q_0 . Dans la suite, nous choisirons pour r_0 la position radiale de l'interface entre la région structurée de la suspension au voisinage du stator et la région non structurée de la suspension sur la zone centrale du gap.

Cette dernière équation met notamment en évidence qu'il est possible de déterminer $q(\phi)$ à partir de la mesure du profil radial de fraction volumique $\phi(r)$ et d'en déduire $\eta_n(\phi)$ puisque $\eta_s(\phi)$ aura été déterminée par la mesure du champs de vitesse.

Pour résumer, $\eta_s(\phi, \Sigma_{12})$ sera déterminée par la mesure des champs de vitesse et de concentration dans le gap ($\Sigma_{12}(r)$ étant déduit du couple appliqué). Le rapport $q(\phi) = \eta_n(\phi)/\eta_s(\phi)$ sera obtenu à partir de la mesure du profil de concentration. Enfin, $\eta_n(\phi) = q(\phi) \times \eta_s(\phi)$ pourra être déduit.

Avant de décrire les mesures que nous avons réalisées et les résultats que nous avons obtenus pour η_n et η_s , il convient de faire une remarque utile pour préciser une hypothèse qui sera faite dans la suite. En effet, le SBM a été construit par [Morris and Boulay \[1999\]](#) à un moment où le caractère rhéofluidifiant des suspensions était mal connu et parfois même nié. Ainsi, toute la formulation du SBM fait l'hypothèse que la viscosité d'une suspension est uniquement fonction de la fraction volumique de particules. Cette hypothèse conduit à la prédiction de profils de concentration stationnaires qui sont indépendants de la valeur de la contrainte de cisaillement. Dans le cadre du SBM, seule la dynamique de la migration est impactée par la valeur de la contrainte de cisaillement : plus la contrainte appliquée est grande plus la dynamique est rapide et inversement. Or, il est désormais connu (voir chapitre 1) et nous l'avons vu au chapitre 2 que les suspensions non-browniennes sont rhéofluidifiantes. Nous l'observerons notamment encore une fois dans ce chapitre. Par ailleurs, nous avons vu que la rhéofluidification pouvait être captée par l'introduction d'une fraction volumique de blocage qui dépend de la contrainte de cisaillement ($\phi_m(\Sigma_{12})$). Ceci conduit à écrire une loi constitutive pour η_s qui dépend à la fois de ϕ et de ϕ_m . La question se pose alors de la façon dont nous devons écrire la loi constitutive pour η_n , en particulier quand nous souhaiterons comparer nos résultats aux lois de la littérature, celles proposées par [Zarraga et al. \[2000\]](#) ou [Boyer et al. \[2011\]](#) où la rhéofluidification n'est pas prise en compte et où la fraction volumique de divergence des viscosités (normale et tangentielle) est supposée indépendante de la contrainte de cisaillement. Nous avons choisi ici d'introduire dans η_n une fraction volumique de blocage identique à celle que nous mesurons pour la viscosité de cisaillement, et donc une fraction volumique de blocage qui dépend de la contrainte appliquée. Finalement, lorsque nous aurons déterminé à partir du profil radial de concentration la fonction $q(\phi)$ nous la réécrivons sous la forme $q(\phi/\phi_m)$ et déduisons $\eta_n(\phi/\phi_m) = q(\phi/\phi_m) \times \eta_s(\phi/\phi_m)$. Pour déterminer si, intrinsèquement, q est une fonction de ϕ ou de ϕ/ϕ_m , il faudrait comparer des profils stationnaires de fraction volumique obtenus pour différentes contraintes de cisaillement de façon à faire varier ϕ_m . Cette expérience permettrait alors de savoir si le profil de concentration est fixé par $q(\phi)$ ou $q(\phi/\phi_m)$. Faute de temps, je n'ai pu, au cours de ma thèse, mesurer les profils de concentration que pour une valeur de la contrainte ou plus exactement une valeur de la vitesse de rotation du cylindre interne mais, dans le traitement des profils de concentration, j'ai supposé que q était bien une fonction de ϕ/ϕ_m .

3.3 Méthodes expérimentales

Dans la section qui suit, je présente les suspensions étudiées où les particules ont le même indice de réfraction et la même densité que le fluide suspendant. La fraction volumique moyenne de particules, $\bar{\Phi}$ varie de 0.394 à 0.520. Le dispositif expérimental : un rhéomètre de Couette cylindrique muni d'un dispositif de visualisation de la suspension

et les méthodes expérimentales utilisées pour mesurer les champs de concentration et de vitesse dans la suspension sont ensuite décrits.

3.3.1 Suspensions et dispositif expérimental

3.3.1.1 Suspensions

Les suspensions sont composées de particules sphériques de PMMA (Arkema BS572) dont le diamètre est : $2a = 268 \pm 25 \mu m$ et la densité est mesurée égale à $1.19.10^3 kg/m^3$, pour une température $T = 23^\circ C$. La figure 3.1 montre la distribution de diamètres mesurée à l'aide d'un algorithme de détection de cercles sur des images de particules obtenues par microscopie optique. Le fluide suspendant est constitué d'un mélange newtonien composé de Triton X-100 (73.86 wt%), mélangé à du Chlorure de Zinc (14.24 wt%) et de l'eau (11.90 wt%) afin que la densité et l'indice de réfraction du fluide suspendant soient les mêmes que ceux des particules de PMMA [Souzy et al., 2016, 2015]. Une pointe de spatule de Nile Blue A (Sigma-Aldrich), un fluorochrome actif lorsqu'il est illuminé par un laser dont la longueur d'onde est voisine de $630 nm$ est ajoutée au liquide suspendant. Les particules de PMMA sont ensuite rajoutées à ce mélange newtonien ($\eta_0 = 4.43 Pa.s$) pour obtenir une suspension concentrée à $\bar{\Phi} = 0.520$. La hauteur de suspension dans la cellule de Couette est de $54 mm$. Pour faire varier la fraction volumique de particules, la suspension initialement introduite dans le gap est diluée *in situ* (donc la hauteur totale de la suspension augmente). Au cours de mon étude, j'ai exploré le comportement de suspensions à six fractions volumiques différentes variant entre 0.394 et 0.520. Le tableau 3.1 regroupe les différentes masses m_f de liquide introduites et les concentrations correspondantes. Les hauteurs de suspension H sont déduites du volume de suspension placée dans le gap (calculé à partir de la masse introduite). Notons que, en raison des ménisques formés par le mercure au fond de la cellule de Couette, la véritable hauteur de la suspension est en réalité légèrement plus petite que H mais je montre en annexe de ce chapitre que la quantité de suspension "perdue" à cause des ménisques induit une erreur négligeable sur la hauteur H .

$\bar{\Phi}$	0.520	0.483	0.458	0.435	0.414	0.394
m_f [g]	20.73	24.04	26.59	29.16	31.76	34.49
H [mm]	53.8	58.0	61.2	64.4	67.6	71.0

TABLEAU 3.1 – Tableau des différentes masses de fluide introduite dans le gap.

Le fluide suspendant a été choisi pour avoir la même densité et le même indice de réfraction que les particules. Cependant, l'obtention de belles images dans des suspensions aussi concentrées que celles-ci nécessite une adaptation d'indice très précise (au millième près). Cet ajustement est réalisé en faisant varier la température de la boîte thermostatée dans laquelle est placé l'ensemble du dispositif expérimental. J'acquies des images de la suspension en faisant varier la température de la boîte, typiquement entre 15 et $30^\circ C$ (et en attendant à chaque fois que l'ensemble de l'expérience soit thermostaté). La comparaison de la qualité des images me permet de sélectionner la température optimale.

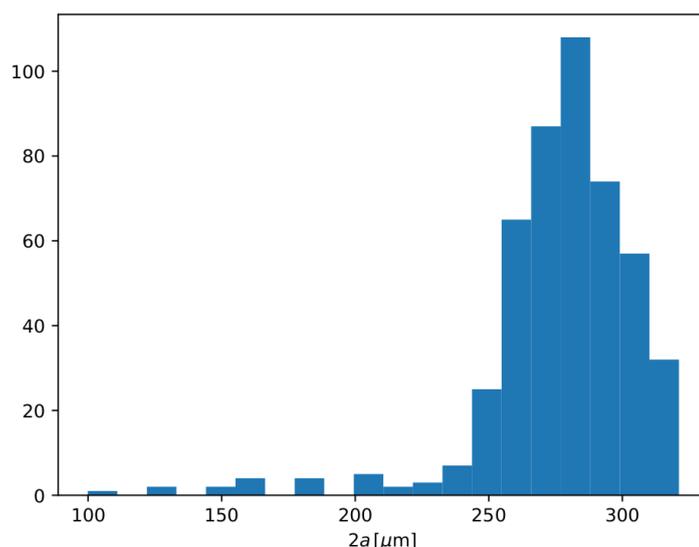


FIGURE 3.1 – Distribution de la taille des particules.

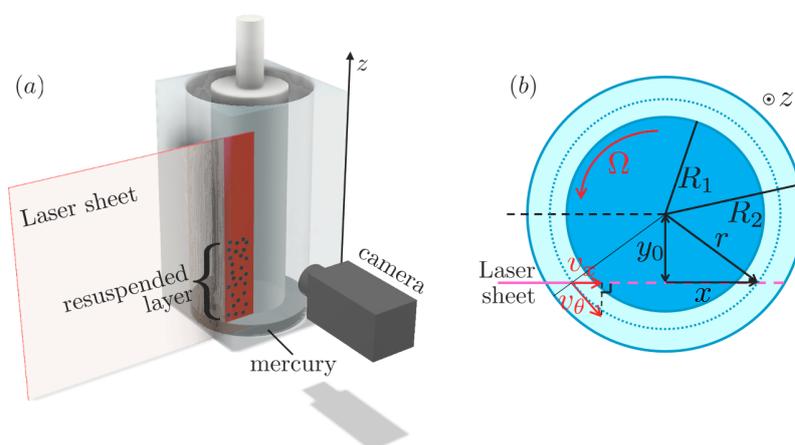


FIGURE 3.2 – (a) Schéma du dispositif expérimental. (b) Vue du dessus. Le plan laser est décalé d'une longueur $y_0 < R_1$ par rapport à la position radiale (ligne en tirets). x est la position horizontale dans le plan laser, et z est la position verticale. $z = 0$ est localisé à l'interface mercure/suspension.

3.3.1.2 Rhéomètre

Les expériences de cisaillement sont conduites dans une cellule de Couette (de hauteur environ 10 cm) faite en plexiglas, montée sur un rhéomètre à contrainte imposée (Mars II, Thermofisher, schéma sur la figure 3.2). Les rayons du rotor (cylindre interne) et du stator (cylindre externe) mesurent respectivement : $R_1 = 19$ mm et $R_2 = 24$ mm. Ainsi, l'entrefer, mesurant 5 mm, est bien plus grand que le diamètre des particules : $(R_2 - R_1)/2a \approx 19$. La variation relative de la contrainte de cisaillement dans le gap est l'ordre de 60% ($\Sigma_{12}(R_1)/\Sigma_{12}(R_2) = R_2^2/R_1^2 \approx 1.6$), ce qui nous permet d'étudier la migration radiale des particules en écoulement de Couette cylindrique à large entrefer.

Le fond de la cellule de Couette est rempli de mercure pour prévenir une migration malheureuse des particules depuis l'entrefer vers la région localisée sous le rotor. De plus, cela a pour effet de favoriser le glissement entre la suspension et le fond de la cellule dans le but d'avoir un taux de cisaillement aussi homogène que possible au sein de l'entrefer.

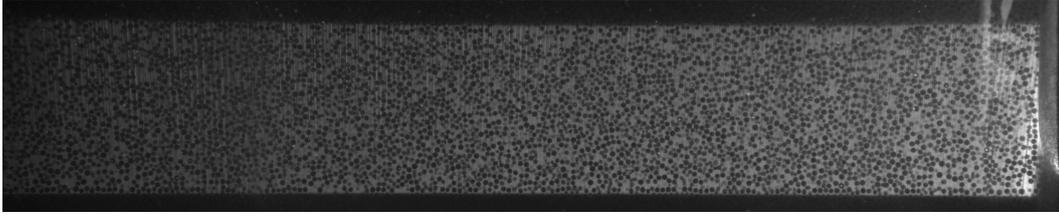


FIGURE 3.3 – Image type d’une expérience. $\bar{\phi} = 0.458$. Rotor en haut, stator en bas, mercure à droite.

La suspension est ensuite coulée dans la cellule de Couette. Le rotor est descendu jusqu’à 4.5 mm du fond de la cellule pour que le mercure pénètre légèrement dans le gap (environ 1 cm). La cellule est ensuite éclairée par une nappe laser verticale (plan (x, z)) qui est décalée par rapport au plan radial d’une distance $y_0 = 16.6$ mm (voir figure 3.2(b)). Ce décalage nous permettra de déterminer la vitesse des particules en mesurant la projection de la vitesse orthoradiale suivant x ¹. Sur une hauteur de 40 mm environ, la nappe laser a une épaisseur approximative de 50 μm , ce qui est bien inférieur au diamètre des particules. Cela permet ainsi de visualiser les particules qui sont interceptées par la nappe laser et apparaissent comme des disques noirs sur les images enregistrées par une caméra (IDS, fréquence nominale 33Hz, résolution $4104 \times 2174 \text{px}^2$) placée à 90° du plan éclairé (voir figure 3.3). Enfin, un filtre interférentiel est placé devant la caméra de façon à éviter que la qualité des images ne soit dégradée par les réflexions ou la diffusion résiduelle de la nappe laser incidente. La qualité de l’ajustement d’indice, la finesse de la nappe laser et la résolution de la caméra nous permettent d’obtenir des images de haute qualité avec une très bonne résolution d’environ 30 pixels par particule.

3.3.2 Méthodes expérimentales et méthodes de mesure

3.3.2.1 Procédure expérimentale

J’étudie l’état stationnaire d’une suspension pour différentes concentrations moyennes en particules solides : $\bar{\Phi} = 0.394, 0.414, 0.435, 0.458, 0.483$ et 0.520 . Pour atteindre l’état stationnaire, chaque concentration $\bar{\Phi}$ est pré-cisaillée pendant plusieurs heures (environ 5h) avec une vitesse angulaire du rotor imposée à 1 tr/min (2 tr/min pour $\bar{\Phi} = 0.414$ et 0.394). Nous considérons avoir atteint l’état stationnaire de l’écoulement lorsque le couple total mesuré par le rhéomètre est constant. L’ordre de grandeur de la déformation accumulée pendant le précisaillement est de l’ordre de 10^4 .

Une fois l’état stationnaire atteint, nous réalisons deux types de mesure, visant à déterminer d’une part le profil de concentration et d’autre part le profil de vitesse :

1. La mesure du profil de concentration est réalisée avec une vitesse du rotor égale à 1 tr/min ou 2 tr/min selon les expériences (voir le tableau 3.4 où les valeurs du couple notée en rouge correspondent aux mesures enregistrées lors de la mesure du profil de concentration). La mesure de la fraction volumique locale nécessite l’acquisition de 10 000 images décorréliées.
2. Après cela, les champs de vitesse sont déterminés pour plusieurs vitesses angulaires du rotor ($\Omega = 0.05, 0.1, 0.2, 0.3, 0.5, 0.7, 1$ et 2 tr/min) en utilisant une procédure

1. et en faisant l’hypothèse que la composante radiale de la vitesse est très inférieure à sa composante orthoradiale

de PIV qui nous permet de mesurer la vitesse locale moyennée sur 100 images pour chacune des vitesses angulaires du rotor. Enfin, pour chaque valeur de la vitesse angulaire, le couple M exercé par le rhéomètre est enregistré. Les valeurs des couples appliqués pour les différents expériences $(\bar{\phi}, \Omega)$ sont regroupées dans la table 3.4.

Remarquons que la présence du mercure sous le rotor ajoute une contribution au couple que doit exercer le rhéomètre pour maintenir la vitesse angulaire du rotor à la valeur de consigne. Cependant, compte tenu de la géométrie et de la faible viscosité du mercure, cette contribution est tout à fait négligeable. En effet, le couple associé à la présence de mercure est évaluée par :

$$M_{Hg} = \frac{\pi R_1^4}{2h_{Hg}} \eta_{Hg} \Omega \approx 7.10^{-2} \Omega (rad/s) \mu Nm \quad (3.15)$$

où $h_{Hg} = 4.5 \text{ mm}$ est la hauteur sous le rotor et $\eta_{Hg} \approx 1.6.10^{-3} \text{ Pa.s}$ est la viscosité du mercure. Une évaluation du couple "utile" pour cisailer la suspension est quant à elle donnée par :

$$M \approx 2\pi \frac{HR_1^3}{R_2 - R_1} \eta_s \Omega \approx 100 \Omega (rad/s) \mu Nm \quad (3.16)$$

Ainsi, le couple lié à la présence de mercure est de 3 ordres de grandeur inférieur au couple subi par la suspension.

3.3.2.2 Détermination du champ de concentration

Je décris ici la méthode que nous avons choisie d'utiliser pour mesurer localement la fraction volumique dans le gap.

Pour déterminer le champ de concentration dans le plan laser vertical (x,z) , chaque image I est binarisée avec un seuil local. La valeur du seuil local $T_1(x, z)$ est calculée individuellement pour chaque pixel, de coordonnées (x, z) de l'image I . $T_1(x, z)$ est une somme pondérée (corrélation croisée avec une gaussienne) d'une fenêtre $171 \times 171 \text{ px}^2$ centrée sur le pixel de coordonnées (x, z) . Un exemple d'image binarisée est donnée sur la figure 3.4, à coté de l'image réelle de la suspension. Les images binarisées sont alors analysées par un algorithme de partage des eaux (*watershed segmentation process*) [Vincent and Soille, 1991]. On obtient alors sur chacune des images un ensemble disjoint de zones segmentées correspondant aux particules. Les barycentres de ces zones segmentées correspondent aux centres des particules dans le plan (x,z) et les surfaces apparentes de ces zones permettent de calculer le rayon apparent a_{app} de chacune des particules. Une fois que les particules de l'image ont toutes été détectées, l'image est "découpée" en cellules rectangulaires de coordonnées (i, j) , d'une taille $\delta x = (R_2 - R_1)/200$ et $\delta z = 2a$. Au sein de chaque cellule, le nombre de centres de particule N_{ij} est compté. Puis, la densité de particules $n_{ij} = N_{ij}/(\delta x \delta y)$ est reconstruite dans le plan (r,z) , en effectuant le changement de variable $r = \sqrt{y_0^2 + x^2}$ (y_0 est le décalage du plan laser par rapport au plan radial). On déduit ensuite la fraction volumique ϕ de la densité particulaire n par conservation du volume de particules :

$$\phi(r, z) = \chi n(r, z) \quad \text{avec} \quad \chi = \frac{\bar{\Phi} \pi (R_2^2 - R_1^2) h}{\int_0^h \int_{R_1}^{R_2} n_{ij} 2\pi r dr dz} \quad (3.17)$$

χ est le facteur de proportionnalité entre la densité de particules mesurée et la fraction volumique "réelle" de la suspension. $\bar{\Phi}$ correspond à la fraction volumique moyenne dans

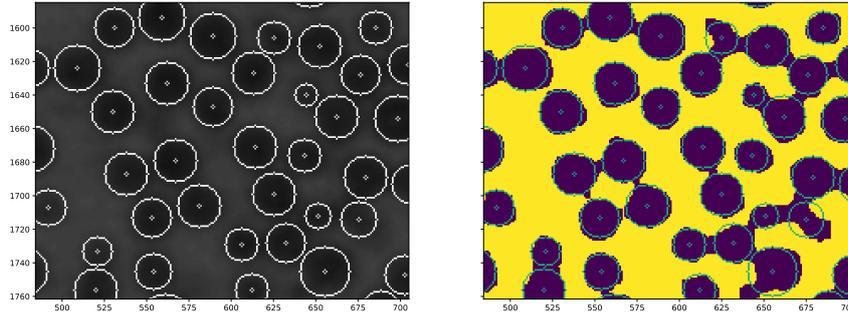


FIGURE 3.4 – Gauche : Portion d’une image type. Droite : Image binarisée.

le gap et h est la hauteur de suspension considérée pour mesurer le champ de concentration. En effet, comme nous le verrons, les conditions expérimentales de visualisation de la suspension nous interdisent d’utiliser la hauteur totale de la suspension pour mesurer la fraction volumique de particules mais nous imposent de restreindre la hauteur d’analyse des images à 30 mm. Finalement, on réalise une moyenne sur 10 000 images décorréelées pour obtenir les champs de fraction volumique présentés dans ce manuscrit.

Des exemples de champs $\phi(r, z)$ pour chaque concentration moyenne $\bar{\Phi}$ sont donnés sur la première ligne de la figure 3.5. Nous pouvons déjà faire quelques commentaires sur lesquels je reviendrai dans la section 3.4 :

- (i) Proche des parois, la concentration de particules est plus faible qu’au sein de la suspension, ce qui illustre une structuration des particules aux parois [Blanc et al., 2013; Deboeuf et al., 2018; Gallier et al., 2016; Suzuki et al., 2008; Yeo and Maxey, 2010].
- (ii) Verticalement, la concentration de particules est constante sur une grande partie de la zone centrale de la nappe laser. C’est cette région où ϕ est constant suivant z qui est utilisée dans l’équation 3.17 (hauteur notée $h = 24$ mm). La variation de ϕ avec z aux extrémités inférieure et supérieure de la nappe laser sera discutée dans la section suivante. Je précise dès à présent que les régions où ϕ varie suivant z ne sont pas prises en compte dans l’évaluation de $\phi(r, z)$ à partir de n . Ainsi, la mesure locale de ϕ est déterminée pour une hauteur z comprise entre 10 et 34 mm à partir de l’interface suspension/mercure.
- (iii) On observe qualitativement la migration radiale des particules : la suspension est plus fortement concentrée au stator (à droite) qu’au rotor (à gauche) quelque soit la concentration $\bar{\phi}$.

3.3.2.3 Discussion sur le choix de la méthode de détermination de la fraction volumique

Je tiens à souligner que la détermination de $\phi(r, z)$ à partir de $n(r, z)$ n’est généralement pas la méthode utilisée. Une approche plus standard consiste à mesurer l’aire des particules venant intercepter le plan laser (voir par exemple les travaux de Snook et al. [2016] ou Sarabian et al. [2019]). La fraction volumique de particules est alors déduite de la quantité $n \times a_{app}^2$ où a_{app}^2 est le rayon de l’aire d’une particule interceptée par la nappe

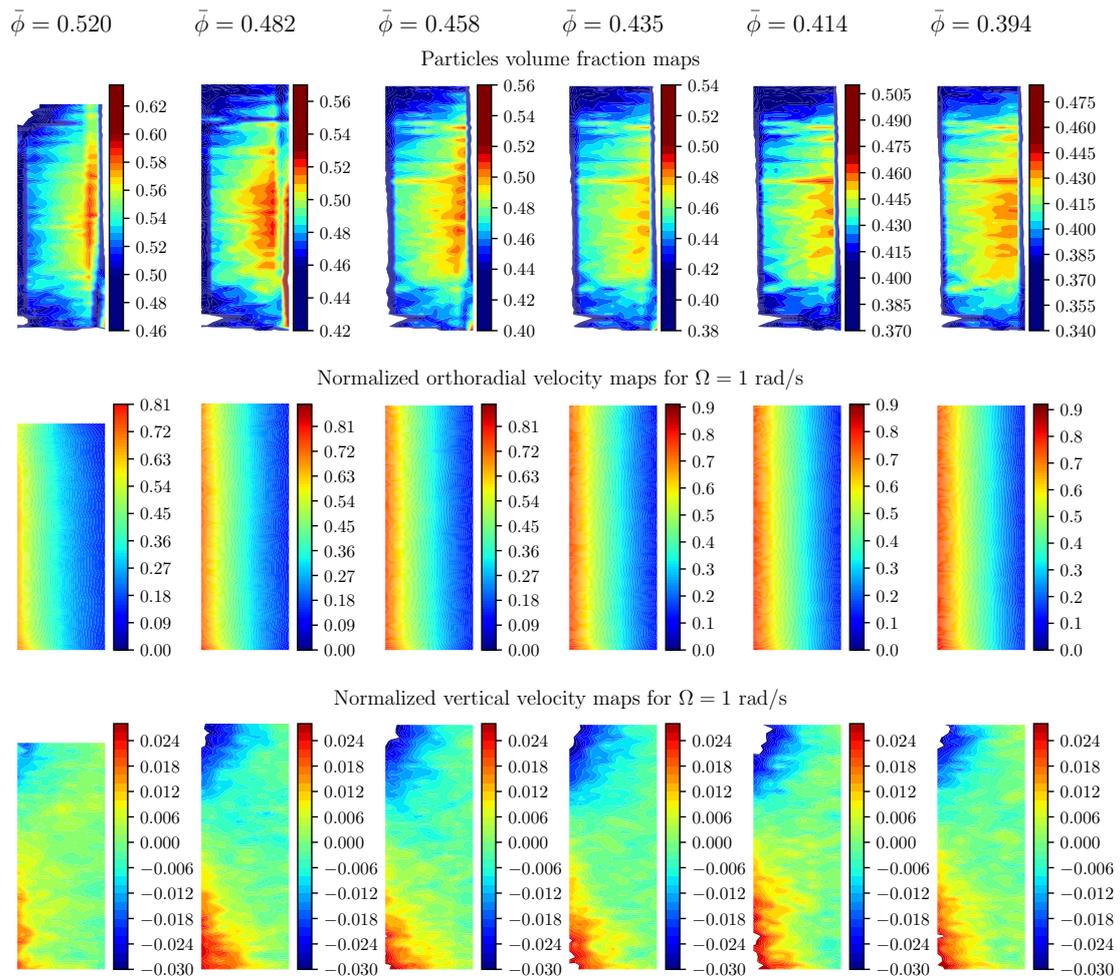


FIGURE 3.5 – Cartographies de la suspension isodense au niveau du plan laser pour différentes concentrations moyennes $\bar{\Phi}$. Le rotor est sur la gauche de chaque image, le stator est sur la droite. L'interface mercure/suspension correspond au bas de chaque image. Première ligne : cartographie de la fraction volumique en particule moyennée sur 10000 images. Deuxième ligne : vitesse azimutale normalisée par la vitesse au rotor ΩR_1 et moyennée sur 100 champs de vitesse. Troisième ligne : vitesse verticale normalisée par ΩR_1 et moyennée sur 100 champs de vitesse.

laser. Dans la plupart des cas, cette méthode est correcte et appropriée car la région traitée est limitée à un cône d'illumination étroit. Cependant, dans le cadre de mes travaux, nous avons voulu mesurer la concentration en particules solides sur la plus grande hauteur possible de la suspension, d'une part parce que cela augmente le nombre de particules et améliore la statistique de détection et d'autre part parce que le dispositif expérimental a également été utilisé pour étudier la resuspension visqueuse (voir chapitre 4) où il est bien sûr capital de visualiser la suspension sur toute sa hauteur. Or, visualiser la suspension sur une hauteur importante crée des difficultés expérimentales. En particulier, le plan laser n'est homogène en intensité et en épaisseur que sur une zone relativement restreinte. Au delà de cette zone, ses caractéristiques sont susceptibles de varier, ce qui peut introduire un biais dans la détection des particules. Il s'agit donc de caractériser ce biais pour chacune des deux méthodes et de retenir celle qui le minimise. C'est ce que nous discutons ici.

Pour évaluer les biais inhérents à chacune des deux méthodes, nous partons de l'hypothèse que la fraction volumique ne varie pas verticalement et nous mesurons la variation verticale du rayon apparent et de la densité de centres de particules. Les mesures sont reportées sur la figure 3.6 pour trois suspensions avec des concentrations moyennes différentes ($\bar{\Phi} = 0.394, 0.458$ et 0.520). D'une part, on y observe que a_{app} dépend de la fraction volumique et également de l'altitude z pour une concentration $\bar{\Phi}$ donnée. D'autre part, on observe que la densité de particule n est constante sur une grande partie de la nappe laser. En effet, on observe que n varie seulement pour $z \lesssim 10$ mm et $z \gtrsim 34$ mm. La variation de $n(z)$ au voisinage de l'interface avec le mercure est sans doute imputable à la réflexion de la nappe laser sur la surface réfléchissante du mercure alors que la décroissance de n pour $z \gtrsim 34$ mm provient plus probablement de la variation des caractéristiques de la nappe laser et éventuellement des aberrations optiques de la caméra. Quoiqu'il en soit, les résultats de la figure 3.6 montrent donc que même si la méthode que nous avons choisie n'est pas complètement exempte de biais, ceux-ci y semblent moins importants que dans la méthode alternative où la fraction volumique locale est extraite de la mesure de l'aire solide interceptée par la nappe laser. C'est pourquoi, nous en avons conclu qu'il était préférable de déduire ϕ de la mesure de la densité n sans considérer le rayon apparent des particules, pour $10 \leq z \leq 34$ mm.

3.3.2.4 Détermination du champ de vitesse

La cartographie des champs de concentration de particules (figure 3.5) montre clairement l'hétérogénéité de la distribution des particules et justifie pleinement que l'on soit obligé de recourir à des mesures locales pour déterminer les lois constitutives des suspensions étudiées.

Rappelons que dans mon montage expérimental, le plan laser est décalé par rapport au plan radial afin de faire des mesures de vélocimétrie par image de particule (PIV). Cette méthode s'inspire de celle qu'utilisent [Manneville et al. \[2004\]](#) pour faire de la vélocimétrie par ultrasons. En effet, en supposant que la composante radiale de la vitesse v_r est nulle ou tout du moins bien plus petite que la composante azimutale v_θ , on peut déduire v_θ par projection de v_x suivant la direction orthoradiale (voir la figure 3.2(b)) :

$$v_\theta(x, z) = v_x(x, z) \frac{\sqrt{x^2 + y_0^2}}{y_0} \quad (3.18)$$

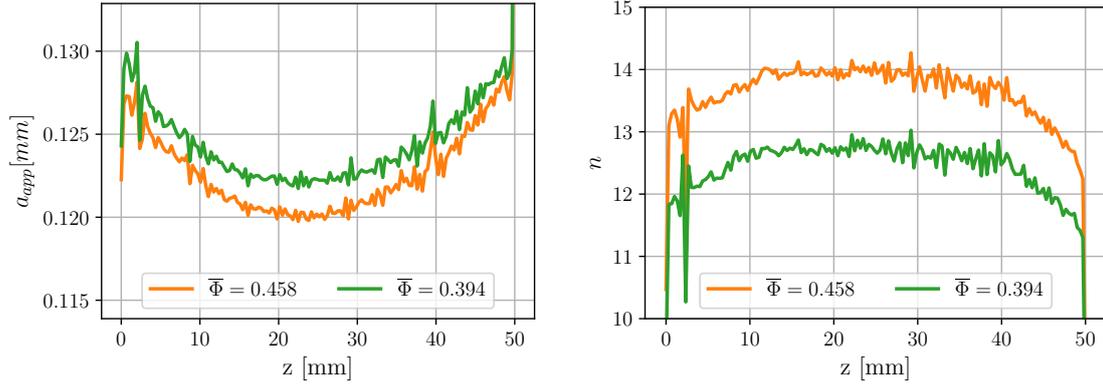


FIGURE 3.6 – Profils verticaux de (a) la taille apparente des particules a_{app} et de (b) la densité en nombre n (unité arbitraire), moyenné sur la moitié centrale du gap pour 3 concentrations moyennes de la suspension, $\bar{\Phi} = 0.520, 0.458$ et 0.394 . L'interface avec le mercure se situe en $z = 0$. n est constant pour $10 \text{ mm} < z < 34 \text{ mm}$ tandis que la densité décroît pour $z < 10 \text{ mm}$ et $z > 34 \text{ mm}$. Au contraire, a_{app} dépend de $\bar{\Phi}$, et varie sur l'ensemble de la hauteur de la nappe laser.

La vélocimétrie par imagerie de particules (PIV) est une technique qui permet d'accéder au champ de vitesse d'un écoulement dans le plan de la nappe laser. Dans une configuration expérimentale classique, on enregistre à intervalle de temps régulier Δt la position de marqueurs fluorescents dispersés dans le fluide. La mesure du champ de déplacement des marqueurs \mathbf{u} permet alors de calculer le champ de vitesse $\mathbf{v} = \mathbf{u}/\Delta t$, pourvu que Δt soit suffisamment petit. Alors qu'habituellement les marqueurs sont ajoutés au fluide, j'ai ici utilisé les particules de la suspension comme traceurs.

Parmi les nombreuses techniques de mesures de \mathbf{u} , j'ai choisi une technique de corrélation croisée de deux images successives [Adrian, 1991]. Cette technique consiste à découper l'image en *fenêtres d'interrogations*. L'ensemble de ces *fenêtres* forme un maillage qui définit la résolution du champs. Dans mes expériences, ce maillage du plan (x, z) est de dimension (14×60) . Chacune des *fenêtres* contient des particules qui se déplacent entre deux images successives. Le déplacement moyen des particules dans une fenêtre est établi en calculant le maximum de la fonction de corrélation de la fenêtre entre deux instants consécutifs.

Pour mesurer les champs de vitesses, j'ai enregistré des séries de 100 images pour chacune des expériences $(\bar{\Phi}, \Omega)$ que j'ai réalisée. A l'aide du logiciel open source DPIV-SOFT [Meunier and Leweke, 2003], nous calculons un champ de vitesse entre deux images consécutives puis nous réalisons une moyenne sur les 100 images de la série. Le réglage des différents paramètres de la PIV est assez délicat et doit respecter trois critères [Meunier and Leweke, 2003] :

- (i) La fenêtre d'interrogation doit contenir au moins quatre particules.
- (ii) La taille de la fenêtre d'interrogation doit être suffisamment grande pour limiter le nombre de particules qui disparaissent de la fenêtre entre deux images successives.
- (iii) Le gradient spatial du déplacement des marqueurs dans une fenêtre d'interrogation doit être limité pour éviter que le maximum de la fonction de corrélation soit mal défini.

Le respect des critères (i) et (ii) fixe le maillage du champs de vitesses ainsi que la période entre deux images. Pour fixer les idées, la taille de la fenêtre d'interrogation est un

carré de 64 pixels de côté et j'ai choisi la période d'enregistrement des images de telle sorte que le déplacement des particules au rotor entre deux images consécutives soit de l'ordre de la taille d'une particule, c'est à dire 20 pixels environ. Le critère (iii) est facilement respecté dans les écoulements de Stokes qui nous intéressent ici.

A partir du champ de vitesse dans le plan (x,z) , on reconstruit finalement le champ de vitesse dans le plan (r,z) par projection (équation 3.18).

Des cartographies de la vitesse d'écoulement normalisée par la vitesse au rotor : ΩR_1 , sont représentées sur la seconde ligne de la figure 3.5, pour $\Omega = 1$ tr/min et pour chaque concentration moyenne $\bar{\Phi}$. On y observe notamment le glissement au niveau du rotor puisque $v_\theta/\Omega R_1 \leq 0.8$ et également que celui-ci est d'autant plus marqué que $\bar{\Phi}$ est grand. De plus, la composante suivant z de la vitesse est aussi représentée sur la troisième ligne de la figure 3.5 et permet de vérifier l'absence d'écoulement secondaire significatif.

3.4 Résultats

Je présente dans cette partie les résultats obtenus à partir des expériences de cisaillement décrites ci-dessus. Dans un premier temps, je présente les profils radiaux de concentration et de vitesse desquels je déduis le comportement rhéologique des suspensions étudiées. Celui-ci sera en particulier caractérisé par la variation de la fraction volumique de blocage en fonction de la contrainte de cisaillement de façon à capturer le comportement rhéofluidifiant de la suspension. L'étude des profils radiaux de concentration nous permettra de déduire la relation entre le rapport des viscosités normale et tangentielle, q , et le rapport ϕ/ϕ_m . Pour finir, je me sers du rapport de viscosité $q(\phi/\phi_m)$ que nous aurons déterminé pour comparer les profils radiaux de concentration observés expérimentalement avec les profils prédits par le SBM. Je compare également les profils de vitesse observés expérimentalement pour chaque expérience de cisaillement $(\bar{\Phi}, \Omega)$ avec un modèle associant le SBM, la fonction q et des conditions de glissement proposées par [Jana et al. \[1995\]](#).

3.4.1 Profils radiaux de concentration et de vitesse

3.4.1.1 Profils radiaux de concentration

Pour les raisons évoquées dans la section 3.3.2.3, la variation radiale de la fraction volumique n'est étudiée que pour une hauteur z comprise entre 10 et 34 mm au-dessus de l'interface avec le mercure. La suspension étant isodense, la fraction volumique ne varie pas suivant z et on peut moyenniser verticalement la concentration pour obtenir le profil radial de la concentration $\phi(r)$. La figure 3.7 représente les profils radiaux de fraction volumique mesurée pour les différentes concentrations moyennes de la suspension : $\bar{\phi} = 0.394$ (vert), $\bar{\phi} = 0.414$ (marron), $\bar{\phi} = 0.435$ (violet), $\bar{\phi} = 0.458$ (orange), $\bar{\phi} = 0.483$ (rouge) et $\bar{\phi} = 0.520$ (bleu). La résolution à travers le gap est : $\delta x = (R_2 - R_1)/200$, ce qui permet d'observer la structuration des particules solides au voisinage des parois, d'autant plus marquée que la suspension est concentrée.

Ce phénomène de structuration est bien documenté et a été spécifiquement traité par des simulations numériques [[Gallier et al., 2016](#); [Yeo and Maxey, 2010](#)] et observé expérimentalement [[Blanc et al., 2013](#); [Deboeuf et al., 2018](#); [Metzger et al., 2013](#); [Sarabian et al.,](#)

2019]. Dans les régions structurées, le comportement de la suspension est très différent de celui qui est observé en dehors de ces régions [Gallier et al., 2016, 2014]. Je choisis ici de ne pas m'intéresser à ces régions structurées et d'étudier le comportement de la suspension uniquement dans la région centrale de l'entrefer, là où aucune structuration n'est observée. Le tableau 3.2 précise la position et l'extension de ces régions pour chaque fraction volumique étudiée. r_i et r_o représentent respectivement la position de l'interface entre la région centrale du gap qui est non structurée et la région structurée au voisinage du rotor ou au voisinage du stator. Ainsi, toutes les observations faites et les relations établies entre les différentes quantités dans la suite de ce manuscrit concerneront la région délimitée par $R_1 < r_i \leq r \leq r_o < R_2$, pour chacune des concentrations $\bar{\Phi}$ de la suspension. La figure 3.8 schématise la région de l'entrefer que je considère pour étudier le comportement rhéologique de la suspension.

$\bar{\Phi}$	0.520	0.483	0.458	0.435	0.414	0.394
$\frac{r_i - R_1}{R_2 - R_1}$	0.2	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15
$\frac{r_o - R_1}{R_2 - R_1}$	0.7	0.85	0.85	0.85	0.85	0.85
$\phi(r_i)$	0.516	0.472	0.459	0.438	0.420	0.402
$\phi(r_o)$	0.547	0.501	0.485	0.460	0.439	0.419

TABLEAU 3.2 – Tableau de l'ensemble des positions de l'interface entre la région de la suspension structurée au voisinage du rotor notée r_i ou au voisinage du stator, notée r_o , et la région non structurée, pour chaque concentration $\bar{\Phi}$ de la suspension; fractions volumiques locales correspondant à ces positions.

La figure 3.9 représente également les profils radiaux de fraction volumique mesurés pour les différentes concentrations introduites dans l'entrefer avec une résolution spatiale plus faible ($\delta x = (R_2 - R_1)/14$ contre $\delta x = (R_2 - R_1)/200$ pour la figure 3.7. Nous avons choisi de réduire la résolution de la fraction volumique à travers le gap afin que le champs de concentration ait la même dimension que le champs de vitesse (voir section 3.3.2.4).

En dehors des régions structurées proches du rotor et du stator ($r_i \leq r \leq r_o$), on observe que la concentration en particules solides augmente à peu près linéairement avec r et que cette variation est d'autant plus importante que la suspension est concentrée (voir figure 3.10). Le tableau 3.2 récapitule les concentrations mesurées en $r = r_i$ et $r = r_o$ pour chaque concentration moyenne $\bar{\Phi}$ de la suspension. La figure 3.10 représente également les profils radiaux de fraction volumique pour $r_i \leq r \leq r_o$ ajustés par une loi polynomiale de degré 3.

Ainsi, on remarque que, en étudiant localement la fraction volumique au sein de la suspension pour 6 concentrations moyennes $\bar{\Phi}$ de la suspension et pour une région de l'entrefer délimitée par $r_i \leq r \leq r_o$, on peut explorer le comportement rhéologique de la suspension pour quasiment toutes les fractions volumiques comprises entre 0.40 à 0.54. Une seconde remarque particulièrement intéressante est que la migration permet d'atteindre des fractions volumiques identiques dans l'entrefer pour différents concentra-

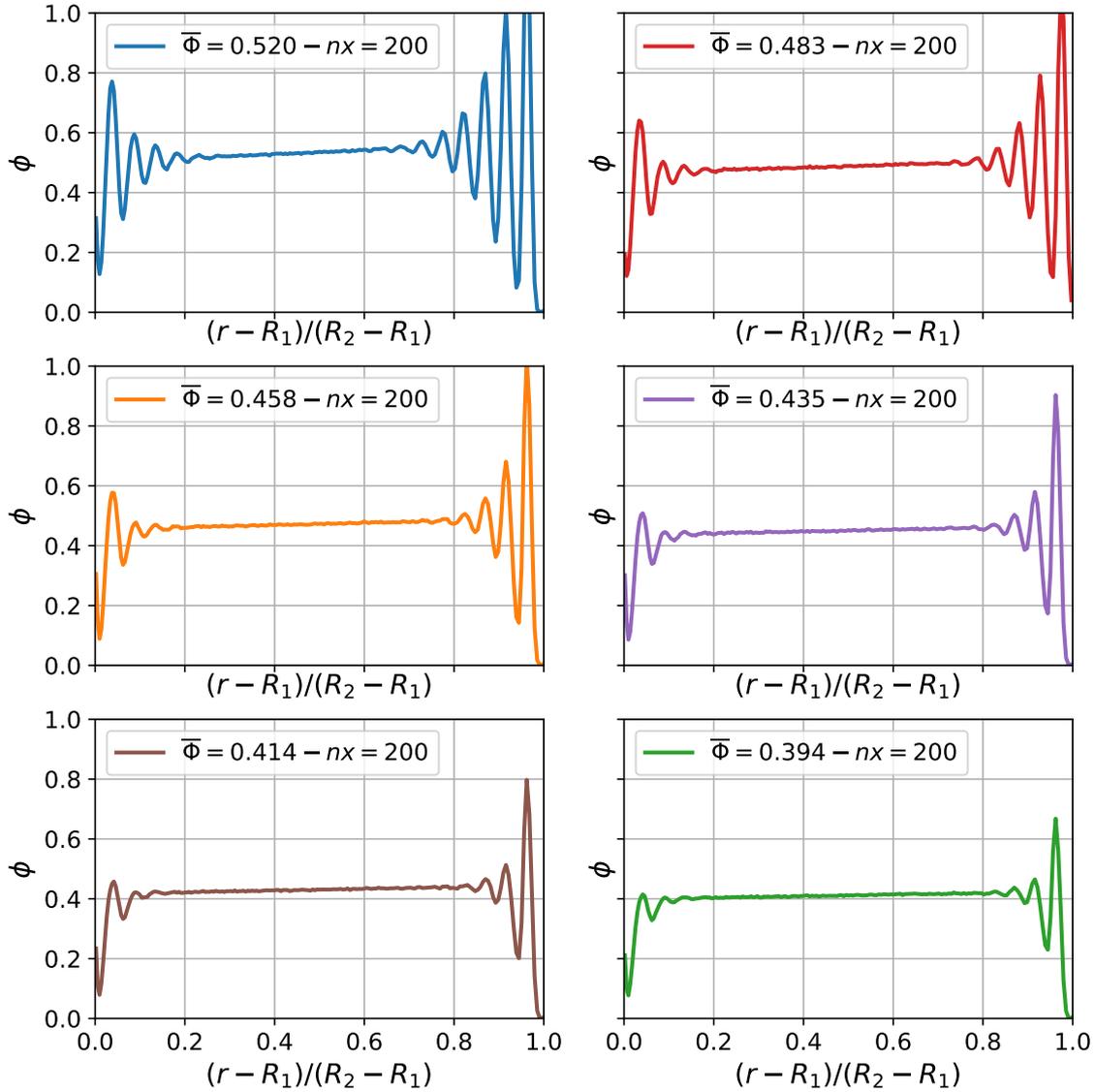


FIGURE 3.7 – Profils radiaux expérimentaux pour les différentes concentrations moyennes $\bar{\Phi}$: 0.394, 0.414, 0.435, 0.458, 0.483 et 0.520, avec une résolution de 200 points à travers le gap : $\delta x = (R_2 - R_1)/200$.

tions moyennes $\bar{\Phi}$ de la suspension. Par exemple, on mesure $\phi = 0.48$ pour $\bar{\Phi} = 0.458$ et $\bar{\Phi} = 0.483$ ou encore $\phi = 0.46$ pour $\bar{\Phi} = 0.435$ et $\bar{\Phi} = 0.458$.

3.4.1.2 Profils radiaux de la vitesse d'écoulement

A présent, je me concentre sur la vitesse d'écoulement au sein de l'entrefer. La figure 3.11 présente des profils radiaux de la vitesse d'écoulement (normalisée par la vitesse au rotor ΩR_1 et moyenné en z) pour 3 concentrations moyennes : $\bar{\Phi} = 0.520$, 0.458 et 0.394. Les profils obtenus pour 4 vitesses angulaires du rotor sont représentés : 0.05, 0.3, 1 et 2 tr/min. Naturellement, les commentaires faits ici se généralisent à tous les profils de vitesse établis au cours de ces travaux (tous représentés sur les figures 3.22 et 3.23).

Pour chaque expérience de cisaillement $(\bar{\Phi}, \Omega)$, on observe ainsi le glissement aux parois mis en évidence par la vitesse normalisée $v_\theta/\Omega R_1$. On remarque notamment que celui-ci est d'autant plus marqué que la fraction volumique est élevée et que la vitesse

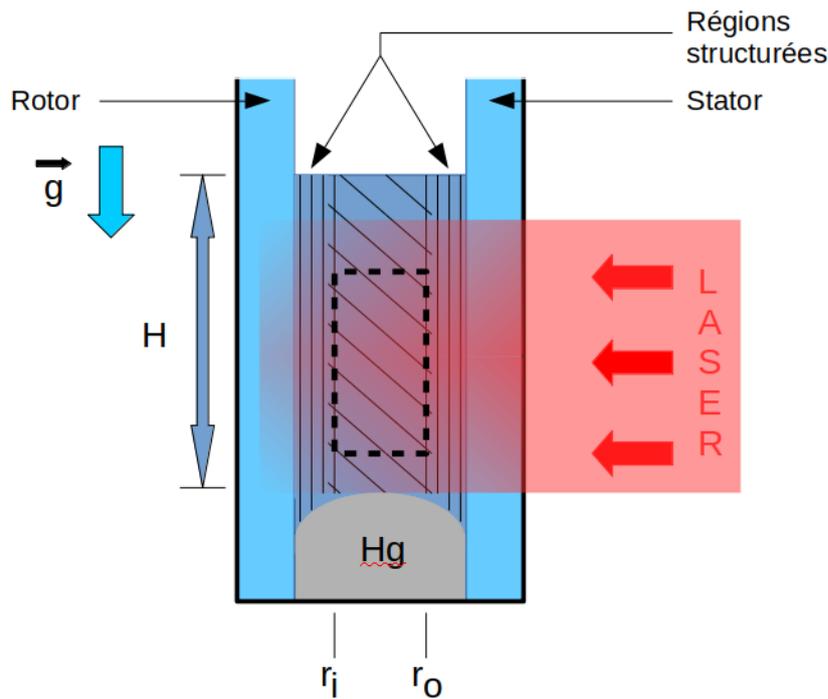


FIGURE 3.8 – Schéma général du gap. La région qui est vue à la caméra correspond à la partie de l'entrefer éclairée par la nappe laser. La région que l'on considère pour étudier le comportement de la suspension est celle délimitée par la ligne discontinue noire.

angulaire du rotor est faible. Le tableau 3.3 compile les vitesses de la suspension au voisinage du rotor et du stator.

Outre le glissement, les différents profils radiaux de la vitesse démontrent un comportement clairement non newtonien de la suspension dans les cas où la concentration est élevée. Quand $\bar{\phi}$ diminue, les profils retrouvent une forme plus linéaire caractéristique d'un fluide newtonien.

3.4.2 Comportement rhéologique de la suspension

Comme nous venons de l'observer, le comportement rhéologique d'une suspension dans un écoulement de Couette cylindrique est très complexe : structuration des particules au voisinage des parois qui engendre du glissement, migration des particules qui change la concentration au sein de la suspension. Le montage expérimental que j'utilise permet de mesurer localement tous les paramètres nécessaires pour caractériser cet écoulement, à savoir : le taux de cisaillement et la fraction volumique. La contrainte de cisaillement est quant à elle déduite de la mesure du couple et de l'équation 3.6.

3.4.2.1 Taux de cisaillement local

La figure 3.12 représente la cartographie du taux du cisaillement réel déduit de la mesure de la vitesse (équation 3.3) normalisé par le taux de cisaillement nominal (équation 3.4) pour trois concentrations moyennes $\bar{\Phi}$ de la suspension. L'ensemble des cartographies du taux de cisaillement est représenté en annexe. De manière globale, on y observe que le taux de cisaillement réel est plus petit que le taux de cisaillement nominal, notamment près du stator et que cela est d'autant plus marqué que $\bar{\Phi}$ est grand et que Ω est

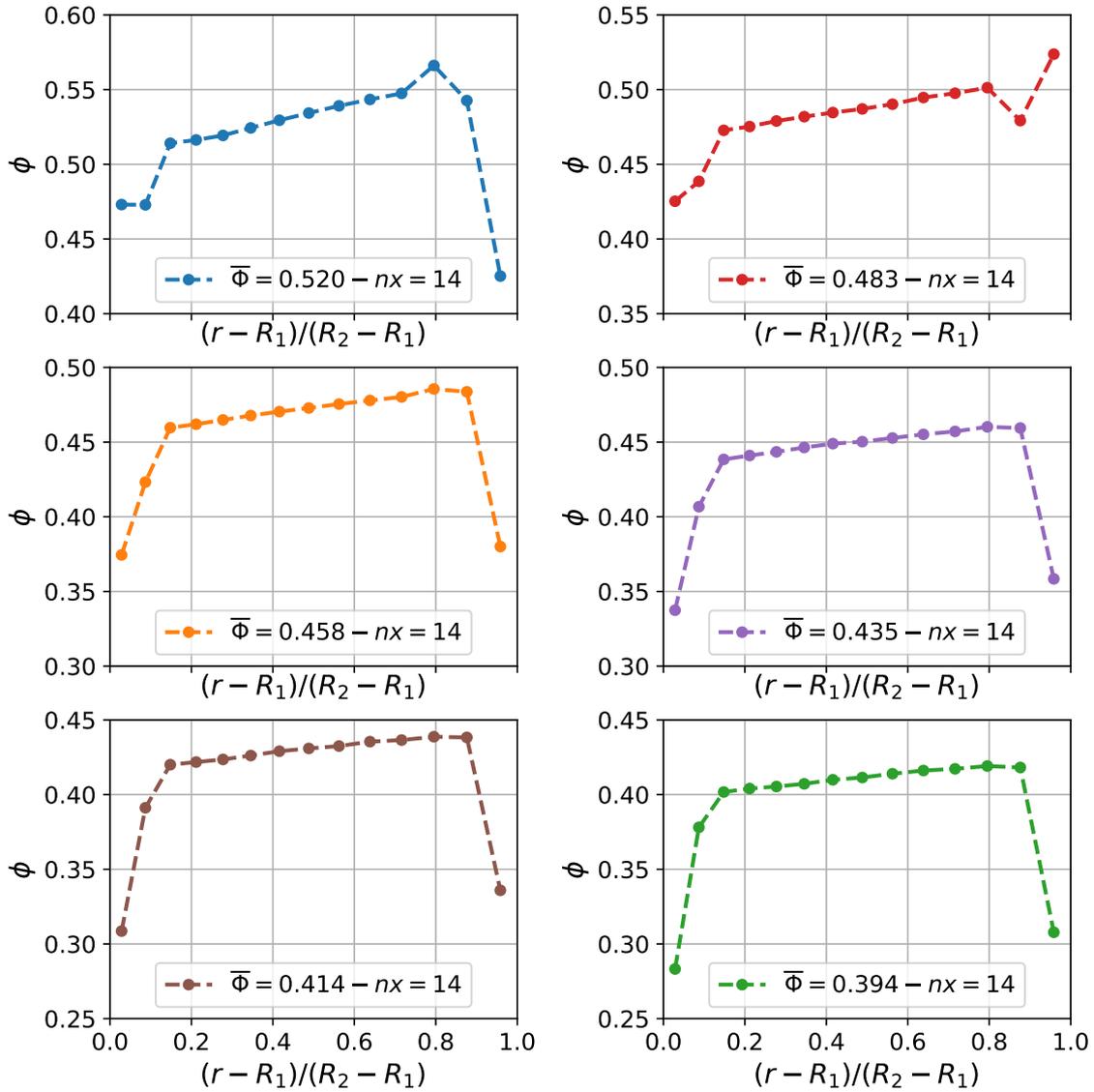


FIGURE 3.9 – Profils radiaux expérimentaux pour les différentes concentrations moyennes $\bar{\phi}$: 0.394, 0.414, 0.435, 0.458, 0.483 et 0.520, avec une résolution de 14 points à travers le gap : $\delta x = (R_2 - R_1)/14$.

petit. Verticalement, on observe que le taux de cisaillement est invariant ce qui témoigne d'un cisaillement uni-dimensionnel, comme il était attendu et espéré.

3.4.2.2 Contrainte de cisaillement locale

La contrainte de cisaillement est déduite de la mesure du couple grâce à l'équation 3.6. Le tableau 3.4 synthétise le domaine de contrainte de cisaillement qui a été exploré. Pour chaque vitesse angulaire du rotor, la contrainte varie d'environ 30% entre r_i et r_o . Au total, en recoupant toutes les expériences, cela permet d'explorer un large domaine de la contrainte de cisaillement allant de l'ordre de quelques pascals lorsque la suspension est peu concentrée et que la vitesse angulaire est petite, à plus d'une centaine de pascals lorsque ϕ et Ω sont élevés.

En résumé, l'étude locale de la suspension isodense permet d'étudier le comportement rhéologique de la suspension pour :

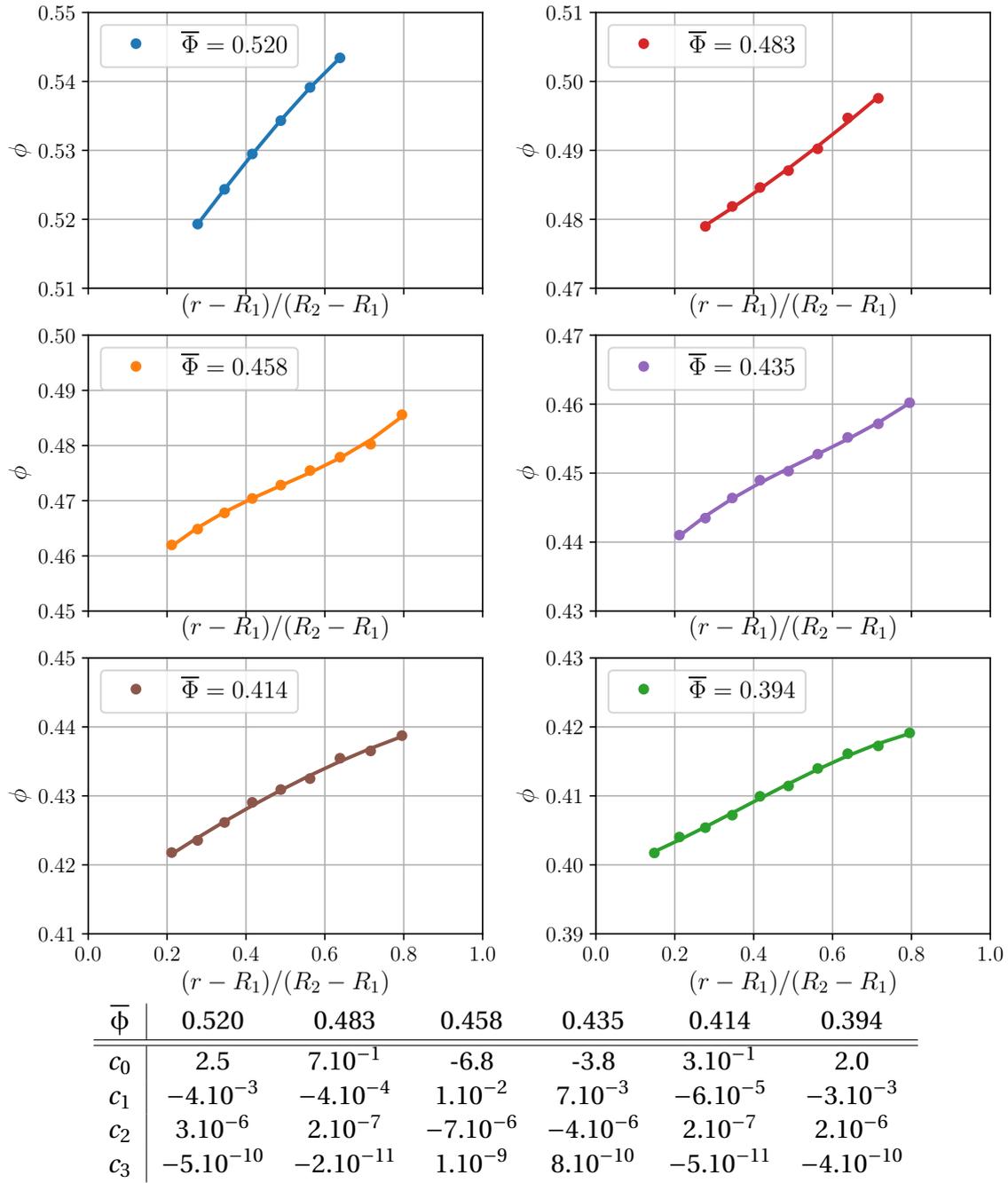


FIGURE 3.10 – Profils radiaux expérimentaux pour les différentes concentrations moyennes $\bar{\phi}$: 0.394, 0.414, 0.435, 0.458, 0.483 et 0.520, avec une résolution de 14 points à travers le gap : $\delta x = (R_2 - R_1)/14$. Seuls les points compris entre r_i et r_o pour chaque concentration $\bar{\phi}$ sont représentés. Droite : ajustement polynomial du troisième ordre dont les coefficients sont représentés sur le tableau ci-dessus, $\phi = c_0 + c_1 r + c_2 r^2 + c_3 r^3$.

- un domaine quasi-continu de la concentration allant approximativement de 0.4 à 0.54
- un domaine du taux de cisaillement allant de 3.10^{-3} s^{-1} à 0.8 s^{-1} .
- un domaine de la contrainte de cisaillement allant de quelques pascals à une centaine de pascals

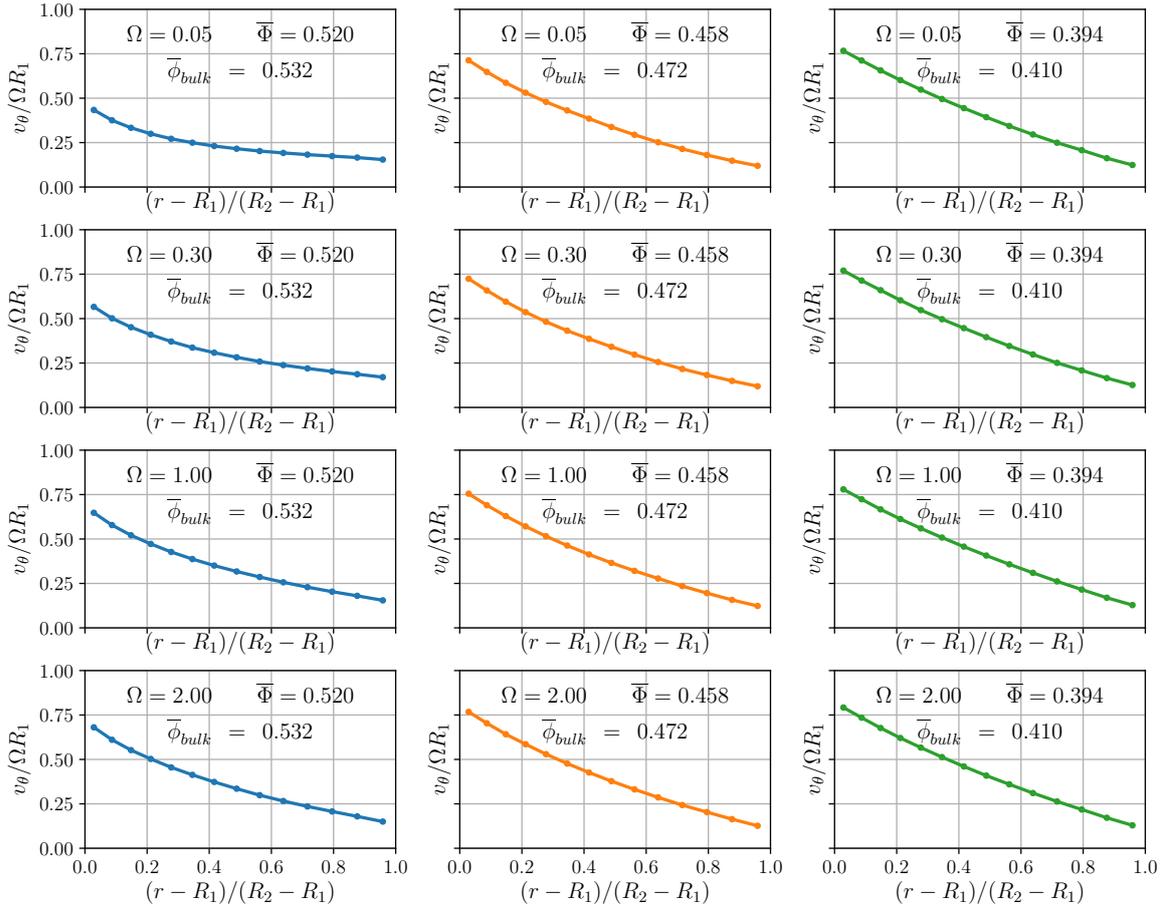


FIGURE 3.11 – Profils de vitesse azimutale mesurés pour des vitesses angulaires : $\Omega = 0.05$ tr/min, $\Omega = 0.3$ tr/min, $\Omega = 1$, et $\Omega = 2$ tr/min pour 3 concentrations $\bar{\phi}$: 0.520, 0.458 et 0.394.

3.4.2.3 Modélisation par une loi d’Herschel-Bulkley

On peut donc établir la loi de comportement pour différentes concentrations ϕ données en associant simultanément les mesures locales de ϕ , $\dot{\gamma}$ et Σ_{12} de toutes les expériences pour $r_i \leq r \leq r_o$, et en ajustant chaque courbe $\Sigma_{12}(\dot{\gamma})$ (ϕ fixée) par une loi d’Herschel-Bulkley : $\Sigma_{12} = \tau_c + K\dot{\gamma}^m$, où τ_c , K et m correspondent respectivement à la contrainte seuil, l’indice de consistance et l’indice de rhéofluidification de la suspension. Ainsi, la figure 3.13 (haut) représente l’évolution de la contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement pour cinq concentrations ($\phi \pm 0.002$). Le comportement rhéologique a bien évidemment été étudié sur toute la gamme de concentration disponible mais, par souci de clarté, seulement cinq concentrations sont représentées ici. La figure 3.13 (milieu) compile l’ensemble des paramètres K , m et τ_c ainsi déterminés en fonction de la concentration ϕ . On y retrouve bien des paramètres (m , K , τ_c) caractéristiques du comportement rhéologique des suspensions non-browniennes composées de sphères, en accord avec ce qui est déjà établi dans la littérature :

- La rhéofluidification est d’autant plus marquée que la concentration est importante (m décroît avec ϕ).
- L’indice de consistance K et la contrainte seuil τ_c croissent de manière similaire avec la fraction volumique ϕ (voir figure 3.13 -bas) et semblent atteindre un plateau pour $\phi \approx 0.52$.
- Pour les plus faibles concentrations ($\phi \lesssim 0.45$), la suspension démontre un com-

Ω [tr/min]	$\bar{\Phi}$	0.520	0.483	0.458	0.435	0.414	0.394
0.05	rotor	0.43	0.65	0.71	0.73	0.75	0.76
	stator	0.15	0.13	0.12	0.13	0.12	0.12
0.1	rotor	0.49	0.65	0.70	0.73	0.75	0.76
	stator	0.17	0.13	0.12	0.12	0.12	0.12
0.2	rotor	0.54	0.66	0.70	0.73	0.75	0.77
	stator	0.17	0.14	0.12	0.12	0.12	0.12
0.3	rotor	0.56	0.69	0.70	0.74	0.75	0.77
	stator	0.16	0.13	0.12	0.12	0.12	0.12
0.5	rotor	0.60	0.70	0.73	0.75	0.76	0.77
	stator	0.16	0.14	0.12	0.12	0.12	0.12
0.7	rotor	0.63	0.70	0.73	0.75	0.76	0.77
	stator	0.16	0.14	0.13	0.12	0.12	0.12
1	rotor	0.64	0.73	0.75	0.76	0.77	0.78
	stator	0.15	0.14	0.12	0.12	0.13	0.13
2	rotor	0.67	0.75	0.76	0.77	0.78	0.79
	stator	0.15	0.14	0.13	0.13	0.13	0.13

TABLEAU 3.3 – Vitesse normalisée $v_\theta/\Omega R_1$ mesurée au voisinage du rotor pour chaque concentration $\bar{\Phi}$ et vitesse de rotation Ω du rotor. La mesure au voisinage du stator est faite en $(r - R_1)/(R_2 - R_1) = 0.96$ et la mesure au voisinage du rotor est faite en $(r - R_1)/(R_2 - R_1) = 0.03$.

portement quasi-newtonien ($m \sim 1$) avec une contrainte seuil de l'ordre de l'unité, tandis que pour les plus fortes concentrations ($\phi \geq 0.52$), la suspension se caractérise par un comportement fortement non newtonien ($m \approx 0.7$) et une contrainte seuil plus importante ($\tau_c \sim 10^1$ Pa).

Le comportement de la suspension est donc bien rhéofluidifiant! Cependant, il est difficile de dire quoique ce soit de plus à partir de la loi d'Herschel-Bulkley qui contient 3 paramètres dont le sens physique n'est pas toujours clair ou tout du moins auxquels il est difficile de donner une interprétation microscopique. Nous allons maintenant voir comment il est possible de capter cette rhéofluidification au travers d'un seul paramètre : une fraction volumique de blocage, ϕ_m , variable avec Σ_{12} .

Ω [tr/min]	$\bar{\Phi}$	0.520	0.483	0.458	0.435	0.414	0.394
	m_f [g]	20.73	24.04	26.59	29.16	31.76	34.49
	H [mm]	53.8	58.0	61.2	64.4	67.6	71.0
0.05	M [μNm]	2525	1330	1200	950	600	510
	$\Sigma_{12}(r_i)$ [Pa]	17.8	8.7	7.7	5.8	3.5	2.9
	$\Sigma_{12}(r_o)$ [Pa]	14.9	7.0	5.8	4.4	2.6	2.1
0.1	M [μNm]	3550	1830	1440	1120	780	670
	$\Sigma_{12}(r_i)$ [Pa]	25.0	12.0	9.3	6.8	4.5	3.8
	$\Sigma_{12}(r_o)$ [Pa]	21.0	9.7	7.0	5.1	3.4	2.8
0.2	M [μNm]	5260	2800	2210	1680	1250	1050
	$\Sigma_{12}(r_i)$ [Pa]	37.1	18.3	14.2	10.3	7.3	6.0
	$\Sigma_{12}(r_o)$ [Pa]	31.1	14.8	10.7	7.7	5.5	4.4
0.3	M [μNm]	6600	3740	2900	2250	1730	1460
	$\Sigma_{12}(r_i)$ [Pa]	46.6	24.5	18.6	13.7	10.1	8.4
	$\Sigma_{12}(r_o)$ [Pa]	39.0	19.8	14.0	10.3	7.6	6.1
0.5	M [μNm]	9070	5450	4290	3380	2680	2290
	$\Sigma_{12}(r_i)$ [Pa]	64.0	35.7	27.6	20.6	15.6	13.1
	$\Sigma_{12}(r_o)$ [Pa]	53.5	28.8	20.7	15.5	11.7	9.5
0.7	M [μNm]	11270	7020	5595	4500	3590	3090
	$\Sigma_{12}(r_i)$ [Pa]	79.5	46.0	36.0	27.5	20.9	17.7
	$\Sigma_{12}(r_o)$ [Pa]	66.5	37.1	27.0	20.7	15.7	12.9
1	M [μNm]	14000	9220	7450	6100	4930	4280
	$\Sigma_{12}(r_i)$ [Pa]	98.8	60.4	47.9	37.3	28.7	24.5
	$\Sigma_{12}(r_o)$ [Pa]	82.7	48.8	36.0	28.0	21.6	17.8
2	M [μNm]	23800	16400	13400	11200	9150	8020
	$\Sigma_{12}(r_i)$ [Pa]	167.9	107.5	86.1	68.4	53.2	45.9
	$\Sigma_{12}(r_o)$ [Pa]	140.5	86.7	64.8	51.4	40.0	33.4

TABLEAU 3.4 – Tableau regroupant les mesures de couple M et les hauteurs H pour chaque concentration $\bar{\Phi}$ de la suspension et chaque vitesse angulaire Ω du rotor. Les valeurs des contraintes déduites en $r = r_i$ et $r = r_o$ sont également regroupées sur ce tableau voir section 3.4.1.1 .

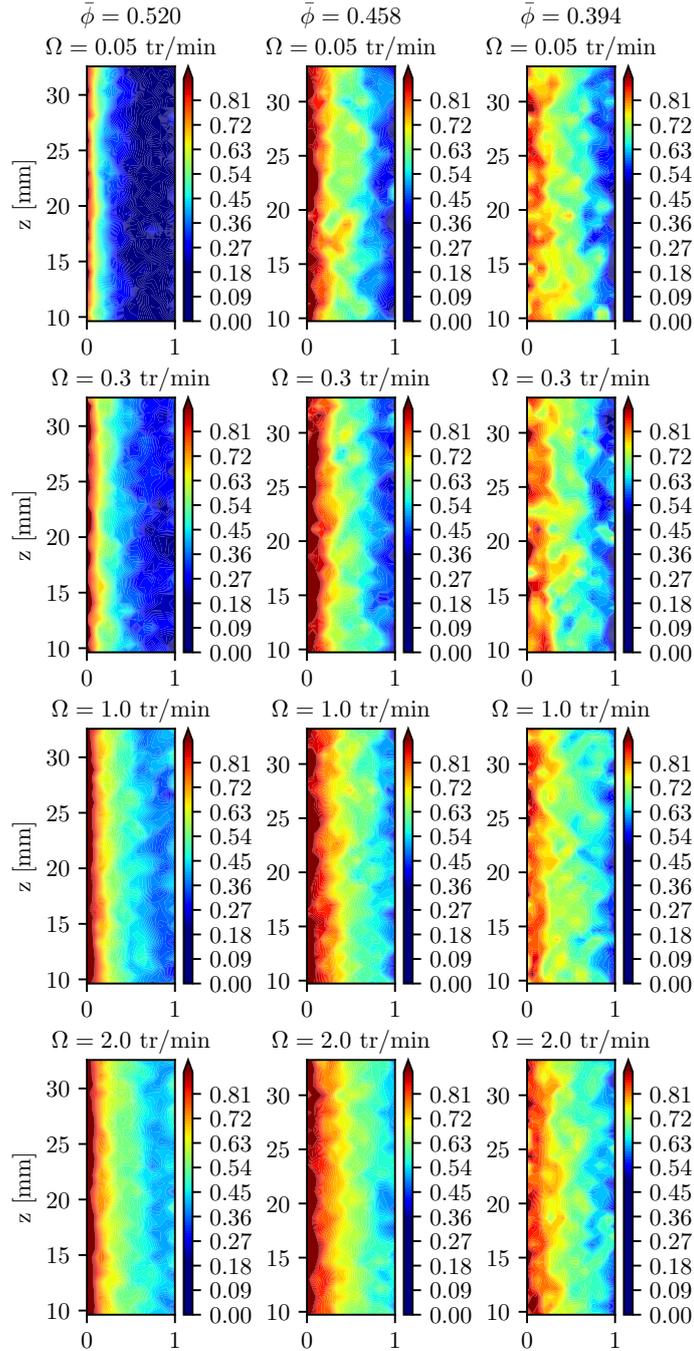


FIGURE 3.12 – Cartographie du taux de cisaillement mesuré $\dot{\gamma}(r, z)$ pour $10 \text{ mm} < z < 34 \text{ mm}$, normalisé par le taux de cisaillement $\dot{\gamma}_N(r)$ pour un fluide newtonien (équation 3.4) pour plusieurs vitesses angulaires $\Omega = 0.05, 0.3, 1$ et 2 tr/min . On observe que le taux de cisaillement mesuré est plus faible que le taux de cisaillement nominal, en particulier au voisinage du stator. On observe également une localisation du cisaillement proche du rotor dans le cas des plus fortes concentrations.

3.4.2.4 $\phi_m(\Sigma_{12})$

Il a été montré que la rhéologie des suspensions est correctement saisie en introduisant une fraction volumique de blocage dépendante de la contrainte de cisaillement, soit $\phi_m(\Sigma_{12})$ [Lobry et al., 2019]. Ainsi, je poursuis cette approche déjà employée au cours du chapitre 2 et je détermine une fraction volumique de blocage ϕ_m pour chacune des contraintes de cisaillement Σ_{12} mesurées entre $r = r_i$ et $r = r_o$ au cours des différentes

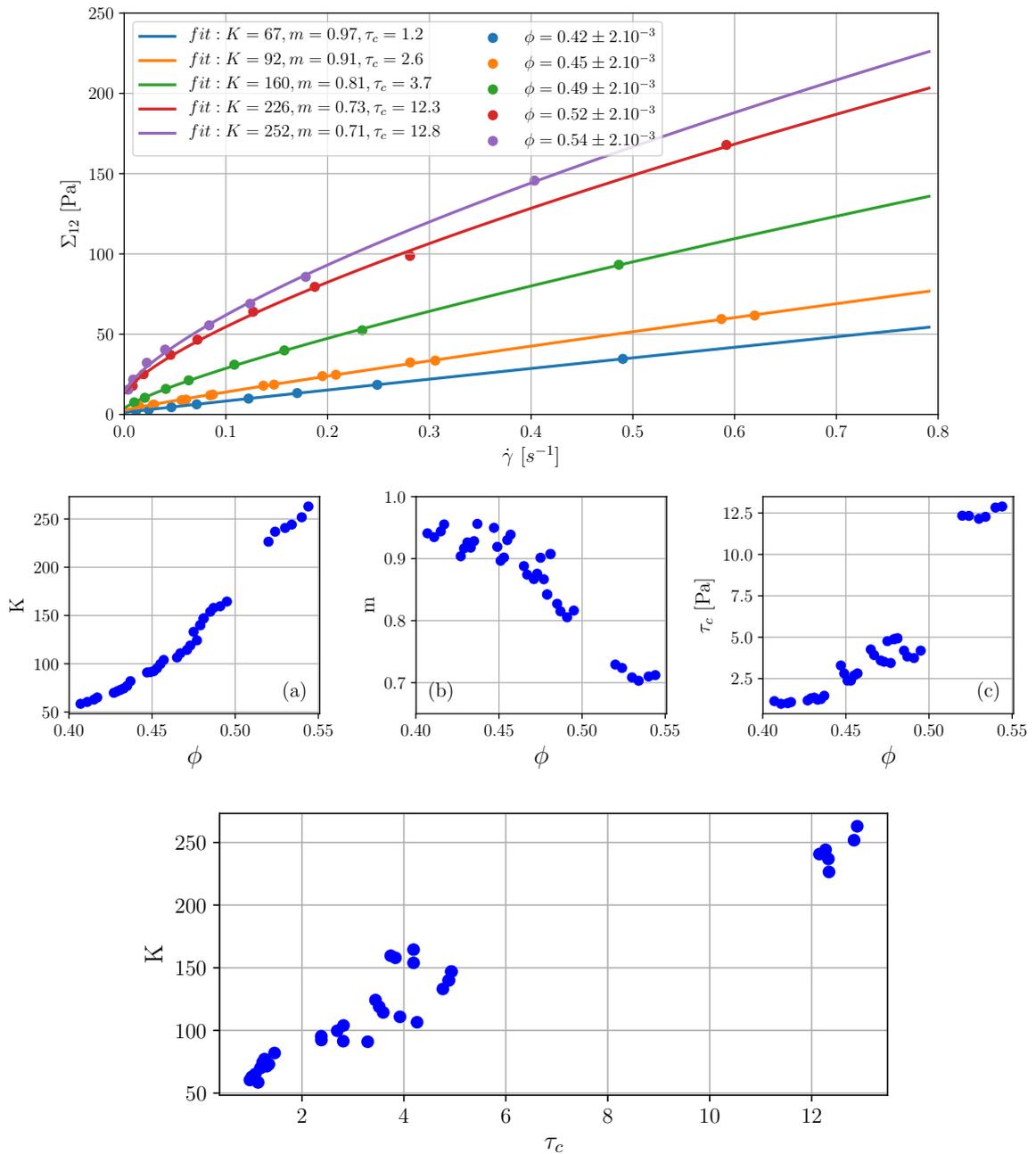


FIGURE 3.13 – Haut : Loi de comportement rhéologique pour cinq fractions volumiques $\phi \pm 0.001$. Cela permet de déduire les paramètres de rhéofluidification pour un comportement obéissant à une loi d’Herschel-Buckley : $\Sigma_{12} = \tau_c + K\dot{\gamma}^m$. τ_c est la contrainte seuil et m est l’indice de rhéofluidification. On observe que plus la concentration est importante, plus la rhéofluidification est prononcée. Milieu : Évolution des paramètres de comportement pour un fit obéissant à une loi d’Herschel-Bulkley : $\Sigma_{12} = \tau_c + K\dot{\gamma}^m$. (a) Évolution de l’indice de consistance. (b) Évolution de l’indice de rhéofluidification. (c) Évolution de la contrainte seuil. Bas : Évolution de l’indice de consistance K en fonction de la contrainte seuil τ_c .

expériences $(\bar{\Phi}, \Omega)$. Pour ce faire, je trace l’inverse de la racine carrée de la viscosité réduite η_s en fonction de la fraction volumique ϕ puis j’ajuste mes points suivant une loi

constitutive $\eta_s(\phi)$ basée sur celle de **Maron and Pierce [1956]** (voir figure 3.14) :

$$\eta_s = \frac{\alpha_0(\Sigma_{12})}{\left(1 - \phi/\phi_m(\Sigma_{12})\right)^2} \quad (3.19)$$

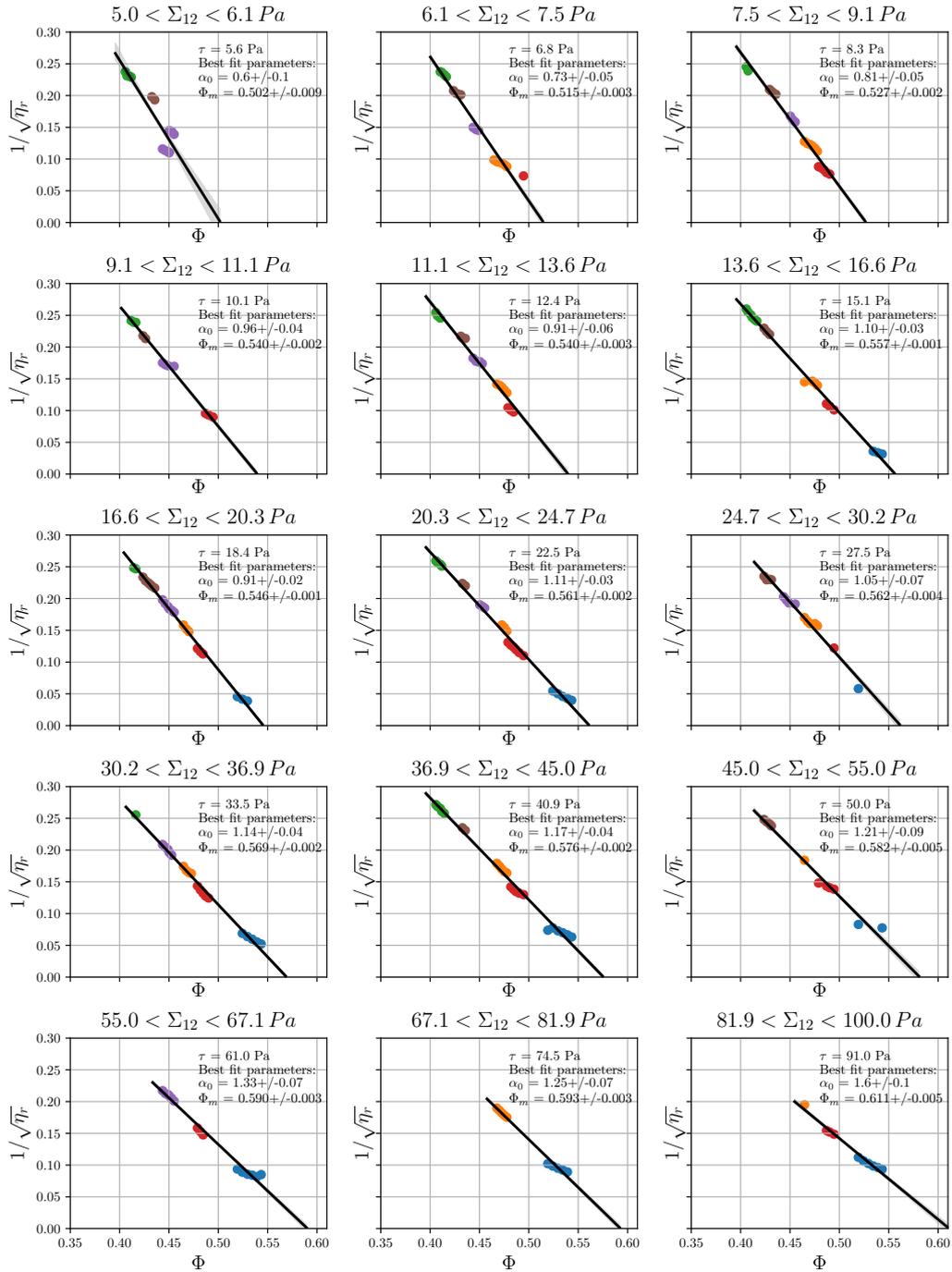


FIGURE 3.14 – Évolution de l’inverse de la racine carrée de la viscosité réduite, déduite des mesures expérimentales de $\dot{\gamma}$ et Σ_{12} en fonction de la fraction volumique mesurée. (points de couleurs). Ligne continue : Ajustement par une loi de Maron Pierce modifiée permettant d’obtenir la fraction volumique de blocage ϕ_m et le coefficient α_0 pour chaque contrainte de cisaillement.

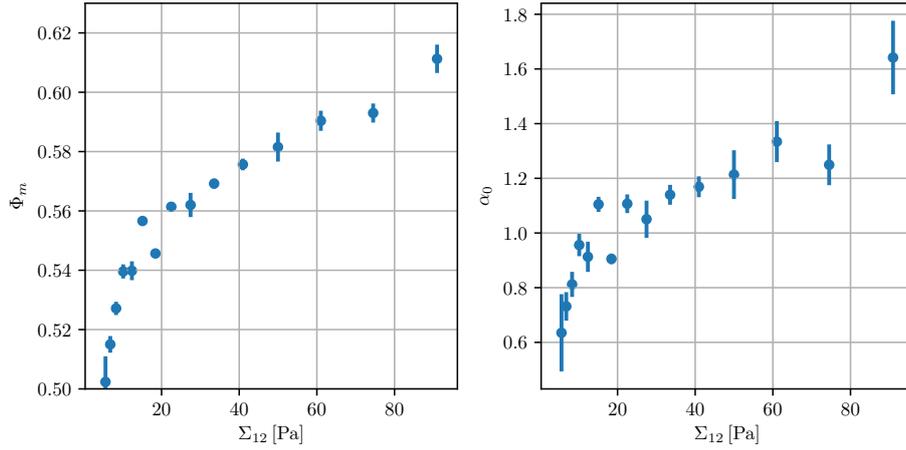


FIGURE 3.15 – (Gauche) Évolution de la fraction volumique de blocage ϕ_m déduite de l'équation 3.19, en fonction de la contrainte de cisaillement Σ_{12} . (Droite) Évolution du paramètre d'ajustement α_0 .

La figure 3.15 représente les évolutions de la fraction volumique de blocage ϕ_m et du paramètre d'ajustement α_0 déduit de l'équation 3.19 en fonction de la contrainte de cisaillement Σ_{12} . Quelques commentaires sont ici nécessaires. Tout d'abord, on observe que ϕ_m varie de 0.50 à 0.61 pour une contrainte de cisaillement comprise entre 5.6 Pa et 91 Pa, ce qui correspond à une variation anormalement grande pour une suspension non-brownienne composée de particules sphériques. En effet, la littérature [Lobry et al., 2019] montre que, pour une telle suspension, la fraction volumique de blocage peut éventuellement varier de 0.54 à 0.62, mais cela concerne un domaine de contrainte bien plus étendu, allant de 10^{-1} à 10^2 Pa. Pour un domaine de contrainte comparable à celui qui est exploré au cours de mes expériences (de 10^0 à 10^2 Pa), la littérature témoigne d'une fraction volumique de blocage qui s'étend "seulement" de 0.57 à 0.62 pour une suspension de sphères. Ainsi, les valeurs de ϕ_m déterminées ici via l'équation 3.19 ne semblent pas être en accord avec ce qui est connu dans la littérature. Moi-même, au cours de mes travaux sur les inversions de cisaillement (présentés au chapitre 2), j'ai déduit des valeurs de ϕ_m comprises entre 0.58 et 0.61 pour une suspension composée de particules sphériques de polystyrène, avec des contraintes allant de 5 à 100 Pa (soit le même domaine que celui exploré au cours du présent chapitre). De plus, on observe que la valeur de α_0 varie énormément sur la plage de contraintes étudiée en passant de 0.6 à 1.64! Ces valeurs ne sont pas acceptables puisqu'on attend plutôt $\alpha_0 \approx 1$ pour une suspension non-brownienne de particules sphériques. Pour ces raisons, nous avons estimé que la fraction volumique de blocage que l'on déduit par l'équation 3.19 n'était pas correcte. Les raisons pour lesquelles il n'est pas possible de représenter nos données par la loi de Maron-Pierce alors que nous avons réussi à le faire au chapitre 2 ne sont pas très claires et mériteraient sans doute qu'on se penche sur le problème. Est-ce que la dispersion des mesures de η_s pour chaque contrainte de cisaillement conduit à un biais mal supporté par la loi de Maron-Pierce qui contient deux paramètres libres? Ou, au contraire, est-ce que la loi de Maron-Pierce qui a été établie à partir de mesures de rhéométrie macroscopique n'intégrerait pas, *de facto*, les artefacts liés à ce type de rhéométrie dont on est débarrassé ici?

Quoiqu'il en soit, nous avons choisi de contraindre un peu plus l'ajustement de $\eta_s(\phi)$ (Σ_{12} fixée) en utilisant une autre loi constitutive : celle de Zarraga et al. [2000]. Pour une

contrainte donnée, le modèle de [Zarraga et al. \[2000\]](#) établit que :

$$\eta_s = \left(1 - \frac{\phi}{\phi_m(\Sigma_{12})}\right)^{-3} e^{-2.34\phi} \quad (3.20)$$

Je précise que [Zarraga et al. \[2000\]](#) établissent cette loi constitutive en déterminant $\phi_m = 0.62$. L'exposant 2.34 qu'on trouve dans l'exponentielle permet dans ce cas précis de retrouver la relation d'Einstein (équation 1.8) lorsque $\phi \rightarrow 0$. Si on revient à mon cas d'étude, le comportement que j'étudie se situe dans le régime concentré, où il a été montré que le frottement solide régit le comportement de la suspension. Étant bien loin du régime dilué, on peut supposer que la détermination de $\phi(\Sigma_{12})$ via l'équation 3.20 est fiable, même si ϕ_m varie légèrement avec Σ_{12} et que, dès lors, on ne retrouve plus la relation d'Einstein quand $\phi \rightarrow 0$. Une seconde remarque importante est que, en accord avec l'équation 3.20, la viscosité de cisaillement η_s est supposée dépendre en même temps de ϕ et du rapport ϕ/ϕ_m . La figure 3.16 représente de nouveau l'évolution de la viscosité η_s en fonction de ϕ pour différentes contraintes de cisaillement mais, cette fois, ajustée suivant l'équation 3.20. Ainsi, on déduit une nouvelle gamme de la fraction volumique de blocage en fonction de la contrainte de cisaillement.

La figure 3.17 représente l'évolution de la fraction volumique de blocage ϕ_m en fonction de la contrainte de cisaillement Σ_{12} . Contrairement à ce qui a été observé précédemment lorsque mes mesures furent ajustées via la loi constitutive modifiée de [Maron and Pierce \[1956\]](#) (eq. 3.19), on observe ici que les valeurs de ϕ_m déduites de la loi constitutive de [Zarraga et al. \[2000\]](#) (eq. 3.20) sont davantage en accord avec ce qui est déjà rapporté dans la littérature [[Boyer et al., 2011](#); [Lobry et al., 2019](#); [Ovarlez et al., 2006](#); [Peters et al., 2016](#); [Singh et al., 2018](#); [Zarraga et al., 2000](#)] pour des suspensions non-browniennes de sphères frictionnelles : la fraction volumique de blocage de la suspension non-brownienne et non colloïdale varie de 0.56 à 0.62 pour une contrainte de cisaillement variant de $5.6 \text{ Pa} \leq \Sigma_{12} \leq 91 \text{ Pa}$. On ajuste la variation de ϕ_m avec Σ_{12} en utilisant une loi proposée par [Richards et al. \[2020\]](#) :

$$\phi_m = (1 - e^{-\tau_c/\Sigma_{12}}) \times \phi_m^{inf} + e^{-\tau_c/\Sigma_{12}} \times \phi_m^{sup} \quad (3.21)$$

L'ajustement de mes points de mesures $\phi_m(\Sigma_{12})$ par cette fonction donnent : $\phi_m^{inf} = 0.560$, $\phi_m^{sup} = 0.626$ et $\tau_c = 20.1 \text{ Pa}$. Les valeurs de ces différents paramètres sont tout à fait réalistes. En effet, les valeurs de ϕ_m^{inf} ($\Sigma_{12} \rightarrow 0$) et ϕ_m^{sup} ($\Sigma_{12} \rightarrow \infty$) sont quasiment identiques à celles qui ont été mesurées et simulées par [Lobry et al. \[2019\]](#). La valeur de la contrainte caractéristique τ_c est elle aussi du même ordre de grandeur que celle qui est proposée par [Lobry et al. \[2019\]](#). Cette contrainte caractéristique dans le modèle de rhéofluidification proposé par [Lobry et al. \[2019\]](#) correspond à la contrainte qu'il est nécessaire d'appliquer pour que les contacts entre particules transitent d'un régime élastique vers un régime plastique. C'est donc les caractéristiques des particules (rugosité de la surface, propriétés mécaniques) qui fixent la valeur de τ_c . Les particules de PMMA ayant des propriétés voisines des particules de polystyrène dont étaient constituées les suspensions étudiées par [Lobry et al. \[2019\]](#), il est rassurant de voir que la contrainte typique qui caractérise la rhéofluidification est du même ordre de grandeur pour les deux systèmes.

L'équation 3.21 permet d'établir une cartographie de ϕ_m à partir de Σ_{12} pour chaque expérience de cisaillement, qui me servira, comme nous allons le voir maintenant, à déterminer la fonction $q(\phi/\phi_m)$. L'établissement de cette fonction q nous permettra au final

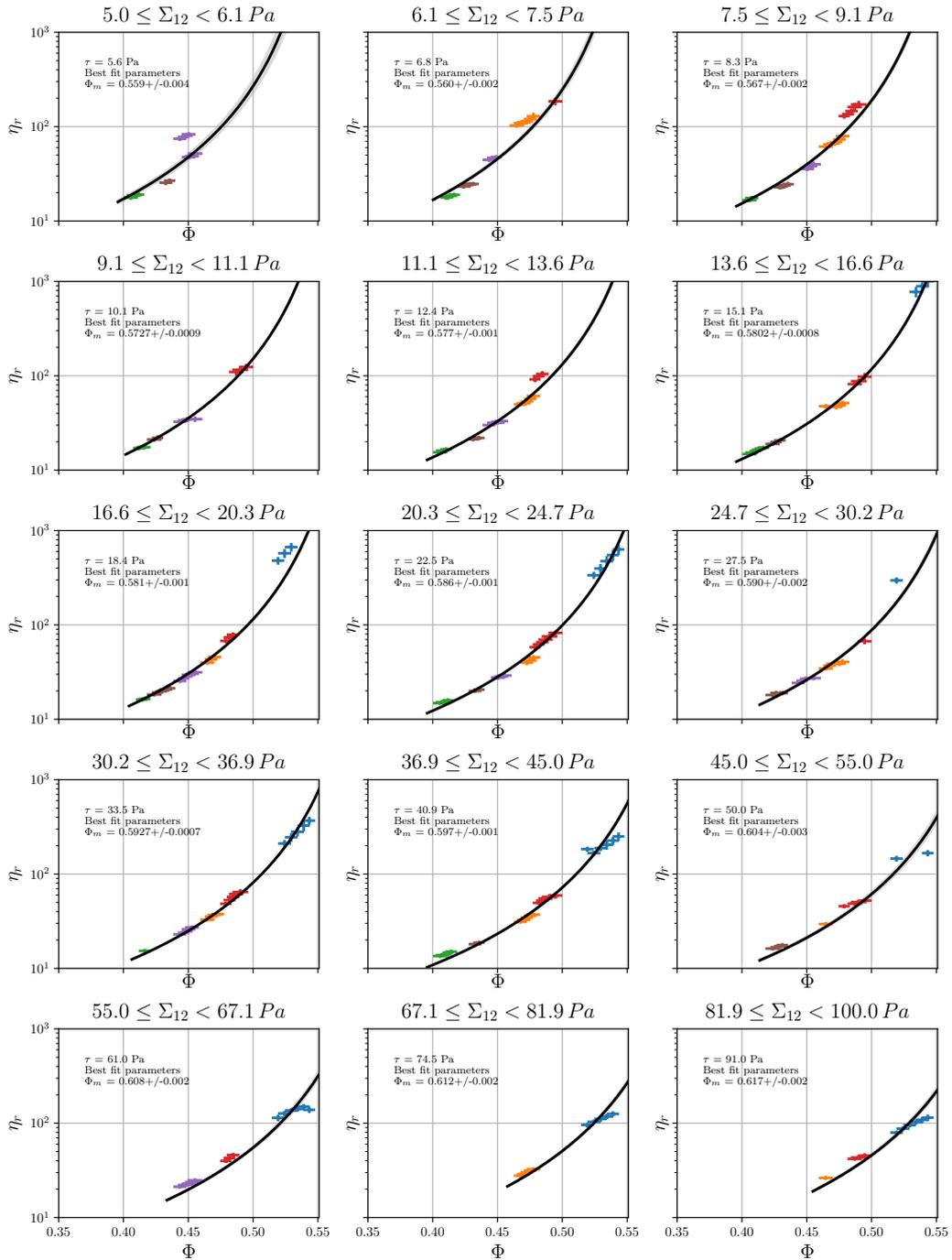


FIGURE 3.16 – Évolution de la viscosité réduite, déduite des mesures expérimentales de $\dot{\gamma}$ et Σ_{12} en fonction de la fraction volumique mesurée. Points de couleur : expériences. Ligne continue : Ajustement par une loi de [Zarraga et al. \[2000\]](#) permettant d'obtenir la fraction volumique de blocage ϕ_m pour chaque contrainte de cisaillement.

de comparer la migration observée expérimentalement avec celle prédite par le Suspension Balance Model de [Morris and Boulay \[1999\]](#).

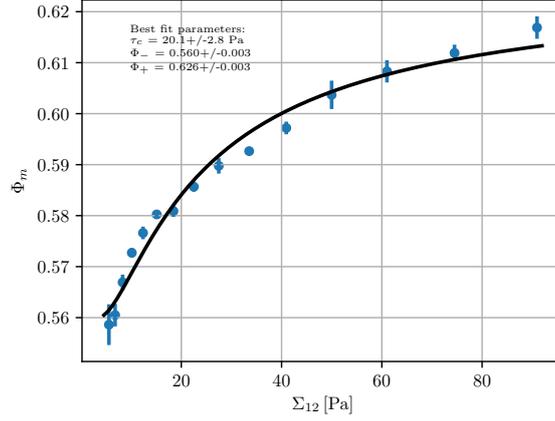


FIGURE 3.17 – Évolution de la fraction volumique de blocage ϕ_m déduite de l'équation 3.20, en fonction de la contrainte de cisaillement Σ_{12} . Ligne continue : Ajustement des mesures suivant la loi de [Richards et al. \[2020\]](#).

3.4.3 Viscosité normale de la suspension

Jusqu'ici, nous nous sommes employés à établir la loi constitutive qui relie la viscosité à la fraction volumique et la contrainte de cisaillement. Nous allons maintenant nous intéresser à l'établissement de la seconde loi constitutive, η_n . Dans un premier temps, nous allons nous intéresser à la variation du rapport des viscosités $q = \eta_n/\eta_s$ avec le rapport ϕ/ϕ_m .

Je rappelle, qu'au début de ce chapitre, nous avons montré que q devait suivre la loi 3.14 :

$$q(r) = \frac{q_0}{r_0^2} r^2 \quad (3.22)$$

Il est important de comprendre que je ne suis pas en mesure via mon montage expérimental de déterminer la constante $q_0 = q(\phi(r_0))$ qui intervient dans l'équation 3.14 propre à chaque concentration $\bar{\Phi}$. Pour déterminer q_0 , nous allons ajuster la mesure de $q(\phi(r_0))$ sur des résultats de la littérature. Pour les plus grandes fractions volumiques que nous avons explorées dans ce travail ($\phi \approx 0.54$, $\phi/\phi_m \approx 0.9$), plusieurs travaux de la littérature donnent des résultats très similaires entre eux [[Boyer et al., 2011](#); [Chèvremont et al., 2019](#); [Zarraga et al., 2000](#)]. Ces résultats constituent par conséquent une référence fiable qui peut nous servir à *rescaler* nos résultats. Nous choisissons de déterminer q_0 à partir de la relation de [Zarraga et al. \[2000\]](#) (plutôt que celle de Boyer, par exemple) car les fractions volumiques de blocage que nous mesurons sont proches de celle de [Zarraga et al. \[2000\]](#) ($\phi_m = 0.62$).

Le tableau 3.5 récapitule les données importantes ici pour établir la courbe $q(\phi/\phi_m)$. On remarque notamment que ϕ_m varie peu, que ce soit entre r_i et r_o pour une même concentration $\bar{\Phi}$ ou bien à travers les différentes concentrations $\bar{\Phi}$. D'un côté, cette constatation est un peu embêtante car nos expériences ne nous permettront pas de distinguer les variations de q avec ϕ d'une part et avec ϕ/ϕ_m d'autre part. Cependant, d'un point de vue pratique, il sera plus facile de comparer nos résultats avec ceux de la littérature où, comme nous l'avons déjà dit, l'hypothèse d'une fraction volumique de blocage indépendante de la contrainte de cisaillement est faite. On remarque également dans le tableau

3.5 qu'il y a un recouvrement non nul et parfois important des valeurs de fractions volumiques locales pour différentes fractions volumiques moyennes.

$\bar{\Phi}$	0.520	0.483	0.458	0.435	0.414	0.394
Ω [tr/min]	1	1	1	1	2	2
$\frac{r_i - R_1}{R_2 - R_1}$	0.2	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15
$\phi(r_i)$	0.520	0.473	0.460	0.438	0.420	0.402
$\Sigma_{12}(r_i)$ [Pa]	102.1	64.7	49.5	38.5	55.0	45.9
$\phi_m(r_i)$	0.614	0.609	0.604	0.599	0.606	0.603
$\frac{r_o - R_1}{R_2 - R_1}$	0.70	0.85	0.85	0.85	0.85	0.85
$\phi(r_o)$	0.543	0.501	0.485	0.460	0.439	0.419
$\Sigma_{12}(r_o)$ [Pa]	82.6	47.0	36.0	28.0	40.0	33.4
$\phi_m(r_o)$	0.612	0.603	0.598	0.592	0.600	0.596

TABLEAU 3.5 – Tableau regroupant la fraction volumique et la fraction volumique de blocage, en $r = r_i$ et $r = r_o$, et servant à établir la courbe $q(\phi/\phi_m)$.

Concrètement, pour tracer la courbe $q = f(\phi/\phi_m)$, j'ai déterminé la constante manquante q_0 à partir des résultats de Zarraga et al. [2000] obtenus pour le même rapport ϕ/ϕ_m que celui que je mesure en $r = r_o$ dans l'expérience où $\bar{\Phi} = 0.520$ ($(r_o - R_1)/(R_2 - R_1) = 0.7$, $\phi(r_o) = 0.543$, $\phi_m(r_o) = 0.612$, voir valeurs inscrites en rouge dans le tableau 3.5). Je suis alors en mesure de tracer la variation de q avec ϕ/ϕ_m pour toutes les concentrations mesurées entre $r = r_i$ et $r = r_o$ avec $\bar{\Phi} = 0.520$. Cette variation est représentée par les points bleus sur la courbe 3.18 (haut). Ensuite, je construis, morceau par morceau la courbe $q = f(\phi/\phi_m)$ en fixant à chaque fois la constante manquante q_0 égale à $q(\phi(r_o)/\phi_m(r_o))$ mesurée sur la portion de courbe déduite de la mesure de $q(\phi/\phi_m)$ obtenue pour l'expérience à une fraction volumique moyenne plus grande. La figure 3.18 (haut) présente tous les résultats où on observe, pour presque toutes fractions volumiques moyennes, $\bar{\Phi}$, un très bon recouvrement des points. Seule la courbe obtenue pour $\bar{\Phi} = 0.520$ ne présente pas de recouvrement avec les autres. Il aurait en effet fallu faire une expérience supplémentaire pour une fraction volumique moyenne de l'ordre de 0.5 pour pouvoir observer ce recouvrement. L'absence de cette concentration dans mon étude provient d'une maladresse expérimentale qui m'a conduit à ajouter un peu trop de liquide la première fois que j'ai dilué la suspension dans le gap... Malgré ce petit défaut, les résultats sont convaincants, en particulier en raison des larges recouvrements qui sont observés pour les différentes fractions volumiques moyennes. L'allure générale de la courbe est proche de celle de Zarraga et al. [2000]. Ceci constitue une justification supplémentaire au choix que nous avons fait de fixer la première valeur de q_0 (obtenus pour $\bar{\Phi} = 0.520$ à partir de la corrélation de Zarraga et al. [2000]).

J'ai également tracé les évolutions de q en fonction de ϕ/ϕ_m d'après les équations 3.23 [Boyer et al., 2011] ($\phi_m = 0.585$) et 3.25 [Zarraga et al., 2000] ($\phi_m = 0.62$). Rappelons que Boyer et al. [2011], en imposant la pression particulaire et en mesurant la contrainte de cisaillement, proposent une mesure du coefficient de friction macroscopique d'une suspension, $\mu = 1/q$:

$$\mu(\phi) = \frac{1}{q(\phi)} = \mu_1 + \frac{\mu_2 - \mu_1}{1 + I_0/I_v} + I_v + \frac{5}{2}\phi_m I_v^{1/2} \quad \text{pour} \quad \phi_m = 0.585 \quad (3.23)$$

où μ_1 , μ_2 et I_0 sont respectivement des constantes égales à 0.32, 0.7 et 0.005. I_v est le nombre visqueux (sans dimension) défini par :

$$\frac{1}{I_v} = \eta_n(\phi) = \left(\frac{\phi}{\phi_m - \phi} \right)^2 \quad (3.24)$$

D'un autre côté, Zarraga et al. [2000] ont établi :

$$q(\phi) = 2.17\phi^3 e^{2.34\phi} \quad \text{et} \quad \eta_n = 2.17 \left(\frac{\phi}{1 - \phi/\phi_m} \right)^3 \quad \text{pour} \quad \phi_m = 0.62 \quad (3.25)$$

Naturellement, pour $\phi/\phi_m \gtrsim 0.85$, ma courbe $q(\phi/\phi_m)$ est en accord avec celle établie par Zarraga et al. [2000] qui a servi à fixer la valeur de q_0 dans cette gamme de fraction volumique. Les résultats sont également proches de ceux de Boyer et al. [2011]. Mais on observe que pour $\phi/\phi_m \lesssim 0.85$, la tendance de la courbe $q(\phi/\phi_m)$ que j'ai déterminée se rapproche davantage de la fonction établie par Zarraga et al. [2000] que de celle proposée par Boyer et al. [2011], pour finalement s'en écarter à mesure que ϕ/ϕ_m diminue.

Il ne me reste plus maintenant qu'à multiplier la fonction $q(\phi/\phi_m)$ par η_s obtenue en rhéologie locale pour obtenir la viscosité normale. La figure 3.18(bas) représente l'évolution de η_n en fonction de ϕ/ϕ_m . Je compare la viscosité normale ainsi établie avec la viscosité normale établie par Boyer et al. [2011] (eq 3.24) et celle établie par Zarraga et al. [2000] (eq 3.25) pour laquelle $\phi_m = 0.62$ (dans le cas de Boyer et al. [2011], η_n dépend seulement de ϕ/ϕ_m). On observe que l'évolution de la viscosité normale de la suspension que j'étudie est très bien représentée par l'équation 3.25 [Zarraga et al., 2000] même si on observe une différence lorsque $\phi/\phi_m \gtrsim 0.85$.

Habituellement, il est plus commun de tracer les fonctions $\mu = 1/q$ et ϕ/ϕ_m en fonction du nombre visqueux $I_v = 1/\eta_n$ [Boyer et al., 2011]. Ainsi, la figure 3.19 représente ces deux fonctions. Je précise qu'il ne s'agit pas de nouvelles mesures effectuées mais simplement d'une autre manière de représenter les résultats déjà exprimés précédemment sur la figure 3.18.

En conclusion sur les lois constitutives, mes résultats tendent à montrer que :

- (i) la viscosité de cisaillement dépend à la fois de ϕ et de ϕ/ϕ_m , ϕ_m étant elle-même une fonction de la contrainte de cisaillement.
- (ii) la viscosité de cisaillement que j'ai mesurée est correctement représentée par la loi proposée par Zarraga et al. [2000] (équation 3.20) où une fraction volumique de blocage dépendante de la contrainte de cisaillement est introduite.
- (iii) nos expériences ne nous ont pas permis de déterminer si q et η_n étaient des fonctions de ϕ ou de ϕ/ϕ_m seulement ou encore de ϕ et de ϕ/ϕ_m .

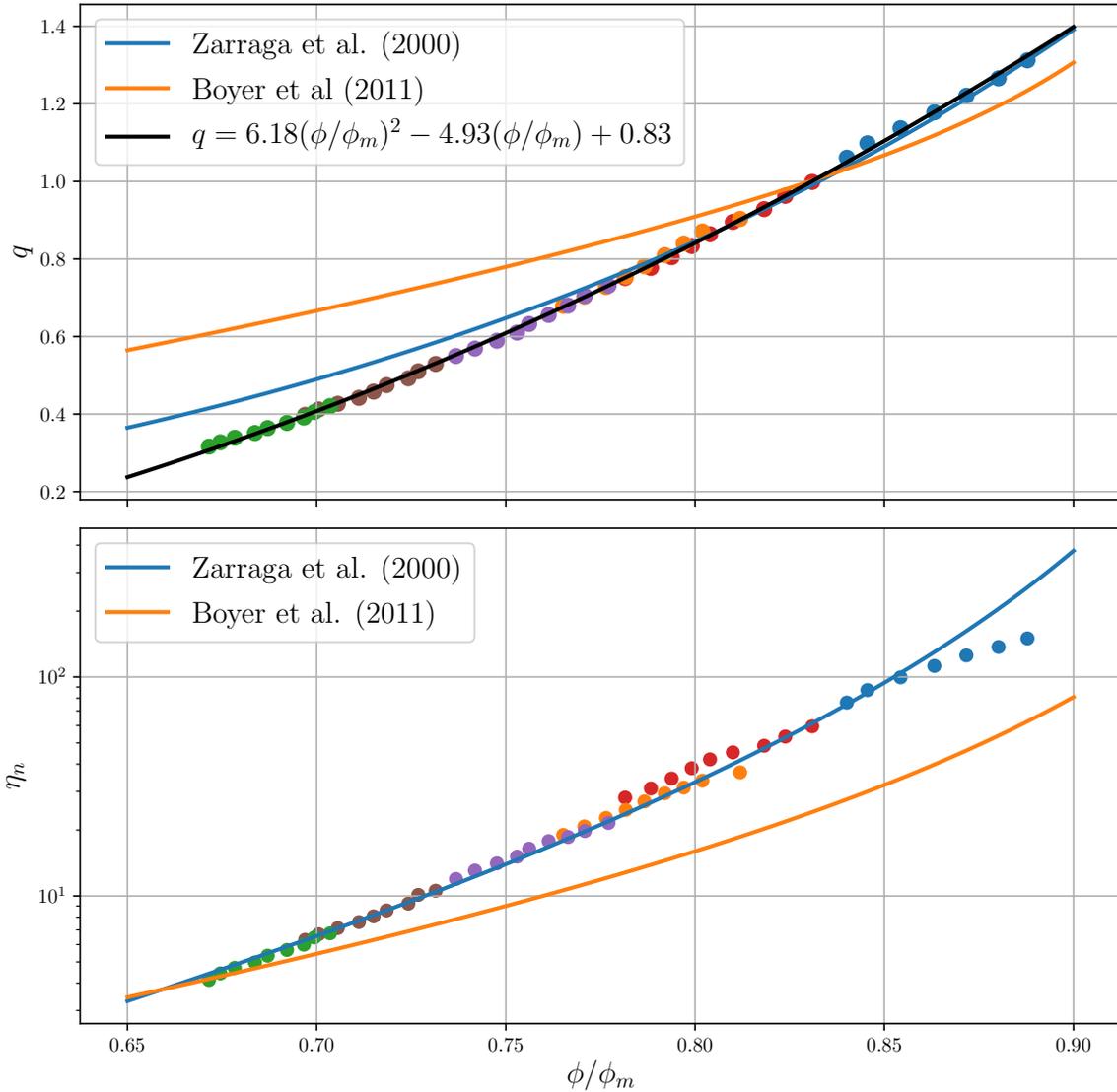


FIGURE 3.18 – **Haut** : Évolution de q en fonction de ϕ/ϕ_m . Couleur : Dédit des différentes concentrations moyennes $\bar{\Phi}$, cisailée à $\Omega = 1$ tr/min (2 tr/min pour $\bar{\Phi} = 0.414$ et $\bar{\Phi} = 0.394$). Ligne bleue : loi constitutive 3.25 de Zarraga et al. [2000]. Ligne orange : loi constitutive 3.23 de Boyer et al. [2011]. Ligne noire : Ajustement par un polynôme de degré 2. **Bas** : Evolution de η_n en fonction de ϕ/ϕ_m . Ligne bleue : loi constitutive 3.25 (avec $\phi_m = 0.62$) de Zarraga et al. [2000]. Ligne orange : loi constitutive 3.24 de Boyer et al. [2011].

- (iv) la viscosité normale η_n et le rapport de la viscosité normale sur la viscosité tangentielle, noté q , que nous avons mesurés sont très bien représentés par la corrélation proposée par Zarraga et al. [2000] (équation 3.25), sauf pour les plus petites fractions volumiques ($\phi/\phi_m \lesssim 0.8$) dans le cas de q ou pour les plus grandes ($\phi/\phi_m \gtrsim 0.85$) dans le cas de η_n .

3.4.4 Profils radiaux

3.4.4.1 Profils de concentration

Comme indiquée sur la figure 3.18 (haut), la courbe $q(\phi/\phi_m)$ est ajustée par un polynôme du second degré dont les coefficients sont simplement des paramètres d'ajuste-

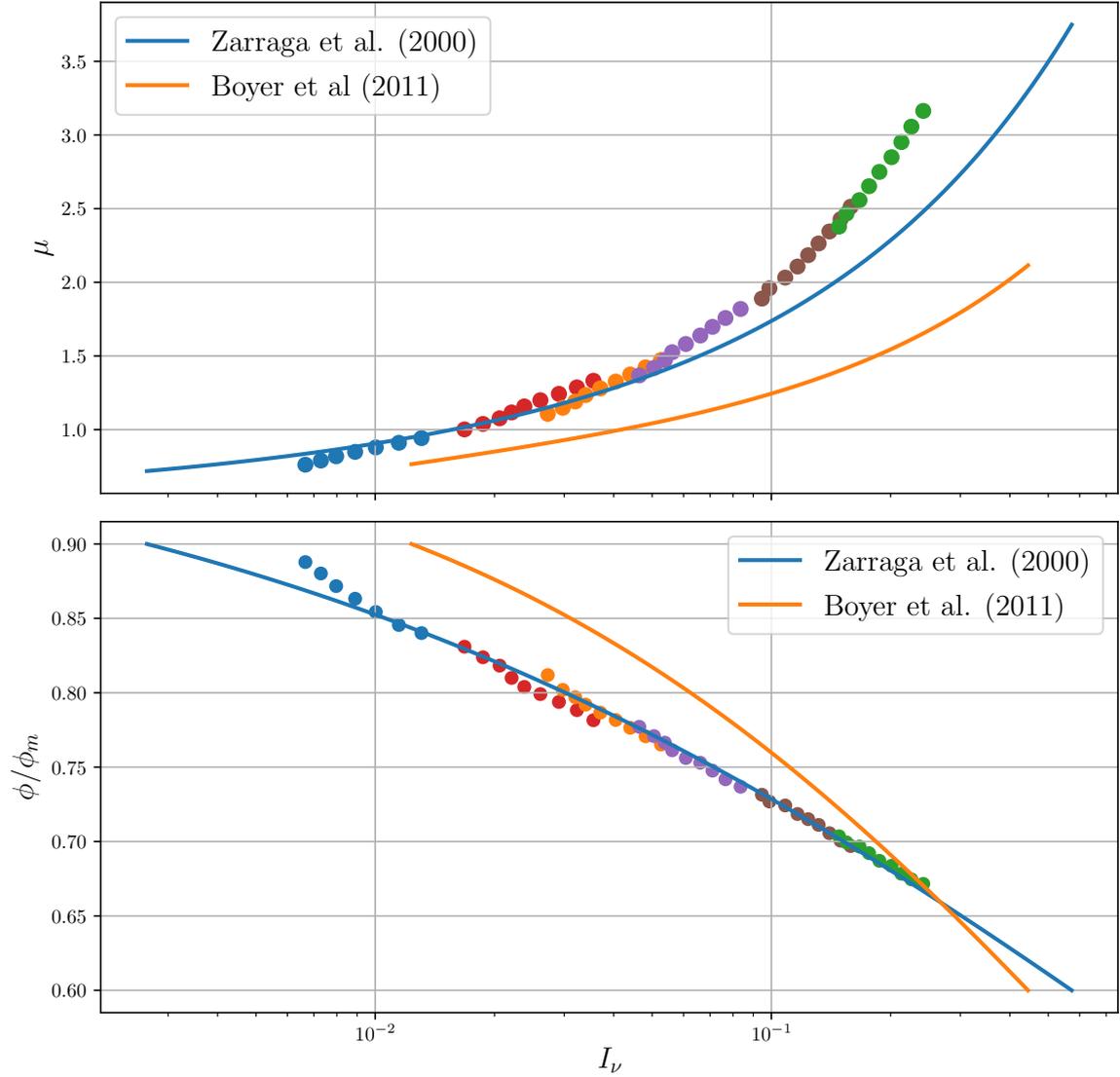


FIGURE 3.19 – Évolution du coefficient microscopique μ (haut) et du rapport ϕ/ϕ_m (bas) en fonction du nombre visqueux I_ν . Ligne orange : travaux de Boyer et al. [2011] (équation 3.23). Ligne bleue : inverse de la fonction q de Zarraga et al. [2000] avec $\phi_m = 0.62$.

ment sans signification physique particulière :

$$q\left(\frac{\phi}{\phi_m}\right) = +0.83 - 4.93\left(\frac{\phi}{\phi_m}\right) + 6.18\left(\frac{\phi}{\phi_m}\right)^2 \quad (3.26)$$

Par ailleurs, si, comme nous l'avons supposé, $N_1 = 0$ (i.e. $\lambda_2 = 1$) le SBM indique que, :

$$q = q_{r_0} \left(\frac{r}{r_0}\right)^2 \quad (3.27)$$

En résolvant les équations couplées 3.27 et 3.26 où la valeur de ϕ_m est déterminée pour chaque expérience à $\bar{\Phi}$ fixée (voir tableau 3.6), on peut tracer les profils de concentration pour chacune des fractions volumiques moyennes de la suspension (voir figure 3.20). On observe sur cette figure que, comme on s'y attendait, les profils de concentration sont bien prédits en utilisant la fonction $q(\phi/\phi_m)$ déterminée expérimentalement. On peut maintenant regarder la sensibilité des profils à la loi $q(\phi/\phi_m)$ et pour cela regarder quels

sont les profils prédits par la corrélation de [Zarraga et al. \[2000\]](#) (équation 3.25).

$\bar{\Phi}$	0.520	0.483	0.458	0.435	0.414	0.394
Ω [tr/min]	1	1	1	1	2	2
$\frac{r_i-R_1}{R_2-R_1}$	0.2	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15
$\frac{r_o-R_1}{R_2-R_1}$	0.7	0.85	0.85	0.85	0.85	0.85
$\bar{\Phi}_{bulk}$	0.532	0.488	0.473	0.451	0.431	0.411
$\bar{\Phi}_m$	0.613	0.606	0.601	0.596	0.603	0.600

TABLEAU 3.6 – Tableau regroupant les différentes valeurs $\bar{\Phi}_{bulk}$ et $\bar{\Phi}_m$ servant à prédire les profils de concentration obtenus à $\Omega = 1$ ou 2 tr/min.

Sur la figure 3.21, on observe un assez bon accord entre les profils expérimentaux et les prédictions du Suspension Balance Model de [Morris and Boulay \[1999\]](#) couplé aux lois constitutives de [Zarraga et al. \[2000\]](#) (eq.3.25 où $\phi_m = 0.615$). L'accord est bien sûr très satisfaisant pour les grandes fractions volumiques pour lesquelles la fonction $q(\phi/\phi_m)$ déterminée par [Zarraga et al. \[2000\]](#) était la même que la nôtre. A plus basse fraction volumique les différences que nous avons enregistrées pour $q(\phi/\phi_m)$ commencent à affecter plus sérieusement les profils de concentration.

3.4.4.2 Profils de vitesse

Pour aller plus loin, je m'intéresse maintenant à la vitesse d'écoulement au sein de l'entrefer et à la possibilité de prédire la vitesse locale de l'écoulement via un modèle incluant le Suspension Balance Model, le rapport des viscosité q que j'ai établi et des conditions de glissement aux parois de la géométrie.

Dans le cas d'un écoulement de Couette cylindrique, si il n'y a pas de glissement aux parois, on peut montrer (voir annexe) que la vitesse de la suspension au sein de l'entrefer obéit à l'équation suivante :

$$v_{\theta}(r) = \Omega r \times \left(1 - \frac{\int_{R_1}^r [dr/\eta_s r^3]}{\int_{R_1}^{R_2} [dr/\eta_s r^3]} \right) \quad (3.28)$$

On observe notamment sur cette équation que la vitesse locale d'écoulement $v_{\theta}(r)$ dépend bien de la concentration locale $\phi(r)$ via la viscosité de cisaillement $\eta_s(\phi, \frac{\phi}{\phi_m})$. Par ailleurs, il est nécessaire d'introduire une correction de glissement aux parois, vraisemblablement lié à la structuration de la suspension. [Jana et al. \[1995\]](#) montrent que les vitesses apparentes de glissement au niveau des cylindres (interne et externe) sont données par :

$$u_s(R_{1,2}) = \beta(\phi_{1,2}) a \dot{\gamma}_{1,2} \quad \text{avec} \quad \beta(\phi_{1,2}) = \frac{\eta_s(\phi_{1,2})}{8} \quad (3.29)$$

$\phi_{1,2}$ et $\dot{\gamma}_{1,2}$ sont respectivement la fraction volumique et le taux de cisaillement au voisinage du rotor et du stator. β est le coefficient de glissement introduit par [Jana et al. \[1995\]](#).

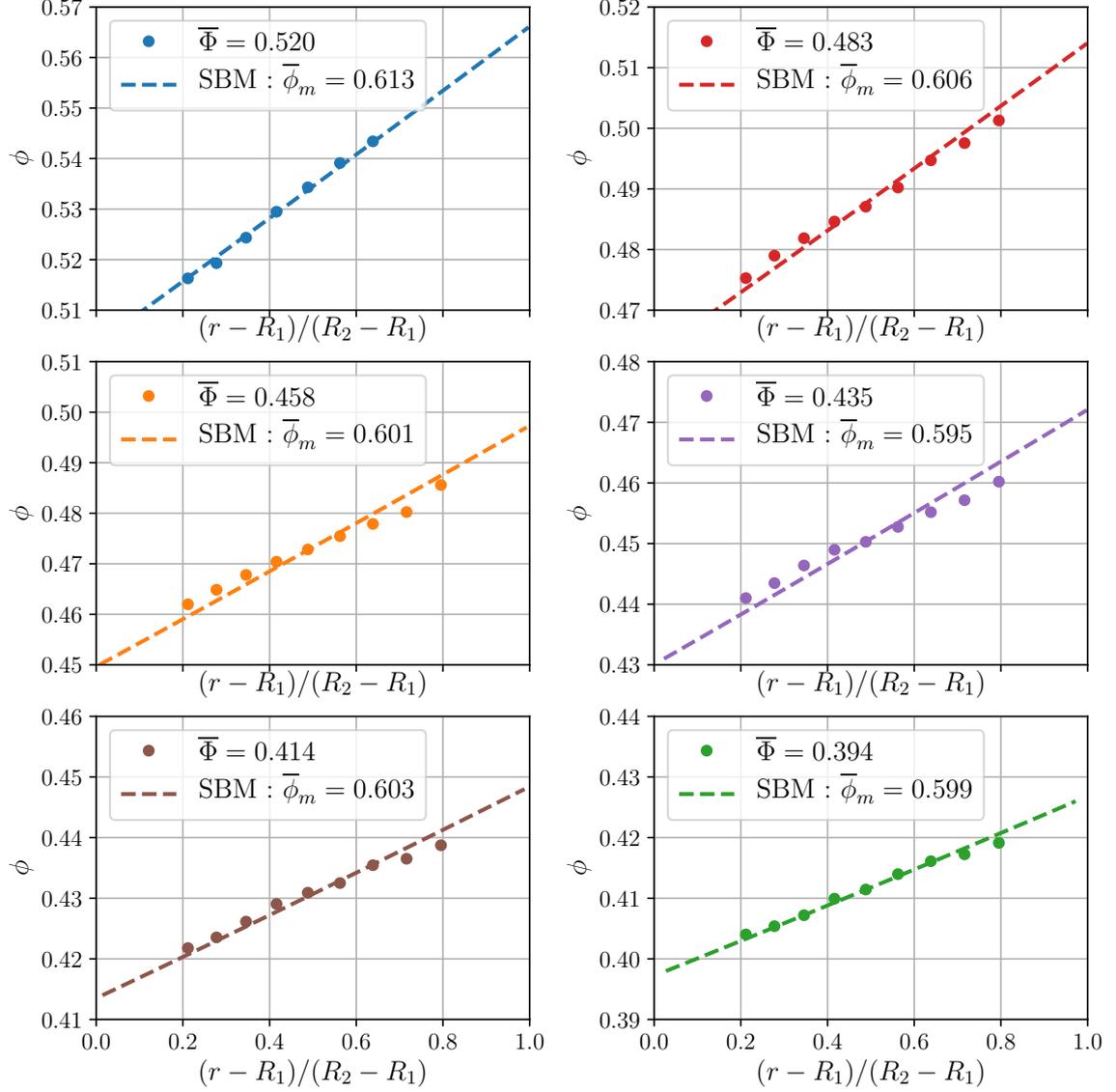


FIGURE 3.20 – Profils radiaux de fraction volumique pour chaque concentration moyenne $\bar{\phi}$: 0.394, 0.414, 0.435, 0.458, 0.481 et 0.520. Chaque profil observé expérimentalement (formé par les points de couleur) est comparé à un profil théorique (ligne discontinue colorée) prédit par le Suspension Balance Model pour une suspension dont la concentration moyenne ϕ_{bulk} est déterminée en moyennant la concentration ϕ mesurée expérimentalement en dehors des régions structurées proches des parois de la suspension : $r_i \leq r \leq r_o$.

Par souci de simplification, nous considérerons ce coefficient équivalent au niveau du rotor et du stator, ce qui signifie que : $u_s(R_{1,2}) = \beta a \dot{\gamma}_{1,2}$ avec $\beta = \frac{\eta_s(\bar{\phi}_{bulk}, \bar{\phi}_m)}{8}$ ($\beta_1 = \beta_2 = \beta$). [Jana et al. \[1995\]](#) montrent alors que le champs de vitesse peut s'exprimer de la façon suivante (démonstration faite en annexe) :

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = \frac{u_s(R_2)}{R_2} + \left(\Omega - \frac{u_s(R_2)}{R_2} - \frac{u_s(R_1)}{R_1} \right) \times \frac{\int_r^{R_2} [dr/\eta_s r^3]}{\int_{R_1}^{R_2} [dr/\eta_s r^3]} \quad (3.30)$$

avec des vitesses de glissement qui respectent les équations suivantes (démonstration en annexe) :

$$A = \frac{\eta_s}{\beta a} R_1^2 \times \int_{R_1}^{R_2} [dr/\eta_s r^3] + \frac{1}{R_1} \quad \& \quad C = 1/R_1 \quad (3.31)$$

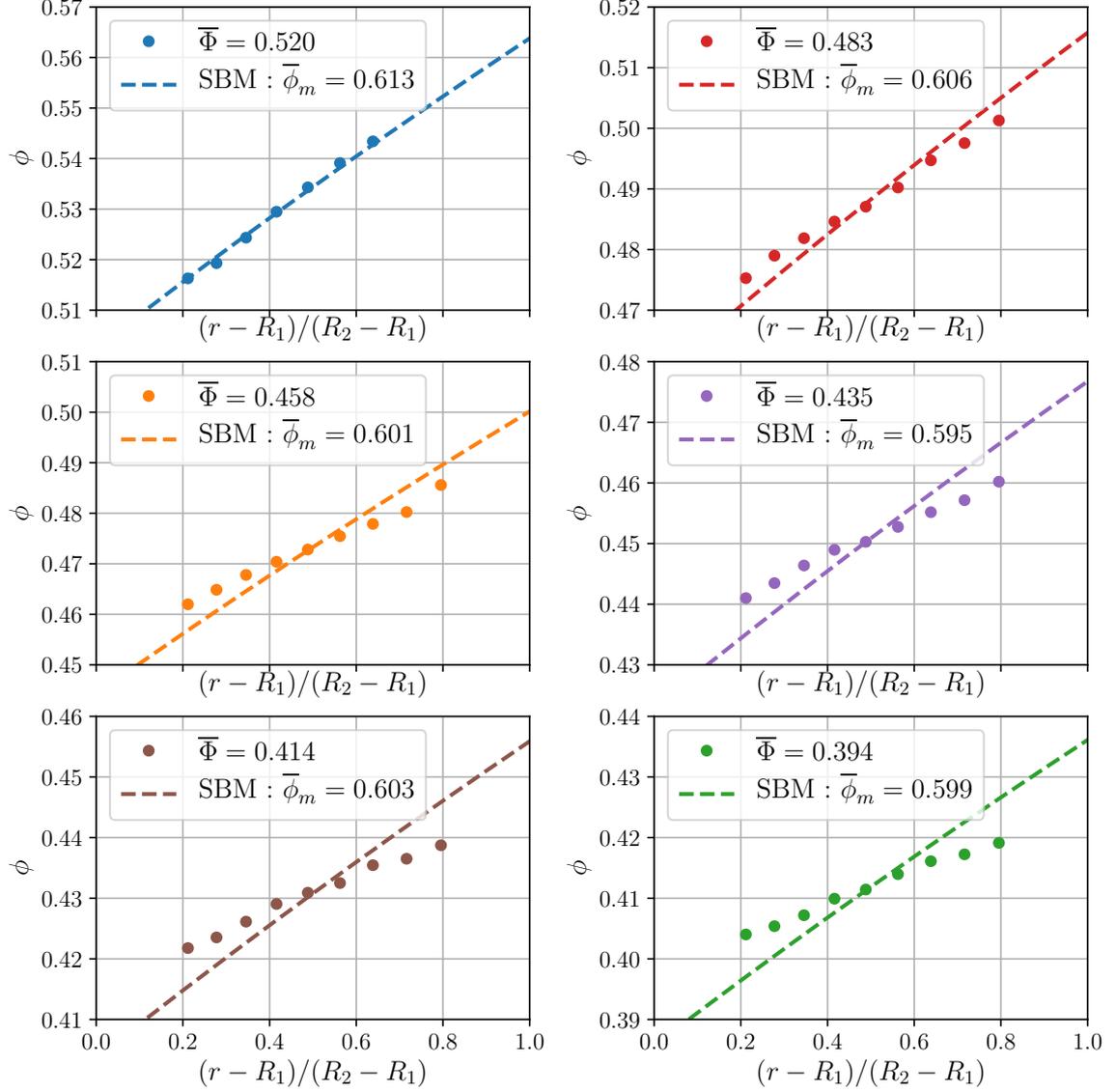


FIGURE 3.21 – Profils radiaux de fraction volumique pour chaque concentration moyenne $\bar{\Phi}$: 0.394, 0.414, 0.435, 0.458, 0.481 et 0.520. Chaque profil observé expérimentalement (formé par les points de couleur) est comparé à un profil théorique (ligne discontinue colorée) prédit par le Suspension Balance Model pour une suspension dont la concentration moyenne ϕ_{bulk} est déterminée en moyennant la concentration ϕ mesurée expérimentalement en dehors des régions structurées proches des parois : $r_i \leq r \leq r_o$.

$$D = \frac{\eta_s}{\beta a} R_2^2 \times \int_{R_1}^{R_2} \left[dr / \eta_s r^3 \right] + \frac{1}{R_2} \quad \& \quad B = 1/R_2 \quad (3.32)$$

$$u_s(R_1) = \Omega \times \frac{D - B}{A \times D - B \times C} \quad \& \quad u_s(R_2) = \Omega \times \frac{A - C}{A \times D - B \times C} \quad (3.33)$$

On remarque notamment ici avec les expressions de A et D que c'est le rapport η_s/β qui intervient dans les équations donnant les vitesses de glissement au rotor et au stator; autrement dit, c'est le coefficient de proportionnalité entre les deux (voir eq. 3.29) qui intervient. Afin de comparer les profils observés expérimentalement avec les profils prédits par le modèle, nous avons simplement choisi de reprendre le coefficient donné par [Jana et al. \[1995\]](#), soit $\beta = \eta_s/8$, que les auteurs ont déterminé pour $0.45 \leq \phi \leq 0.53$. Il est ainsi possible de prédire les profils radiaux de la vitesse d'écoulement à partir de la visco-

sité locale η_s (eq. 3.20), elle-même dépendante d'une part de la concentration locale $\phi(r)$ prédite par la fonction q déterminée précédemment (équation 3.26), et d'autre part de la fraction volumique de blocage ϕ_m qui dépend elle-même de la contrainte de cisaillement.

Il est important de comprendre que les profils de vitesse que nous mesurons ne sont peut-être pas les profils à l'équilibre. En effet, il faut se souvenir de la façon dont les expériences ont été faites. Nous avons dans un premier temps pré-cisaillé la suspension en imposant une vitesse $\Omega = 1$ ou 2 tr/min (voir tableau 3.4) et avons attendu suffisamment longtemps pour que le profil de concentration *correspondant à la vitesse* Ω ait atteint son état stationnaire. Et, c'est dans cet état de migration que nous avons mesuré les profils de vitesse pour différentes valeurs de Ω . Donc, pour résumer, les profils de vitesse $v(r)$ mesurés pour différents Ω ont tous été obtenus pour des profils $\phi(r)$ obtenus à $\Omega = 1$ ou 2 tr/min (suivant la concentration moyenne $\bar{\Phi}$ de la suspension isodense).

Dans une expérience à Ω donné, la contrainte variant finalement assez peu dans le gap, on peut considérer que la rhéofluidification influence peu le profil de vitesse. Ainsi, par souci de simplification, nous considérerons que la fraction volumique de blocage qui apparaît dans la loi constitutive $\eta_s(\phi, \phi_m)$ est constante dans le gap (en revanche les variations de ϕ_m avec $\bar{\Phi}$ seront bien sûr prises en compte). Les figures 3.22 et 3.23 présentent les profils radiaux de la vitesse d'écoulement (normalisée par la vitesse au rotor ΩR_1), pour toutes les concentrations $\bar{\Phi}$ de la suspension et pour toutes les vitesses angulaires Ω du rotor. Pour chaque expérience de cisaillement ($\bar{\Phi}, \Omega$), je trace le profil déduit de la mesure par PIV et le profil prédit par le SBM couplé aux équations 3.26, 3.20 et 3.30 - 3.33. On y observe de manière générale un très bon accord entre le profil mesuré expérimentalement (ligne de couleur) et le profil prédit par le modèle (ligne noire) bien que, pour certaines concentrations $\bar{\Phi}$ et pour certaines vitesses de rotation Ω , le glissement aux parois observé soit un peu différent des prédictions de Jana et al. [1995]. En effet, sur les figures 3.22 et 3.23, les profils de vitesse sont prédits pour $\beta = \eta_s/8$, et cela fonctionne très bien pour la majorité des plus hautes fractions volumiques. Cependant, les prédictions sont moins bonnes lorsque $\bar{\Phi}$ diminue et que Ω augmente. Dans ces cas là, en faisant varier un peu ce coefficient β , nous avons pu voir que les prédictions devenaient meilleures pour $\beta = \eta_s/6$ voire $\beta = \eta_s/4$. Nous avons donc étudié cette variation de β avec ϕ et avec ϕ/ϕ_m de manière plus exhaustive. Pour cela, de manière analogue à Jana et al. [1995] en reprenant l'équation 3.30, j'ai déterminé pour chaque expérience ($\bar{\Phi}, \Omega$) la vitesse de glissement au stator $u_s(R_2)$ et celle au rotor $u_s(R_1)$ en traçant $v_{\theta}/r - \int_r^{R_2} [dr/\eta_s r^3] / \int_{R_1}^{R_2} [dr/\eta_s r^3]$ en fonction de $\int_r^{R_2} [dr/\eta_s r^3] / \int_{R_1}^{R_2} [dr/\eta_s r^3]$ (voir figure 3.24) et en ajustant chaque graphe par une droite affine $y = C_1 \times x + C_2$ (tirets noirs sur chaque graphe de la figure 3.24) où $C_2 = u_s(R_2)/R_2$ et $C_1 = -u_s(R_1)/R_1 - u_s(R_2)/R_2$. Nous pouvons donc en déduire le coefficient de glissement au rotor β_1 et au stator β_2 pour chaque expérience de cisaillement :

$$\beta_i = \frac{u_s(R_i)}{a\dot{\gamma}_i} \quad \& \quad \beta_2 = \frac{u_s(R_2)}{a\dot{\gamma}_2} \quad (3.34)$$

$\dot{\gamma}_1$ et $\dot{\gamma}_2$ sont respectivement les taux de cisaillement déterminés au voisinage du rotor et du stator en effectuant une moyenne du taux de cisaillement déduit par la PIV, respectivement pour $r < r_i$ et $r > r_o$. Les graphes de la figure 3.25 tracent l'évolution de β_1 et β_2 en fonction de ϕ puis de ϕ/ϕ_m . Notons que les fractions volumiques ϕ et les fractions volumiques de blocage ϕ_m utilisées pour tracer ces deux graphes sont celles mesurées (ou déduites) en $r = r_i$ et $r = r_o$ pour chaque expérience de cisaillement. L'observation de

ces deux graphes semble indiquer que le coefficient de glissement β est une fonction du rapport $\phi/\phi_m(\Sigma_{12})$ et non de ϕ uniquement.

Le bon accord entre les résultats expérimentaux et les prédictions qui utilisent les lois constitutives que nous avons établies n'est bien sûr pas surprenant. Il montre simplement que le traitement de données qui a été fait pour obtenir les lois constitutives est cohérent. Cette cohérence devait être vérifiée, en particulier pour $\eta_s(\phi, \Sigma_{12})$ dont la variation avec Σ_{12} a été représentée par une fraction volumique de blocage dépendante de la contrainte de cisaillement.

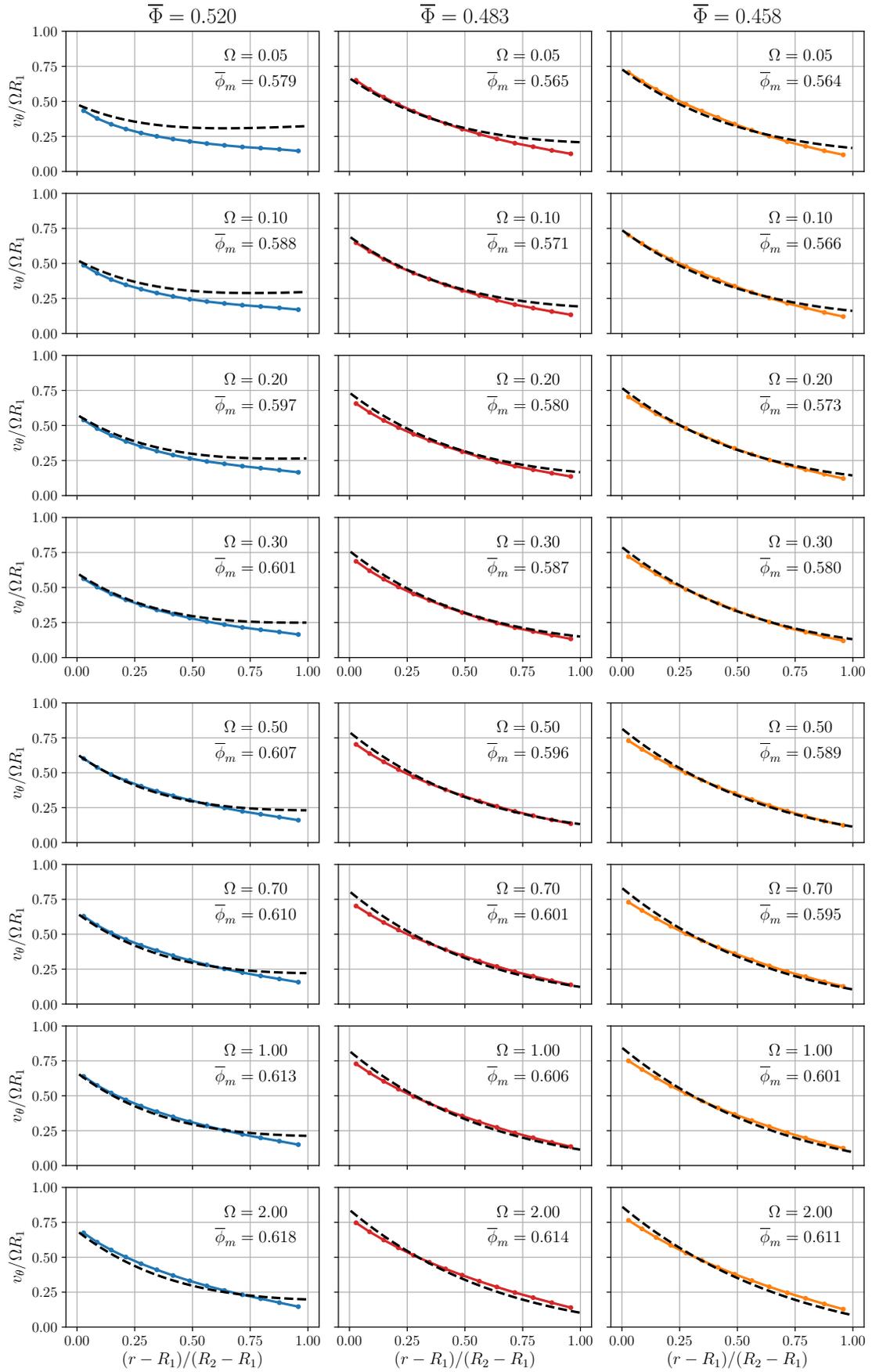


FIGURE 3.22 – Profils de vitesse azimutale mesurés pour toutes les vitesses angulaires Ω pour 3 concentrations $\bar{\Phi}$: 0.520, 0.483 et 0.458. Pour chaque concentration $\bar{\Phi}$, un profil théorique est calculé à partir des équations 3.26, 3.20 et 3.30.

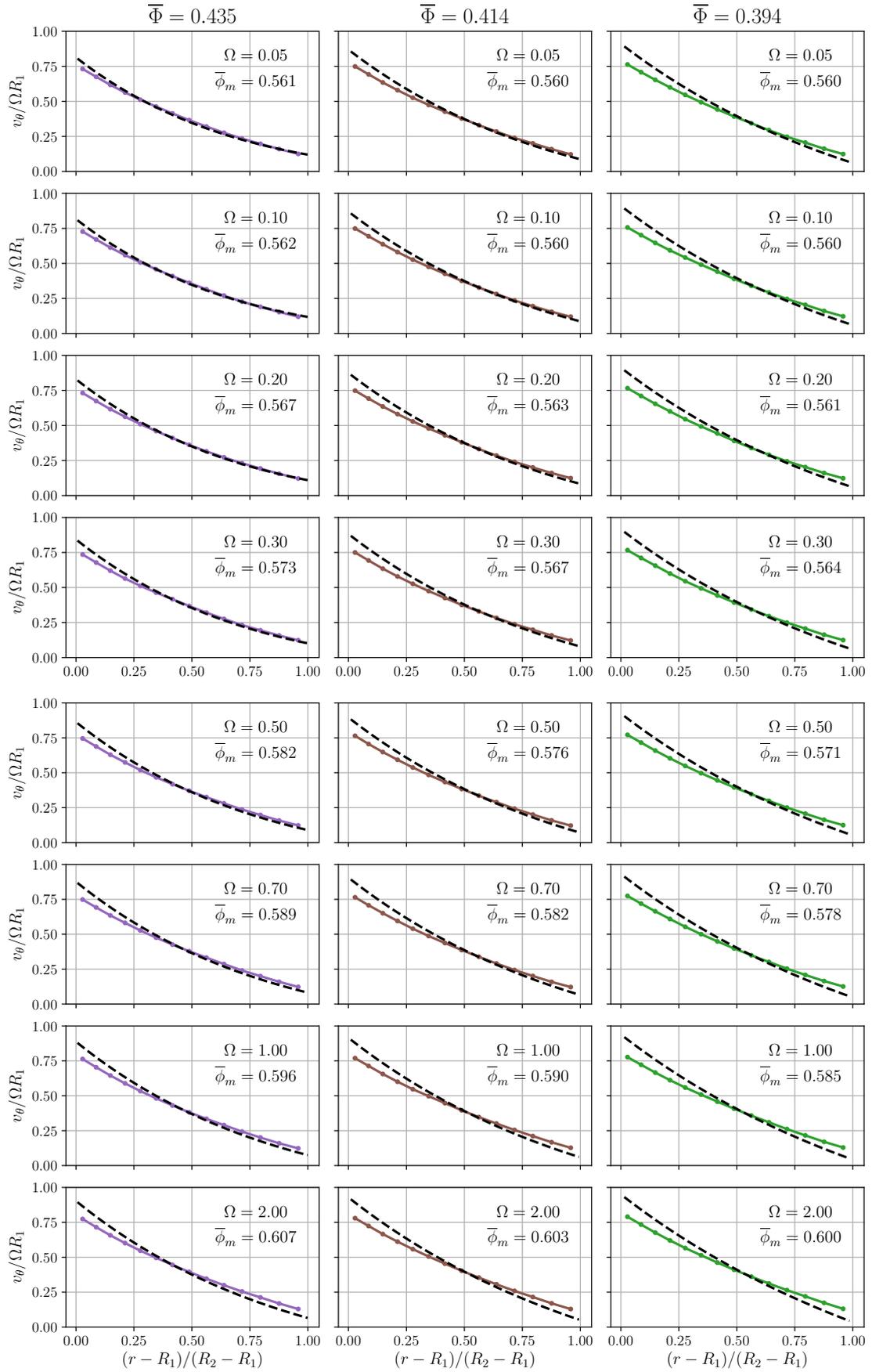


FIGURE 3.23 – Profils de vitesse azimutale mesurés pour toutes les vitesses angulaires Ω pour 3 concentrations $\bar{\Phi}$: 0.435, 0.414 et 0.394. Pour chaque concentration $\bar{\Phi}$, un profil théorique est calculé à partir des équations 3.26, 3.20 et 3.30.

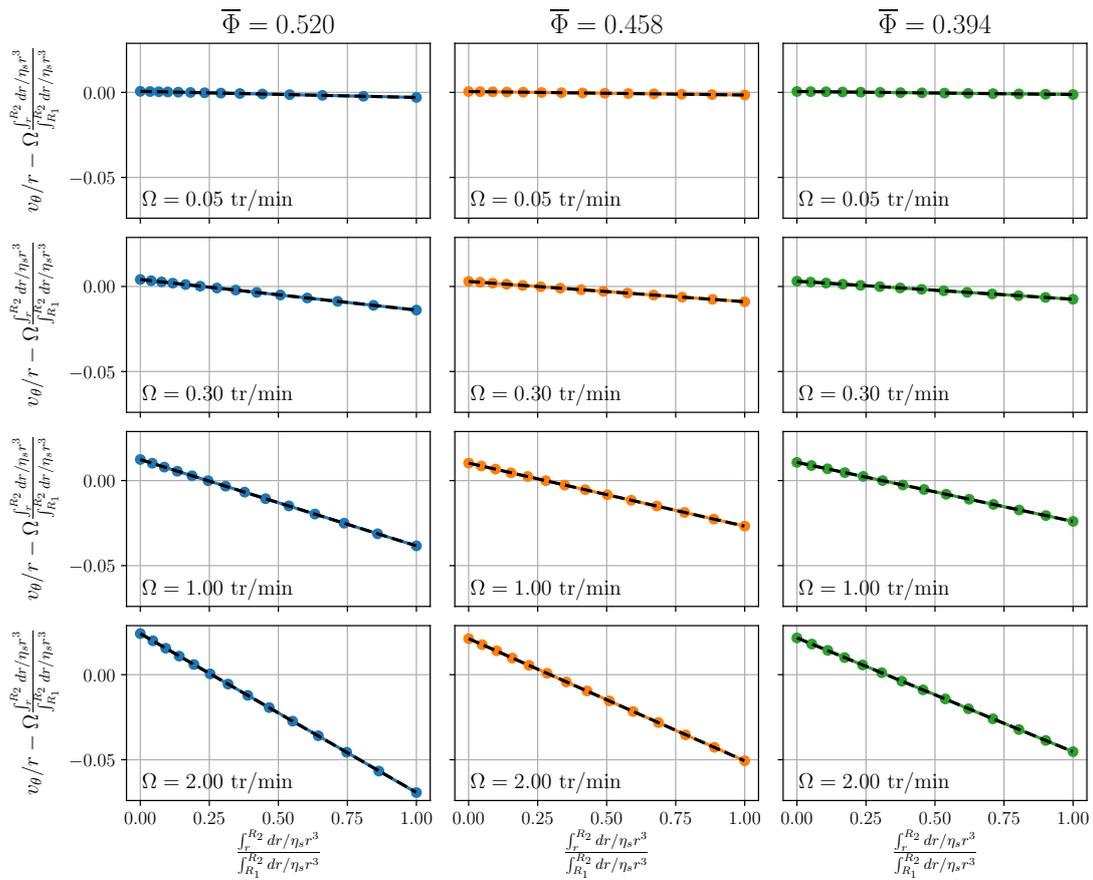


FIGURE 3.24 – Graphe illustrant comment déterminer les vitesses de glissement au niveau du rotor et du stator pour chaque expérience de cisaillement ($\bar{\Phi}$, Ω) via l'équation 3.30.

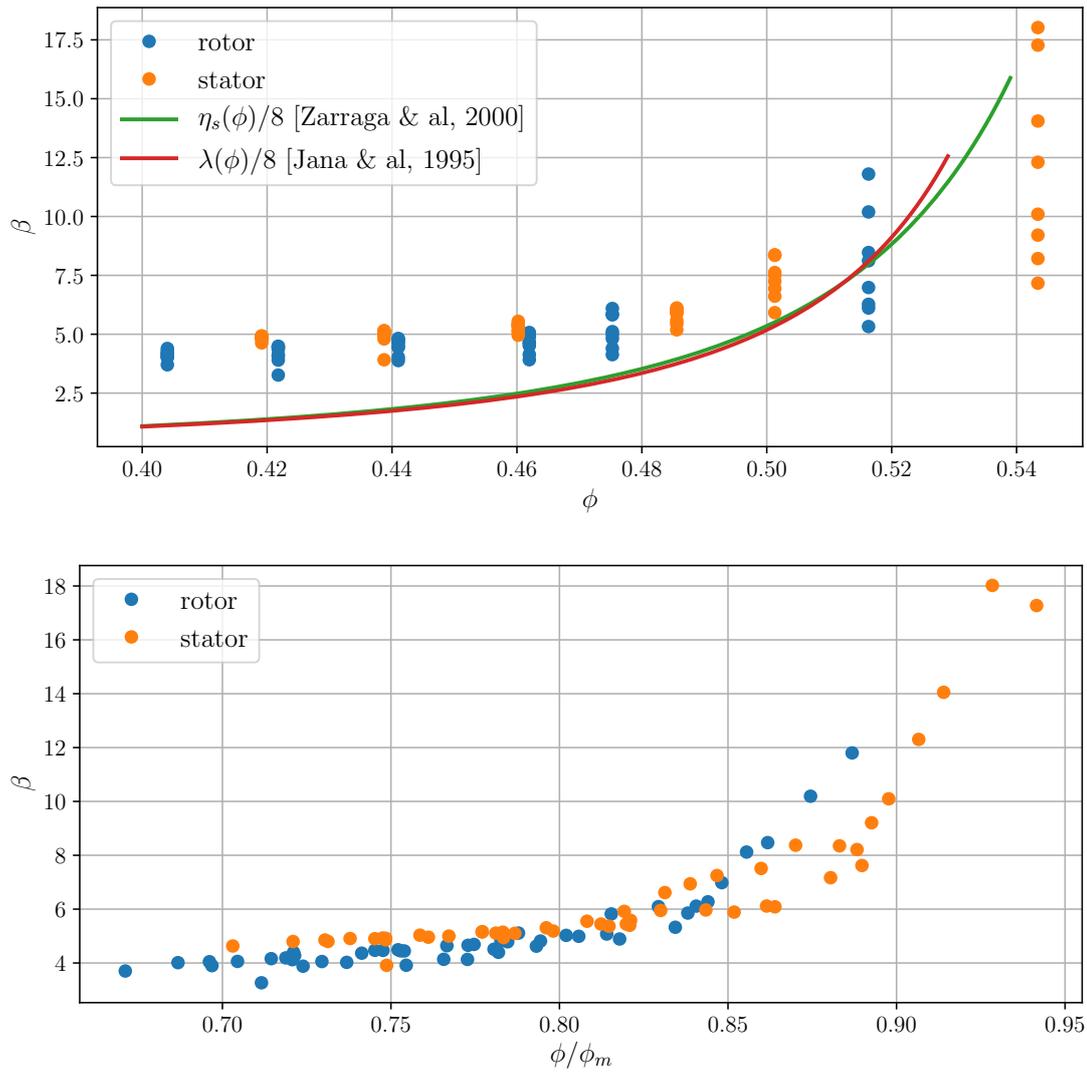


FIGURE 3.25 – Évolution du coefficient de glissement β en fonction de la fraction volumique ϕ (graphe du haut) et du rapport ϕ/ϕ_m (graphe du bas).

3.5 Conclusion

Pendant mon étude sur le cisaillement d'une suspension non-brownienne isodense en écoulement de Couette cylindrique à large entrefer, j'ai mené des mesures locales de la vitesse et de la fraction volumique au sein de l'écoulement. Ces mesures locales sont complétées par une mesure du couple total subi par la suspension, de laquelle est déduite la contrainte de cisaillement locale. La variation de la viscosité de cisaillement avec la contrainte est décrite par la variation de la fraction volumique de blocage avec la contrainte, quelle que soit la fraction volumique locale. La mesure des profils de concentration dans des suspensions à des fractions volumiques moyennes différentes m'a permis de proposer une loi qui relie le rapport des viscosités normales et de cisaillement au rapport de la fraction volumique sur la fraction volumique de blocage. En plus de l'établissement de ces lois constitutives, j'ai pu observé plusieurs caractéristiques de l'écoulement d'une suspension concentrée dans une cellule de Couette avec en particulier une structuration en bandes des particules au voisinage des parois et un glissement apparent de la suspension sur celles-ci.

Dans le prochain chapitre, je retranscris une étude sur la resuspension visqueuse où les mêmes particules que celles que j'ai utilisées ici sont dispersées dans un liquide iso-indice moins dense qu'elles. Les champs de vitesse et de concentration dans le plan (r, z) sont déterminés à l'aide du même dispositif et des mêmes procédures de traitement d'images. Nous observerons des différences notables avec ce que nous avons décrits dans ce chapitre. Nous verrons en particulier que la migration radiale est beaucoup moins prononcée dans le cas d'une suspension non-isodense.

3.6 Annexes

3.6.1 Annexe A- Influence du ménisque sur la hauteur H de la suspension

La présence du mercure au fond de la cellule de Couette est très importante dans mon montage expérimental car il permet d'éviter une migration malheureuse des particules solides depuis la région cisillée de l'entrefer vers la région située sous le rotor. L'inconvénient du mercure est qu'il forme deux ménisques au niveau des parois de la géométrie. Ainsi, une partie de la suspension est contenue dans ces régions formées par les ménisques. Je fais ici un rapide calcul pour montrer que l'erreur induite sur la hauteur H de la suspension calculée via l'équation 3.6 par la présence des ménisques est négligeable au vu du volume de suspension introduit dans l'entrefer.

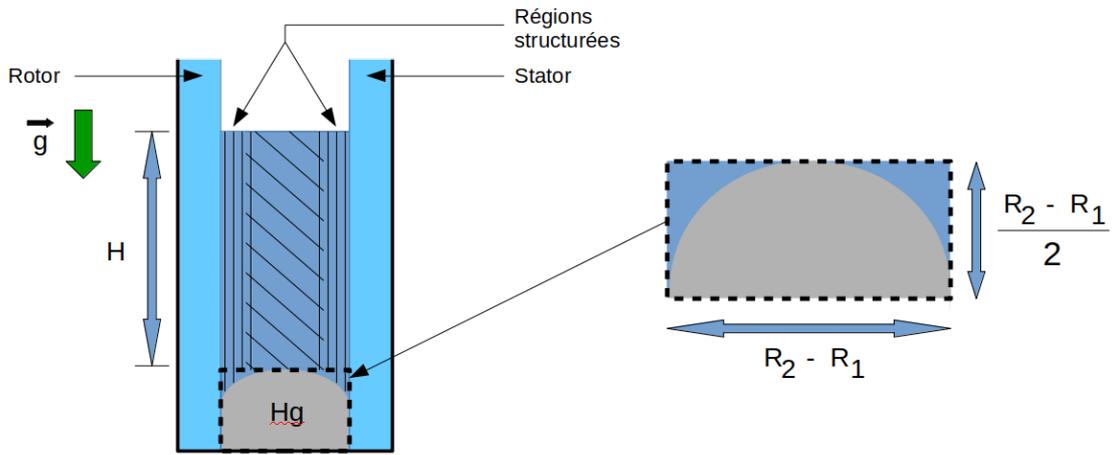


FIGURE 3.26 – Schéma des ménisques dus à la présence du mercure au fond de la cellule de Couette.

La forme du volume formé par le mercure est assimilée à un demi-tore ouvert (voir figure 3.26). Dans ce cas de figure, le volume formé par les ménisques au niveau du mercure est égal à :

$$V_{menisque} = \pi(R_2^2 - R_1^2) \left(\frac{R_2 - R_1}{2} \right) - \pi^2 \left(\frac{R_1 + R_2}{2} \right) \left(\frac{R_2 - R_1}{2} \right)^2 \quad (3.35)$$

Avec $R_1 = 19 \text{ mm}$ et $R_2 = 24 \text{ mm}$, on obtient : $V_{menisque} = 362 \text{ mm}^3$. Or, le plus petit volume de suspension qu'on introduit dans l'entrefer est pour $\bar{\Phi} = 0.520$ où :

$$V_{susp}(\bar{\Phi} = 0.52) = \frac{m_p + m_f}{\rho} \quad (3.36)$$

Avec $\rho = 1.19 \text{ g/cm}^3$, $m_p = 22.51 \text{ g}$ et $m_f = 20.73 \text{ g}$, on obtient : $V_{susp} = 36336 \text{ mm}^3$. Ainsi, l'erreur induite sur la hauteur H par la présence des ménisques est dans le pire des cas environ égale à 1% et c'est pourquoi la présence des ménisques est ici négligée.

3.6.2 Annexe B- Démonstration des équations 3.30 - 3.33

Je reprends ici la démonstration de Jana et al. [1995] pour comprendre comment on détermine l'équation 3.30.

D'une part, on sait que : $\Sigma_{12} = \eta_0 \eta_s \dot{\gamma}$ et, au cours du chapitre, on a montré que $\dot{\gamma} = r \frac{d}{dr} \left(\frac{v_\theta}{r} \right)$. D'autre part, on a : $\Sigma_{12} = C/r^2$ (eq. 3.6). Ainsi, on obtient :

$$\frac{C}{r^2} = \eta_0 \eta_s r \frac{d}{dr} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) \quad (3.37)$$

En posant $B = C/\eta_0$, on obtient :

$$d \left(\frac{v_\theta}{r} \right) = \frac{B}{\eta_s r^3} dr \quad (3.38)$$

Afin de déterminer la constante B, on intègre cette dernière relation de R_1 à R_2 :

$$\int_{R_1}^{R_2} d \left(\frac{v_\theta}{r} \right) = \int_{R_1}^{R_2} \frac{B}{\eta_s r^3} dr \quad (3.39)$$

On nomme la vitesse de glissement au rotor $u_s(R_1)$ et celle au stator $u_s(R_2)$. Ainsi, on a $v_\theta = \Omega R_1 - u_s(R_1)$ en $r = R_1$ et $v_\theta = u_s(R_2)$ en $r = R_2$. Notons que, dans le cas où il n'y a pas de glissement, $u_s(R_1) = u_s(R_2) = 0$ et on a bien $v_\theta = \Omega R_1$ en $r = R_1$ et $v_\theta = 0$ en $r = R_2$.

Ainsi, on peut déduire que la constante B est égale à :

$$B = \left(\Omega - \frac{u_s(R_1)}{R_1} - \frac{u_s(R_2)}{R_2} \right) \times \frac{1}{\int_{R_1}^{R_2} \left[dr / \eta_s r^3 \right]} \quad (3.40)$$

En reprenant l'équation 3.38 et en l'intégrant cette fois-ci de r à R_2 , on déduit l'équation suivante :

$$\frac{-u_s(R_2)}{R_2} + \frac{v_\theta}{r} = B \times \int_r^{R_2} \left[dr / \eta_s r^3 \right] \quad (3.41)$$

En injectant l'équation 3.40 dans cette nouvelle équation, on déduit l'équation 3.30 posée dans le chapitre :

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = \frac{u_s(R_2)}{R_2} + \left(\Omega - \frac{u_s(R_2)}{R_2} - \frac{u_s(R_1)}{R_1} \right) \times \frac{\int_r^{R_2} \left[dr / \eta_s r^3 \right]}{\int_{R_1}^{R_2} \left[dr / \eta_s r^3 \right]} \quad (3.42)$$

Notons que, dans le cas où il n'y a pas de glissement, on retrouve l'équation 3.28. Par ailleurs, Jana et al. [1995] définissent un coefficient de glissement β au rotor et au stator respectivement tels que :

$$\beta_i = \frac{u_s(R_1)}{a \dot{\gamma}_i} \quad \& \quad \beta_o = \frac{u_s(R_2)}{a \dot{\gamma}_o} \quad (3.43)$$

$\dot{\gamma}_i$ et $\dot{\gamma}_o$ sont respectivement les taux de cisaillement au rotor et au stator. Jana et al. [1995] montrent que $\beta_i = c \times \eta_{s,i}$ avec $c = 1/8$ ($\eta_{s,1}$ et $\eta_{s,2}$ sont les viscosités au voisinage du stator et du rotor). Par ailleurs, par souci de simplification, nous considérons ici que $\beta_i \approx \beta_o \approx \beta$ puisque $\eta_{s,1} \approx \eta_{s,2} \approx \eta_s$. On a donc : $u_s(R_1) = \beta a \dot{\gamma}_i$ et $u_s(R_2) = \beta a \dot{\gamma}_o$, et $\beta = c \times \eta_s$.

En connaissant la constante B (eq.3.40), on a :

$$\dot{\gamma} = r \frac{d}{dr} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) = \frac{B}{\eta_s r^2} \quad (3.44)$$

Ainsi, en injectant l'équation 3.43, et en notant $I = \int_{R_1}^{R_2} [dr/\eta_s r^3]$, on obtient les équations :

$$\dot{\gamma}_i = \frac{\Omega - \left(\frac{u_s(R_1)}{R_1} + \frac{u_s(R_2)}{R_2} \right)}{\eta_s R_1^2 \times I} \quad \& \quad \dot{\gamma}_o = \frac{\Omega - \left(\frac{u_s(R_1)}{R_1} + \frac{u_s(R_2)}{R_2} \right)}{\eta_s R_2^2 \times I} \quad (3.45)$$

En remplaçant $u_s(R_1)$ et $u_s(R_2)$ par leurs expressions respectives, on a donc :

$$\dot{\gamma}_i = \frac{\Omega - \beta a \left(\frac{\dot{\gamma}_i}{R_1} + \frac{\dot{\gamma}_o}{R_2} \right)}{\eta_s R_1^2 \times I} \quad \& \quad \dot{\gamma}_o = \frac{\Omega - \beta a \left(\frac{\dot{\gamma}_i}{R_1} + \frac{\dot{\gamma}_o}{R_2} \right)}{\eta_s R_2^2 \times I} \quad (3.46)$$

On peut donc exprimer $\dot{\gamma}_i$ en fonction de $\dot{\gamma}_o$ et $\dot{\gamma}_o$ en fonction de $\dot{\gamma}_i$:

$$\dot{\gamma}_i = \frac{\frac{\Omega}{\beta a} - \frac{\dot{\gamma}_o}{R_2}}{\frac{\eta_s R_1^2 I}{\beta a} + \frac{1}{R_1}} \quad \& \quad \dot{\gamma}_o = \frac{\frac{\Omega}{\beta a} - \frac{\dot{\gamma}_i}{R_1}}{\frac{\eta_s R_2^2 I}{\beta a} + \frac{1}{R_2}} \quad (3.47)$$

On pose : $A = \frac{\eta_s R_1^2 I}{\beta a} + \frac{1}{R_1}$, $B = \frac{1}{R_2}$, $C = \frac{1}{R_1}$ et $D = \frac{\eta_s R_2^2 I}{\beta a} + \frac{1}{R_2}$. Ainsi, on réécrit les deux équations telles que :

$$\dot{\gamma}_i = \frac{\Omega}{\beta a \times A} - \frac{B}{A} \times \dot{\gamma}_o \quad \& \quad \dot{\gamma}_o = \frac{\Omega}{\beta a \times D} - \frac{C}{D} \times \dot{\gamma}_i \quad (3.48)$$

En couplant les deux équations, on a donc :

$$\dot{\gamma}_i = \frac{\Omega}{\beta a \times A} - \frac{B}{A} \times \left(\frac{\Omega}{\beta a \times D} - \frac{C}{D} \times \dot{\gamma}_i \right) \quad (3.49)$$

et on obtient finalement :

$$u_s(R_1) = \beta a \dot{\gamma}_i = \Omega \left(\frac{D - B}{AD - BC} \right) \quad (3.50)$$

De manière analogue, on obtient :

$$u_s(R_2) = \beta a \dot{\gamma}_o = \Omega \left(\frac{A - C}{AD - BC} \right) \quad (3.51)$$

3.6.3 Annexe C- Cartographie du taux de cisaillement normalisée sur l'ensemble des expériences

On observe que, excepté proche du rotor, le taux de cisaillement mesuré est plus faible que le taux de cisaillement nominal. On observe également une localisation du cisaillement proche du rotor dans le cas des plus fortes concentrations.

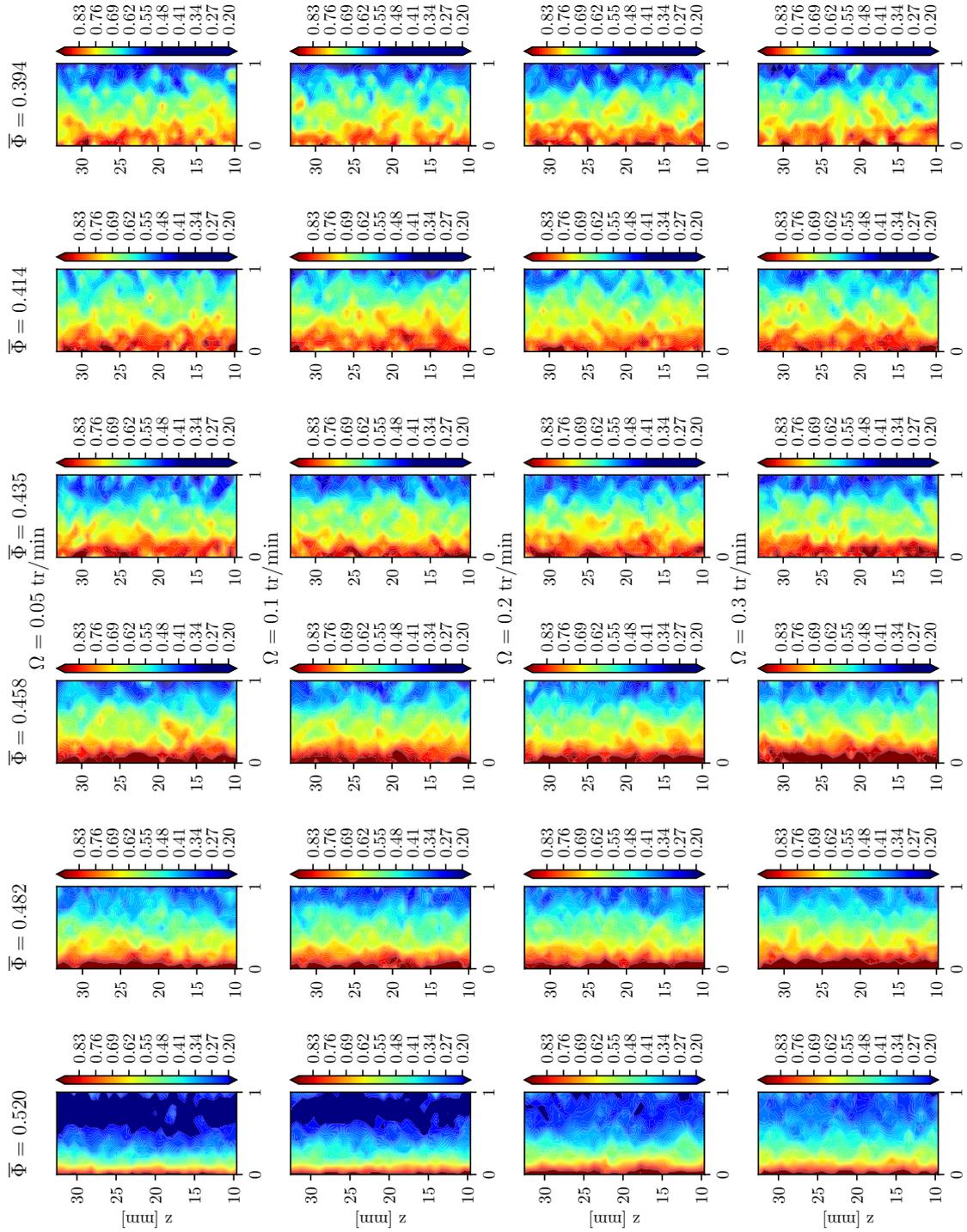


FIGURE 3.27 – Cartographie du taux de cisaillement mesuré $\dot{\gamma}(r, z)$ pour $10 \text{ mm} < z < 34 \text{ mm}$, normalisé par le taux de cisaillement $\dot{\gamma}_N(r)$ pour un fluide newtonien (équation 3.4) pour les vitesses angulaires les plus basses : $\Omega = 0.05, 0.1, 0.2, \text{ et } 0.3 \text{ tr/min}$ pour toutes les concentrations $\bar{\phi}$.

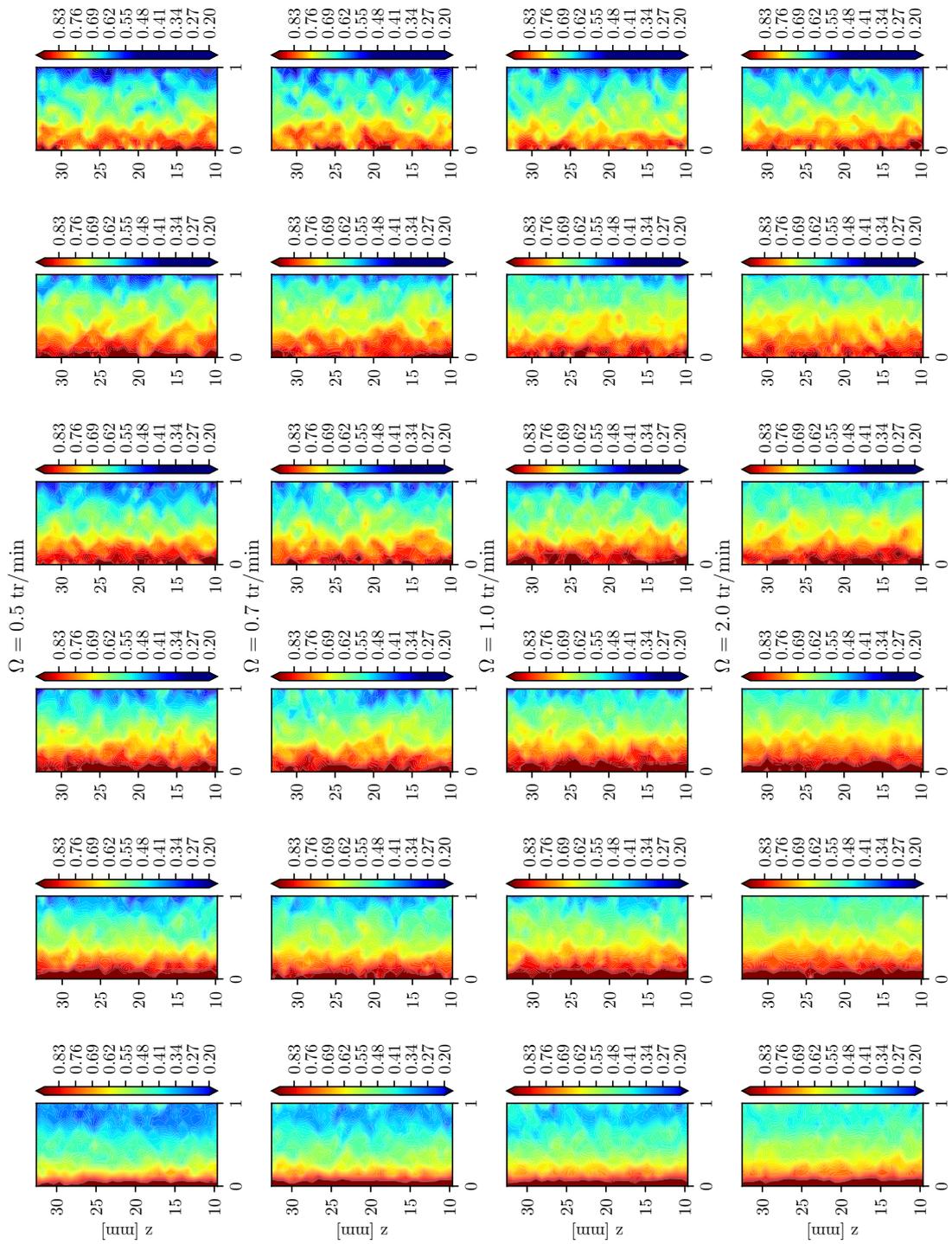


FIGURE 3.28 – Cartographie du taux de cisaillement mesuré $\dot{\gamma}(r, z)$ pour $10 \text{ mm} < z < 34 \text{ mm}$, normalisé par le taux de cisaillement $\dot{\gamma}_N(r)$ pour un fluide newtonien (équation 3.4) pour les vitesses angulaires les plus hautes : $\Omega = 0.5, 0.7, 1,$ et 2 tr/min pour toutes les concentrations $\bar{\phi}$.

Chapitre 4

Resuspension visqueuse induite par cisaillement

« *Que serait la physique sans la gravitation ?* »

Albert Einstein

Sommaire

4.1 Introduction : Une brève histoire de doctorant	106
4.2 Resuspension visqueuse de particules solides dans un écoulement de Couette cylindrique : Lien avec les contraintes normales particulières (Partie 1/2).	116
4.3 Resuspension visqueuse de particules solides dans un écoulement de Couette cylindrique : Lien avec les contraintes normales particulières (Partie 2/2).	147
4.3.1 Détermination du rapport $\Sigma_{33}^p / \Sigma_{22}^p$	149
4.3.2 Variation de Σ_{33}^p avec la contrainte de cisaillement	149
4.3.3 Réinterprétation des résultats de resuspension : variation de α_3 avec ϕ / ϕ_m	150
4.3.4 Friction macroscopique de la suspension : Rhéologie $\mu(I_v)$	150
4.4 Resuspension visqueuse de particules solides dans un écoulement de Couette cylindrique : Particules Cubiques	156
4.4.1 Introduction	156
4.4.2 Suspension de cubes	156
4.4.3 Hauteur de resuspension	158
4.4.4 Concentration au bas de la suspension	160
4.4.5 Viscosité normale de la suspension	162
4.5 Conclusion	164

4.1 Introduction : Une brève histoire de doctorant

Le principal objet de recherche de ma thèse au cours de ces trois années a été la resuspension visqueuse induite par cisaillement dans un écoulement de Couette cylindrique en régime de Stokes (faible nombre de Reynolds). Au repos, les particules solides plus lourdes que le fluide suspendant sédimentent sous l'effet de la gravité, formant ainsi un lit sur le fond de la géométrie mais, une fois l'écoulement enclenché, les particules migrent vers le haut. Ce flux induit par le cisaillement vient contrebalancer la sédimentation et, lorsque l'état stationnaire est atteint, la suspension s'est dilatée et présente un profil de concentration variable avec l'altitude. La resuspension visqueuse fut pour la première fois observée par [Gadala-Maria and Acrivos \[1980\]](#) et ensuite expliquée par [Leighton and Acrivos \[1986\]](#) et [Acrivos et al. \[1993\]](#) qui ont montré que c'est le nombre de Shields qui caractérise ce phénomène. Plus tard, [Zarraga et al. \[2000\]](#) ont utilisé les mesures d'[Acrivos et al. \[1993\]](#) sur la hauteur stationnaire de resuspension pour déduire la loi constitutive η_n . Cette loi est essentielle en rhéologie des suspensions puisqu'elle intervient au niveau des contraintes normales particulières qui, en accord avec le Suspension Balance Model de [Morris and Boulay \[1999\]](#), sont à l'origine des phénomènes de migration. La visée de mon étude est expérimentale et consiste à venir étayer le SBM qui est certes prometteur, mais souffre d'un manque cruel de mesures pour être parfaitement validé.

En réalité, d'un point de vue chronologique, au cours de ma thèse, j'ai d'abord étudié la resuspension visqueuse, avant d'étudier la rhéologie de la suspension isodense présentée au chapitre précédent. Nous verrons dans la suite que le montage expérimental de resuspension s'il permet de mesurer la contrainte normale particulière Σ_{33}^P sur une gamme très importante de fractions volumiques, ne donne pas accès à la viscosité locale de la suspension. En effet, puisque, dans l'état resuspendu, il existe un gradient vertical de concentration, la mesure du couple exercé par le rotor n'est pas suffisante pour déterminer le champ de contrainte de cisaillement dans la suspension. La première partie de ce chapitre est la reproduction d'un article que nous avons soumis à *Journal of Fluid Mechanics* (accompagné d'un *Supplementary Material*) où, essentiellement, nous relierons la contrainte normale particulière Σ_{33}^P au taux de cisaillement local. Dans une seconde partie, je montre comment la connaissance de la viscosité de cisaillement que nous avons déterminée avec la suspension isodense nous permet d'enrichir l'analyse des données de resuspension. Enfin, dans une dernière partie, je présente des résultats que j'ai obtenus sur la resuspension d'une suspension de particules cubiques, une occasion pour moi de revenir sur des suspensions de particules non sphériques (voir chapitre 2).

Avant de présenter de façon exhaustive les résultats que j'ai obtenus sur la resuspension, je fais un bref résumé des principaux résultats présentés dans l'article soumis et je donne quelques précisions qui me semblent importantes mais qui n'ont pas pu être insérées dans l'article.

Résumé des principaux résultats

Le montage expérimental décrit au chapitre 3 a d'abord été conçu pour étudier la resuspension d'une suspension composée de particules sphériques de PMMA suspendues dans du Triton-X-100. De manière analogue à la méthode employée pour le cas isodense (chapitre 3), j'ai ainsi pu déduire la concentration en particules solides au sein de la suspension resuspendue pour différents cisaillements imposés par la vitesse angulaire Ω du

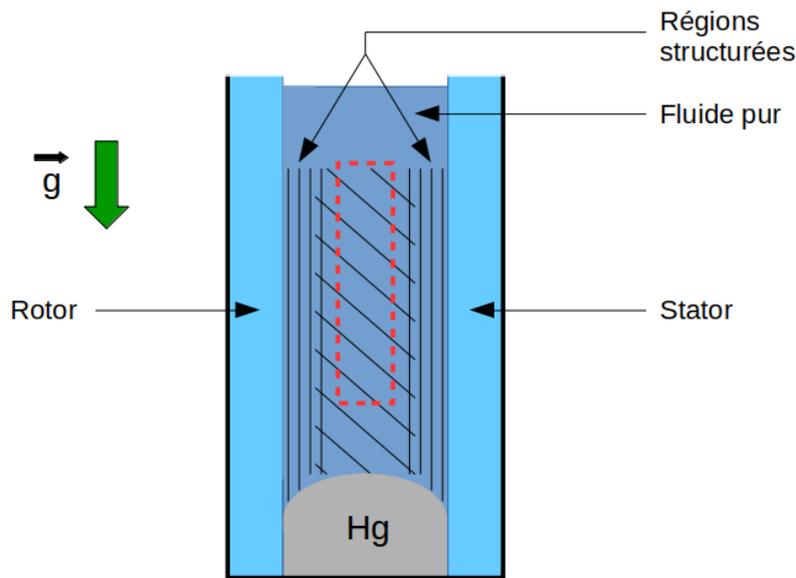


FIGURE 4.1 – Schéma de la suspension dans l'entrefer. Encadré rouge : zone où les mesures de ϕ et $\dot{\gamma}$ sont utilisées pour compiler α_3 . Cette région exclue les zones structurées près des parois et la zone à proximité de l'interface avec le mercure où les mesures du champs de concentration sont altérées par la réflexion de la nappe laser sur la surface métallique.

rotor, connaissant la quantité de particules solides à l'intérieur du sédiment. Mais ce n'est pas tout! Comme nous l'avons déjà vu dans le chapitre précédent, le montage expérimental que j'ai utilisé permet également de mesurer la vitesse d'écoulement au sein de l'entrefer en se servant des particules solides comme "traceurs", et m'a donc permis de connaître le taux de cisaillement local dans l'entrefer. Dans un premier temps et via un seul montage expérimental, j'ai ainsi pu mesurer localement la fraction volumique qui permet de déduire la troisième contrainte normale particulaire, ainsi que le taux de cisaillement à l'intérieur de l'entrefer de la cellule de Couette pour une suspension non isodense. Les particules sont les mêmes que celles que j'ai utilisées pour déterminer les lois constitutives ($\rho_p = 1.19 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$) et elles sont dispersées dans du Triton X100 moins dense qu'elles ($\rho_f = 1.06 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$). Le nombre de Shields, $A = (9\eta_0\dot{\gamma})/(2\Delta\rho gh_0)$ où h_0 est la hauteur du lit sédimenté, s'étend de 10^{-3} à 1.

L'étude du champs de concentration nous a permis d'apprécier à nouveau la structuration des particules au voisinage des parois de la géométrie. Hors de ces régions structurées (voir schéma sur la figure 4.1), nous avons caractérisé la resuspension en mesurant le profil vertical de fraction volumique pour en déduire le champs de la troisième contrainte normale particulaire Σ_{33}^p en résolvant les équations de Cauchy. D'autre part, la mesure des profils de vitesse m'a permis de mesurer le taux de cisaillement local. J'ai pu apprécier la complexité de l'écoulement et montrer qu'il était très différent de celui qui était attendu pour un fluide newtonien. Pour aller plus loin, la connaissance de ces deux champs nous a permis d'établir le lien entre Σ_{33}^p et $\dot{\gamma}$. Nous avons obtenu un résultat très surprenant mais déjà récemment observé par [Saint-Michel et al. \[2019\]](#) : la dépendance de Σ_{33}^p avec $\dot{\gamma}$ en loi de puissance avec un exposant voisin de 0.7, indépendamment de la fraction volumique. Par ailleurs, nous avons été capables de mesurer $\alpha_3 = \Sigma_{33}^p/\eta_0\dot{\gamma}$ pour une large gamme de fractions volumiques ($0.15 \lesssim \phi \lesssim 0.56$) et trouver des résultats tout à fait compatibles avec la corrélation proposée par [Zarraga et al. \[2000\]](#).

Ainsi, l'étude des profils verticaux de concentration a essentiellement confirmé des études qu'on trouve dans la littérature, en étendant simplement la gamme de concentrations accessibles et en donnant une version locale des expériences réalisées d'abord par [Acrivos et al. \[1994\]](#) et interprétées par [Zarraga et al. \[2000\]](#). En revanche, l'étude des profils radiaux de concentration et de vitesse a mis en évidence des résultats tout à fait inattendus sur lesquels j'aimerais m'arrêter quelques instants. Nous avons en effet observé que le Suspension Balance Model de [Morris and Boulay \[1999\]](#) couplé aux lois constitutives de [Zarraga et al. \[2000\]](#) échoue à décrire les profils radiaux de concentration dans le cas d'une suspension non isodense, alors que nous parvenons à décrire relativement bien les profils radiaux de vitesse de l'écoulement via ce même modèle couplé aux lois constitutives de [Zarraga et al. \[2000\]](#) et à des conditions de glissement établies par [Jana et al. \[1995\]](#)! Cette observation est illustrée par les figures 4.2, 4.3 et 4.4. Pour chaque expérience, les profils sont mesurés à trois hauteurs différentes : $z = 0.25h_s$, $0.5h_s$ et $0.75h_s$ (h_s étant la hauteur de la suspension resuspendue) et pour différentes vitesses de rotation allant de 0.3 tr/min à 60 tr/min.

Profils radiaux de concentration

Afin de comprendre les différences notables entre les profils radiaux observés et les profils prédits par le SBM et sur la suggestion d'un des referees du papier présenté dans la suite du chapitre, nous nous sommes demandé si une ségrégation par taille de particules ne pouvait pas expliquer ces différences. En effet, les particules que nous avons utilisées ne sont pas parfaitement monodisperses. Donc, a priori, rien n'interdirait qu'une ségrégation par taille ait lieu. Cette ségrégation par taille, quand elle a lieu, peut être vue comme une migration des particules dont la vitesse dépend de la taille : la vitesse de migration varie comme la taille des particules au carré. Ainsi, dans une géométrie de Couette, où, comme nous l'avons vu les particules migrent vers le cylindre externe, il est possible que les plus grosses particules occupent préférentiellement les régions voisines du cylindre externe tandis que les plus petites particules se retrouvent essentiellement près du cylindre interne. Il est également tout à fait possible que, compte tenu de la façon dont nous déterminons la fraction volumique locale, nous manquions cette ségrégation. En effet, rappelons que la fraction volumique est déduite de la mesure de la densité de centre de particules, sans que la taille des particules intervienne. Ainsi, si une ségrégation par taille a lieu dans notre écoulement, nous sous-estimerons la valeur de la fraction volumique dans les régions où se trouvent en moyenne les grosses particules et nous la sur-estimerons dans les régions occupées par les petites particules. Cette idée suggérée par le referee nous a semblé très intéressante et nous avons procédé à différents tests pour traquer cette possible ségrégation. Le premier test a consisté à mesurer la variation du rayon apparent a_{app} des particules au sein de l'entrefer, représentée sur la figure 4.5 pour quatre vitesses de rotation du rotor : $\Omega = 0.3$ (bleue), 1 (orange), 20 (vert) et 60 (rouge) tr/min, et où le rayon apparent est moyenné à la même altitude¹ pour les quatre vitesses angulaires : $z = \left(\frac{1}{2}h_s \pm \frac{1}{4}h_s\right) \Big|_{\Omega=0.3\text{tr/min}}$. Nous avons ainsi pu observer que le rayon apparent mesuré est constant à travers l'entrefer pour chaque expérience de resuspension. Cependant, nous avons été intrigué par le fait qu'il varie en fonction de la vitesse angulaire du rotor et donc de la densité n . Nous avons donc tracé a_{app} en fonction de n et nous avons pu observer une corrélation entre les deux quantités (voir la figure 4.6) rendant caduque

1. dans le but d'être certain d'avoir la même épaisseur de nappe laser traversant les particules solides et les mêmes conditions optiques - *sans aberrations* - pour la caméra et ainsi pouvoir comparer a_{app} entre les différentes expériences de resuspension

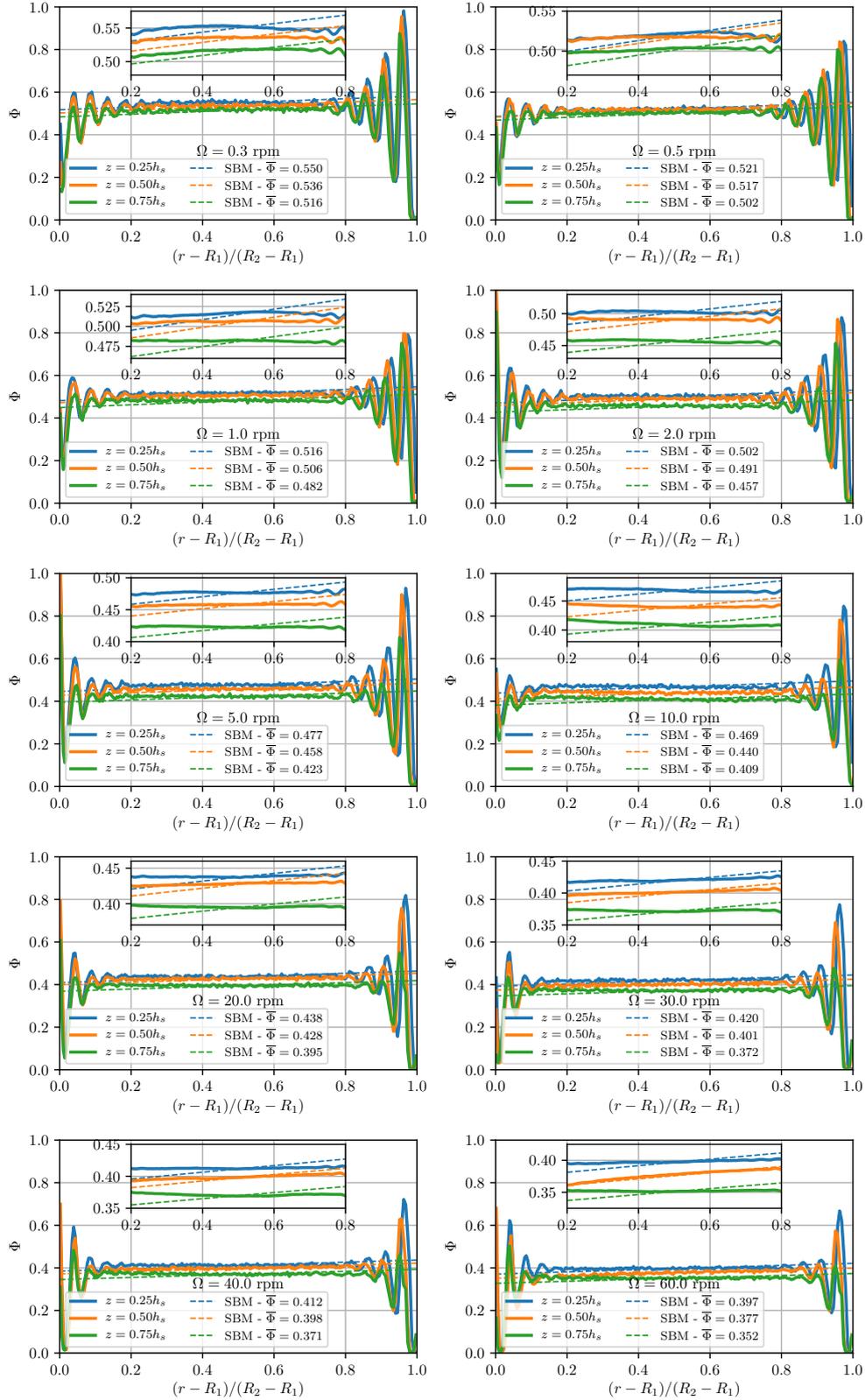


FIGURE 4.2 – Profils radiaux de concentration de toutes les expériences de resuspension. Pour chaque état, les profils radiaux sont tracés pour 3 hauteurs différentes. Les profils radiaux sont calculés à partir de 10000 images, avec un échantillonnage $\delta x = (R_2 - R_1)/200$ et moyennés suivant z sur $\pm 0.05h_s$. La structuration aux parois est observée pour chaque état. En dehors de ces régions structurées, les profils sont plats (ligne de couleur), en contradiction avec les prédictions du Suspension Balance Model [Morris and Boulay, 1999] (lignes en tirets).

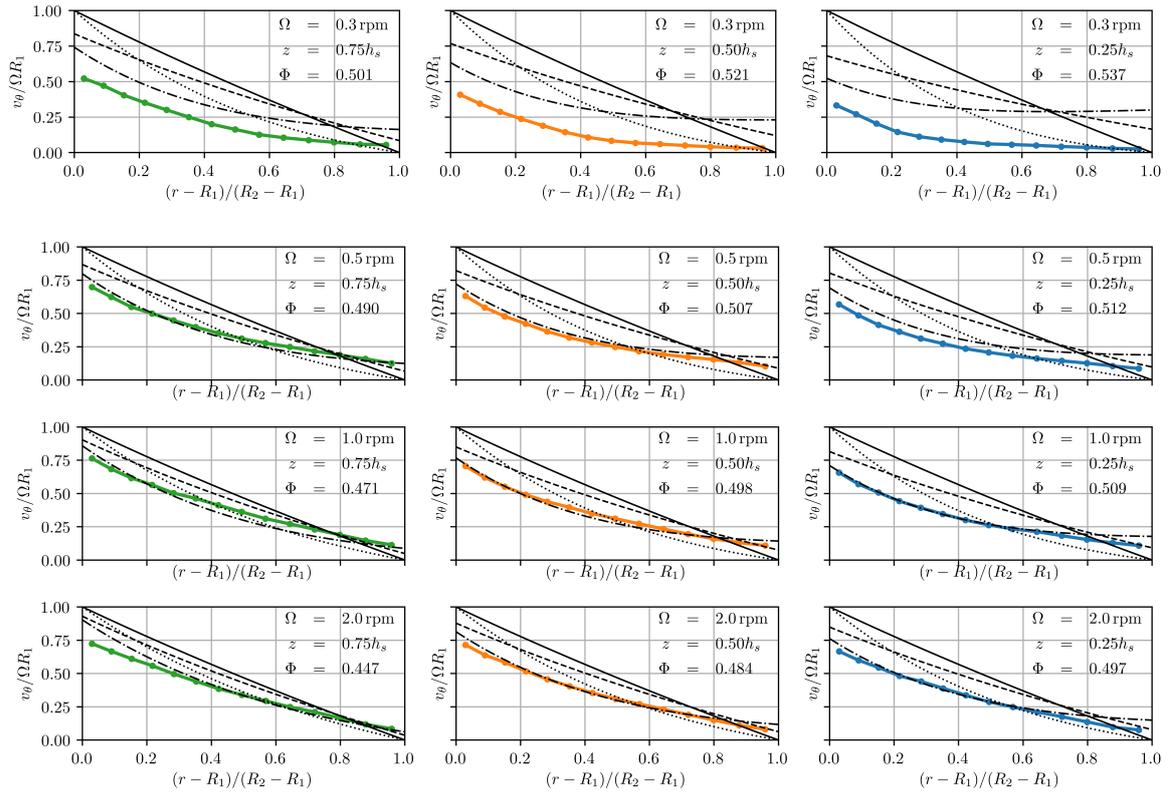


FIGURE 4.3 – Profils de vitesse azimutale mesurés pour les expériences de resuspension : $\Omega = 0.3, 0.5, 1, 2$ tr/min. Pour chaque expérience : trois hauteurs différentes z de la suspension (soient trois concentrations différentes ϕ) sont étudiées. Les profils théoriques déduits de la fraction volumique moyenne mesurée $\bar{\phi}_{bulk}$. Lignes pleines : profils newtoniens sans glissement aux parois. Ligne en tirets : profils newtoniens avec du glissement estimé par [Jana et al. \[1995\]](#). Ligne en pointillés : profils prédit par le SBM sans glissement, et avec glissement pour les lignes discontinues avec pointillés.

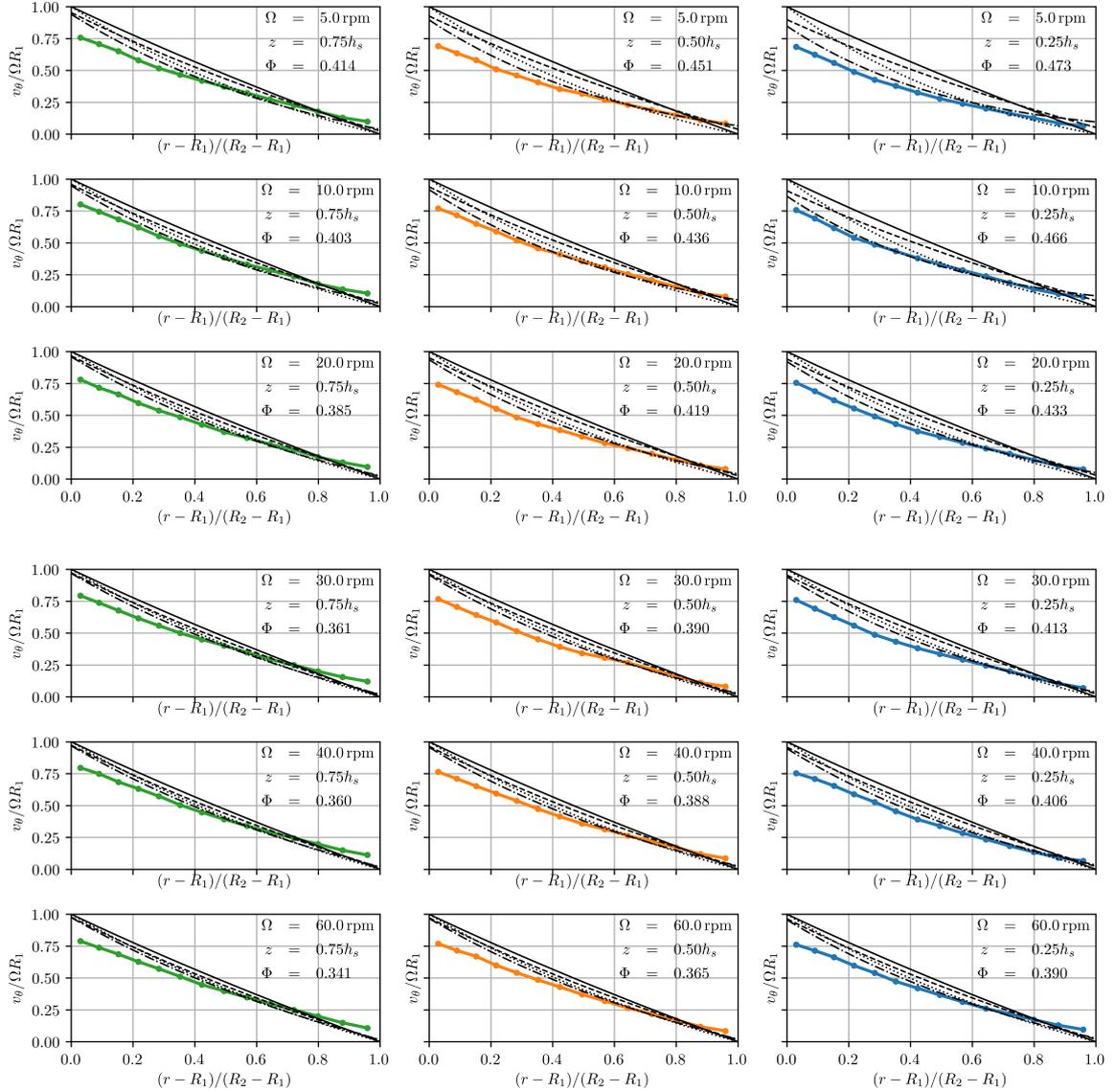


FIGURE 4.4 – Profils de vitesse azimutale mesurés pour les expériences de resuspension : $\Omega = 5, 10, 20, 30, 40$ et 60 tr/min. Pour chaque expérience : trois hauteurs différentes z de la suspension (soient trois concentrations différentes ϕ) sont étudiées. Les profils théoriques déduits de la fraction volumique moyenne mesurée $\bar{\phi}_{bulk}$. Lignes pleines : profils newtoniens sans glissement aux parois. Ligne en tirets : profils newtoniens avec du glissement estimé par [Jana et al. \[1995\]](#). Ligne en pointillés : profils par le SBM sans glissement, et avec glissement pour les lignes discontinues avec pointillés.

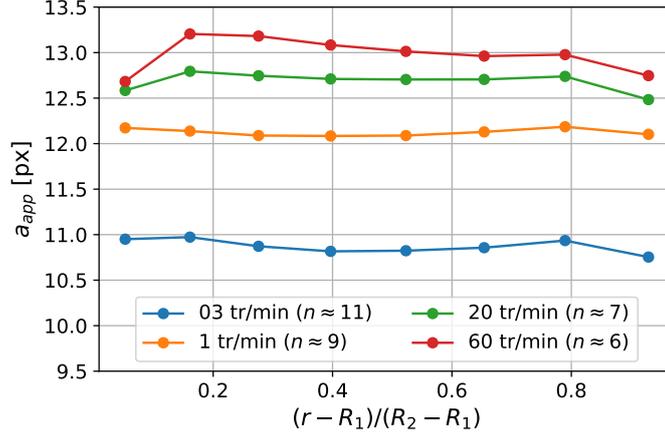


FIGURE 4.5 – Rayon apparent a_{app} des particules en fonction de leur position au travers du gap pour $\Omega = 0.3$ (bleu), 1 (orange), 20 (vert) et 60 (rouge) tr/min.

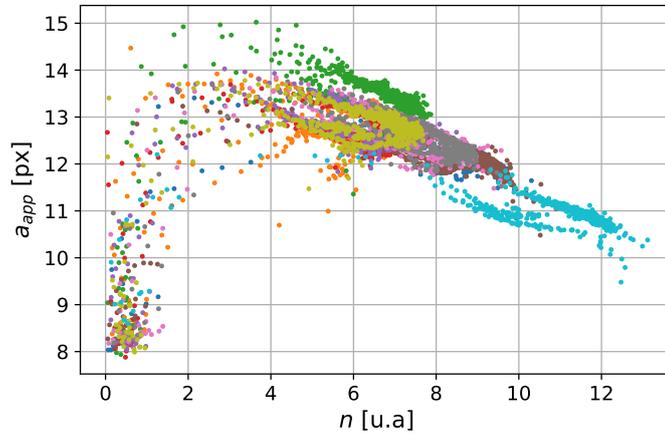


FIGURE 4.6 – Rayon apparent des particules en fonction de la densité de particules. Chaque couleur renvoie à une vitesse de rotation du rotor.

le fait de déduire la présence ou non de ségrégation via la mesure de a_{app} . En effet, il est possible que a_{app} ne dépende pas en réalité de n mais plutôt de ϕ_s (la fraction surfacique occupée par les particules) puisque le seuil local calculé dans le traitement numérique dépend lui-même du rapport pixels blancs sur pixels noirs. Il serait alors possible dans le cas où la ségrégation jouerait un rôle que ϕ_s soit plus grand au voisinage du stator. On sous-estimerait alors le rayon des particules ce qui expliquerait pourquoi on ne mesure pas de variation de a_{app} à travers le gap.

Pensant que ce test ne permettait pas de trancher sur la présence ou non de ségrégation, nous en avons tenté un autre. Nous pouvons en effet observer sur la figure 4.2 que les bandes sont légèrement plus larges au stator qu'au rotor, ce qui peut apparaître comme un nouvel argument en faveur d'une ségrégation qui veut que les grosses particules soient au voisinage du stator. Pour quantifier cette observation, nous avons mesuré la distance inter-bande au voisinage du rotor pour toutes les altitudes et pour toutes les vitesses angulaires du rotor. Pour cela, le profil radial au voisinage du rotor est ajusté par une fonction quasi-périodique du type :

$$\phi(r) = Ae^{r/L} \cos\left(\frac{2\pi}{l} r + \varphi\right) + B \quad (4.1)$$

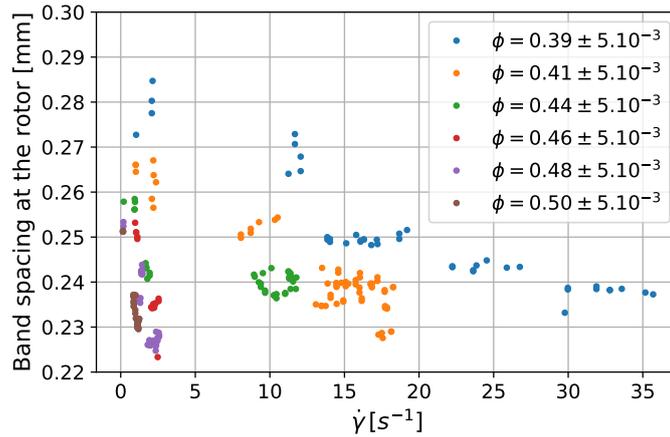


FIGURE 4.7 – Espacement des bandes structurées au rotor en fonction du taux de cisaillement pour différentes concentrations.

Le paramètre d'ajustement l indique la périodicité de la fonction *cosinus* et permet donc d'estimer la largeur des bandes de structuration pour chaque altitude et chaque vitesse angulaire. En traçant l en fonction du taux de cisaillement local (figure 4.7), nous observons alors que la distance inter-bande est reliée au taux de cisaillement (l décroît avec $\dot{\gamma}$) et à la fraction volumique (l décroît avec ϕ). Donc la distance inter-bande, si elle dépend de la taille des particules, dépend également de la fraction volumique et du taux de cisaillement. Le taux de cisaillement étant plus petit au stator qu'au rotor, il est par conséquent parfaitement normal que la distance inter-bande soit plus grande au stator qu'au rotor! A nouveau, il nous a fallu constater que ce test ne permettait pas de vérifier s'il y avait ou non de la ségrégation par taille à l'intérieur de mon entrefer.

Cette recherche sur la présence éventuelle de ségrégation a constitué la première motivation pour mener l'étude sur la suspension isodense présentée au chapitre précédent. Nous avons en effet décidé de mettre à l'épreuve le montage expérimental ainsi que l'ensemble du protocole expérimental (expériences et traitement d'image) en étudiant la même suspension dans le cas isodense, dont la migration radiale est avérée, mieux reconnue et mieux établie que le cas non isodense. Autrement dit, nous avons décidé d'éprouver ma mesure expérimentale de la concentration dans le cas isodense où nous savons que le SBM prédit correctement la migration [Sarabian et al., 2019]. Dans ce cas, nous avons montré que ma mesure expérimentale de la concentration était correctement prédite par le Suspension Balance Model. Ainsi, comme il n'y a aucun argument pour penser que la ségrégation puisse avoir lieu lorsque les particules n'ont pas la même densité que le fluide et qu'elle n'existe pas quand le liquide et les particules ont la même densité, nous en avons conclu que la ségrégation n'avait pas non plus lieu dans le cas non isodense. Les raisons pour lesquelles le SBM ne prédit pas correctement les profils radiaux de concentration dans des expériences de resuspension ne sont pas très claires mais il s'agit sans doute alors d'un couplage entre les flux de particules dans les directions radiale et verticale. Des simulations numériques sont en cours de développement dans l'équipe pour tenter de donner une interprétation correcte de cette observation.

Quelques précisions sur la mesure des profils de vitesse

La première concerne la mesure locale de la vitesse d'écoulement lorsque la vitesse angulaire du rotor est supérieure à 2 tr/min. Il faut savoir que la caméra IDS que j'utilise est limitée par une fréquence maximale de 33 Hz. En raison de cette caractéristique ainsi que des paramètres géométriques de mon montage expérimental, la vitesse limite du rotor pour être capable d'observer une même particule sur deux images successives dans le plan laser (et ainsi de pouvoir en déduire sa vitesse azimutale) est d'environ 2 tr/min. C'est notamment pour cette raison que, au cours de l'étude sur le cas isodense, le plus fort cisaillement est effectué pour $\Omega = 2$ tr/min. Or, comme nous allons le voir au cours de ce chapitre, mes expériences de resuspension comprennent également des vitesses angulaires du rotor plus grandes, comprises entre 5 et 60 tr/min, ce qui rend impossible la mesure du champ de vitesse avec la caméra dont je disposais. Afin de mesurer la vitesse d'écoulement dans de pareils cas, mon astuce a consisté à cisailier la suspension avec la vitesse angulaire souhaitée ($\Omega > 2$ tr/min) pour atteindre l'état stationnaire souhaité de resuspension caractérisé par un certain profil de concentration donnée, puis d'abaisser Ω à 2 tr/min pendant un temps suffisamment bref ($T = 5s$) pour être capable de capturer une série d'images rendant possible les mesures de PIV dans le même état de resuspension. Pour que cela fonctionne, cette astuce doit respecter deux points essentiels. Le premier point est que la suspension ne doit pas avoir sédimenté de manière significative pendant toute la durée de prise d'images servant à la PIV, pour que le champ de vitesse correspondent bien au champ de concentration souhaité (celui où $\Omega > 2$ tr/min). C'est pourquoi, $T = 5s$. En effet, on peut estimer un ordre de grandeur de la vitesse de sédimentation pour une particule de la suspension par :

$$v_{fall} = V \times f(\phi) \quad \text{avec} \quad V = \frac{2a^2 g \Delta\rho}{9\eta_0} \quad (4.2)$$

V est la vitesse de Stokes et $f(\phi)$ est une fonction "de freinage" qui tient compte de la présence des autres particules qui font obstacles au déplacement de la particule considérée. Je rappelle qu'elle est généralement prise de la forme [Richardson and Zaki, 1954] :

$$f(\phi) = (1 - \phi)^\alpha \quad \text{avec} \quad \alpha = 4 \quad \text{ou} \quad 5 \quad (4.3)$$

Ainsi, la vitesse de Stokes est égale à $30 \mu m/s$ et pour une suspension concentrée à hauteur de 40%, cela renvoie à une vitesse de sédimentation de l'ordre de quelques microns par seconde. En réduisant la vitesse angulaire du rotor pendant 5 secondes, je suis donc capable de capturer des images successives de PIV dans un "état de resuspension" qui correspond à une vitesse angulaire supérieure à 2 tr/min. En supposant que la suspension est caractérisée par un comportement quasi-newtonien (second point essentiel), je peux ainsi déduire la vitesse d'écoulement pour $\Omega = J$ tr/min (où $J > 2$) tel que :

$$v_\theta(r, z)|_{\Omega=J} = v_\theta(r, z)|_{\Omega=2} \times \frac{J}{2} \quad (4.4)$$

Notons que cette hypothèse est d'autant plus justifiée lorsque la fraction volumique est faible, ce qui est bien le cas lorsque le lit de particules a été très étendu sous l'effet d'un cisaillement à grande vitesse de rotation ($\Omega \geq 5$ tr/min). En effet, en accord avec la littérature [Vázquez-Quesada et al., 2016; Zarraga et al., 2000] et mes propres travaux présentés au chapitre 2 et au chapitre 3, une suspension concentrée de sphères a un comportement peu rhéofluidifiant lorsque $\phi \lesssim 47\%$, voire très faiblement rhéofluidifiant si $\phi \lesssim 40\%$. Par ailleurs, nous avons vu au chapitre précédent que la viscosité variait beaucoup avec la

contrainte essentiellement pour les petites vitesses de rotation ($\Omega \lesssim 1$ tr/min, voir par exemple la figure 3.11 du chapitre précédent). Ainsi, comme nous le verrons aussi dans la suite de ce manuscrit, mesurer les profils de vitesse à $\Omega = 2$ tr/min dans une suspension où le profil de concentration vertical a été fixé par l'application d'une vitesse angulaire plus grande est une très bonne approximation.

4.2 Resuspension visqueuse de particules solides dans un écoulement de Couette cylindrique : Lien avec les contraintes normales particulières (Partie 1/2).

Viscous resuspension of non-Brownian particles: determination of the concentration profiles and particle normal stresses.

Enzo d'Ambrosio¹, Frédéric Blanc¹ and Elisabeth Lemaire^{1†}

¹Université Côte d'Azur, CNRS, InPhyNi-UMR 7010, 06108 Nice Cedex 2, France

(Received xx; revised xx; accepted xx)

We perform local measurements of both the velocity and the particle volume fraction to study viscous resuspension in non-Brownian suspensions for Shields numbers ranging from 10^{-3} to 1. To this aim, a suspension of PMMA spherical particles dispersed in a lighter Newtonian fluid (*Triton X100*) is sheared in a vertical Couette cell where both velocity and particle density mappings are performed. We show that the radial profiles of the velocity and of the particle volume fraction are inconsistent in the framework of local rheology of a Newtonian material and that these discrepancies disappear for a neutrally-buoyant suspension. The vertical concentration profiles are used to deduce the third particle normal stress, Σ_{33}^p , by solving the Cauchy equation. Σ_{33}^p is shown not to vary linearly with shear rate but rather through a power-law with an exponent close to 0.7, irrespective of the value of the particle volume fraction, in accordance with the recent results of Saint-Michel *et al.* (2019). At last, we compare our results with the results of previous studies where $\alpha_3 = \Sigma_{33}^p/\eta_0\dot{\gamma}$ was deduced from the macroscopic measurement of the height of the resuspended layer. The agreement is satisfactory.

Key words: non-Brownian suspensions, viscous resuspension, particle normal stresses

1. Introduction

Understanding the flow properties of concentrated suspensions is a real challenge in the development of many industrial products (e.g., solid propellant rocket motors and fresh concrete) and in the description of various environmental flows (e.g., torrential lava, mud flows, and submarine slides). Among other transport properties, shear-induced particle migration has received increasing attention in recent decades. Particle migration can be due to inertial effects (Segre & Silberberg 1962) but also occurs at low Reynolds numbers, for instance, in a Poiseuille flow in which the particles tend to migrate towards the centre of the channel (Koh *et al.* 1994; Hampton *et al.* 1997; Butler & Bonnecaze 1999; Snook *et al.* 2016), in wide-gap Couette flow towards the outer cylinder (Graham *et al.* 1991; Abbott *et al.* 1991; Chow *et al.* 1994; Sarabian *et al.* 2019) and outward in cone-and-plate geometry (Chow *et al.* 1995).

Another typical example of shear-induced migration is viscous resuspension whereby an initially settled layer of negatively buoyant particles expands vertically when a shear flow is applied. Viscous resuspension has been observed for the first time by Gadala-Maria (1980) and later explained by Leighton & Acrivos (1986) and Acrivos *et al.* (1993), who

† Email address for correspondence: elisabeth.lemaire@unice.fr

demonstrated that the height of the resuspended particle layer results from the balance between a downward gravitational flux and an upward shear-induced diffusion flux. The authors studied the resuspension of various particles (different sizes and densities) in two different liquids (different viscosities and densities) sheared in a cylindrical Couette device. They measured the height of the resuspended layer of particles, h_s , as a function of the shear rate and showed that the difference between h_s and h_0 (i.e., the initial sediment height) normalized by h_0 was a function of only the Shields number defined as the ratio between viscous and buoyancy forces:

$$\frac{h_s - h_0}{h_0} = f(A) \text{ with } A = \frac{9}{2} \frac{\eta_0 \dot{\gamma}}{\Delta \rho g h_0} \quad (1.1)$$

where $\dot{\gamma}$ is the shear rate, $\Delta \rho$, the density mismatch and η_0 , the viscosity of the suspending fluid. Their experimental results were found to be in very good agreement with the diffusive flux model developed by Leighton & Acrivos (1986). Later, Zarraga *et al.* (2000) revisited the results of Acrivos *et al.* (1993) to determine the particle normal stress in the vorticity direction, Σ_{33}^p , from the height of the resuspended layer of particles by writing the Cauchy momentum balance in the vertical direction:

$$\frac{\partial \Sigma_{33}^p}{\partial z} = \Delta \rho g \phi \quad (1.2)$$

Then, a relation between Σ_{33}^p and the particle volume fraction at the bottom, ϕ_0 , is obtained by the integration of (1.2) from the interface between the suspended layer and the clear liquid at the bottom together with the equation of particle number conservation. The relationship between particle normal stress and shear-induced migration (or resuspension) has been the subject of several studies and is still an active area of investigation (Nott & Brady 1994; Mills & Snabre 1995; Morris & Brady 1998; Morris & Boulay 1999; Deboeuf *et al.* 2009; Lhuillier 2009; Nott *et al.* 2011; Ovarlez & Guazzelli 2013). The suspension balance model proposed by Morris & Boulay (1999) and refined by Lhuillier (2009) and Nott *et al.* (2011) offers a promising framework for modelling shear-induced particle migration, but it suffers from a relative lack of experimental data on particle normal stresses.

In addition to the above-cited work of Zarraga *et al.* (2000), who used the viscous resuspension experiment of Acrivos *et al.* (1993) to deduce Σ_{33}^p for particle volume fractions ranging from 0.3 to 0.5, Deboeuf *et al.* (2009) determined Σ_{33}^p for particle volume fractions ranging from 0.3 to 0.5 through the measurement of the pore pressure in a cylindrical Couette flow. Boyer *et al.* (2011) used a pressure-imposed shear cell to measure Σ_{22}^p in the range $\phi \in [0.4, 0.585]$, and Dbouk *et al.* (2013) determined Σ_{22}^p in the range $\phi \in [0.3, 0.47]$ through the measurement of both the total stress Σ_{22} and the pore pressure. See (Guazzelli & Pouliquen 2018) for a review. All of these studies show a quasi-linear relationship between the particle normal stress components and the shear rate, but recently, Saint-Michel *et al.* (2019) performed X-ray radiography experiments on viscous resuspension that revealed a non-linear relationship with the shear rate.

In this paper, we present the experimental results of viscous resuspension in a Couette device in which the local particle volume fraction and the local shear rate are measured by optical imaging. Σ_{33}^p is obtained by integrating (1.2) from the interface between the clear fluid and the resuspended layer to any height z below the interface. These experiments present the dual advantage that Σ_{33}^p can be determined for a wide range of particle fractions and that the local shear rate can be measured to accurately test the scaling of particle normal stresses with shear rate. In section 2, we present the experimental device and the methods used to compute both the velocity field and the particle concentration

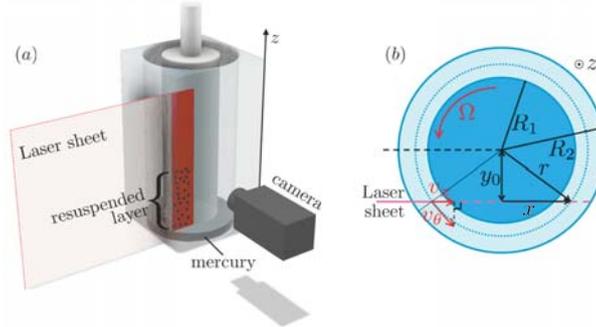


FIGURE 1. a) Sketch of the experimental device. b) View from above. The vertical laser sheet is shifted by an offset of length $y_0 < R_1$ from the radial position (dashed line). x is the horizontal position in the laser sheet, and z is the vertical position. $z = 0$ is set by the mercury/suspension interface.

field, for Shields number ranging from 10^{-3} to 1. Section 3 is devoted to the results. We first discuss the radial profiles of velocity and of particle concentration. Then we present the vertical concentration profiles from which Σ_{33}^p is deduced. We finish with some concluding remarks (section 4).

2. Materials and Methods

2.1. Suspension and device

PMMA spheres (Arkema BS572), $2a = 268 \pm 25 \mu\text{m}$ in diameter and $1.19 \cdot 10^3 \pm 10 \text{ kg/m}^3$ in density, are used. The particles are dispersed in *Triton X 100* to which a small amount of a fluorescent dye (*Nile Blue A*, *Sigma-Aldrich*) is added. This mixture is Newtonian with a viscosity of $\eta_0 = 0.34 \pm 0.02 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ and a density $1.06 \cdot 10^3 \pm 10 \text{ kg/m}^3$ at $T = 23^\circ\text{C}$. The characteristic settling velocity of the particles is then $V_S = 2/9 \Delta\rho g/a^2 \eta \approx 20 \mu\text{m/s}$. The liquid and the particles are chosen to have roughly the same refractive index, 1.49, and accurate index matching is achieved by tuning the temperature of the chamber that contains the rheometer.

The resuspension experiments are conducted in a Couette cell made of PMMA mounted on a controlled-stress rheometer (Mars II, Thermofisher) (see figure 1(a)). The rotor has a radius $R_1 = 19 \text{ mm}$, and the stator has a radius $R_2 = 24 \text{ mm}$. Thus, the gap is much larger than the particle diameter ($(R_2 - R_1)/a \approx 37$) and the variation of the shear stress over the gap is expected to be of the order of 1.6 ($\Sigma_{12}(R_1)/\Sigma_{12}(R_2) = R_2^2/R_1^2 \approx 1.6$). The impact of the stress variation on particle migration will be discussed in section 3.1.

The bottom of the Couette cell is filled with mercury to prevent the particles from migrating out of the gap (under the cup) and to maximize slip at the suspension/bottom interface in order to have a shear rate as homogeneous as possible inside the gap. The suspension is poured into the rheometer cell and illuminated by a thin vertical laser sheet (thickness $\approx 50 \mu\text{m}$) offset by $y_0 = 16.2 \text{ mm}$ from the radial plane (see figure 1(b)). A camera (IDS, nominal frequency 33 Hz, full resolution $4104 \times 2174 \text{ px}^2$) is placed at 90° to the enlightened plane. The accurate matching of the refractive index, the thinness of the laser sheet and the resolution of the camera allow the recording of high-quality images with a resolution of 30 px per particle.

2.2. Experimental procedure and measurement method

2.2.1. Experimental procedure

In this paper, we will focus on the steady state of resuspension obtained for various angular velocities of the rotor, Ω : 0.3, 0.5, 1, 2, 5, 10, 20, 30, 40 and 60 rotations per minute (*rpm*). For all these angular velocity values, the Reynolds number and the Taylor number are less than 1 (for the highest angular velocity, $\mathcal{R}e = \rho\Omega R_1(R_2 - R_1)/\eta \approx 1$ and $Ta = 4\rho^2\Omega^2(R_2 - R_1)^4/\eta^2 \approx 1$) and the Péclet number is very large ($\mathcal{P}e = 6\pi\eta a^3\dot{\gamma}/k_B T > 10^8$). Note that the inertial effects have also to be compared to the gravity forces. The ratio of inertial to gravitational forces can be written as $R_i\Omega^2/g$. In our experiment this number is comprised between 10^{-6} and 10^{-1} , meaning that inertial effects can indeed be neglected. Furthermore, beyond this simple evaluation, Saint-Michel *et al.* (2019) performed 2D calculations to evaluate the role of the centrifugal forces that arise due to geometry curvature and showed that inertia effects do not alter the concentration profiles for $R_i\Omega^2/g < 1$.

To reach the steady state, the suspension is first sheared with an angular velocity of the rotor equal to 5 *rpm* for one hour. Then, the speed is set to the desired value for a period until the steady state is reached; the steady state is considered attained when the torque applied by the rheometer becomes constant. The time duration necessary to achieve the steady state is approximately a few hours. Figure 2 shows the viscous resuspension observed for a few rotor angular velocity values. As Ω increases, the resuspended height increases and the bulk particle concentration decreases.

2.2.2. Settled layer

The first (left upper) picture of the figure 2 shows an image of the suspension in the settled state. The sediment height is $h_0 = 21.3 \text{ mm} \approx 4(R_2 - R_1)$. It is really important to determine as precisely as possible the value of the packing fraction in the sediment, ϕ_0 , since it will subsequently be used to deduce the particle volume fraction during the resuspension experiments (see 2.2.3). ϕ_0 is the ratio of volume of the particles that belong to the sediment to the total volume of the sediment. Thus, to evaluate ϕ_0 , it is necessary to know the exact quantity of particles in the sediment and to measure the total volume of the sediment. Unfortunately, it is difficult to accurately control the mass of particles that are poured in the Couette cell. Thus, we decided to measure ϕ_0 in a separate vessel. To this aim, a known mass of particles, m_p , is introduced in a graduated cylinder of known cross section (approximately 1 cm^2), S , that contains the suspending liquid (Triton X100). After the particles have settled (approximately after 24 hrs), the sediment height, h_{sed} is carefully measured and ϕ_0 is deduced ($\phi_0 = m_p/(\rho_p h_{sed} S)$). We took three measurements and obtained $\phi_0 = 0.574 \pm 0.003$.

2.2.3. Concentration field determination

The concentration field is determined through the measurement of the particle number density, n_{ij} in the (x, z) vertical laser plane. To this aim, each image is binarized with a local threshold whose value $T(x, z)$ is calculated individually for each pixel (x, z) of the image $I(x, z)$ where $T(x, z)$ is a weighted sum (cross-correlation with a gaussian window) of $171 \times 171 \text{ px}^2$ neighborhood of the pixel (x, z) †. The particles are detected through a watershed segmentation process (Vincent & Soille 1991). The position of the barycentre of each segmented zone gives the position of each particle centre in the (x, z) plane sampled with rectangular cells (i, j) of size $\delta x = (R_2 - R_1)/8$ and $\delta z = 2a$. In each cell, the number of particle centres, N_{ij} , is measured. The particle density $n_{ij} = N_{ij}/(\delta x \delta z)$

† See OpenCV adaptiveThreshold <https://docs.opencv.org/2.4/index.html>

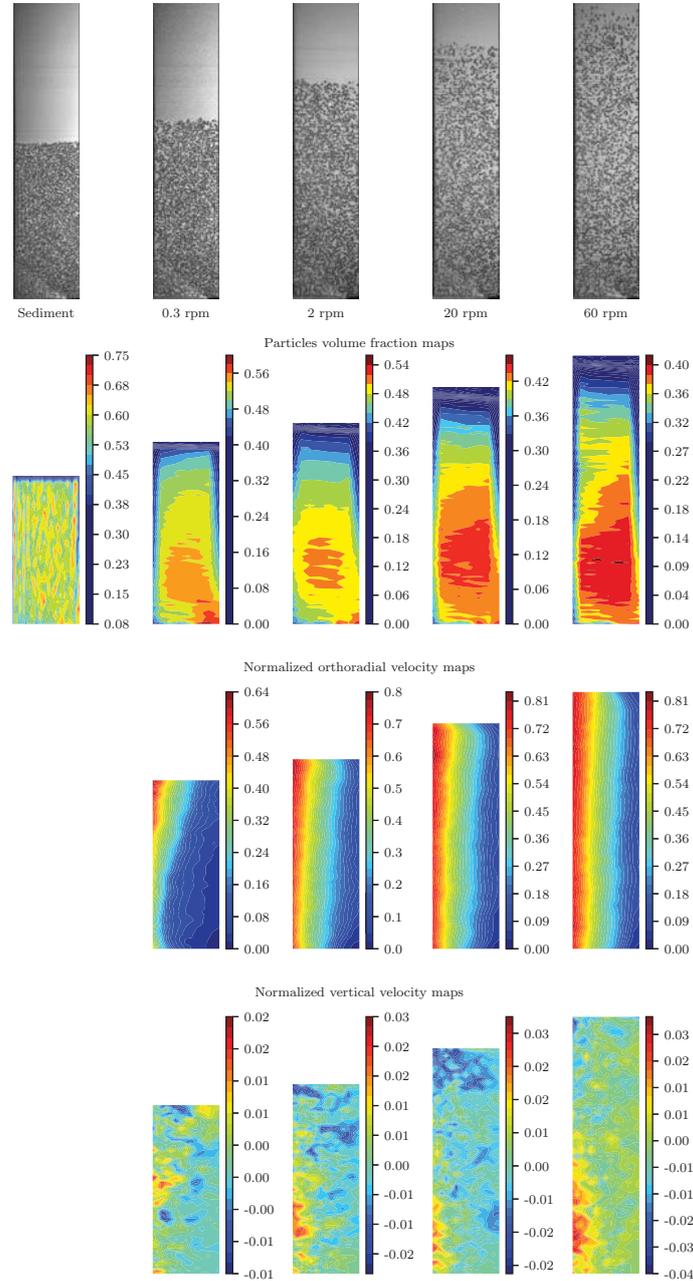


FIGURE 2. First line: typical images recorded for different rotor rotation speeds. A photo of the settled layer ($\Omega = 0$) is also presented (height 21.3 mm). Second line: mapping of the particle volume fraction averaged over 10000 images (with the exception of the sediment for which only 20 images have been used). Third line: azimuthal velocity normalized by the rotor velocity ΩR_1 and averaged over 100 velocity fields. Fourth line: vertical velocity normalized by ΩR_1 and averaged over 100 velocity fields. The rotor is on the left of each frame, the stator is on the right, and the mercury/suspension interface corresponds to the bottom of each frame.

is reconstructed in the (r, z) plane, making the change of variable $r = \sqrt{y_0^2 + x^2}$. Due to the non-zero thickness of the laser sheet and of the slight polydispersity of the particles, n_{ij} is not the absolute particle density, and to compute the true particle volume fraction, we use the particle volume conservation from the sediment to the resuspended state:

$$\phi(r, z) = \chi n(r, z) \text{ with } \chi = \frac{\phi_0 \pi (R_2^2 - R_1^2) h_0}{\int_0^{h_s} \int_{R_1}^{R_2} n_{ij} 2\pi r \, dr \, dz} \quad (2.1)$$

Note that the determination of $\phi(r, z)$ from the measurement of $n(r, z)$ is not the method that is most widely used. The more standard approach consists in measuring the area of particles intersected by the laser sheet (see for instance (Sarabian *et al.* 2019) or (Snook *et al.* 2016)). In Appendix A, we justify the choice of the method that has been used. To this aim, the vertical concentration profile in a neutrally-buoyant suspension is determined from the two methods. We show that considering the particle area crossed by the laser sheet introduces a bias that is less pronounced when particle concentration is determined from the particle number density.

The mean particle volume fraction is computed by repeating the image analysis over 10000 decorrelated images (with the exception of the sediment for which only 20 images were used). The acquisition time can be as long as 100 *hrs* for the lowest rotation speed of the rotor. Examples of the concentration field are given in figure 2, which calls some comments that will be discussed in more detail in section 3:

(i) Near the walls, the particle fraction is lower than in the bulk of the suspension, which should stem from the layering of the particles near the walls (Suzuki *et al.* 2008; Yeo & Maxey 2010; Blanc *et al.* 2013; Gallier *et al.* 2016; Deboeuf *et al.* 2018).

(ii) Outside of the structured zones, no or very weak radial particle migration is observed: the maximum difference in the particle volume fraction is evaluated to be less than 2%.

(iii) Along the vertical direction, a negative concentration gradient is observed as expected in the case of resuspension flows with a sharp interface separating the suspension and the pure fluid (Acrivos *et al.* 1994).

(iv) Near the bottom on the rotor side, particle volume fraction decreases by approximately 2%. This will be discussed in more detail in section 3.2 and in Appendix A but from this observation we can evaluate the resulting uncertainty on χ and thus on the absolute value of $\phi(r, z)$. The area affected by the concentration change is roughly one tenth of the sediment leading an uncertainty of 0.3% on the particle volume fraction.

2.2.4. Velocity fields

The aim of the present study is to investigate resuspension and to link it to particle normal stresses. Because Σ_{33}^p is a function of the shear rate, it is essential that the shear rate is known as precisely as possible. For this purpose, we measured the velocity field in the gap. The shift in the laser sheet out of the radial plane allows particle image velocimetry (PIV) measurements (Manneville *et al.* 2004) in the (x, z) plane. Under the assumption that the radial component of the velocity is zero or much smaller than the azimuthal component, v_θ can be deduced from a simple projection of v_x along the orthoradial direction (see figure 1(b)):

$$v_\theta(x, z) = v_x(x, z) \frac{\sqrt{x^2 + y_0^2}}{y_0} \quad (2.2)$$

The velocity field $\mathbf{v}(v_x(x, z), v_z(x, z))$ is computed using the open source software

DPIVSOF[†] (Meunier & Leweke 2003). Each image is divided into correlation windows of size $128 \times 128 px^2$. Each correlation window contains approximately 10 particles that are the PIV tracers. The cross correlation of the corresponding windows from two successive images yields the mean velocity of the particles in the window. The in-plane loss of pairs error is decreased by translating the correlation windows in a second run (Westerweel 1997), thus reducing the correlation windows size to $64 \times 64 px^2$. The same procedure performed on all the windows gives the velocity field, which is averaged over 100 images.

The mapping of the θ -component of the velocity field in the plane (x, z) is then obtained and used to reconstruct the velocity field in the (r, z) plane. Velocity maps are shown in figure 2, in which the velocity normalized by the velocity of the rotor is represented for several values of Ω .

Note that the PIV measurements also enable estimation of the z-component of the velocity, particularly to check that there is no significant secondary flow. Second normal stress difference is known to be responsible for secondary flows arising in non-axisymmetric conduits resulting in non-trivial concentration distributions (Ramachandran & Leighton 2008). Some evidence of secondary flows in cylindrical Couette flow has been given by Blaj *et al.* (2011) who show examples of 3D trajectories of a tracer introduced in a concentrated non-Brownian suspension. It is difficult to deduce some general features of any secondary flow from these trajectories which furthermore are likely to depend on the disturbances created at the bottom. Then, in order to attempt to characterize any potential secondary flow, the axial velocity, v_z is registered and mapped, as showed in figure 2 (fourth line). As expected, the axial component of velocity is very small compared to the azimuthal component and, more interestingly, no peculiar spatial correlation is detected, perhaps with the exception of a slight tendency of an upward motion of the particles near the rotor and a downward motion near the stator.

3. Results

3.1. Radial profiles

3.1.1. Concentration profiles

First, we estimate the radial distribution of particles inside the sediment. The concentration measurement is based on only 20 images. We have not been able to take more images since it takes around one day for the concentration to become steady in the sediment. Thus the statistical error is expected to be as large as 5% and only an estimate of $\phi(r)$ can be obtained in the sediment. Figure 3(a) shows this estimation for three heights: $z = h_0/4, h_0/2, 3h_0/4$ where ϕ has been averaged over a height of $\pm 0.15h_0$. Apart from near the rotor and stator where somehow indistinct particle layering is observed, particle volume fraction is constant along the gap. This expected result indicates in particular that the image processing used to detect particles is reliable. The measurement of the radial concentration profiles is rather important since, in cylindrical Couette flow, outward radial migration is expected in concentrated non-Brownian suspensions (Graham *et al.* 1991; Abbott *et al.* 1991; Phillips *et al.* 1992; Chow *et al.* 1995; Sarabian *et al.* 2019). Figures 3(b) and (c) show concentration profiles measured at 3 heights: $z = h_s/4, h_s/2, 3h_s/4$, and z-averaged over one tenth of the resuspended layer and over 10 000 frames for two selected angular velocities: $\Omega = 0.3$ (b) and 20 *rpm* (c). For both angular velocities, a particle layering is observed and is all the most pronounced that the angular velocity is low (or the particle volume fraction is high). Particle layering in concentrated non-Brownian suspensions is well documented

[†] Available on the web (<https://www.irphe.fr/meunier/>)

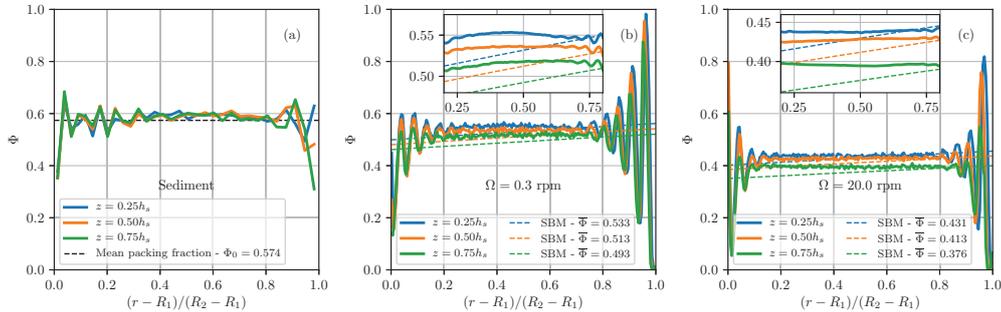


FIGURE 3. Radial concentration profiles in the sediment (a) and in the resuspended layer for two values of the rotating speed (b, c) and three heights. The radial profile in the sediment is computed from 20 images with a radial sampling $\delta x = (R_2 - R_1)/30$ and a z -averaging of $\pm 0.15h_0$. The radial profiles of figures (b, c) are computed from 10000 images with a radial sampling $\delta x = (R_2 - R_1)/200$ and a z -averaging of $\pm 0.05h_s$. Particle layering near the rotor and the stator is observed. Outside these zones (see inserts) the measured profiles (solid lines) are almost flat in contrast to the predictions of the Suspension Balance Model (Morris & Boulay 1999) computed for $\bar{\Phi}$ that is the r -averaged volume fraction at a given z (dashed lines).

and has been specifically addressed by numerical simulations (Yeo & Maxey 2010; Gallier *et al.* 2016) and observed in many experiments (Metzger *et al.* 2013; Blanc *et al.* 2013; Sarabian *et al.* 2019; Deboeuf *et al.* 2018).

Outside the structured zones near the rotor and the stator, the concentration profiles are observed to be z -dependent but, at a given height, they are almost flat (see inserts of figures 3(b) and (c)). This trend is verified for all angular velocities including those that are not shown in the present paper (see supplementary material for more information).

This finding contrasts with the predictions of the suspension balance model (SBM) (Morris & Boulay 1999) that are also shown in figures 3(b) and (c) (dashed lines). In the framework of a 1D-flow (this assumption will be discussed in the next section and in more detail in the supplementary material), according to the SBM, concentration profiles obey the following equation:

$$q(\phi) = \frac{\eta_N}{\eta_S} = Ar \frac{1+\lambda_2}{\lambda_2} \quad (3.1)$$

where $\eta_N = \Sigma_{11}^p/\eta_0\dot{\gamma}$ is the normal viscosity, η_S the relative viscosity and λ_2 , a constant close to 1 (here we took $\lambda_2 = 1/1.15$). A is a constant determined by requiring particle volume conservation. The theoretical profiles of figures 3(b) and (c) are obtained with the expressions of η_N and η_S proposed by Zarraga *et al.* (2000):

$$\eta_S = \frac{\exp(-2.34\phi)}{\left(1 - \frac{\phi}{\phi_m}\right)^3} \quad (3.2)$$

$$\eta_N = 2.17\phi^3\eta_S \exp(2.34\phi)$$

Such discrepancies between SBM predictions and experiments conducted in cylindrical Couette flow have already been reported by several authors (see for instance (Ovarlez *et al.* 2006; Colbourne *et al.* 2018; Gholami *et al.* 2018)) and to a lesser extent (Sarabian *et al.* 2019)). The layering of the particles near the walls probably plays a role, but is not likely to account for the entire discrepancy. As suggested in Gholami *et al.* (2018), top and bottom boundary effects may also invalidate the use of the SBM in its 1D formulation. Another hypothesis would be that radial size segregation is involved since

the particles are not perfectly monodisperse (with a standard deviation of about 8%, see supplementary material for more detail). The larger particles are expected to migrate faster than the smaller ones and then to be focused at the outside. This size segregation effect has been noted by Abbott *et al.* (1991) in a bimodal suspension containing 3175– and 780 μm particles with respective volume fractions of 0.39 and 0.21 sheared in a wide-gap Couette rheometer ($R_1 = 6.4\text{ mm}$ and $R_2 = 23.8\text{ mm}$). After a few thousands revolutions of the inner cylinder, the larger particles are observed to form hexagonally close-packed sheets near the stator. In our study, even though the particle size distribution (see Supplementary Materials) has nothing in common with the bimodal distribution used by Abbott *et al.* (1991), a size gradient across the gap might affect the concentration profiles since, as depicted in section 2.2.3, the particle volume fraction is deduced from the particle number density. More precisely, if the larger particles are preferentially located near the stator, while the region near the rotor is mainly occupied by the smaller ones, the particle volume fraction can increase from the rotor to the stator, even though the particle number density is measured constant across the gap, which would explain why the concentration profiles do not obey SBM predictions. Another explanation would be that migration is modified if there exists an interplay between the resuspension flux associated with density mismatch and the radial migration. Blaj (2012) measured the radial concentration profiles in suspensions of either density-matched or buoyant non-Brownian suspensions sheared in a Couette rheometer and noticed significant differences between the two cases.

In order to discriminate between these two hypothesis (radial size segregation or buoyancy effects), we measured the radial concentration profile in a neutrally buoyant suspension made of the same particles dispersed in a mixture of water, Triton X100 and Zinc Chloride (density 1.19 g/cm^3 , viscosity $4.43\text{ Pa}\cdot\text{s}$). The results, described in Appendix B, show that, contrarily to the case of a buoyant suspension, particle migration clearly takes place. Furthermore, the agreement with the SBM predictions is fairly satisfactory (see figure 13). Thus, the very weak migration observed in figure 3 appears to stem from the density mismatch between the particles and the fluid that probably leads to an interplay between the vertical and the radial particle fluxes.

3.1.2. Velocity profiles

Figure 4 shows the radial velocity profiles that correspond to the concentration profiles of figure 3 ($v(r)$ -profiles z -averaged over one tenth of the resuspended layer height for $\Omega = 0.3$ and 20 rpm). The velocity profiles clearly demonstrate a non-Newtonian behaviour of the suspension as well as wall-slip, especially in the case of the lower angular velocity, i.e., for the larger particle volume fractions. The wall slip phenomenon in concentrated non-Brownian suspensions is well known (Jana *et al.* 1995; Ahuja & Singh 2009; Blanc *et al.* 2011; Korhonen *et al.* 2015) and is probably related to particle layering near the walls.

In figure 4 are also plotted some theoretical velocity profiles. The solid lines correspond to Newtonian profiles, the dashed line to Newtonian profiles with wall slip, the dotted lines to profiles computed from the predictions of the SBM (3.1) and the constitutive law of Zarraga (3.2) with $\phi_m = 0.58$ and, at last, the dash-dotted lines are the profiles obtained from (3.1), (3.2) and slip boundary conditions. We used the slip boundary conditions proposed by Jana *et al.* (1995) where the apparent slip velocities at the inner

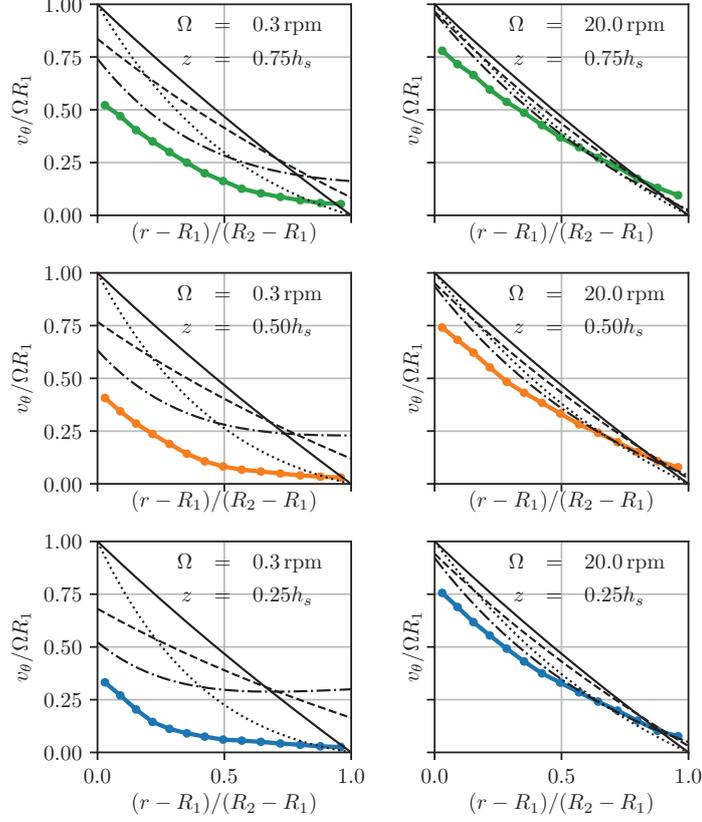


FIGURE 4. Azimuthal velocity profiles measured for angular velocities: $\Omega = 0.3 \text{ rpm}$ and 20 rpm at three different heights: $h_s/4$, $h_s/2$ and $3h_s/4$. Are also shown the theoretical profiles corresponding to the mean particle volume fraction measured at the corresponding heights. Solid lines: Newtonian profiles without wall slip, dashed lines: Newtonian profiles with wall slip evaluated from Jana *et al.* (1995) (3.3), dotted lines: profiles calculated according to (3.1) and (3.2) without wall slip, dash-dotted lines: profiles calculated according to (3.1) and (3.2) with wall slip (3.3)

and outer cylinders are given by:

$$u_s(R_{1,2}) = \beta_{1,2} a \dot{\gamma}_{1,2} \quad (3.3)$$

$$\text{with } \beta_{1,2} = \beta(\phi_{1,2}) \approx \frac{\eta_S(\phi_{1,2})}{8}$$

where $\phi_{1,2}$ and $\dot{\gamma}_{1,2}$ are respectively the particle volume fraction and the shear rate at the rotor and at the stator.

For $\Omega = 20 \text{ rpm}$, the combination of wall slip and SBM allows for a rough description of the experimental profiles. But we have to keep in mind that the particle volume fraction profiles predicted by the the SBM appreciably differ from the experimental profiles. Recent work of Colbourne *et al.* (2018) shows the same trend with velocity profiles compatible with the SBM predictions while the particle volume fraction profiles are much flatter than expected from the SBM. For $\Omega = 0.3 \text{ rpm}$, none of the tested models (Newtonian, Newtonian + wall slip, SBM or SBM + wall slip) fits the experimental profiles and the shear seems to localize near the rotor, even for particle fractions lower

than the expected jamming fraction (around 0.58). Such localization has already been observed by many authors (Huang *et al.* 2005; Ovarlez *et al.* 2006; Blaj 2012) and is generally attributed to the existence of a critical shear rate below which no steady flow exists (Ovarlez *et al.* 2006). At last, it should be noted that the shear-thinning behavior that is observed in most concentrated non-Brownian suspensions (Dai *et al.* 2013; Vázquez-Quesada *et al.* 2016, 2017; Tanner *et al.* 2018; Lobry *et al.* 2019) cannot alone explain the shape of the profiles. In our experiment, the shear stress varies by a 1.6 factor only leading to a variation of the viscosity that is far too small to explain the highly non-Newtonian velocity profiles, even for large particle volume fractions (see Supplementary Materials for a comparison with experimental results).

We also measured the velocity profile for the neutrally buoyant suspension at $\phi = 0.52$ (see figure 14 in Appendix B) and we obtained experimental velocity profiles that are in good agreement with the velocity profiles computed from the predictions of the SBM (3.1) and the constitutive law of Zarraga (3.2) with slip boundary conditions (3.3). As is the case for concentration profiles, the density mismatch between particles and suspending liquid appears to significantly affect the velocity profiles.

3.1.3. Summary on radial profiles

(i) Particle layering is observed and the size of the layered zones increases with the volume fraction and is of the order of $8a \approx (R_2 - R_1)/5$ for $\phi \approx 0.55$.

(ii) Outside these zones, the particle number density hardly varies along r at given z (in contrast with what is observed for a neutrally buoyant suspension, as shown in Appendix B).

(iii) The examination of the velocity profiles show highly non-Newtonian flow characteristics which is not consistent with the measured concentration profiles in the framework of a local Newtonian (or quasi-Newtonian) rheology. Again, the discrepancy between the velocity profiles that are measured or computed from the SBM vanishes for a neutrally buoyant suspension.

3.2. Vertical concentration profiles

To study the vertical variation of concentration, we restrict ourselves to the gap region outside the layered zones (where furthermore possible secondary flows may be present) and we focus on the central third of the gap. Figure 5(a) shows two concentration profiles averaged over the central third of the gap at low ($\Omega = 0.3 \text{ rpm}$) and high ($\Omega = 20 \text{ rpm}$) angular velocities. It is observed that the concentration is almost constant in the resuspended layer and drops to zero quite sharply, even for the highest angular velocity. This sharp interface between the resuspended layer and the clear fluid was already predicted by Acrivos *et al.* (1993) when interpreting their experiments in light of a diffusive flux model. Figure 5(a) also shows the profiles predicted by Acrivos *et al.* (1993). The agreement is quite good even though the resuspension height that we measured at low angular velocity is slightly larger than that obtained by Acrivos *et al.* (1993) and marginally smaller at high angular velocity. This trend is seen in figure 5(b), where, as in Acrivos *et al.* (1993), we observe a power-law dependence of the sediment expansion with the Shields number (1.1) but with an exponent slightly lower than $1/3$ (Zarraga *et al.* 2000).

Finally, it should be noted that near the bottom of the Couette cell, the particle concentration tends to decrease. This finding may be related either to a problem of particle detection near the interface with mercury, which reflects light and may downgrade the image quality in its vicinity or to bottom boundary effects which locally modify the

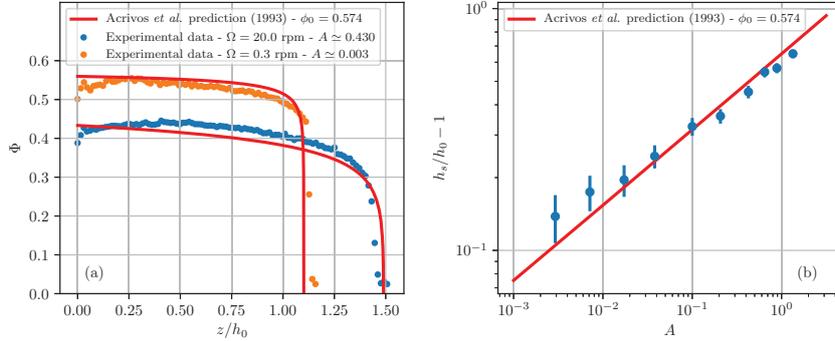


FIGURE 5. a) Examples of the vertical concentration profiles obtained by averaging $\phi(r)$ over the central third of the gap. The corresponding Shields numbers are computed using the local shear rate (averaged over the central third), and the results are compared to the predictions of Acivos *et al.* (1993) (red lines). b) Relative expansion of the particle layer versus the Shields number. h_s is arbitrary defined as the height in which $\phi = 0.1$, and the results are compared with the correlation proposed by Acivos *et al.* (1993).

flow and particle concentration. In the next section, in which the concentration will be used to evaluate Σ_{33}^p , we will not consider this zone.

3.3. Determination of $\alpha_3 = \Sigma_{33}^p/\eta_0\dot{\gamma}$

To estimate $\alpha_3 = \Sigma_{33}^p/\eta_0\dot{\gamma}$, we utilize the region outside the layered zone and well above the suspension/mercury interface: $R_1 + (R_2 - R_1)/3 < r < R_2 - (R_2 - R_1)/3$; $z > h_s/4$.

3.3.1. Local shear rate

As shown in section 3.1.2, velocity profiles are far from expected. Thus, to estimate $\alpha_3 = \Sigma_{33}^p/\eta_0\dot{\gamma}$, it is necessary to measure the local shear rate (at least in a wide gap) since it may differ significantly from the macroscopic expected shear rate, called hereafter nominal shear rate:

$$\dot{\gamma}_N(r) = 2\Omega \frac{R_1^2 R_2^2}{R_2^2 - R_1^2} \frac{1}{r^2} \quad (3.4)$$

Under the assumption that the main component of the shear rate is $\dot{\gamma}_{r\theta}$ and that all the other components are much smaller, the true local shear rate can be deduced from the PIV measurements:

$$\dot{\gamma}(r, z) \approx \dot{\gamma}_{r\theta} = r \frac{\partial(v_\theta(r, z)/r)}{\partial r} \quad (3.5)$$

However (3.5) presumes that the flow is essentially 1D while 2D characteristics are clearly observed in figure 2, especially for the lowest angular velocity. We have shown that v_z was much smaller than v_θ which makes it valid to neglect the terms that depend on the spatial variation of v_z , but the variation of v_θ with z may not be completely negligible and the component $\partial v_\theta/\partial z$ have to be evaluated before it can be neglected. In supplementary material, we show that, in most cases, $\partial v_\theta/\partial z \ll r\partial(v_\theta/r)/\partial r$ and that for the lowest angular velocity values and highest particle concentrations, using (3.5) rather than the invariant shear rate introduces an error of, at most, 10%.

Figure 6 shows the ratio of the measured shear rate (and deduced from (3.5)) to the nominal shear rate deduced from (3.4). It is observed that for the lowest angular velocities (i.e., the largest ϕ), the shear rate is much lower than expected from (3.4) (except near the

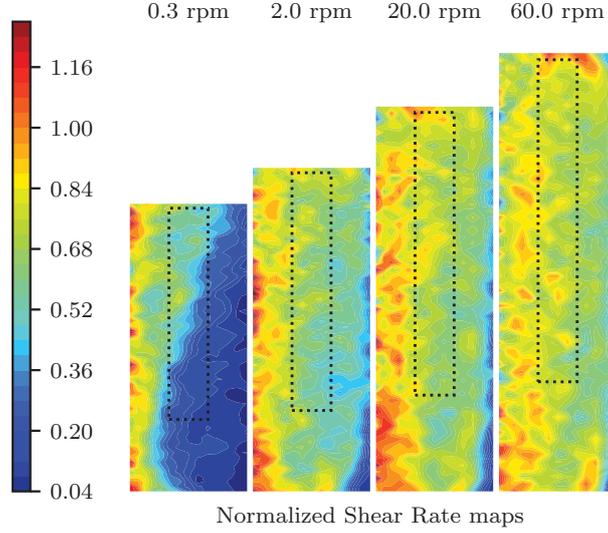


FIGURE 6. Maps of the measured shear rate $\dot{\gamma}(r, z)$ divided by the expected shear rate $\dot{\gamma}(r)$ for a Newtonian fluid (3.4) for several angular velocities. It is observed that, except near the rotor, the measured shear rate is lower than expected for a Newtonian fluid. The dashed rectangles indicate the areas that are used to measure Σ_{33}^p (figure 9) and to determine the variation of $\Sigma_{33}^p/\eta_0\dot{\gamma}$ with ϕ (figure 10).

rotor). To quantify the difference between $\dot{\gamma}$ and $\dot{\gamma}_N$, we plot the ratio of the measured shear rate averaged over the central third of the gap to the nominal shear rate, $\dot{\gamma}_N$, calculated at the middle of the gap as a function of ϕ for all the values of Ω (figure 7). A few comments on this figure are needed. First, it is observed that all the data collapse on a unique curve regardless of the angular velocity of the rotor. Second, for low particle volume fractions, $\dot{\gamma}$ tends to $\dot{\gamma}_N$ and $\dot{\gamma} \approx \dot{\gamma}_N$ for $\phi \approx 0.2$. In contrast, for higher concentrations, the local shear rate can substantially deviate from $\dot{\gamma}_N$; for the smallest values of Ω (the largest values of ϕ), the true shear rate can be as small as one-fifth of the apparent macroscopic shear rate, making it necessary to measure the velocity field in the gap.

3.3.2. Third particle normal stress, Σ_{33}^p

To determine Σ_{33}^p , (1.2) is integrated from the interface between the resuspended layer and the clear fluid to the height $z(\phi)$:

$$\Sigma_{zz}^p(r, z) = - \int_{z(\phi)}^{z(\phi=0)} \Delta\rho g \phi(r, \zeta) d\zeta \quad (3.6)$$

with the boundary condition

$$\Sigma_{zz}^p(z(\phi=0)) = \Sigma_{zz}^p(h_s) = 0 \quad (3.7)$$

Then, making the assumption that the flow is essentially 1D, Σ_{zz}^p can be equated to Σ_{33}^p . Rigorously speaking, since the (z, θ) component of the shear rate is not exactly zero (see section 3.3.1), Σ_{22}^p also contributes to Σ_{zz}^p . This point is discussed in the supplementary material where we show that the subsequent error is completely negligible compared to the scattering of the data.

Figure 8 displays the maps of Σ_{33}^p for four values of the angular velocity. It can be seen

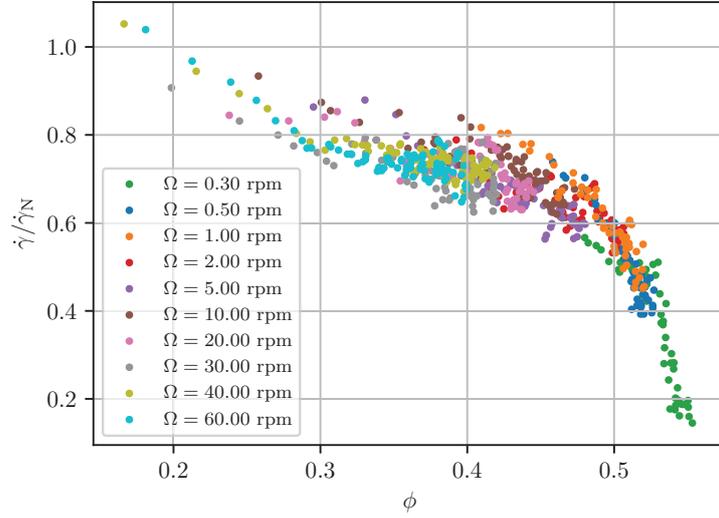


FIGURE 7. Ratio of the local shear rate to the nominal shear rate vs. the local volume fraction. Each colour corresponds to a given value of Ω . Each point was obtained by averaging $\dot{\gamma}(r, z)$ and $\phi(r, z)$ over the central third of the gap for a given height $z \in [h_s/4, h_s]$. $\dot{\gamma}_N$ is the nominal shear rate calculated at the middle of the gap $r = (R_1 + R_2)/2$.

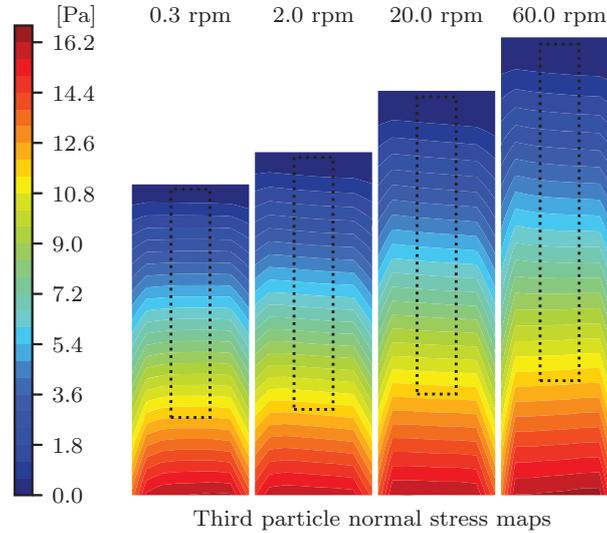


FIGURE 8. Maps of Σ_{33}^p for several angular velocities. The dashed rectangles indicate the areas that are used to measure Σ_{33}^p (figure 9) and to determine the variation of $\Sigma_{33}^p/\eta_0\dot{\gamma}$ with ϕ (figure 10). It is observed that, in these zones, Σ_{33}^p hardly varies along r .

that near the walls, in the regions where particles layering is observed, Σ_{33}^p is lower than in the bulk at given z . Outside these zones, Σ_{33}^p hardly varies with r .

For each point $(r, z) \in [R_1 + (R_2 - R_1)/3 < r < R_2 - (R_2 - R_1)/3 ; z > h_s/4]$, the third particle normal stress, the local shear rate and the particle volume fraction are computed. Figure 9 shows the variation of $-\Sigma_{33}^p$ as a function of $\dot{\gamma}$ for several particle

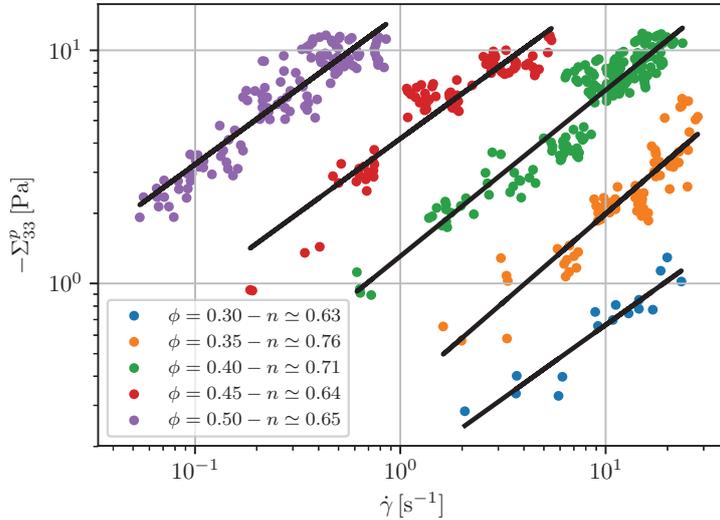


FIGURE 9. Variation of the third particle normal stress with shear rate for several particle volume fractions. Each set of data is fitted with a power-law $\Sigma_{33}^p \propto \dot{\gamma}^n$.

volume fractions. The particle volume fraction range is restricted to $[0.3 - 0.5]$ because, in our experiment, for higher concentrations, the shear rate does not vary enough to obtain reliable dependence between Σ_{33}^p and $\dot{\gamma}$ and, for lower concentrations, there are too few data (all contained in the very upper region of the resuspended layer) to extract the variation of Σ_{33}^p with $\dot{\gamma}$. From figure 9, it appears that, for a given value of ϕ , Σ_{33}^p varies with $\dot{\gamma}$ following a power law with an exponent close to 0.7. This result is in perfect agreement with the recent measurements of Saint-Michel *et al.* (2019). Shear-thinning (i.e., a decrease of the viscosity with shear rate or shear stress) is an attribute of most non-Brownian concentrated suspensions (Acrivos *et al.* 1994; Lobry *et al.* 2019; Vázquez-Quesada *et al.* 2016, 2017; Tanner *et al.* 2018) and particle normal stresses are expected to be scaled by the shear stress (Boyer *et al.* 2011; Lobry *et al.* 2019) leading to a nonlinear scaling law between Σ_{33}^p and $\dot{\gamma}$. More surprising is that there is no clear variation of the exponent value with ϕ whereas shear thinning is known to be all the more pronounced that particle volume fraction is large.

3.3.3. Determination of $\alpha_3 = \Sigma_{33}^p / \eta_0 \dot{\gamma}$

The variation of $-\Sigma_{33}^p$ normalized by $\eta_0 \dot{\gamma}$ as a function of ϕ is shown in figure 10 where we observe a reasonable collapse of the data on a single curve for a wide range of ϕ between 0.15 and 0.55 with variation in $\Sigma_{33}^p / \eta_0 \dot{\gamma}$ over more than five decades.

In figure 10(a), We restricted the data to particle volume fractions greater than 0.15 because, as shown in figure 5, below this value, the concentration profile is very sharp, which makes it difficult to measure the concentration. The data are somewhat scattered, especially for the largest values of ϕ . This finding may have different origins. First, it can stem from experimental issues because, as observed in figure 5, for the lowest angular velocity values (i.e., the larger particle volume fractions), the vertical concentration profile is nearly flat, which means that Σ_{33}^p given by the integral of $\phi(z)$ varies greatly with ϕ . Thus, even a small error in ϕ is likely to cause a large error in the computation of Σ_{33}^p . For lower concentrations, a better collapse can be obtained if, rather than $\Sigma_{33}^p / \dot{\gamma}$, $\Sigma_{33}^p / \dot{\gamma}^{0.7}$

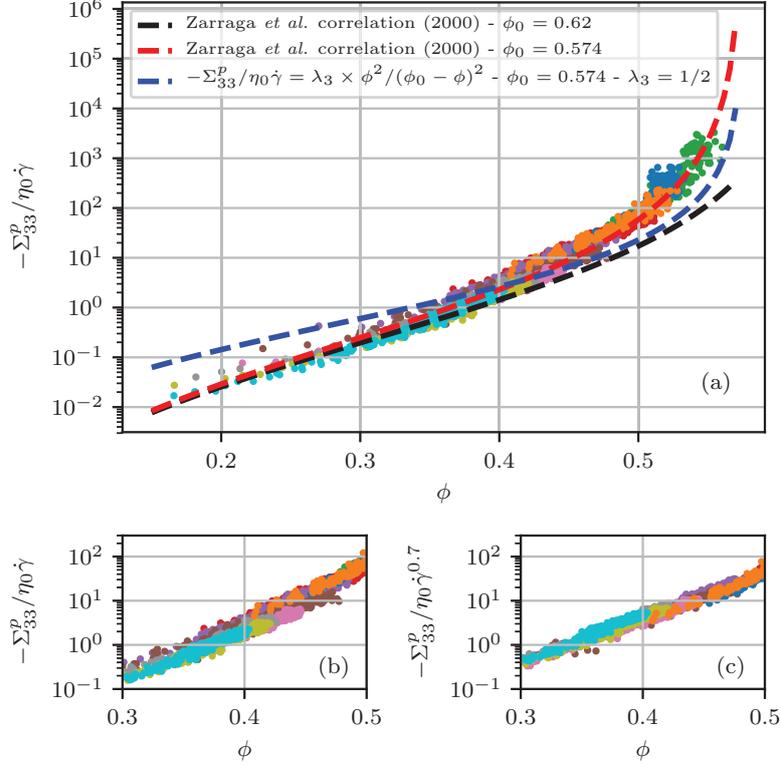


FIGURE 10. a) Third particle normal stress normalized by the product of the fluid viscosity and the local shear rate versus the local particle volume fraction. The different colors correspond to different angular velocities of the rotor (see figure 7). The agreement with the correlation proposed by Zarraga *et al.* (2000) where $\phi_0 = 0.574$ is very good (red line). In contrast, it is not possible to represent the experimental results by the correlation obtained by Boyer *et al.* (2011) for Σ_{22}^p together with $\lambda_3 = 1/2$ (blue line). b) zoom of figure a) for $\phi \in [0.3 - 0.5]$. c) variation of Σ_{33}^p divided by $\eta_0 \dot{\gamma}^{0.7}$ versus ϕ . The collapse of the data is much better when the nonlinear power-law is used.

is plotted against ϕ in the range $\phi \in [0.3 - 0.5]$ within which the power-law scaling has been obtained for Σ_{33}^p (see figures 10(b) and (c)). This is in agreement with the recent results of Saint-Michel *et al.* (2019).

The red and black lines in figure 10(a) represent the correlation proposed by Zarraga *et al.* (2000):

$$\Sigma_{33}^p = -\eta_0 \dot{\gamma} \frac{\phi^3}{\left(1 - \frac{\phi}{\phi_0}\right)^3} \quad (3.8)$$

The black curve is obtained with the original value of ϕ_0 proposed by Zarraga *et al.* (2000) ($\phi_0 = 0.62$), while the red curve has been obtained for $\phi_0 = 0.574$: the value of the particle volume fraction inside the settled layer that we measured. We observe a very good agreement between the experimental data and the correlation from Zarraga *et al.* (2000). Furthermore, Zarraga *et al.* (2000) established the correlation for a particle volume fraction ranging from 0.3 to 0.5, while our results show that this correlation can

be expanded to a wider range of concentrations. The blue curve is obtained by using the correlation obtained by Boyer *et al.* (2011) for Σ_{22}^p (with $\phi_0 = 0.574$):

$$\Sigma_{22}^p = -\eta_0 \dot{\gamma} \frac{\phi^2}{(\phi_0 - \phi)^2} \quad (3.9)$$

and assuming that $\lambda_2 = \Sigma_{22}^p / \Sigma_{11}^p \approx 1$ and $\lambda_3 = \Sigma_{33}^p / \Sigma_{11}^p = 0.5$, as suggested by Morris & Boulay (1999).

The agreement between the blue curve and our data is not satisfactory. In our opinion, this discrepancy does not call into question the results obtained by Boyer *et al.* (2011) but rather the lack of variability in λ_3 with ϕ . This last result has already been noted by Gallier *et al.* (2014) and was previously suggested by Morris & Boulay (1999) themselves.

4. Concluding remarks

With the aim of studying viscous resuspension, we conducted local measurements of both the velocity and the particle volume fraction in a suspension of negatively buoyant non-Brownian spheres sheared in a cylindrical Couette flow. We observed a strong layering of the particles near the rotor and the stator. Outside these regions, the particle number density does almost not vary along r . If the suspension is considered as monodisperse (i.e. size segregation effects can be neglected), this result contrasts with the predictions of the Suspension Balance Model (Morris & Boulay 1999). Furthermore, the measured radial concentration profiles are inconsistent with the radial velocity profiles in the framework of local rheology of a (quasi-)Newtonian material. These discrepancies between predictions and experimental results on concentration and velocity profiles vanish for a neutrally buoyant suspension, as already noted by Blaj (2012) who showed that buoyant effects may be at the origin of shear localization even for particle volume fractions lower than the jamming fraction. This observation appears quite important and probably deserves further theoretical work to explore the role of buoyancy effects on suspension flows.

Besides this question that remains open, we would like to underline the importance of measuring the local shear rate, at least in the context of the present study where, probably due to the use of a wide-gap Couette cell, the velocity profiles are far from expected.

The vertical concentration profiles are less startling. We reached almost the same results as Acrivos *et al.* (1993): the concentration slowly decreases from the bottom to the interface with the clear fluid and drops sharply to zero. The resuspension height is controlled by the Shields number (ratio between viscous and buoyancy forces) through a power-law relation with an exponent close to $1/3$, as already proposed by Acrivos *et al.* (1993). The vertical concentration profiles are used to deduce Σ_{33}^p by solving the Cauchy equation. We observed that Σ_{33}^p does not vary linearly with $\dot{\gamma}$ but follows a power-law with an exponent close to 0.7. The value of the exponent hardly varies with particle concentration in the range $\phi \in [0.3 - 0.5]$. This result is in agreement with the recent findings of Saint-Michel *et al.* (2019) but raises questions. On one hand, this non linear behavior is anticipated since Σ_{33}^p is expected to be proportional to the shear stress which itself varies less rapidly than linearly with shear rate (see for instance (Tanner *et al.* 2018) or (Lobry *et al.* 2019)). But, on the other hand, shear-thinning is known to be all the more pronounced that the particle volume fraction is high. This should lead to exponents of the power law that decrease when ϕ increases, in contrast with what is observed.

At last concerning the variation of $\alpha_3 = \Sigma_{33}^p / \eta_0 \dot{\gamma}$ with ϕ , we would like to make two comments. The first one is that our findings are in good agreement with the results of

Zarraga *et al.* (2000) who deduced α_3 from the resuspension height measured by Acrivos *et al.* (1993). The second comment is that our results cannot be predicted by using the well-established correlation of Boyer *et al.* (2011) for Σ_{22}^p with the assumption that λ_3/λ_2 is constant, which should likely be revisited. It would probably be interesting to measure accurately the three particle normal stresses and their variation with ϕ , in particular in order to refine the Suspension Balance Model that is a powerful framework for capturing migration.

We thank L. Lobry, F. Peters and B. Saint-Michel for fruitful discussions, and D. Gilbert for the 3D sketch of the experimental device.

Appendix A: Vertical particle concentration profile in a neutrally-buoyant suspension

Usually particle concentration profiles are determined from the measurement of the apparent area of particles crossed by the laser sheet. In most cases, this method is correct and suitable because the imaged zone is limited to a narrow cone of illumination. Here, the particle concentration has to be measured over a height of about 3.4 cm for the highest angular velocity. Thus, it is likely that the characteristics of the laser sheet (thickness, intensity) vary over this height, leading to bias in particle concentration measurement. In order to identify these possible bias, we measured the vertical particle concentration profile in a neutrally-buoyant suspension where $\phi(z)$ is expected not to vary. To this aim, we use the same experimental device as the one used to study resuspension except for the suspending liquid that has now the same density as the particles. We used a mixture of water (11.90 wt%), Triton X-100 (73.86 wt%) and Zinc Chloride (14.24 wt%) that matches both the density and the refractive index of PMMA particles (Souzy *et al.* 2015, 2016). PMMA particles (Arkema BS572, $2a = 268 \pm 25 \mu m$) are added to this Newtonian mixture ($\eta_0 = 4.43 Pa.s$) in order to obtain a suspension at $\phi = 0.52$. The suspension height in the Couette cell is set to 42 mm and, as in the case of the resuspension experiments, the suspension is presheared for a long period (10 hrs at $\Omega = 5 rpm$ which corresponds to an accumulated strain of about 10^4).

The steady vertical profile of the particle number density is shown in Figure 11. As can be observed from this figure, $n(z)$ is almost constant except near the interface and, to a lesser extent, for $z > 29 mm$. As explained before, the decrease of n near the interface with mercury is due to light reflection on the metallic surface but this zone whose height is roughly 6 mm is never used to compute Σ_{33}^p . The decrease of n observed for $z > 29 mm$ is probably due to a widening of the laser sheet which would stem from both the intrinsic geometry of the laser sheet and remaining light scattering despite a good index matching. This bias introduces an error in the determination of Σ_{33}^p which is computed from the integral of the vertical concentration profile from the interface between the suspension and the clear fluid. Nevertheless, resuspension height exceeds 29 mm only for the highest rotation speeds ($\Omega = 30, 40$ and $60 rpm$) and thus for the lowest particle volume fractions. For these low concentrations ($\phi \lesssim 0.3$), the ensuing error is anticipated to be smaller than the error measured with the 52% suspension since the widening of the laser sheet and thus the subsequent bias are expected to decrease when particle volume fraction decreases. Between $z = 7$ and 29 mm, n is definitely constant contrarily to what is observed for the particle fraction deduced from the apparent area of particles crossed by the laser sheet (see figure 12) that continuously decreases when z increases.

For both methods, the bias is of the same order of magnitude (a few percent) but the bias related to the first method affects the measurement of Σ_{33}^p only for the lowest concentrations ($\phi \lesssim 0.3$) while the whole values of Σ_{33}^p would be impaired by the detection bias attached to the second method. Based upon these findings, we conclude that, in our

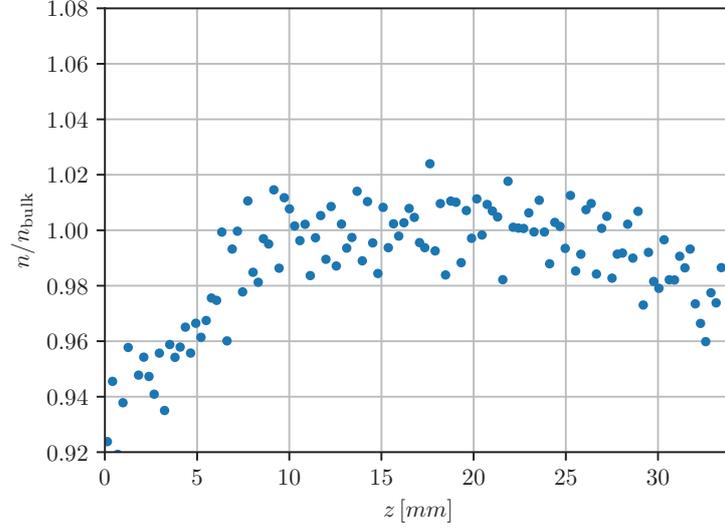


FIGURE 11. variation of the particle number density with z normalized by the particle number density averaged over the central vertical quarter of the suspension. The profile is computed from 10000 images with a vertical sampling $\delta z = 280 \mu\text{m} \approx 2a$ and r-averaged over the central third of the gap.

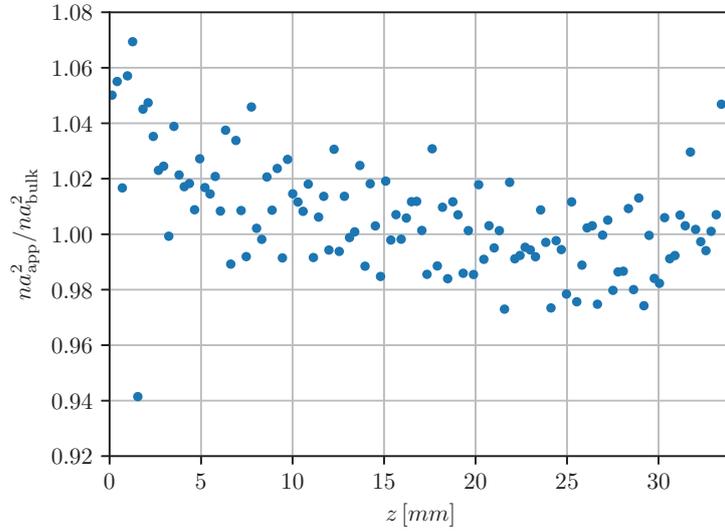


FIGURE 12. Vertical variation of the apparent solid area normalized by the solid area averaged over the central vertical quarter of the suspension, na_{app}^2 / na_{bulk}^2 . The profile is computed from 10000 images with a vertical sampling $\delta z = 280 \mu\text{m} \approx 2a$ and r-averaged over the central third of the gap.

experimental configuration, it is more appropriate to deduce ϕ from n than from the particle area crossed by the laser sheet (proportional to $n a_{app}^2$), although using either method marginally changes the results.

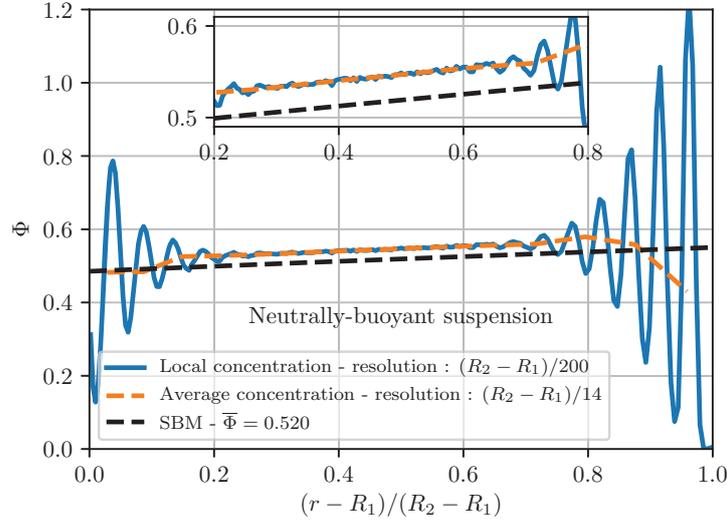


FIGURE 13. Radial concentration profiles measured for a *neutrally buoyant suspension* at $\phi = 0.52$. Blue line: spatial resolution has been fixed to one two-hundredth of the gap width $((R_2 - R_1)/200$, orange line : volume fraction average over $(R_2 - R_1)/14$. Dark dashed line : Suspension Balance Model prediction (Morris & Boulay 1999) computed for a bulk volume fraction of 0.52.

Appendix B: Radial particle concentration profile in a neutrally buoyant suspension

In this appendix, we want to examine the reasons why, in the resuspension experiments, we measured concentration and velocity profiles that are much different from what is expected from the Suspension Balance Model (Morris & Boulay 1999) (see section 3.1). As a reminder, we identified two possible causes of this discrepancy: buoyancy or segregation effects. To discriminate between these two reasons, we measured the velocity and concentration profiles in a neutrally buoyant suspension. As stated in Appendix A, the experimental device is exactly the same as the one used to study resuspension, the particles are the same, the experimental procedure (preshear, image processing...) is the same. Only the suspending liquid is changed. It has now the same density as the particles.

Figure 13 displays the radial concentration profile that has been measured. In blue, the spatial resolution has been fixed to one two-hundredth of the gap width and the orange line corresponds to the concentration profile averaged over one fourteenth of the gap width. As well as in the case of non-neutrally buoyant suspensions, a marked layering is observed but, outside these structured zones, the concentration varies along r , in contrast with what was observed for a non-neutrally buoyant suspension. The dark dashed line corresponds to the SBM predictions. We note that the slopes of the experimental and theoretical profiles are almost the same. The experimental profiles are somehow shifted toward higher volume fractions because, as indicated by the orange line, the concentration in the layered zones is smaller than the averaged volume fraction and thus higher outside these zones. Notwithstanding this difference, the agreement between the experimental and predicted profiles is good, suggesting that density mismatch between fluid and particles is responsible for the discrepancy observed between experimental and predicted concentration profiles displayed in figure 3. We also undertook the measurement of the velocity profile. Figure 14 shows the results obtained for $\Omega = 0.3 \text{ rpm}$ (blue curve). For the sake of comparison the Newtonian profiles without (solid line) and with (dashed

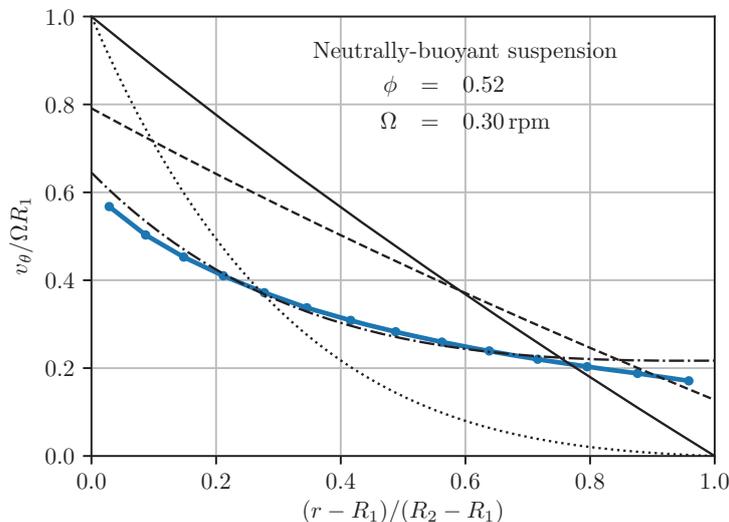


FIGURE 14. Normalized azimuthal velocity profiles. Blue line: measured for *neutrally buoyant suspension* at $\Omega = 0.3 \text{ rpm}$ and $\phi = 0.52$. Are also shown the theoretical profiles. Solid line: Newtonian profile without wall slip, dashed line: Newtonian profile with wall slip evaluated from Jana *et al.* (1995) (3.3), dotted line: profile calculated according to (3.1) and (3.2) without wall slip, dash-dotted line: profile calculated according to (3.1) and (3.2) with wall slip (3.3)

line) slipping conditions (3.3) have been plotted as well as the profiles computed from the predictions of the SBM ((3.1) and (3.2)), without (dotted line) and with (dash-dotted line) (3.3). The experimental velocity profile is very close to what was expected from the combination of wall slip conditions and SBM.

To conclude, the comparison of the velocity and concentration profiles obtained either for a neutrally or a non-neutrally buoyant suspension displays significant differences. Furthermore, the Suspension Balance Model appears to reliably predict concentration profiles only if there is no density mismatch between the fluid and the particles. In this latter case, the SBM (Morris & Boulay 1999) computed with the correlation of Zarraga *et al.* (2000) (3.2) together with the slip boundary conditions proposed by Jana *et al.* (1995) (3.3) works well to describe the velocity profiles. On the opposite, in the case of density mismatch between particles and fluid, velocity profiles are much more heterogeneous.

REFERENCES

- ABBOTT, JR, TETLOW, N, GRAHAM, AL, ALTOBELLI, SA, FUKUSHIMA, EIICHI, MONDY, LA & STEPHENS, TS 1991 Experimental observations of particle migration in concentrated suspensions: Couette flow. *Journal of rheology* **35** (5), 773–795.
- ACRIVOS, ANDREAS, FAN, XIAOXING & MAURI, ROBERTO 1994 On the measurement of the relative viscosity of suspensions. *Journal of Rheology* **38** (5), 1285–1296.
- ACRIVOS, A, MAURI, ROBERTO & FAN, X 1993 Shear-induced resuspension in a couette device. *International journal of multiphase flow* **19** (5), 797–802.
- AHUJA, AMIT & SINGH, ANUGRAH 2009 Slip velocity of concentrated suspensions in couette flow. *Journal of Rheology* **53** (6), 1461–1485.
- BLAJ, OCTAVIAN 2012 Comment coule une pâte granulaire? Etudes des composantes primaire et secondaire et des fluctuations de l'écoulement. Theses, Université Sciences et Technologies - Bordeaux I.

- BLAJ, OCTAVIAN, MERZEAU, PASCAL, SNABRE, PATRICK & POULIGNY, BERNARD 2011 An automated single-particle tracker: application to characterization of non-azimuthal motion in couette flows at low reynolds number. *Experiments in fluids* **50** (6), 1559–1570.
- BLANC, FRÉDÉRIC, LEMAIRE, ELISABETH, MEUNIER, ALAIN & PETERS, FRANÇOIS 2013 Microstructure in sheared non-brownian concentrated suspensions. *Journal of rheology* **57** (1), 273–292.
- BLANC, FRÉDÉRIC, PETERS, FRANÇOIS & LEMAIRE, ELISABETH 2011 Local transient rheological behavior of concentrated suspensions. *Journal of Rheology* **55** (4), 835–854.
- BOYER, FRANÇOIS, GUAZZELLI, ÉLISABETH & POULIQUEN, OLIVIER 2011 Unifying suspension and granular rheology. *Physical Review Letters* **107** (18), 188301.
- BUTLER, JASON E & BONNECAZE, ROGER T 1999 Imaging of particle shear migration with electrical impedance tomography. *Physics of fluids* **11** (8), 1982–1994.
- CHOW, ANDREA W, IWAYIMA, JH, SINTON, STEVEN W & LEIGHTON, DT 1995 Particle migration of non-brownian, concentrated suspensions in a truncated cone-and-plate. In *Society of Rheology Meeting, Sacramento, CA*, , vol. 103.
- CHOW, ANDREA W, SINTON, STEVEN W, IWAMIYA, JOSEPH H & STEPHENS, THOMAS S 1994 Shear-induced particle migration in couette and parallel-plate viscometers: Nmr imaging and stress measurements. *Physics of Fluids* **6** (8), 2561–2576.
- COLBOURNE, AA, BLYTHE, TW, BARUA, R, LOVETT, S, MITCHELL, J, SEDERMAN, ANDREW JOHN & GLADDEN, LYNN FAITH 2018 Validation of a low field rheo-nmr instrument and application to shear-induced migration of suspended non-colloidal particles in couette flow. *Journal of Magnetic Resonance* **286**, 30–35.
- DAI, SHAO-CONG, BERTEVAS, ERWAN, QI, FUZHONG & TANNER, ROGER I 2013 Viscometric functions for noncolloidal sphere suspensions with newtonian matrices. *Journal of Rheology* **57** (2), 493–510.
- DBOUK, TALIB, LOBRY, LAURENT & LEMAIRE, ELISABETH 2013 Normal stresses in concentrated non-brownian suspensions. *Journal of Fluid Mechanics* **715**, 239–272.
- DEBOEUF, ANGÉLIQUE, GAUTHIER, GEORGES, MARTIN, JÉRÔME, YURKOVETSKY, YEVGENY & MORRIS, JEFFREY F 2009 Particle pressure in a sheared suspension: A bridge from osmosis to granular dilatancy. *Physical review letters* **102** (10), 108301.
- DEBOEUF, S, LENOIR, N, HAUTEMAYOU, D, BORNERT, M, BLANC, F & OVARLEZ, G 2018 Imaging non-brownian particle suspensions with x-ray tomography: Application to the microstructure of newtonian and viscoplastic suspensions. *Journal of Rheology* **62** (2), 643–663.
- GADALA-MARIA, FRANCIS A 1980 The rheology of concentrated suspensions. .
- GALLIER, STANY, LEMAIRE, ELISABETH, LOBRY, LAURENT & PETERS, FRANÇOIS 2016 Effect of confinement in wall-bounded non-colloidal suspensions. *Journal of Fluid Mechanics* **799**, 100–127.
- GALLIER, STANY, LEMAIRE, ELISABETH, PETERS, FRANÇOIS & LOBRY, LAURENT 2014 Rheology of sheared suspensions of rough frictional particles. *Journal of Fluid Mechanics* **757**, 514–549.
- GHOLAMI, MOHAMMAD, RASHEDI, AHMADREZA, LENOIR, NICOLAS, HAUTEMAYOU, DAVID, OVARLEZ, GUILLAUME & HORMOZI, SARAH 2018 Time-resolved 2d concentration maps in flowing suspensions using x-ray. *Journal of Rheology* **62** (4), 955–974.
- GRAHAM, AL, ALTOBELLI, SA, FUKUSHIMA, EIICHI, MONDY, LA & STEPHENS, TS 1991 Note: Nmr imaging of shear-induced diffusion and structure in concentrated suspensions undergoing couette flow. *Journal of Rheology* **35** (1), 191–201.
- GUAZZELLI, ÉLISABETH & POULIQUEN, OLIVIER 2018 Rheology of dense granular suspensions. *Journal of Fluid Mechanics* **852**.
- HAMPTON, RE, MAMMOLI, AA, GRAHAM, AL, TETLOW, N & ALTOBELLI, SA 1997 Migration of particles undergoing pressure-driven flow in a circular conduit. *Journal of Rheology* **41** (3), 621–640.
- HUANG, N, OVARLEZ, G, BERTRAND, F, RODTS, S, COUSSOT, P & BONN, DANIEL 2005 Flow of wet granular materials. *Physical review letters* **94** (2), 028301.
- JANA, SC, KAPOOR, B & ACRIVOS, A 1995 Apparent wall slip velocity coefficients in concentrated suspensions of noncolloidal particles. *Journal of Rheology* **39** (6), 1123–1132.
- KOH, CHRISTOPHER J, HOOKHAM, PHILIP & LEAL, L GARY 1994 An experimental investigation

- of concentrated suspension flows in a rectangular channel. *Journal of Fluid Mechanics* **266**, 1–32.
- KORHONEN, MARKO, MOHTASCHEMI, MIKAEL, PUISTO, ANTTI, ILLA, XAVIER & ALAVA, MIKKO J 2015 Apparent wall slip in non-brownian hard-sphere suspensions. *The European Physical Journal E* **38** (5), 46.
- LEIGHTON, DAVID & ACRIVOS, ANDREAS 1986 Viscous resuspension. *Chemical engineering science* **41** (6), 1377–1384.
- LHUILLIER, DANIEL 2009 Migration of rigid particles in non-brownian viscous suspensions. *Physics of Fluids* **21** (2), 023302.
- LOBRY, LAURENT, LEMAIRE, ELISABETH, BLANC, FREDERIC, GALLIER, STANY & PETERS, FRANÇOIS 2019 Shear thinning in non-brownian suspensions explained by variable friction between particles. *Journal of Fluid Mechanics* **860**, 682–710.
- MANNEVILLE, SÉBASTIEN, BÉCU, LYDIANE & COLIN, ANNIE 2004 High-frequency ultrasonic speckle velocimetry in sheared complex fluids. *The European Physical Journal-Applied Physics* **28** (3), 361–373.
- METZGER, BLOEN, RAHLI, OUAMAR & YIN, XIAOLONG 2013 Heat transfer across sheared suspensions: role of the shear-induced diffusion. *Journal of fluid mechanics* **724**, 527–552.
- MEUNIER, P & LEWEKE, T 2003 Analysis and optimization of the error caused by high velocity gradients in piv. *Exp. Fluids* **35**, 408–421.
- MILLS, P & SNABRE, P 1995 Rheology and structure of concentrated suspensions of hard spheres. shear induced particle migration. *Journal de Physique II* **5** (10), 1597–1608.
- MORRIS, JF & BRADY, JF 1998 Pressure-driven flow of a suspension: Buoyancy effects. *International journal of multiphase flow* **24** (1), 105–130.
- MORRIS, JEFFREY F & BOULAY, FABIENNE 1999 Curvilinear flows of noncolloidal suspensions: The role of normal stresses. *Journal of rheology* **43** (5), 1213–1237.
- NOTT, PRABHU R & BRADY, JOHN F 1994 Pressure-driven flow of suspensions: simulation and theory. *Journal of Fluid Mechanics* **275**, 157–199.
- NOTT, PRABHU R, GUAZZELLI, ELISABETH & POULIQUEN, OLIVIER 2011 The suspension balance model revisited. *Physics of Fluids* **23** (4), 043304.
- OVARLEZ, GUILLAUME, BERTRAND, FRANÇOIS & RODTS, STÉPHANE 2006 Local determination of the constitutive law of a dense suspension of noncolloidal particles through magnetic resonance imaging. *Journal of rheology* **50** (3), 259–292.
- OVARLEZ, GUILLAUME & GUAZZELLI, ELISABETH 2013 Migration induite par cisaillement dans les suspensions. In *Congrès français de mécanique*.
- PHILLIPS, RONALD J, ARMSTRONG, ROBERT C, BROWN, ROBERT A, GRAHAM, ALAN L & ABBOTT, JAMES R 1992 A constitutive equation for concentrated suspensions that accounts for shear-induced particle migration. *Physics of Fluids A: Fluid Dynamics* **4** (1), 30–40.
- RAMACHANDRAN, ARUN & LEIGHTON, DAVID T 2008 The influence of secondary flows induced by normal stress differences on the shear-induced migration of particles in concentrated suspensions. *Journal of Fluid Mechanics* **603**, 207–243.
- SAINT-MICHEL, BRICE, MANNEVILLE, SBASTIEN, MEEKER, STEVEN, OVARLEZ, GUILLAUME & BODIGUEL, HUGUES 2019 X-ray radiography of viscous resuspension. *Physics of Fluids* **31** (10), 103301.
- SARABIAN, MOHAMMAD, FIROUZANIA, MOHAMMADHOSSEIN, METZGER, BLOEN & HORMOZI, SARAH 2019 Fully developed and transient concentration profiles of particulate suspensions sheared in a cylindrical couette cell. *Journal of Fluid Mechanics* **862**, 659–671.
- SEGRE, G & SILBERBERG, ALEX 1962 Behaviour of macroscopic rigid spheres in poiseuille flow part 2. experimental results and interpretation. *Journal of fluid mechanics* **14** (1), 136–157.
- SNOOK, BRADEN, BUTLER, JASON E & GUAZZELLI, ÉLISABETH 2016 Dynamics of shear-induced migration of spherical particles in oscillatory pipe flow. *Journal of Fluid Mechanics* **786**, 128–153.
- SOUZY, MATHIEU, PHAM, PHONG & METZGER, BLOEN 2016 Taylor’s experiment in a periodically sheared particulate suspension. *Physical Review Fluids* **1** (4), 042001.
- SOUZY, MATHIEU, YIN, XIAOLONG, VILLERMAUX, EMMANUEL, ABID, CHÉRIFA & METZGER, BLOEN 2015 Super-diffusion in sheared suspensions. *Physics of Fluids* **27** (4), 041705.

- SUZUKI, M, SHINMURA, T, IIMURA, K & HIROTA, M 2008 Study of the wall effect on particle packing structure using x-ray micro computed tomography. *Advanced Powder Technology* **19** (2), 183–195.
- TANNER, ROGER I, NESS, CHRISTOPHER, MAHMUD, ARIF, DAI, SHAOCONG & MOON, JIYOUNG 2018 A bootstrap mechanism for non-colloidal suspension viscosity. *Rheologica Acta* **57** (10), 635–643.
- VÁZQUEZ-QUESADA, ADOLFO, MAHMUD, ARIF, DAI, SHAOCONG, ELLERO, MARCO & TANNER, ROGER I 2017 Investigating the causes of shear-thinning in non-colloidal suspensions: Experiments and simulations. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **248**, 1–7.
- VÁZQUEZ-QUESADA, ADOLFO, TANNER, ROGER I & ELLERO, MARCO 2016 Shear thinning of noncolloidal suspensions. *Physical review letters* **117** (10), 108001.
- VINCENT, LUC & SOILLE, PIERRE 1991 Watersheds in digital spaces: an efficient algorithm based on immersion simulations. *IEEE Transactions on Pattern Analysis & Machine Intelligence* (6), 583–598.
- WESTERWEEL, JERRY 1997 Fundamentals of digital particle image velocimetry. *Measurement science and technology* **8** (12), 1379.
- YEO, KYONGMIN & MAXEY, MARTIN R 2010 Ordering transition of non-brownian suspensions in confined steady shear flow. *Physical Review E* **81** (5), 051502.
- ZARRAGA, ISIDRO E, HILL, DAVID A & LEIGHTON JR, DAVID T 2000 The characterization of the total stress of concentrated suspensions of noncolloidal spheres in newtonian fluids. *Journal of Rheology* **44** (2), 185–220.

Supplementary material of ”Viscous resuspension of non-Brownian particles: determination of the concentration profiles and particle normal stresses”.

Enzo d’Ambrosio¹, Frédéric Blanc¹ and Elisabeth Lemaire^{1†}

¹Université Côte d’Azur, CNRS, InPhyNi-UMR 7010, 06108 Nice Cedex 2, France

(Received xx; revised xx; accepted xx)

1. Particle size distribution

Particle size distribution is determined from image analysis and is shown in Figure 1.

2. Particle distribution and velocity fields for all the angular velocities

The (r, z) concentration, azimuthal and vertical velocity fields for the all set of experiments are shown in figure 2.

3. Velocity profiles for a shear-thinning material

For a shear-thinning constitutive law given by $\Sigma_{12} \propto \dot{\gamma}^n$, the velocity profile is :

$$v_{\theta}/\Omega R_i = \frac{(R_e/r)^{2/n-1} - r/R_e}{(R_e/R_i)^{2/n-1} - R_i/R_e} \quad (3.1)$$

Figure 3 shows the radial velocity profiles that correspond to the concentration profiles of figure 3 of the main paper ($v(r)$ -profiles z-averaged over one tenth of the resuspended layer height for $\Omega = 0.3$ and 20 rpm). In figure 3 are also plotted some theoretical velocity profiles. The solid lines correspond to Newtonian profiles, the dashed line to Newtonian profiles with wall slip, the dotted lines to shear-thinning profiles (3.1) computed with the exponent $n = 0.7$ found in section 3.3.2 and equation (3.3) of the main paper.

4. Evaluation of the influence of the 2D character of the flow

The velocity profiles shown in figure 2 of the main paper display indisputable 2D characteristics of the flow for the lowest angular velocities. Our purpose here is to evaluate the error which is introduced when a 1D flow approximation is used.

The rate of strain tensor is given by

$$e_{ij} = \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \quad (4.1)$$

We now evaluate all the components of e_{ij} .

† Email address for correspondence: elisabeth.lemaire@unice.fr

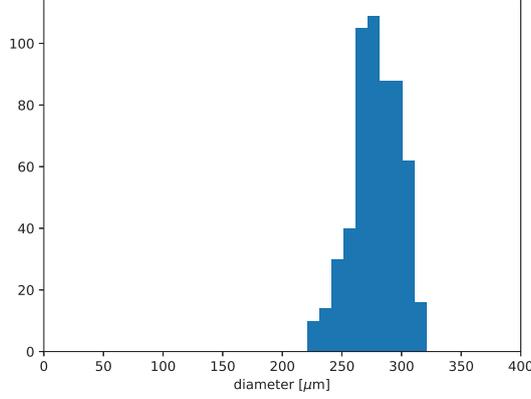


FIGURE 1. Particle size distribution obtained from image analysis.

- (i) All the components that involve θ derivatives are zero for symmetry reasons.
- (ii) All components that involve v_z are negligible since $v_z \ll v_\theta$
- (iii) the two previous items together with incompressibility imply that all the components containing v_r are negligible.

Thus, in the computation of e_{ij} , only remain the components $r \frac{\partial(v_\theta/r)}{\partial r}$ and $\frac{\partial v_\theta}{\partial z}$. Then the invariant 2D shear rate can be written as:

$$\dot{\gamma}_{2D} = \sqrt{\left(r \frac{\partial(v_\theta/r)}{\partial r}\right)^2 + \left(\frac{\partial v_\theta}{\partial z}\right)^2} \quad (4.2)$$

Figure 4 shows the difference between $\dot{\gamma}_{2D}$ and $\dot{\gamma}_{1D}$ where $\dot{\gamma}_{1D} = r \frac{\partial(v_\theta/r)}{\partial r}$ is the shear rate in a 1D flow. The maximum error is around 10% which is negligible compared the other uncertainties in the results presented in the main paper.

The 2D character of the flow also influences the measurement of Σ_{33}^p that is obtained from the vertical concentration profiles and has to be taken into account in the resolution of the Cauchy equation:

$$\nabla \cdot \Sigma^p = -\Delta \rho \phi g \quad (4.3)$$

The z projection of this equation gives:

$$\frac{\partial \Sigma_{rz}}{\partial r} + \frac{1}{r} \left(\frac{\partial \Sigma_{\theta z}}{\partial \theta} + \Sigma_{rz} \right) + \frac{\partial \Sigma_{zz}}{\partial z} = \Delta \rho \phi g \quad (4.4)$$

The first two left hand terms are zero or negligible since

$$\Sigma_{rz} = \mathcal{O}(\eta_s \dot{\gamma}_{rz}) \ll \Sigma_{\theta z}$$

and

$$\frac{\partial \Sigma_{\theta z}}{\partial \theta} = 0$$

Thus, the Cauchy equation reduces to:

$$\frac{\partial \Sigma_{zz}}{\partial z} = \Delta \rho \phi g \quad (4.5)$$

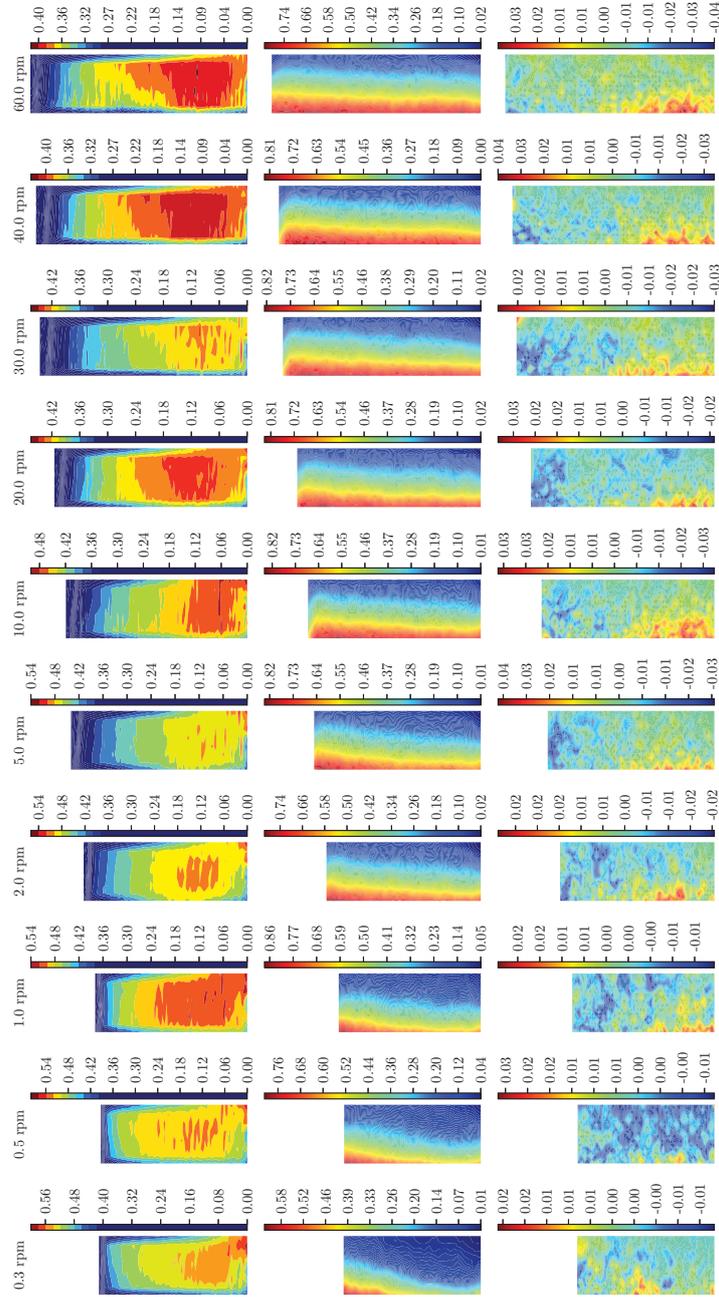


FIGURE 2. 2D fields for all the sets of experiments. First line: mapping of the particle volume fraction averaged over 10000 images. Second line: azimuthal velocity normalized by the rotor velocity ΩR_1 and averaged over 100 velocity fields. Third line: vertical velocity normalized by ΩR_1 and averaged over 100 velocity fields. The rotor is on the left of each frame, the stator is on the right, and the mercury/suspension interface corresponds to the bottom of each frame.

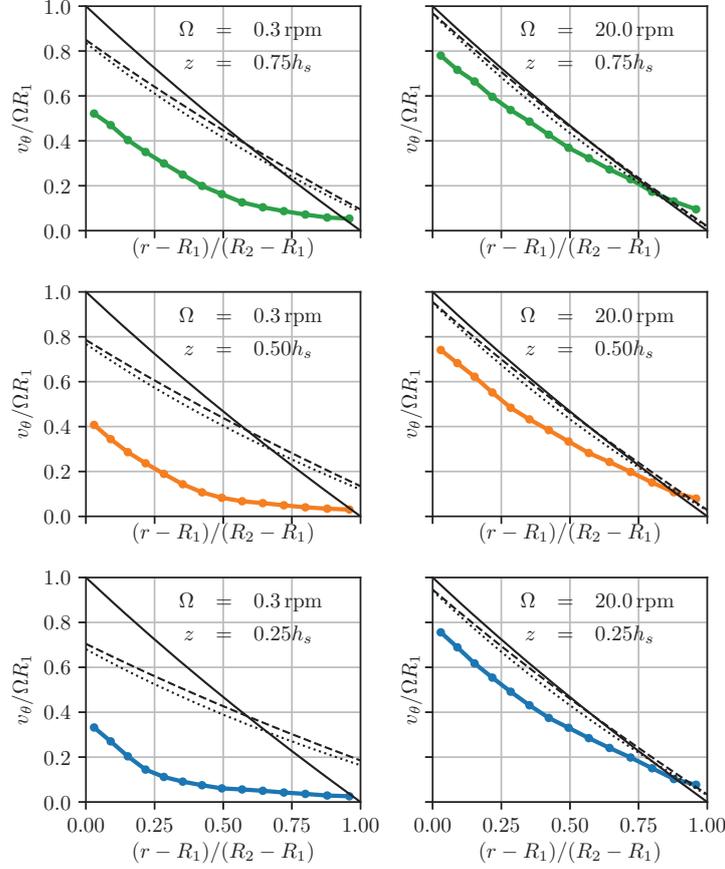


FIGURE 3. Azimuthal velocity profiles measured for angular velocities: $\Omega = 0.3 \text{ rpm}$ and 20 rpm at three different heights: $h_s/4$, $h_s/2$ and $3h_s/4$. Are also shown the theoretical profiles corresponding to the mean particle volume fraction measured at the corresponding heights. Solid lines: Newtonian profiles without wall slip, dashed lines: Newtonian profiles with wall slip evaluated from Jana *et al.* (1995), dotted lines: shear-thinning profiles (3.1) computed with $n = 0.7$ and wall slip evaluated from Jana *et al.* (1995).

with

$$\Sigma_{zz} = \Sigma_{33} \cos \theta_3 + \Sigma_{22} \sin \theta_3 \quad (4.6)$$

and (see figure 5)

$$\tan \theta_3 = -\frac{\frac{\partial v_\theta}{\partial z}}{r \frac{\partial (v_\theta/r)}{\partial r}} \quad (4.7)$$

Then, writing $\Sigma_{22} = \frac{\lambda_2}{\lambda_3} \Sigma_{33}$ (Morris & Boulay 1999), we obtain the following relation between Σ_{zz} and Σ_{33} :

$$\Sigma_{33} = \frac{\sqrt{1 + \tan^2 \theta_3}}{1 + \frac{\lambda_2}{\lambda_3} \tan \theta_3} \Sigma_{zz} \quad (4.8)$$

with, according to (Morris & Boulay 1999), $\lambda_2/\lambda_3 = \mathcal{O}(2)$.

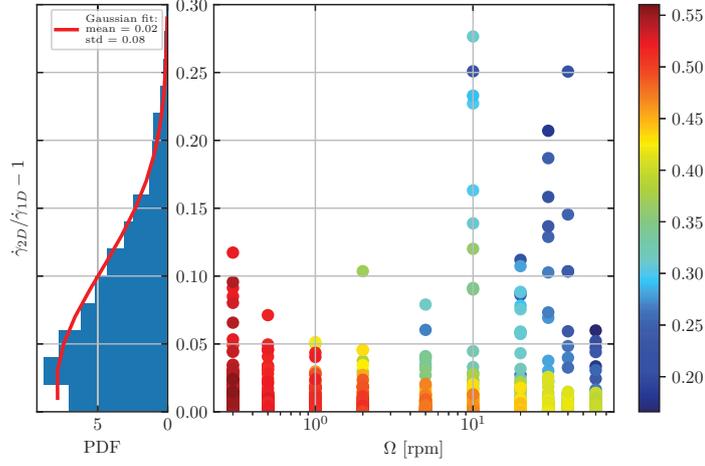


FIGURE 4. Ratio between the shear rate evaluated considering that the flow is 2D (4.2) and the shear rate calculated for a 1D flow.

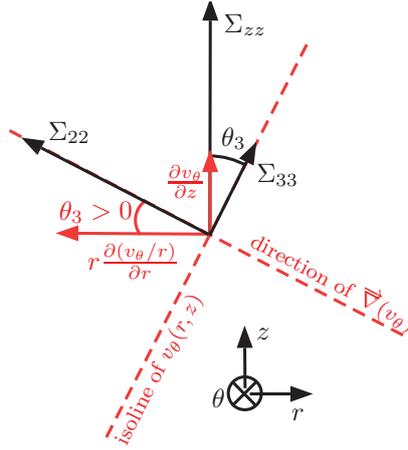


FIGURE 5. θ_3 is defined as the angle between the local vorticity and the vertical direction z . θ_3 is computed from the z and r derivatives of v_θ .

Thus if the flow can be approximated by a 1D flow, $\theta_3 \approx 0$ and an estimate of the error that is made by equating Σ_{33} to Σ_{zz} can be obtained by evaluating $\tan \theta_3$ (4.7). In figure 6, both an histogram of the values of $\tan \theta_3$ and the variation of $\tan \theta_3$ with Ω and ϕ are shown. It is observed in the histogram that the mean value of θ_3 is very close to zero and the variation of θ_3 with Ω and ϕ shows that, in average, θ_3 deviates from 0 only for the lowest angular velocities and the highest particle volume fractions and that, in the worst cases, $\tan \theta = \mathcal{O}(0.1)$ which according to (4.8) leads to an error of about 15% on Σ_{33} .

This error should be compared to the data dispersion observed for the highest particle volume fractions in figure 10 of the paper, from which it can be concluded that is negligible and that the 1D flow approximation that has been made for processing the data is relevant.

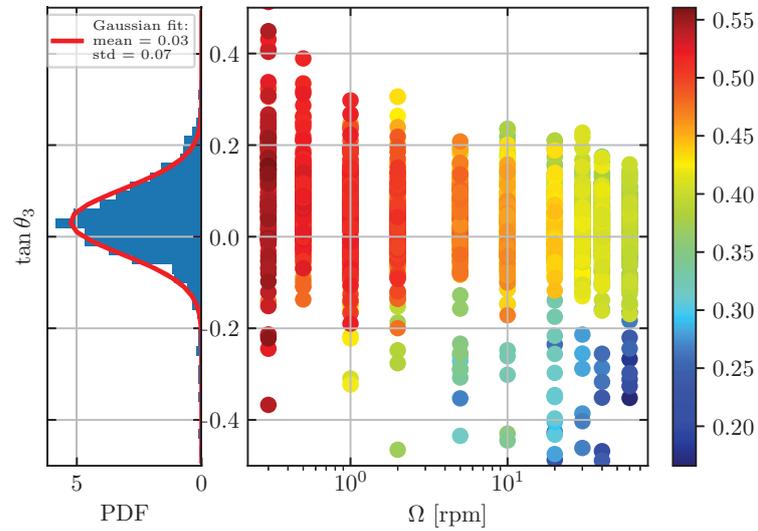


FIGURE 6. Tangent of the angle between the local vorticity and z . left histogram of $\tan \theta_3$, right: variation of $\tan \theta_3$ with the angular velocity for different particle concentrations whose value is given by the color bar.

REFERENCES

- JANA, SC, KAPOOR, B & ACRIVOS, A 1995 Apparent wall slip velocity coefficients in concentrated suspensions of noncolloidal particles. *Journal of Rheology* **39** (6), 1123–1132.
- MORRIS, JEFFREY F & BOULAY, FABIENNE 1999 Curvilinear flows of noncolloidal suspensions: The role of normal stresses. *Journal of rheology* **43** (5), 1213–1237.

4.3 Resuspension visqueuse de particules solides dans un écoulement de Couette cylindrique : Lien avec les contraintes normales particulières (Partie 2/2).

Je reprends ici mon étude sur la resuspension visqueuse que je complète à l'aide du chapitre 3 dont je me sers pour déterminer localement la contrainte de cisaillement au sein de l'entrefer. En effet, à l'aide de mon montage expérimental, j'ai pu mesurer localement la concentration ϕ et le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ mais pas la contrainte de cisaillement Σ_{12} puisque, rappelons-le, la suspension est hétérogène dans la direction verticale. Or, la littérature montre que la connaissance de cette quantité est essentielle en rhéologie des suspensions puisqu'on s'attend à ce que les contraintes normales particulières soient proportionnelles aux contraintes de cisaillement [Boyer et al., 2011; Gadala-Maria and Acrivos, 1980; Zarraga et al., 2000]. Nous allons alors supposer que les lois constitutives et en particulier $\eta_s(\phi, \Sigma_{12})$ sont les mêmes pour la suspension isodense et la suspension non isodense. C'est une hypothèse forte mais qui trouve une justification partielle dans le fait que les particules qui constituent les deux suspensions sont les mêmes et que les caractéristiques physico-chimiques du fluide suspendant sont à peu près équivalentes (les deux fluides sont à base de Triton X100). Donc, dans la suite, nous déterminerons le champs de contrainte à partir de la mesure des champs de taux de cisaillement et de fraction volumique en inversant la relation : $\Sigma_{12} = \eta_s(\phi, \Sigma_{12}) \times \dot{\gamma}$.

Plus précisément, nous avons vu au chapitre précédent que la variation de la viscosité avec la contrainte de cisaillement pouvait être représentée par l'introduction d'une fraction volumique de blocage variable avec Σ_{12} [Richards et al., 2020] :

$$\phi_m = \phi_m^{inf} + (\phi_m^{sup} - \phi_m^{inf}) \times e^{-\tau_c/\Sigma_{12}} \quad (4.5)$$

avec, dans le cas de la suspension étudiée, $\phi_m^{sup} = 0.626$, $\phi_m^{inf} = 0.560$ et $\tau_c = 20.1$ Pa. D'autre part, on peut reprendre la première loi constitutive η_s de Zarraga et al. [2000] dont on s'est servi pour caractériser le comportement rhéologique de la suspension isodense et s'en servir pour déduire la contrainte de cisaillement :

$$\Sigma_{12} = \eta_s \eta_0 \dot{\gamma} = \left(1 - \frac{\phi}{\phi_m}\right)^{-3} e^{-2.34\phi} \eta_0 \dot{\gamma} \quad (4.6)$$

Ainsi, en recoupant ces deux équations, on obtient finalement l'équation suivante :

$$\left(1 - \frac{\phi}{\phi_m^{inf} + (\phi_m^{sup} - \phi_m^{inf}) \times e^{-\tau_c/\Sigma_{12}}}\right)^{-3} e^{-2.34\phi} \eta_0 \dot{\gamma} - \Sigma_{12} = 0 \quad (4.7)$$

Puisqu'on connaît la cartographie de ϕ et de $\dot{\gamma}$ pour chaque expérience de resuspension, on peut résoudre numériquement cette équation implicite en Σ_{12} pour en déduire la cartographie de la contrainte de cisaillement (voir les cartographies de la seconde ligne sur la figure 4.8). A présent, nous avons toutes les quantités pour étudier correctement le phénomène de resuspension : $\phi(r, z)$ (dont on a déduit $\Sigma_{33}^p(r, z)$), $\dot{\gamma}(r, z)$ et $\Sigma_{12}(r, z)$. Notons que la connaissance de $\Sigma_{12}(r, z)$ pour chaque expérience de resuspension, nous permet de connaître $\phi_m(r, z)$ via l'équation 4.5 pour chaque expérience de resuspension. Ainsi, la troisième ligne de la figure 4.8 représente la cartographie du rapport ϕ/ϕ_m pour chaque expérience de resuspension.

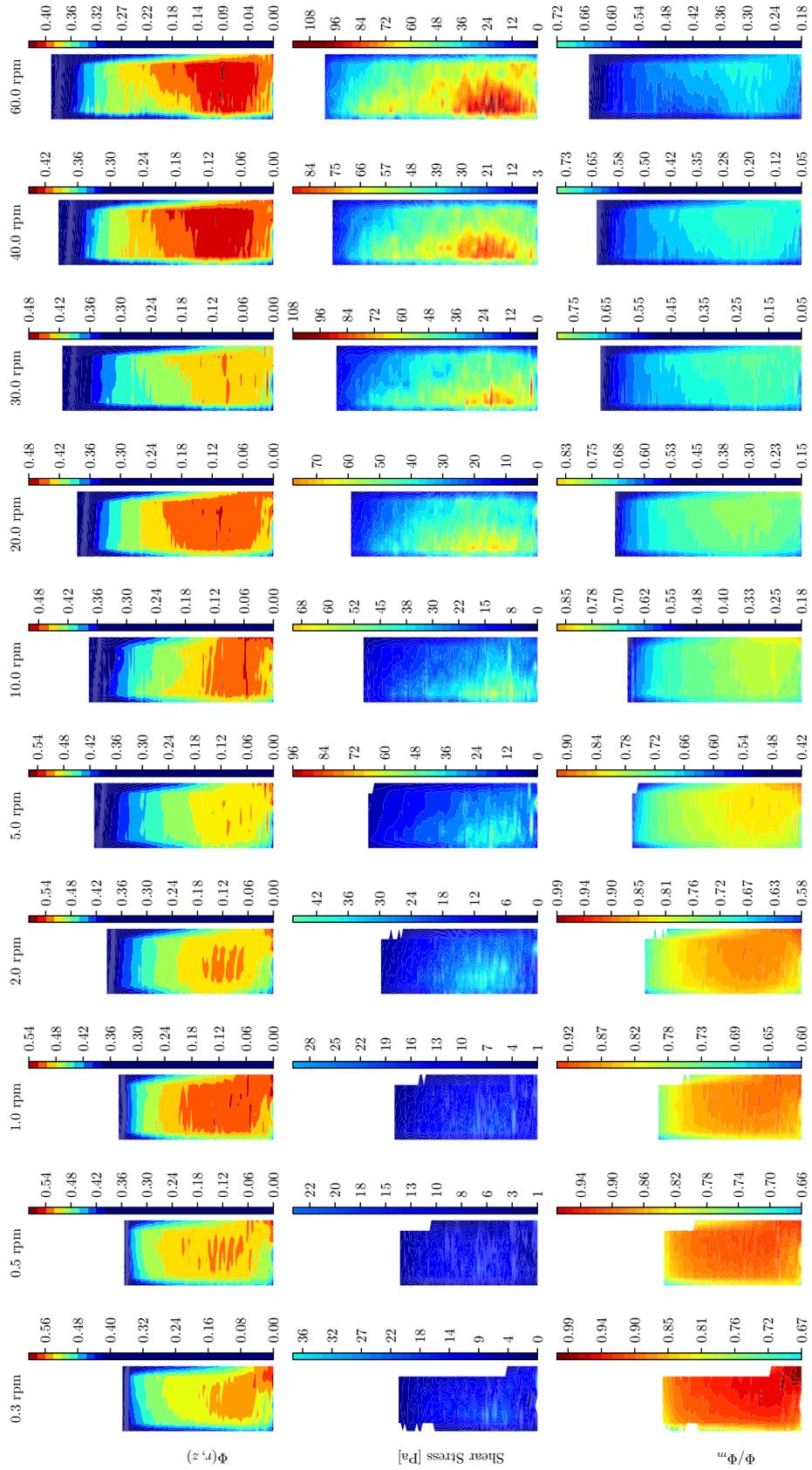


FIGURE 4.8 – Première ligne : Cartographie de la fraction volumique pour chaque expérience de resuspension. Seconde ligne : cartographie de la contrainte de cisaillement déduite de l'équation 4.7 et des mesures de ϕ et de $\dot{\gamma}$ pour chaque expérience de resuspension. Troisième ligne : cartographie de ϕ/ϕ_m . ϕ_m est déduite de la cartographie de la contrainte de cisaillement et de l'équation 4.5 pour chaque expérience de resuspension.

4.3.1 Détermination du rapport $\Sigma_{33}^p / \Sigma_{22}^p$

Le rapport de la troisième contrainte normale particulière sur la première, $\lambda_3 = \Sigma_{33}^p / \Sigma_{11}^p$, est un paramètre qui joue un rôle important dans l'étude de la migration induite par un cisaillement. En particulier, l'absence de migration notable en écoulement torsionnel plan/plan a permis de fixer sa valeur à 1/2 [Morris and Boulay, 1999]. Nos expériences menées d'une part sur la suspension isodense (chapitre 3) et maintenant sur la resuspension visqueuse nous permettent de déterminer le rapport $\Sigma_{33}^p / \Sigma_{22}^p = \lambda_3 / \lambda_2$. Rappelons que les ordres de grandeur donnés dans la littérature pour la première différence de contrainte normale de contact nous ont permis de faire l'hypothèse $\lambda_2 \approx 1$, qui nous permet maintenant d'écrire $\lambda_3 / \lambda_2 \approx \lambda_3$. La figure 4.9 montre la variation de λ_3 avec ϕ / ϕ_m , sous l'hypothèse que $\lambda_2 \approx 1$. λ_3 ne varie pas significativement avec ϕ / ϕ_m et sa valeur moyennée sur l'ensemble des mesures présentées sur la figure 4.9, $\bar{\lambda}_3 = 0.504$, est très proche de celle qui est donnée dans la littérature alors même que nous la déduisons de deux expériences indépendantes l'une de l'autre. Nous pouvons nous demander si, d'une part, sa valeur très proche de 0.5 n'est pas une justification *à posteriori* de l'hypothèse $\lambda_2 \approx 1$ et si, d'autre part, la faible décroissance observée quand ϕ / ϕ_m augmente ne provient pas, en partie au moins, de la variation de λ_2 [Dbouk et al., 2013; Gallier et al., 2014] qui n'a pas été prise en compte ici, ni pour déterminer Σ_{22}^p , ni pour déduire λ_3 du rapport $\Sigma_{33}^p / \Sigma_{22}^p$.

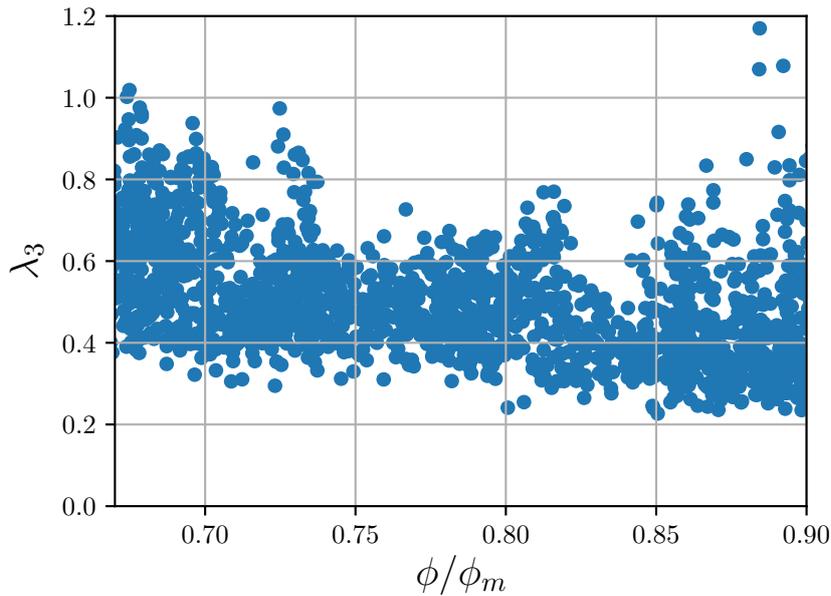


FIGURE 4.9 – $\Sigma_{33}^p / \Sigma_{22}^p = \lambda_3 / \lambda_2 \approx \lambda_3$. La valeur de Σ_{22}^p est déduite de la corrélation 3.26 de $q(\phi / \phi_m)$ obtenue au chapitre 3 dans le domaine $0.67 < \phi / \phi_m < 0.90$.

4.3.2 Variation de Σ_{33}^p avec la contrainte de cisaillement

Nous avons fait mention dans l'article qui constitue la première partie de ce chapitre d'un résultat inattendu selon lequel Σ_{33}^p variait selon une loi de puissance avec un exposant voisin de 0.7, indépendamment de la fraction volumique. Nous avons noté que ce résultat était très surprenant car on s'attend à ce que les contraintes normales particulières soient proportionnelles à la contrainte de cisaillement dont la variation avec le taux de cisaillement peut éventuellement s'écrire sous forme d'une loi de puissance mais avec

un exposant qui décroît quand ϕ augmente. Les expériences menées sur la suspension isodense nous ayant donné accès au champs de contrainte dans la suspension non isodense², nous pouvons maintenant réexaminer cette question de la dépendance de Σ_{33}^p avec la contrainte de cisaillement. La figure 4.10 trace l'évolution de Σ_{33}^p en fonction de la contrainte de cisaillement Σ_{12} pour chaque concentration de la suspension rencontrée au cours des différentes expériences de resuspension. On observe notamment qu'il y a bien une relation linéaire entre Σ_{33}^p et Σ_{12} pour $\phi \leq 0.51$. Dans les cas où $\phi > 0.51$, les points sont difficilement ajustables : ces courbes sont obtenues pour des taux de cisaillement très petits où les incertitudes liées à la PIV jouent sûrement un rôle et donnent sans doute une valeur imprécise de la contrainte de cisaillement. De plus, la variation de Σ_{12} est faible et sans doute restreinte par la présence d'une contrainte seuil comme nous l'avons vu lorsque nous avons ajusté les résultats de rhéologie obtenus sur la suspension isodense avec une loi d'Herschel-Bulkley (voir section 3.4.2.3 du chapitre précédent). Les figures 4.11(a) et 4.11(b) représentent respectivement l'évolution du coefficient directeur et celle de l'ordonnée à l'origine des différents ajustements linéaires de la figure 4.10 en fonction de la fraction volumique. Pour $\phi \leq 0.51$, on observe ainsi que, comme on s'y attendait, Σ_{33}^p est approximativement proportionnel à Σ_{12} ($\Sigma_{33}^p(\Sigma_{12} = 0) \approx 0$) avec un coefficient de proportionnalité qui croît lorsque la fraction volumique augmente.

4.3.3 Réinterprétation des résultats de resuspension : variation de α_3 avec ϕ/ϕ_m

Reprenons maintenant le graphe où je trace $\alpha_3 = \Sigma_{33}^p/\eta_0\dot{\gamma}$ en fonction de la fraction volumique et intéressons nous à la distribution de la contrainte de cisaillement (voir la figure 4.12(a) où la couleur des points est indexée sur la valeur de la contrainte de cisaillement). On y observe qu'à α_3 donné, la fraction volumique est d'autant plus grande que la contrainte de cisaillement augmente. Or, plus la contrainte de cisaillement est grande, plus la fraction volumique de blocage est grande. C'est pourquoi, en traçant α_3 en fonction de ϕ/ϕ_m , on observe un resserrement des points (voir figure 4.12(b)) et plus aucun classement par valeur de contrainte n'est observé. La dispersion résiduelle des points n'est cependant pas négligeable. Elle peut trouver sa cause dans les incertitudes expérimentales ou encore dans des raisons plus intrinsèques. Il est en particulier possible que α_3 dépende à la fois de ϕ et du rapport ϕ/ϕ_m comme cela est établi par les travaux de Zarraga et al. [2000] : $\alpha_3 = \phi^3/(1 - \phi/\phi_m)^3$. C'est aussi ce que nous avons observé au chapitre isodense pour $\alpha_2 = \Sigma_{22}^p/\eta_0\dot{\gamma} = q_2(\phi/\phi_m) \times \eta_s(\phi, \phi/\phi_m)$.

4.3.4 Friction macroscopique de la suspension : Rhéologie $\mu(I_\nu)$

Une autre manière usuelle qui synthétise toute cette vision est de tracer, d'une part l'évolution du coefficient de friction macroscopique μ et d'autre part celle du rapport ϕ/ϕ_m en fonction du nombre visqueux I_ν . C'est que je fais sur la figure 4.13. Initialement, μ et I_ν sont tous les deux définis par Boyer et al. [2011] tels que : $\mu = \Sigma_{12}/\Sigma_{22}^p$ ³ et $I_\nu = 1/\eta_n$. Les deux lignes rouges sur la figure 4.13 représentent respectivement les fonctions $\mu(I_\nu)$ et $\phi/\phi_m(I_\nu)$ établies par Boyer et al. [2011]. Concernant mes propres travaux, j'ai également pu déterminer ces deux fonctions au cours de mon étude sur la suspension isodense et

2. sous l'hypothèse que les lois constitutives sont les mêmes pour les deux suspensions

3. soit l'inverse de la fonction q_2

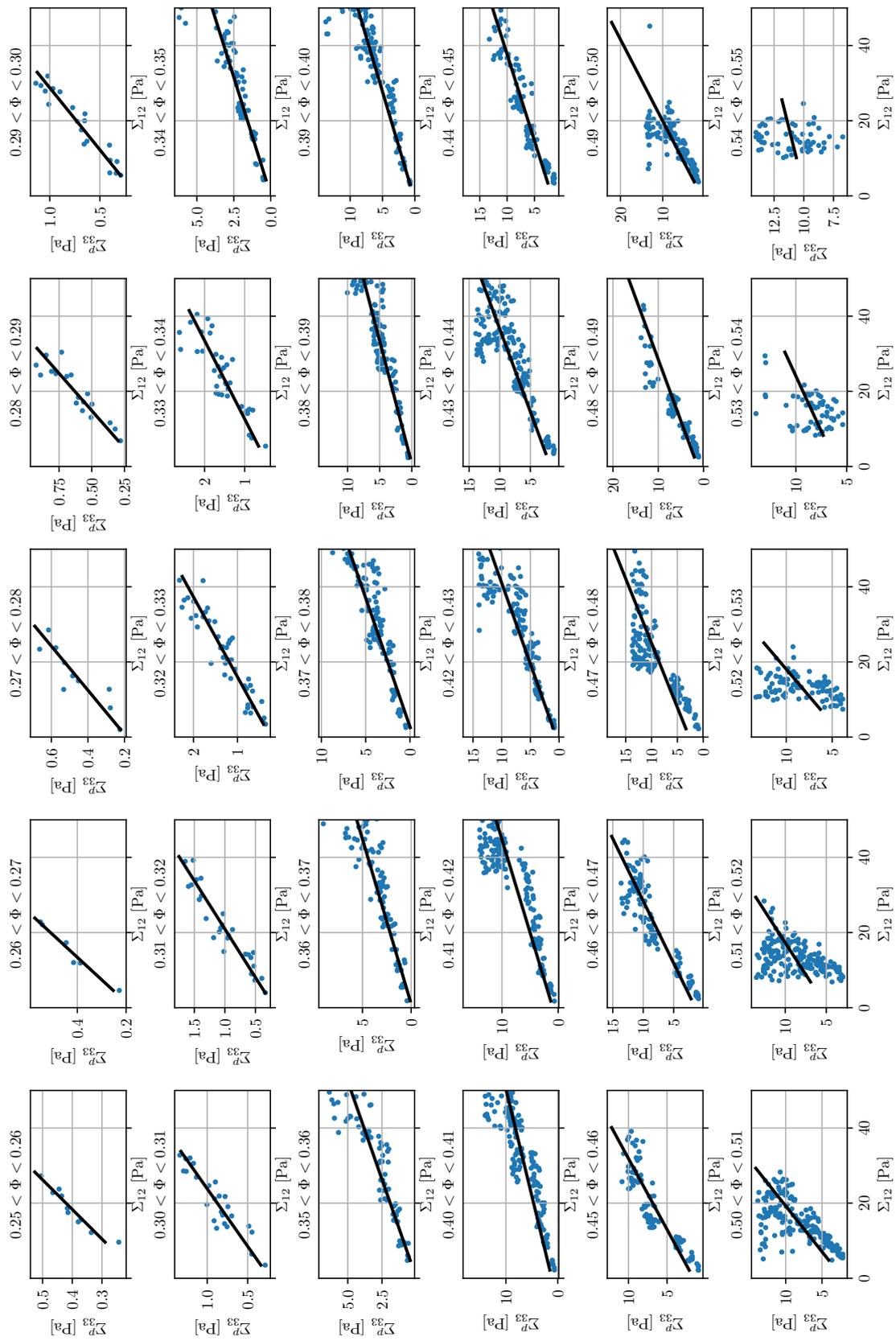


FIGURE 4.10 – Évolution de la troisième contrainte particulière en fonction de la contrainte de cisaillement pour chaque concentration mesurée au cours des différentes expériences de resuspension.

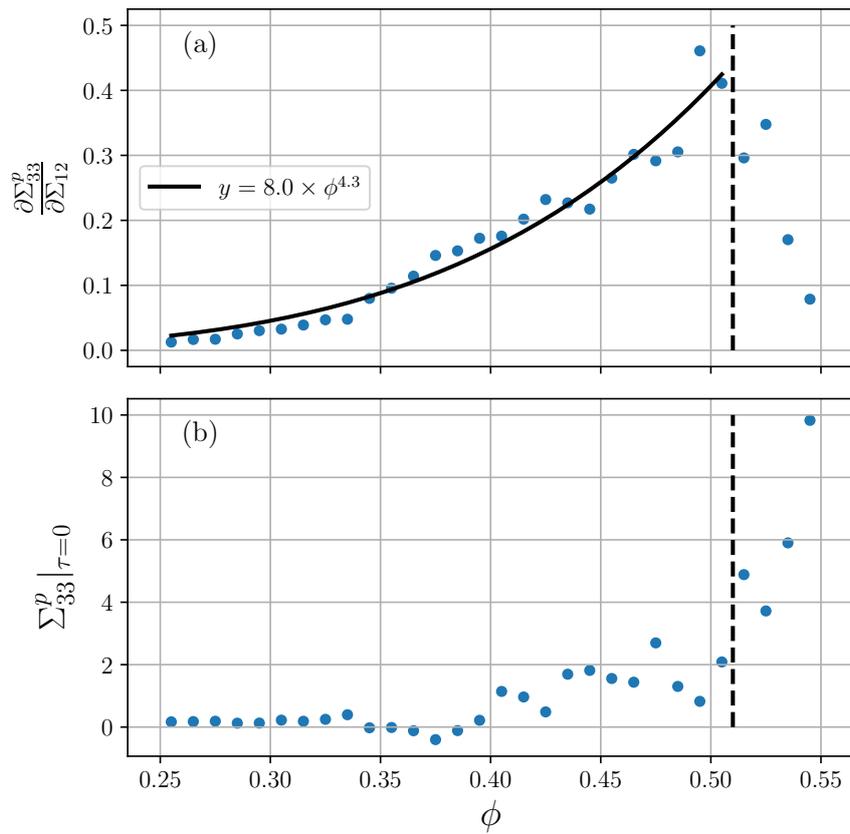


FIGURE 4.11 – Évolution du coefficient directeur (a) et de l'ordonnée à l'origine (b) lorsqu'on ajuste linéairement les mesures de la troisième contrainte normale particulière en fonction de la contrainte de cisaillement. La variation $\partial \Sigma_{33}^p / \partial \Sigma_{12}$ en fonction de ϕ (pour $\phi < 0.51$) est ajustée suivant une loi de puissance : $y = a \times x^n$ où a et n sont laissés en paramètres libres.

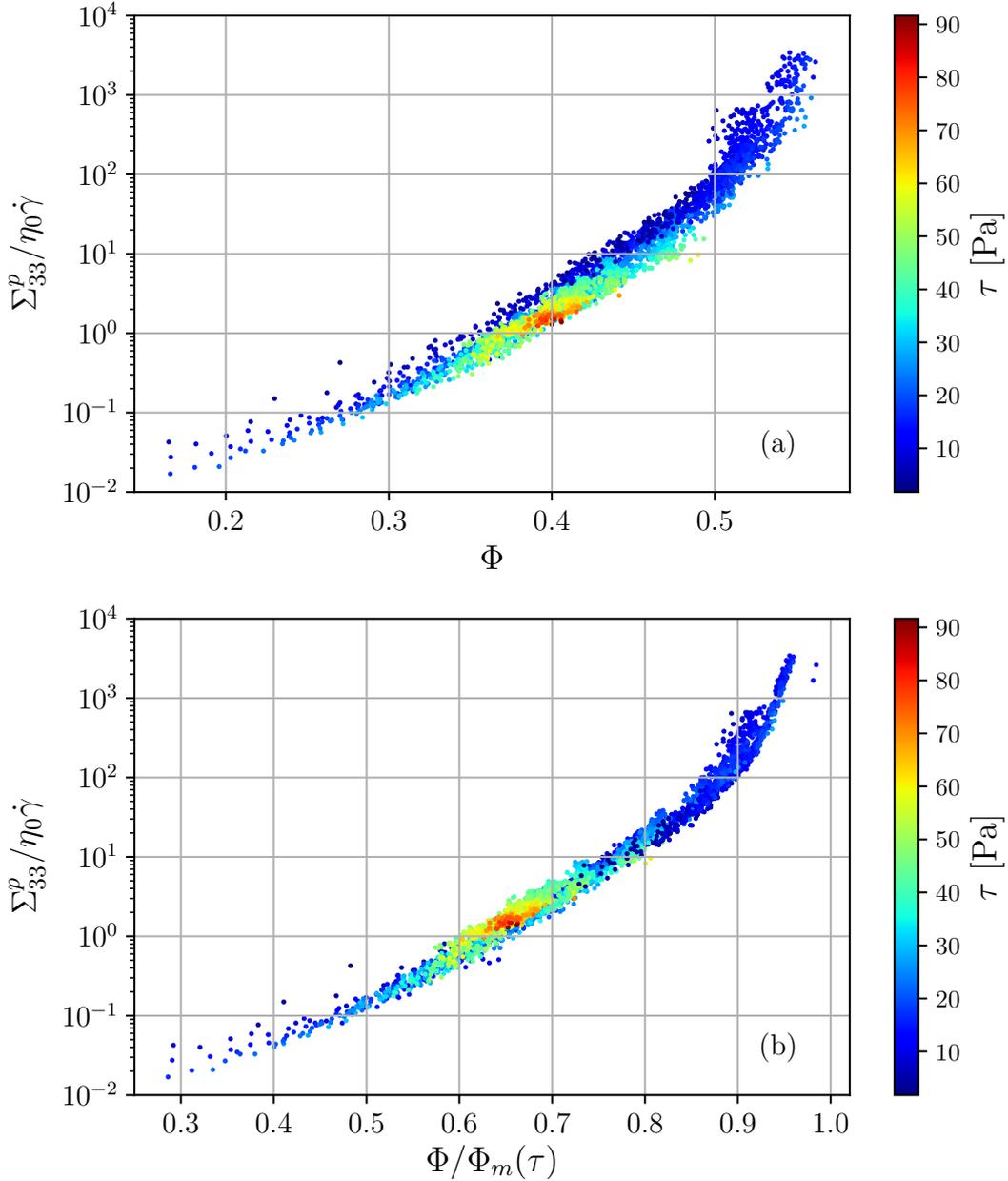


FIGURE 4.12 – Première ligne : Évolution de α_3 en fonction de ϕ . Seconde ligne : Évolution de α_3 en fonction de ϕ/ϕ_m . Troisième ligne : Évolution de Σ_{33}^p en fonction de Σ_{12} . Barre de couleur : contrainte de cisaillement.

j'ai représenté leur évolution sur la figure 4.13 en orange. On observe notamment que cela concerne un petit domaine du nombre visqueux I_v (environ deux décades) et qu'il y a une petite différence avec les fonctions établies par Boyer et al. [2011]. L'étude de la resuspension permet également de déterminer ces deux quantités puisque, en utilisant l'écriture proposée par Morris and Boulay [1999] dans le SBM on a :

$$\Sigma_{22}^p = \frac{\lambda_2}{\lambda_3} \times \Sigma_{33}^p \quad \& \quad \eta_n = \frac{1}{\lambda_3} \frac{\Sigma_{33}^p}{\eta_0 \dot{\gamma}} \quad (4.8)$$

Ce qui permet de déduire les quantités μ et I_v telles que :

$$\mu = \frac{\lambda_3}{\lambda_2} \frac{\Sigma_{12}}{\Sigma_{33}^p} \quad \& \quad I_v = \lambda_3 \frac{\eta_0 \dot{\gamma}}{\Sigma_{33}^p} \quad (4.9)$$

Ω [tr/min]	0,3	0,5	1	2	5	10	20	30	40	60
M_Σ [μNm]	782 \pm 58	653 \pm 20	866 \pm 15	1094 \pm 30	1418 \pm 67	2153 \pm 157	2971 \pm 147	3581 \pm 164	4466 \pm 226	5629 \pm 147
M [μNm]	810	880	980	1180	1600	2320	3700	4900	5730	7870

TABLEAU 4.1 – M_Σ : Couples calculés à partir du champ de $\Sigma_{12}(r, z)$ pour l'ensemble des expériences de resuspensions. M : Couples mesurés par le rhéomètre (erreur absolue : $\pm 100 \mu Nm$).

En posant alors $\lambda_2 = 1$ et $\lambda_3 = 0.5$, les mesures de resuspension peuvent être utilisées pour tracer μ et ϕ/ϕ_m en fonction de I_ν (voir figure 4.13). Plusieurs commentaires sur la figure 4.13 sont maintenant nécessaires. Tout d'abord, on observe que les fonctions $\mu(I_\nu)$ et $\phi/\phi_m(I_\nu)$ que nous avons établies via mon étude sur la suspension isodense et celles établies via mon étude sur la suspension non isodense sont cohérentes entre elles, ce qui est normal puisque nous avons mesuré que le rapport $\Sigma_{33}^p/\Sigma_{22}^p$ avait une valeur très proche de 0.5. On pourra toutefois noter que l'étude sur la resuspension permet de mesurer ces deux quantités fondamentales sur un domaine bien plus large du nombre visqueux ($10^{-4} \lesssim I_\nu \lesssim 30$). Ce domaine est complémentaire de celui qui a été exploré par Boyer et al. [2011] ($10^{-6} \lesssim I_\nu \lesssim 0.5$). Il permet également de comparer nos résultats avec les résultats numériques de Chèvremont et al. [2019] ($10^{-4} \lesssim I_\nu \lesssim 10$) ou de Gallier [2014] ($10^{-1} \lesssim I_\nu \lesssim 10$). Ces différents résultats sont représentés sur les graphes de la figure 4.13. Nous observons que les valeurs de μ que nous mesurons sont un peu supérieures à celles de Boyer et al. [2011], Gallier [2014] ou Chèvremont et al. [2019]. Nous pouvons nous interroger sur les raisons de ces différences et en particulier nous demander si nous avons fait une erreur en mesurant μ qui, rappelons-le, est le rapport de Σ_{12} sur $\Sigma_{22}^p \approx 2\Sigma_{33}^p$. La mesure de $\lambda_3 = 0.5$ par l'intermédiaire de deux expériences indépendantes l'une de l'autre nous donne un degré de confiance élevé dans la mesure des contraintes normales particulières. La mesure de la viscosité de cisaillement dans le cas isodense ou la reconstruction du champ de contrainte dans le cas des expériences de resuspension sont plus délicates et susceptibles d'être entachés d'erreurs. Pour tenter d'évaluer qualitativement celles-ci, nous avons comparé les valeurs du couple appliqué au rotor au couple reconstitué à partir du champ de contraintes ($M_\Sigma = 2\pi r^2 \int_0^{h_s} \Sigma_{12}(r, z) dz + M_L$) où M_L est la contribution du fluide clair au couple total. Le tableau 4.1 présente les valeurs du couple appliqué et celles qui ont été reconstruites à partir de la valeur de la contrainte moyennée à 4 positions radiales ($r = 20.3, 20.9, 21.5$ et 22.2 mm). La comparaison de ces valeurs obtenues pour les différentes vitesses angulaires montre un accord assez satisfaisant -sauf pour la plus grande vitesse angulaire, $\Omega = 60$ tr/min. Ces mesures ne permettent pas d'obtenir autre chose qu'un ordre de grandeur pour M_Σ en particulier car nous avons dû évaluer la contrainte y-compris au voisinage de l'interface Mercure/suspension, où nous avons vu que la qualité des images ne permettait pas d'accéder de façon fiable au champs de concentration et de vitesse. Donc l'accord qualitatif entre M et M_Σ indique que, si nous avons fait une erreur en déterminant Σ_{12} , elle n'est pas très élevée et ne permet sans doute pas d'expliquer les différences enregistrées entre nos valeurs de μ et celles qu'on trouve dans la littérature. Notons enfin que nos mesures de μ sont en très bon accord avec les valeurs de μ déduites des travaux de Zarraga et al. [2000] ($\mu = 1/q = 2/q_3$). Enfin, concernant l'allure des courbes $\mu(I_\nu)$ et $\phi/\phi_m(I_\nu)$, il faut se souvenir que nos résultats ont été obtenus sous l'hypothèse que $\lambda_2 = 1$ alors que des travaux numériques ont montré que λ_2 pouvait varier en fonction de la fraction volumique [Gallier et al., 2014]. Il est donc probable que l'allure des courbes $\mu(I_\nu)$ et $\phi/\phi_m(I_\nu)$ déduite de mes travaux pourraient être légèrement changée si λ_2 n'était pas rigoureusement égal à 1 mais variait un peu avec ϕ/ϕ_m .

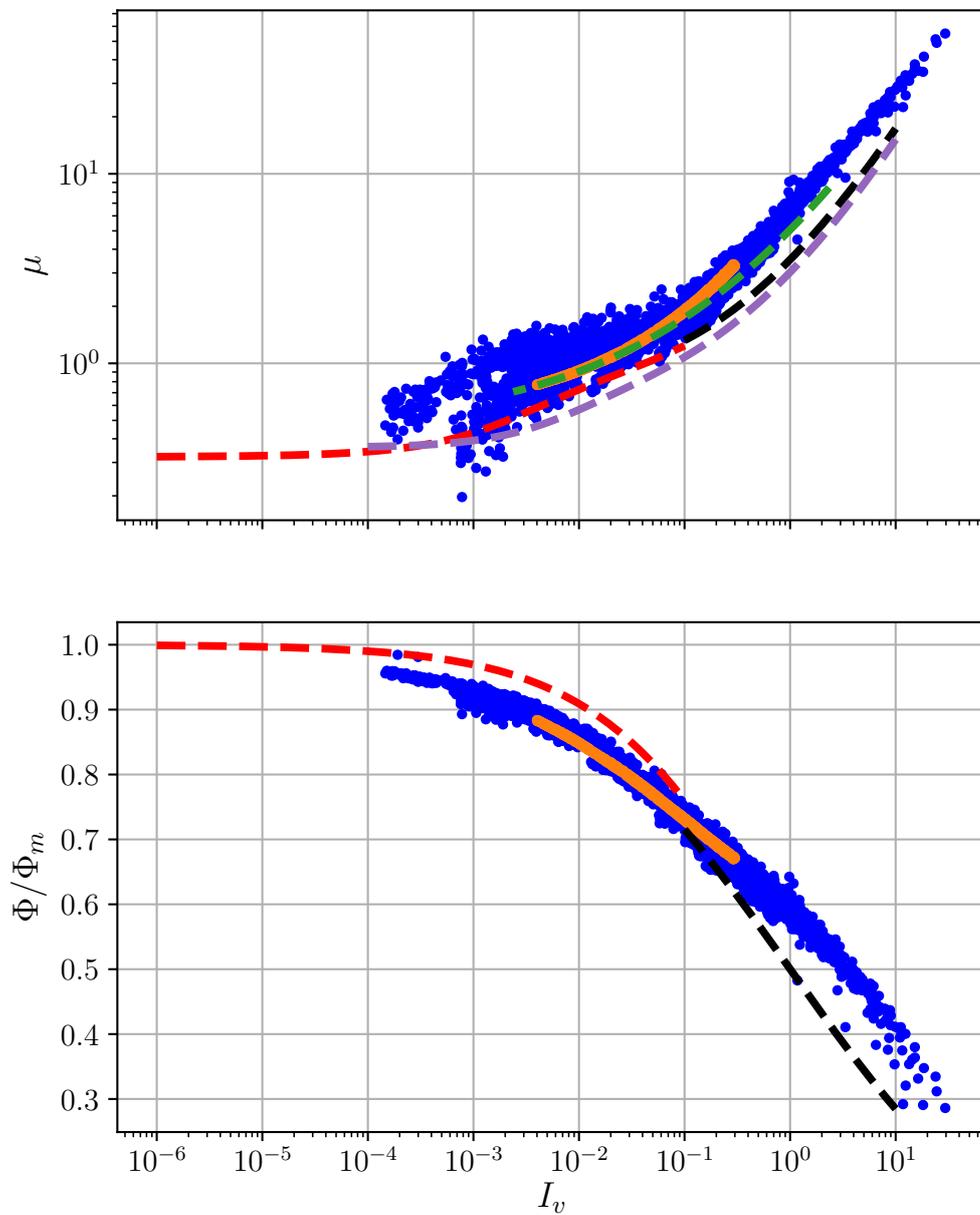


FIGURE 4.13 – Évolution du coefficient microscopique μ et du rapport ϕ/ϕ_m en fonction du nombre visqueux I_v . Bleu : à partir des expériences de resuspension ($\lambda_2 = 1$ & $\lambda_3 = 1/2$). Orange : à partir des expériences sur la suspension isodense et de la mesure de q_2 ($\lambda_2 = 1$). Rouge : lois de Boyer et al. [2011]. Vert : Travaux expérimentaux de Zarraga et al. [2000]. Noire : Travaux numériques de Gallier et al. [2014]. Violet : Travaux numériques de Chèvremont et al. [2019].

4.4 Resuspension visqueuse de particules solides dans un écoulement de Couette cylindrique : Particules Cubiques

4.4.1 Introduction

En rhéologie des suspensions concentrées, il est maintenant admis que, dans le régime frictionnel, les forces de contact entre les particules jouent un rôle prépondérant dans le comportement rhéologique de la suspension. Précédemment, j'ai montré que la resuspension visqueuse se révèle particulièrement pratique pour caractériser la rhéologie de la suspension via les lois constitutives η_s et η_n sur un large domaine de fraction volumique. Afin de compléter mes travaux, j'ai voulu déterminer ces deux lois constitutives pour un autre type de suspension. J'ai donc fabriqué des particules hexaédriques et j'ai étudié la resuspension visqueuse via le même dispositif expérimental que celui décrit précédemment.

La qualité des images ne m'a pas permis cette fois de faire une étude locale pour mesurer la concentration et la vitesse d'écoulement. J'ai donc simplement étudié la variation de la hauteur de resuspension h_s en fonction du nombre de Shields macroscopique A (déterminé à partir de la vitesse angulaire du rotor). Puis, j'ai suivi la méthode que [Zarraga et al. \[2000\]](#) ont utilisée pour déduire la contrainte normale particulaire, Σ_{33}^p , à partir des hauteurs de resuspension mesurées par [Acrivos et al. \[1993\]](#) pour une suspension de sphères. Cette méthode, décrite dans le chapitre 1, permet de déduire $\Sigma_{33}^p(\phi(0))$ de la hauteur totale de resuspension. $\phi(0)$ est la fraction volumique de la suspension en $z = 0$ et est donnée par :

$$\phi(0) = \frac{h_0\phi_0}{h_s - dh_s/d\ln A} \quad A = \frac{9}{2} \frac{\eta_0 \dot{\gamma}}{\Delta\rho g h_0} \quad (4.10)$$

h_0 est la hauteur de sédiment et ϕ_0 est la concentration au sein du sédiment. Je montre au cours de cette étude que la resuspension visqueuse est bien plus efficace pour resuspendre des particules hexaédriques que des particules sphériques. Malgré cette différence très notable, il est possible d'exprimer la variation de la hauteur de resuspension pour une suspension de particules cubiques en fonction du nombre de Shields par le même type de loi que celle utilisée par [Zarraga et al. \[2000\]](#) pour une suspension de sphères :

$$\frac{h_s}{h_0} = 1 + C \times A^{1/3} \quad (4.11)$$

[Zarraga et al. \[2000\]](#) montrent ensuite que : $\alpha_3 = 9\phi_0/2A$, ce qui permet de déduire $\alpha_3(\phi(0))$ connaissant la fraction volumique dans le sédiment ϕ_0 et en déduisant la fraction volumique au bas de la suspension $\phi(0)$ de la mesure de la hauteur (équations 4.10 et 4.11) :

$$\alpha_3(\phi(0)) = \frac{9\phi_0}{2} \left(\frac{2C}{3}\right)^3 \left(\frac{\phi(0)}{\phi_0 - \phi(0)}\right)^3 \quad (4.12)$$

4.4.2 Suspension de cubes

Les suspensions sont composées d'un mélange d'hexaèdres d'un volume $270 \times 270 \times 300 \mu m^3$ et de cubes de $300 \mu m$ de côté. Nous avons choisi de ne pas utiliser que des cubes pour éviter d'éventuels problèmes de cristallisation. La distribution en masse des deux types de particules est : $\%_m(\text{cubes}) \approx 0.66$ et $\%_m(\text{hexaèdres}) \approx 0.34$. Ces particules

solides sont faites en résine époxy photoréticulable (résine *SUEX, Micro Resist*). La densité est égale à $1.19.10^3 \text{ kg/m}^3$ pour une température ambiante $T = 23^\circ\text{C}$. Le protocole expérimental de fabrication des particules découle de recherches et d'essais menés en collaboration avec l'enseignante-chercheuse Céline Cohen de l'Institut de Physique de Nice. Les particules sont créées en superposant un masque sur un film de résine epoxy photo-réticulable d'épaisseur voulue ($300 \mu\text{m}$ ici) [Helgeson et al., 2011]. Deux masques différents sont utilisés. Le premier est percé de trous carrés dispersés de manière régulière⁴ et faisant une taille de $270 \times 270 \mu\text{m}^2$ tandis que les trous carrés du second masque font une taille de $300 \times 300 \mu\text{m}^2$ ⁵. L'ensemble plaque de résine et masque est ensuite placé sous une lampe UV pendant un certain temps afin de polymériser les régions exposées aux UVs. Pour une épaisseur de film de $300 \mu\text{m}$, le temps d'insolation est de 4 minutes environ. Les masques sont ensuite retirés puis le film de résine est progressivement chauffé dans une étuve pour solidifier les régions préalablement insolées : 5 min à 65°C puis 95°C pendant 10 minutes. Une petite astuce consiste à placer les films sur un plat de PDMS pour pouvoir les décoller plus facilement après les avoir mis à l'étuve. Finalement, le film de résine est baigné plusieurs fois dans un développeur (du PGMEA), puis rincé à l'éthanol, et finalement à l'eau distillée. Les particules sont enfin séchées et prêtes à l'emploi. La figure 4.14 permet de visualiser les particules créées par ce protocole.

Ces particules sont ensuite dispersées dans une huile newtonienne (Cargille) dont la viscosité est mesurée égale à $0.104 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ et la densité est donnée par la société Cargille : $\rho_f = 1.097 \text{ g/cm}^3$ et dans laquelle j'ai rajouté une pointe de spatule de Nile Blue A (Sigma-Aldrich). Les particules sont ensuite rajoutées à la matrice liquide newtonienne pour obtenir la suspension non isodense composée d'hexaèdres. Malheureusement, nous n'avons pas été en mesure d'obtenir une transparence du milieu suffisamment bonne pour étudier les champs de concentration et de vitesse à l'intérieur de l'entrefer. Cela fut assez surprenant car, normalement, les indices de réfraction de la résine et de l'huile Cargille devaient tous les deux être proches de 1.59. Nous avons alors cherché à comprendre pourquoi.

Lorsqu'on observe les hexaèdres au microscope optique, ils semblent avoir une forme régulière et une taille bien contrôlée. Cependant, en observant des hexaèdres un peu plus petits ($100 \mu\text{m}$ de côté), fabriqué de la même façon, au Microscope électronique à balayage (figure 4.15), nous avons pu observé qu'en réalité les cubes fabriqués par photolithographie avaient des faces très rugueuses et qu'une partie des particules étaient poreuses. Ces pores sont de petite taille (de l'ordre de quelques microns) si bien qu'il est très probable que le liquide suspendant ne puisse pas s'y introduire. La présence d'air dans les particules conduit alors à une dispersion de l'indice de réfraction des particules rendant impossible l'obtention d'un milieu transparent. Je n'ai donc pas réussi à mesurer, comme je l'avais fait avec les suspensions de particules sphériques, les profils de concentration et de vitesse.

Une autre observation surprenante au niveau de ces particules est que, une fois rajoutées à la matrice liquide contenant le fluorochrome, celui-ci a tendance à s'adsorber à la surface des particules. Quand la nappe laser croise les particules, leur surfaces fluorescent, comme on peut le voir sur la photo de la figure 4.16 qui présente un exemple d'image de sédiment de la suspension.

4. un trou tous les $100 \mu\text{m}$

5. la période spatiale des trous est identique aux deux masques

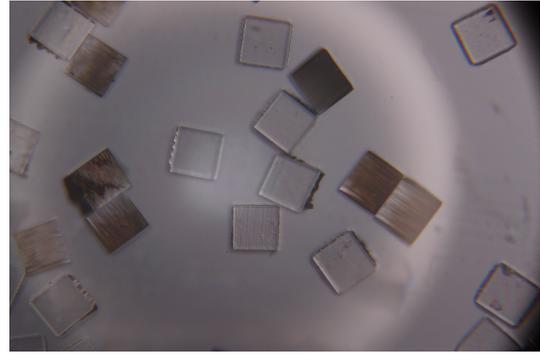
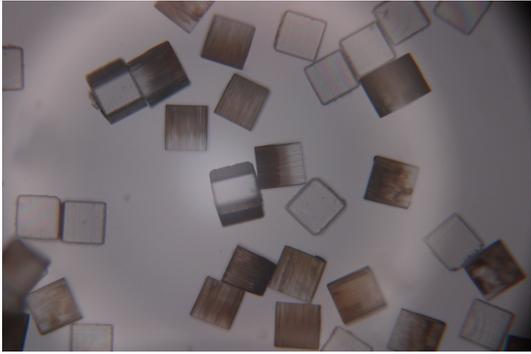


FIGURE 4.14 – Gauche : photos de cubes de volume $270 \times 270 \times 300 \mu m^3$. Droite : photos de cubes $300 \times 300 \times 300 \mu m^3$

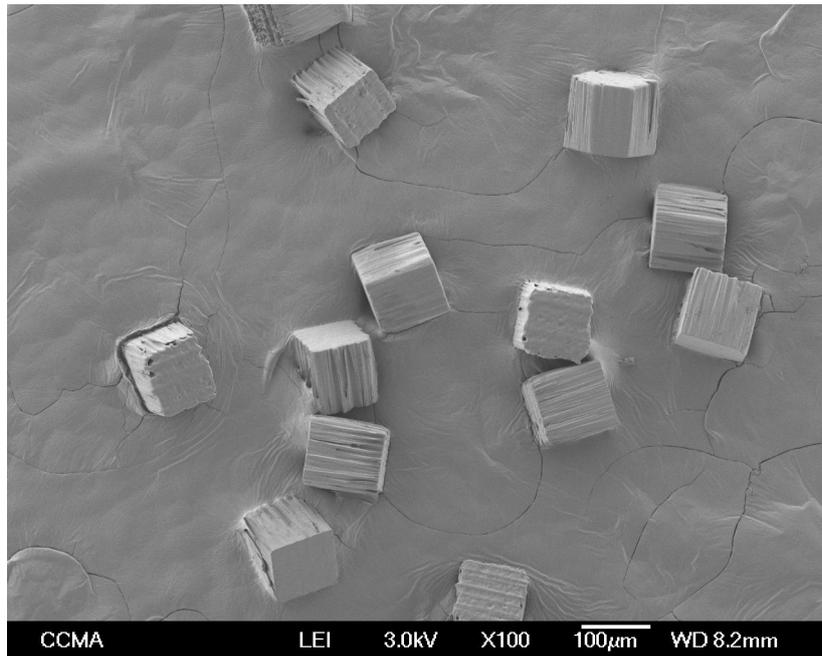


FIGURE 4.15 – Photo d'hexaèdres fabriqués par le protocole décrit (longueur de côté : $100 \mu m$), observés au microscope électronique à balayage.

4.4.3 Hauteur de resuspension

La figure 4.17 représente à nouveau une photographie du sédiment (photo de gauche) ainsi que les images obtenues par la somme de 10000 photos prises pour chaque expérience de resuspension (différentes valeurs de Ω). Le stator se trouve à gauche de chaque image tandis que le rotor se trouve à droite de chaque image. On comprend que s'il n'est pas possible de détecter les particules pour faire les mesures locales, en revanche, le front de la suspension est suffisamment visible pour mesurer avec précision la hauteur de la suspension pour les différentes vitesses angulaires du rotor ($\Omega = 0.5, 1, 2, 5, 10, 20, 30, 40$ et 60 tr/min). Enfin, dans le cas où Ω est suffisamment petit, on peut observer la structuration des particules au voisinage de la paroi du stator, ainsi qu'une région de l'entrefer en bas à gauche qui n'est pas cisailée.

Afin de mesurer les différentes hauteurs de la suspension, je mesure la variation de niveau de gris (moyennée à travers le gap) sur chaque image de resuspension correspondante à la somme des 10000 images (sauf pour le sédiment) prises lors de l'expérience de

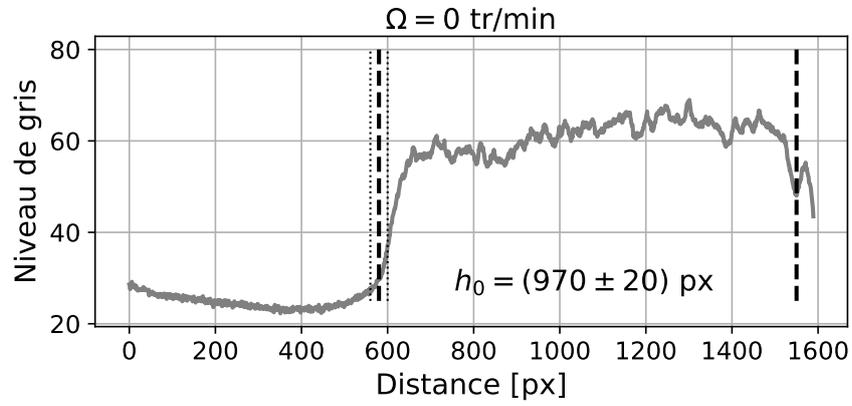
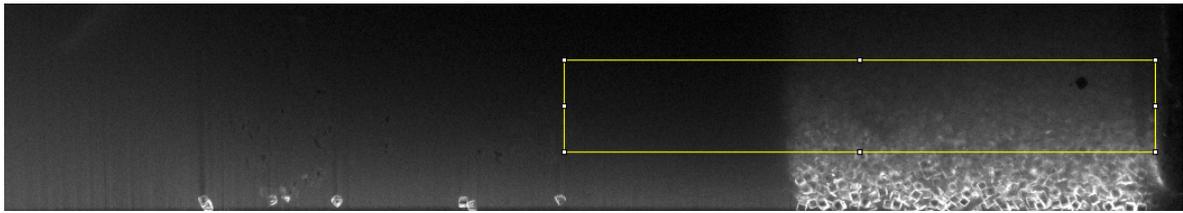


FIGURE 4.16 – Haut : Image du sédiment où l'encadré correspond à la zone où la variation du niveau de gris est mesurée. Bas : Variation de niveau de gris à l'intérieur de l'encadré jaune de l'image. Cela permet de mesurer la hauteur de sédiment h_0 en pixel.

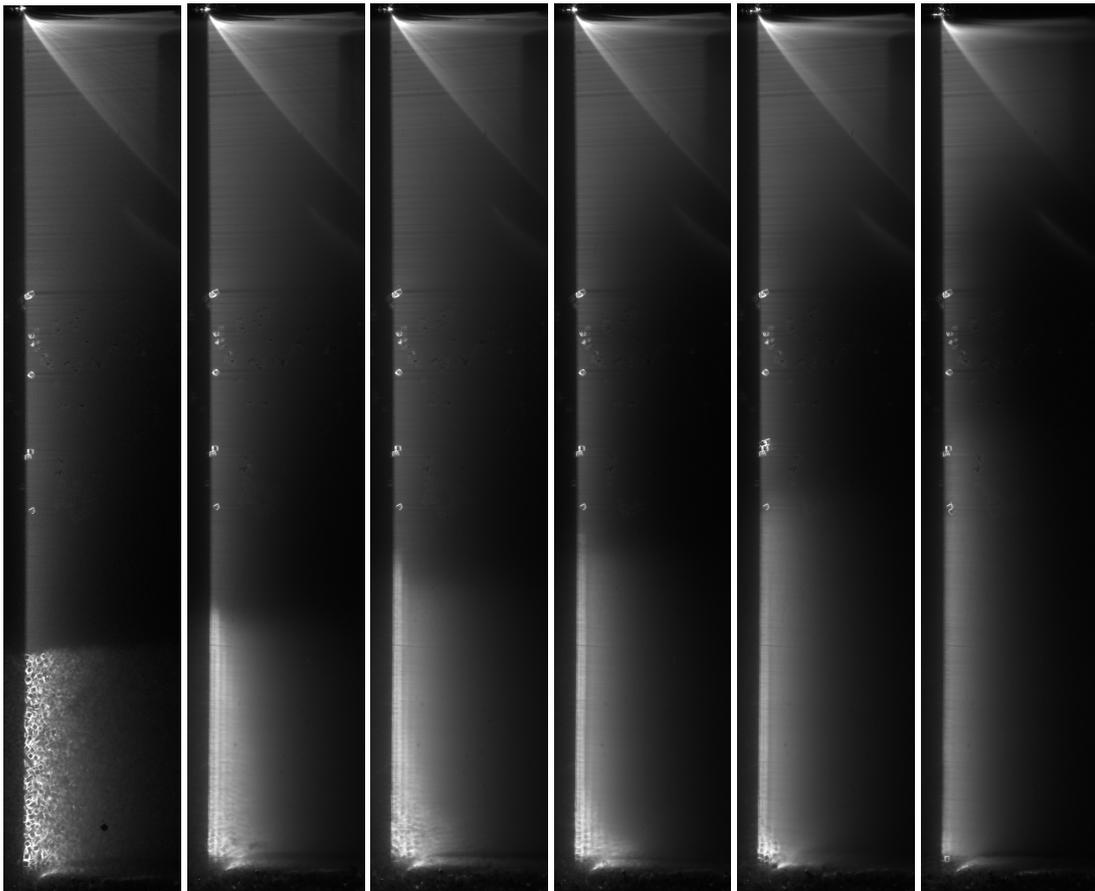


FIGURE 4.17 – De gauche à droite : Image du sédiment / Somme des 10 000 images pour : $\Omega = 0.5 \text{ tr/min}$ / $\Omega = 2 \text{ tr/min}$ / $\Omega = 5 \text{ tr/min}$ / $\Omega = 20 \text{ tr/min}$ / $\Omega = 60 \text{ tr/min}$.

resuspension correspondante. Il est important de comprendre que le gradient de niveau de gris ne permet pas de remonter au profil de concentration. En effet, puisque, comme nous l'avons vu, il a été impossible d'obtenir une suspension iso-indice, les caractéristiques de la nappe laser dans la suspension (intensité, épaisseur) varient spatialement de manière trop importante pour que la lumière de fluorescence ou ses variations soit une mesure de la fraction volumique. En revanche, les interfaces étant marquées par un fort gradient, on peut les détecter facilement. La figure 4.16 permet de visualiser ce traitement au niveau d'une image de sédiment tandis que les figures 4.18 et 4.19 permettent de visualiser comment je mesure h_s respectivement lorsque $\Omega = 0.5$ tr/min et $\Omega = 2$ tr/min. Le tableau 4.2 récapitule l'ensemble des hauteurs ainsi mesurées :

Ω [tr/min]	0	0.5	1	2	5	10	20	30	40	60
h_s [px]	970	1120	1170	1250	1410	1520	1645	1780	1850	1960
Δh_s [px]	20	50	50	50	50	50	50	50	70	50

TABLEAU 4.2 – Tableau regroupant les différentes hauteurs mesurées.

Ainsi, on peut déterminer la variation de la hauteur de la suspension normalisée par la hauteur de sédiment en fonction du nombre de Shields "macroscopique", que j'ajuste par une loi du type : $h/h_0 = 1 + C \times A^n$ (voir figure 4.20) [Zarraga et al., 2000]. Nous devons rester conscients que, en accord avec mes travaux précédents, le taux de cisaillement réel à l'intérieur de l'entrefer est probablement plus petit que celui estimé à partir de la vitesse angulaire du rotor (macroscopique), notamment en raison du glissement aux parois et un comportement non newtonien lorsque la suspension est concentrée. Puisque nous ne pouvons mesurer le taux de cisaillement réel à l'intérieur de l'entrefer, nous faisons l'approximation de prendre le taux de cisaillement "macroscopique". Ainsi, le nombre de Shields via lequel nous traçons la variation de la hauteur de resuspension (figure 4.20) est ici biaisé par cette approximation. On observe alors que la resuspension est plus efficace dans le cas de la suspension composée d'hexaèdres que dans le cas de la suspension de sphères. Par ailleurs, on observe que l'évolution de la hauteur de resuspension avec le nombre de Shields est assez semblable dans les deux cas d'étude : l'exposant de la loi d'ajustement noté n reste proche de 1/3 même si il est laissé en paramètre libre. La resuspension plus importante dans le cas de la suspension de cubes montre que les contraintes normales particulières sont plus grandes dans ce type de suspension que dans une suspension de sphères. Cela est sans doute à relier avec les observations que nous avons faites au chapitre 2 où nous nous intéressions à la comparaison des comportements d'une suspension de particules et d'une suspension de particules facettées. Nous avons alors observé que, pour une même fraction volumique, la viscosité des suspensions de particules facettées était très supérieure à celle des suspensions de particules sphériques. Ces résultats s'interprètent sans doute par l'augmentation des forces de contact entre particules quand elles sont de forme irrégulière.

4.4.4 Concentration au bas de la suspension

Ainsi, nous avons déterminé que la variation de la hauteur de resuspension pour la suspension composée d'hexaèdres peut être ajustée suivant une loi similaire à celle em-

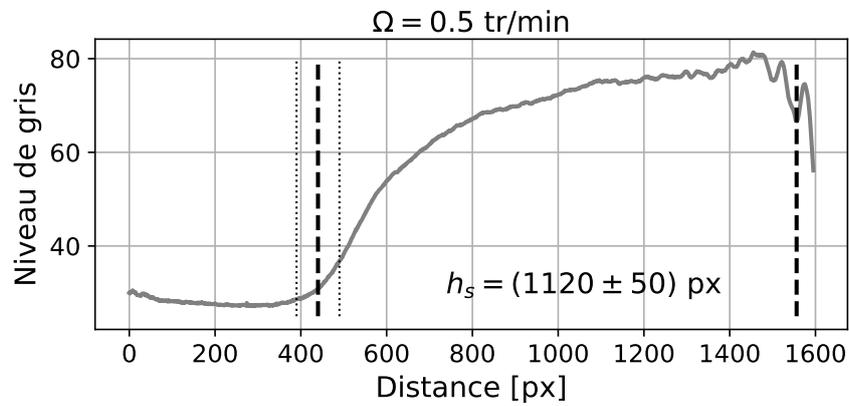
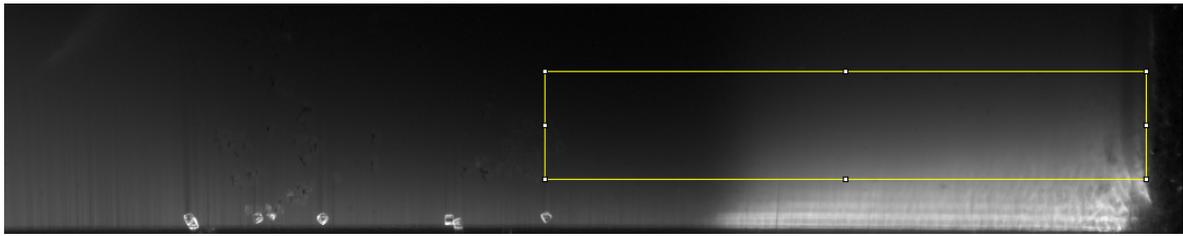


FIGURE 4.18 – Haut : Image de la somme cumulée des 10000 photos de la suspension lorsque $\Omega = 2 \text{ tr/min}$ où l’encadré jaune correspond à la zone où la variation du niveau de gris est mesurée. Bas : Variation de niveau de gris à l’intérieur de l’encadré jaune de l’image. Cela permet de mesurer la hauteur de sédiment h_s en pixel.

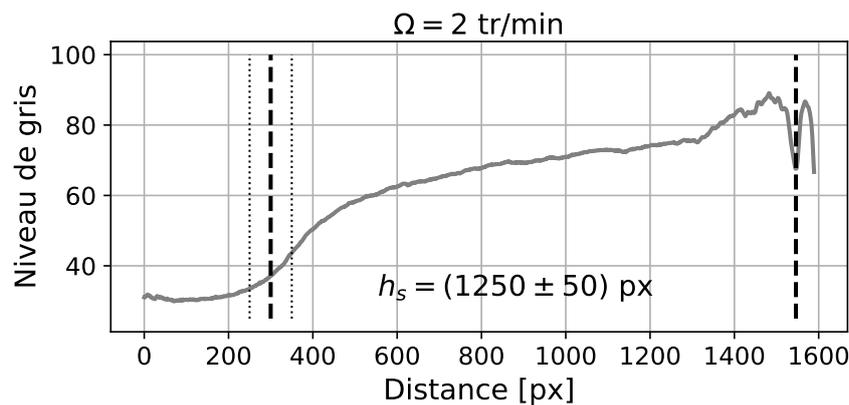
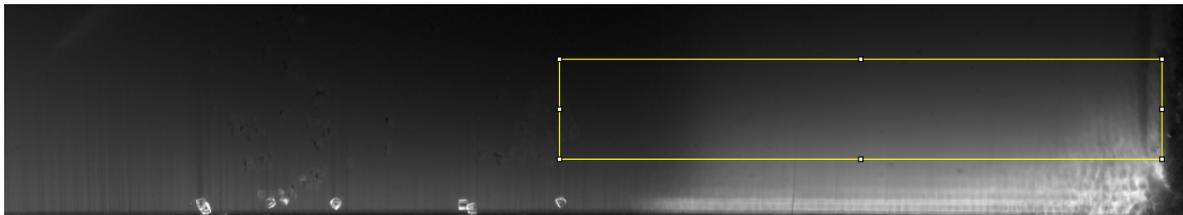


FIGURE 4.19 – Haut : Image de la somme cumulée des 10000 photos de la suspension lorsque $\Omega = 2 \text{ tr/min}$ où l’encadré jaune correspond à la zone où la variation du niveau de gris est mesurée. Bas : Variation de niveau de gris à l’intérieur de l’encadré jaune de l’image. Cela permet de mesurer la hauteur de sédiment h_s en pixel.

ployée par [Zarraga et al. \[2000\]](#) :

$$\frac{h - h_0}{h_0} = 1 + 1.33 \times A^{1/3} \quad (4.13)$$

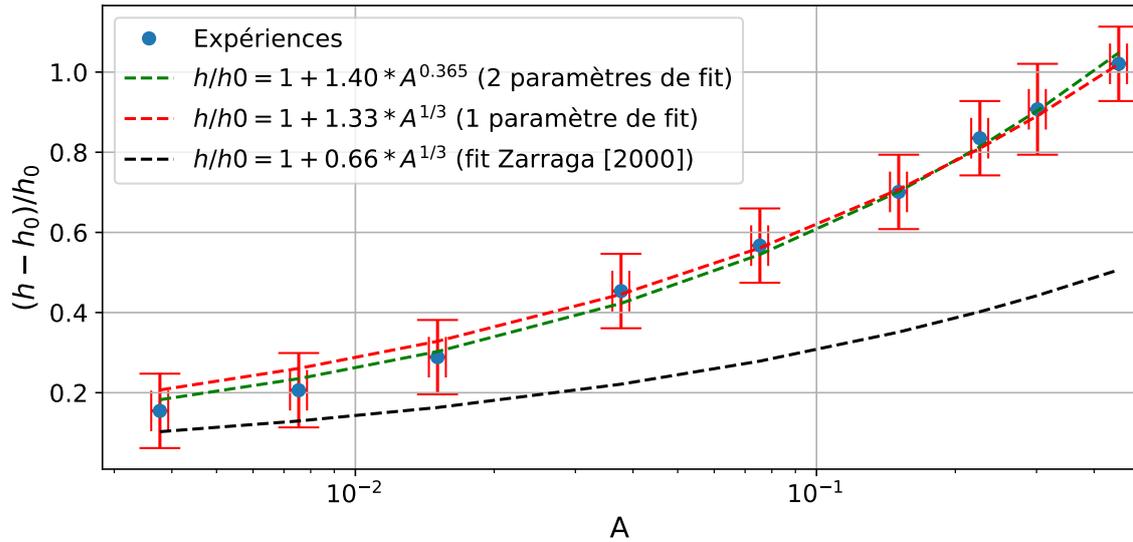


FIGURE 4.20 – Variation de la hauteur de resuspension normalisée par la hauteur de sédiment. Points bleus : mesures expérimentales. Ligne discontinues rouge et verte : Ajustement par une loi puissance $y = 1 + C \times x^n$ où les paramètres d’ajustement sont C et n pour la courbe verte et seulement C pour la courbe rouge (l’exposant est alors fixé à 1/3). Ligne discontinue noire : Ajustement de la variation de hauteur de resuspension d’une suspension de particules sphériques par [Zarraga et al. \[2000\]](#).

Or, en accord avec l’équation 4.10, il est nécessaire de connaître la valeur de la fraction volumique à l’intérieur du sédiment ϕ_0 pour être en mesure de déterminer la fraction volumique de la suspension au bas de la suspension $\phi(0)$ pour chaque expérience de resuspension et finalement déterminer la loi constitutive η_n .

ϕ_0 correspond au rapport du volume de particules dans le sédiment sur le volume total de sédiment. Pour l’évaluer, il est donc nécessaire de connaître la quantité exact de particules dans le sédiment ainsi que de mesurer le volume total de sédiment. Malheureusement, il est très difficile de contrôler précisément la masse de particules introduites dans l’entrefer de la cellule de Couette ainsi que de connaître précisément le volume total du sédiment (essentiellement en raison de la présence des ménisques à l’interface suspension/mercure). Comme je l’avais fait pour les expériences de resuspension visqueuse de particules sphériques, j’ai donc décidé de mesurer ϕ_0 à l’extérieur du dispositif expérimental. J’ai introduit une masse connue de particules m_p dans un cylindre gradué de section S précisément connue, qui contenait le liquide suspensif (huile Cargille). Après que les particules aient complètement sédimenté (plus de 24h), j’ai mesuré de manière précise la hauteur de sédiment, h_{sed} , et j’en ai déduit $\phi_0 = m_p / \rho_p \times 1 / (h_{sed} S)$. En prenant deux mesures indépendantes de h_{sed} , j’ai pu en déduire $\phi_0 = 0.443$.

Ainsi, d’après l’équation 4.10, nous avons pu déduire la variation de la fraction volumique au bas de la suspension en fonction du nombre de Shields (voir figure 4.21).

4.4.5 Viscosité normale de la suspension

Ainsi, d’après l’équation 4.12, on peut déduire $\alpha_3 = \lambda_3 \times \eta_n$ à partir de $\phi(0)$, sachant que $\phi_0 = 0.443$ et $C = 1.33$ pour les suspensions composées d’hexaèdres. La figure 4.22

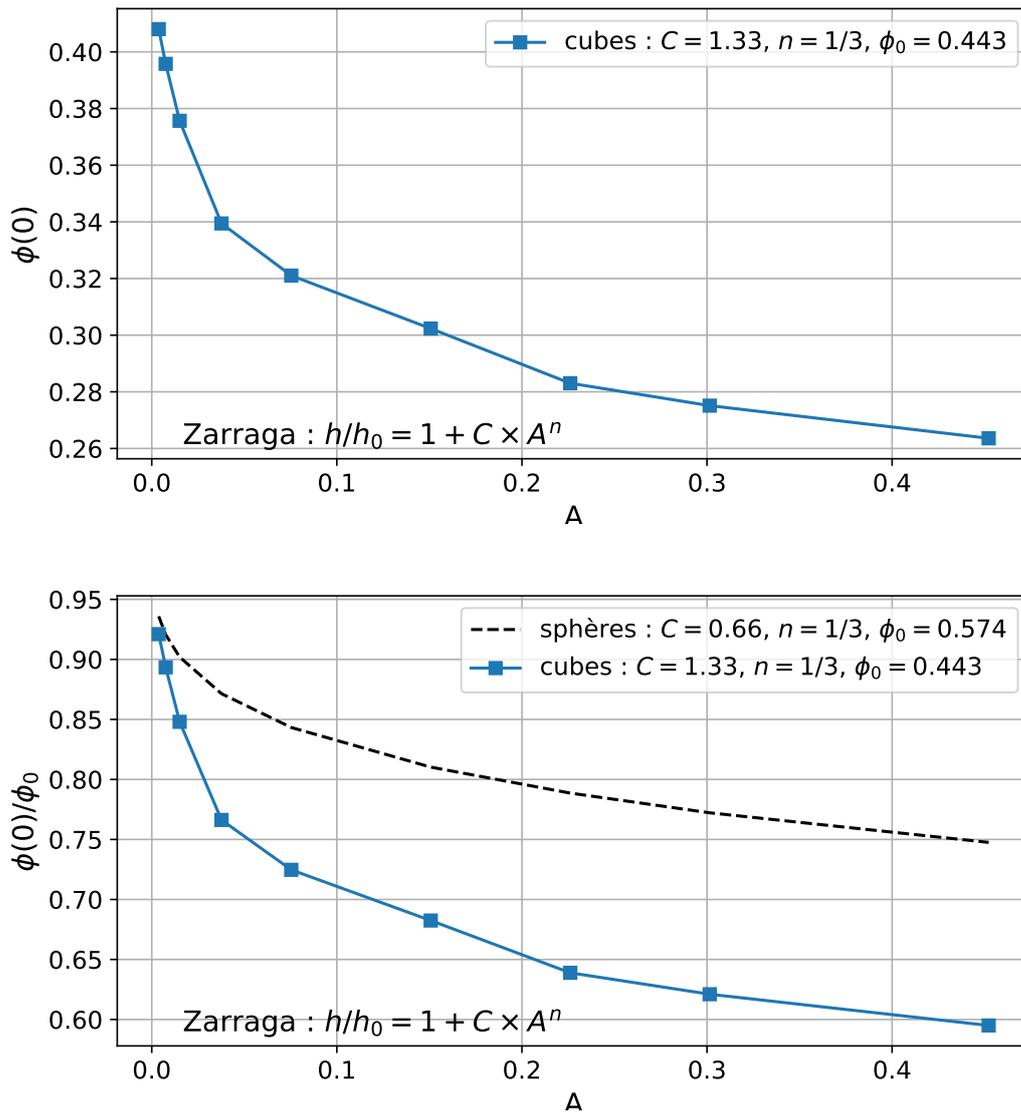


FIGURE 4.21 – Haut : Variation de la concentration au bas de la suspension $\phi(0)$ en fonction du nombre de Shields A . Bas : Variation de la concentration au bas de la suspension $\phi(0)$ normalisée par la fraction volumique au sein du sédiment ϕ_0 en fonction du nombre de Shields A .

représente la variation de α_3 avec la fraction volumique pour la suspension d'hexaèdres et pour la suspension de sphères. On observe alors que, pour une fraction volumique fixée, α_3 est beaucoup plus grand dans le cas de la suspension de cubes que dans le cas de la suspension de sphères (2 voire 3 décades de différences). La différence est moins grande quand α_3 est tracé en fonction de ϕ/ϕ_m (on fait ici l'approximation $\phi_m \approx \phi_0$). Dans ce cas, à ϕ/ϕ_m fixé, la valeur de α_3 pour la suspension de cubes est environ cinq fois plus grande que pour la suspension de sphères.

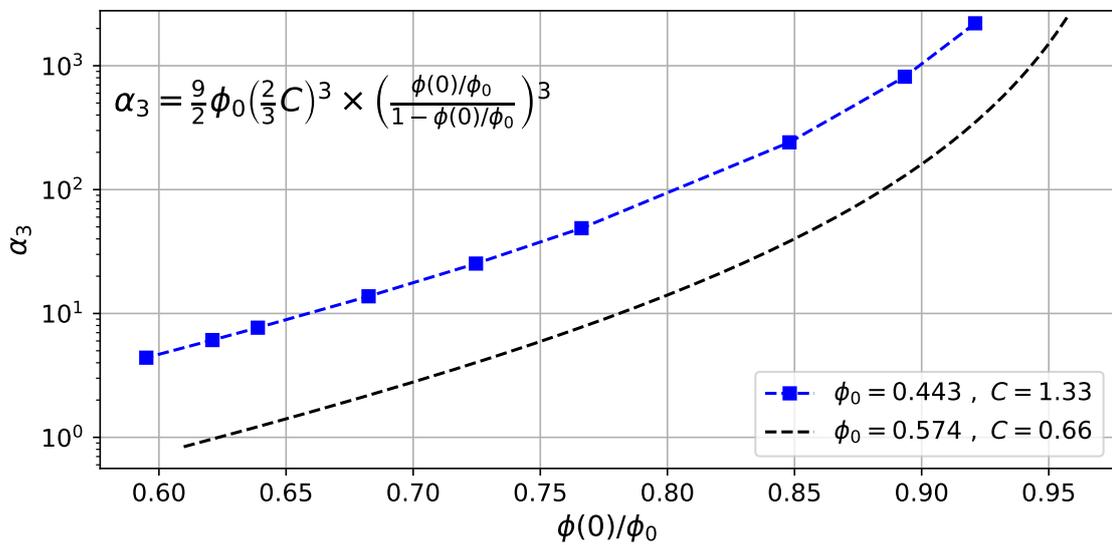
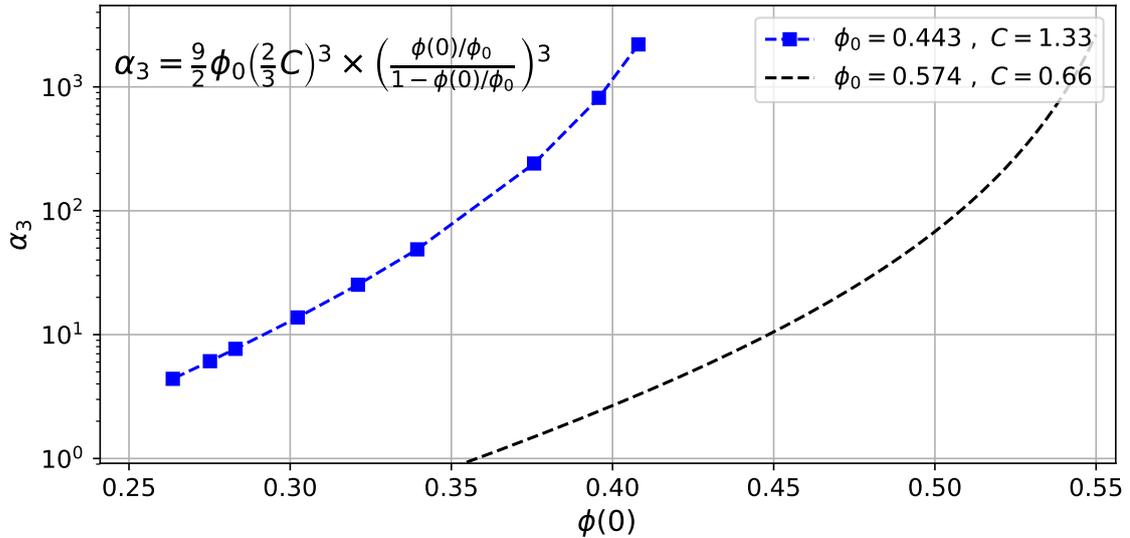


FIGURE 4.22 – Haut : Variation du coefficient α_3 en fonction de $\phi(0)$ pour les suspensions composées de hexaèdres (carré bleus) et pour les suspensions composées de sphères (ligne discontinue noire) [Zarraga et al., 2000]. Bas : Variation du coefficient α_3 en fonction de $\phi(0)/\phi_0$.

4.5 Conclusion

Dans ce chapitre, j'ai présenté des résultats sur la resuspension visqueuse en écoulement de Couette cylindrique pour des suspensions de particules sphériques et de particules cubiques. Pour les suspensions de particules sphériques, j'ai pu réaliser des mesures des champs de concentration et de vitesse.

Les profils radiaux de vitesse et de concentration montrent des comportements assez inattendus avec une migration beaucoup moins prononcée que celle qui est prédite par la "Suspension Balance Model" [Morris and Boulay, 1999] et des profils de vitesse très non-newtoniens à grande fraction volumique. Les profils de concentration verticaux sont moins surprenants. Les résultats que nous avons obtenus sont en très bon accord avec les résultats d'Acrivos et al. [1993]. Nous observons que, verticalement, quand on s'éloigne du fond, la concentration diminue lentement dans toute la zone resuspendue et chute

brutalement à l'interface avec le fluide clair. La hauteur de resuspension est contrôlée par le nombre de Shields (rapport entre les forces visqueuses et de flottabilité) par une relation en loi de puissance avec un exposant proche de 1/3, comme déjà proposé par [Acrivos et al. \[1993\]](#).

Les profils verticaux de concentration sont ensuite utilisés pour déduire Σ_{33}^p en résolvant l'équation de Cauchy. Nous avons alors pu tracer la variation du rapport $\alpha_3 = \Sigma_{33}^p / \eta_0 \dot{\gamma}$ en fonction de la fraction volumique de particules. Le collapse des points sur une courbe unique est assez approximatif. Celui-ci est considérablement amélioré si α_3 est tracé en fonction du rapport ϕ / ϕ_m où ϕ_m est la fraction volumique de blocage qui dépend de la contrainte de cisaillement : $\phi_m = \phi_m(\Sigma_{12})$. Le champ de contrainte de cisaillement, $\Sigma_{12}(r)$ a été obtenu en utilisant les lois constitutives établies au chapitre précédent. Nous avons ainsi été capables de reconstruire le champ de fraction volumique de blocage à partir des champs de concentration et de taux de cisaillement dans le gap. Le tracé de la courbe $\alpha_3(\phi / \phi_m)$ montre un collapse très satisfaisant des points.

La comparaison des valeurs de Σ_{33}^p aux valeurs de Σ_{22}^p obtenues au chapitre 3 nous ont permis de retrouver avec une très bonne précision la valeur du paramètre $\lambda_3 = 0.5$ de la littérature [[Morris and Boulay, 1999](#)].

Enfin, nous avons utilisé nos résultats de resuspension pour déduire les lois $\mu(I_v)$ et $\phi / \phi_m(I_v)$ qui sont couramment utilisées quand la rhéologie des suspensions est déterminée à pression particulaire imposée (ce qui est notre cas). Nous obtenons des résultats un peu différents de ceux qui ont d'abord été proposés par [Boyer et al. \[2011\]](#).

La dernière partie du chapitre rapporte une étude un peu plus exploratoire sur la resuspension de particules cubiques. Le résultat principal qui a été obtenu en mesurant la hauteur de resuspension en fonction de la vitesse angulaire du rotor est que la resuspension de particules cubiques est plus efficace que la resuspension de particules sphériques mais semble obéir à une même tendance : $h/h_0 = 1 + C \times A^{1/3}$. De manière analogue à [Zaranga et al. \[2000\]](#) utilisant les mesures de hauteur de resuspension de [Acrivos et al. \[1993\]](#), nous avons également déterminé la fraction volumique au bas de la suspension resuspendue puis la variation du coefficient α_3 avec la fraction volumique et obtenu pour α_3 des valeurs très supérieures (plusieurs ordres de grandeur) à celles que nous avons mesurées pour une suspension de sphères.

Conclusion

Ce manuscrit retranscrit le travail expérimental que j'ai effectué au cours de ces trois années de doctorat et qui a eu pour objet d'étudier le comportement rhéologique des suspensions concentrées en régime visqueux. La littérature de ces dernières années met en avant l'importance du rôle joué par les contacts directs entre particules pour expliquer le comportement complexe des suspensions non-browniennes concentrées : transition de rhéoépaississement, second régime de rhéofluidification, contrainte seuil, migration de particules induite par le cisaillement... J'ai choisi d'inscrire mon étude dans cette vision renouvelée des suspensions.

Je montre notamment au cours de mes travaux qu'un moyen simple pour capturer la variation de la viscosité d'une suspension et le comportement rhéofluidifiant de celle-ci est d'introduire une fraction volumique de blocage variable avec la contrainte de cisaillement. Dans un premier temps, j'ai étudié en géométrie d'écoulement torsionnel plan-plan le comportement rhéologique de trois suspensions, différentes au niveau de la forme et de la taille des particules composant chacune des suspensions et présentant des comportements rhéologiques très différents. La première suspension est une suspension modèle, monodisperse, composée de particules sphériques. La seconde suspension est également monodisperse mais est composée de particules facettées, de même taille que les particules de la première suspension. La troisième et dernière suspension est quant à elle composée de particules facettées bien plus petites que les particules composant les deux premières suspensions et le degré de polydispersité y est plus important. J'ai pu observer que les suspensions composées de particules facettées étaient caractérisées par une viscosité beaucoup plus grande que celle de la suspension composée de particules sphériques lorsque la concentration et la contrainte de cisaillement sont fixées, ce qui se traduit par une fraction volumique de blocage bien plus petite dans le cas des suspensions de particules facettées. J'ai également pu observer que la rhéofluidification des deux dernières suspensions était beaucoup plus prononcée que celle de la première, ce qui peut être décrit par une variation plus rapide de la fraction volumique de blocage avec la contrainte de cisaillement. Toutefois l'introduction d'une fraction volumique de blocage différente pour les trois suspensions et différemment variable avec la contrainte de cisaillement ne suffit pas tout à fait à unifier le comportement des trois suspensions.

Naturellement, tout semble indiquer que les différences enregistrées dans les comportements des trois suspensions proviennent des contacts solides qui vraisemblablement varient avec la morphologie des particules. Pour tenter de déterminer l'influence de ces contacts sur la rhéologie des suspensions, j'ai effectué des expériences d'inversion du sens de cisaillement. En effet, lors d'une telle expérience, on observe un transitoire très particulier de la viscosité qui chute jusqu'à un minimum au moment de l'inversion avant de re-croître progressivement jusqu'à sa valeur stationnaire. Les travaux de [Peters et al. \[2016\]](#) et de [Lin et al. \[2015\]](#) ont montré que la différence de viscosité entre l'état sta-

tionnaire et la valeur au minimum correspondait approximativement à la contribution des contacts à la viscosité de la suspension et que, par conséquent, la valeur de la viscosité minimum était une évaluation de la composante hydrodynamique de la viscosité. Mes expériences ont montré que les viscosités minimum mesurées pour chacune de trois suspensions étaient quasi-indépendantes de la contrainte de cisaillement et du même ordre de grandeur pour les trois systèmes étudiés, comme on pouvait s'y attendre pour la viscosité hydrodynamique. J'ai enfin pu montrer qu'il était possible de proposer une loi universelle, valable pour les trois types de suspensions quand la contribution relative des contacts à la viscosité des suspensions est tracée en fonction de ϕ/ϕ_m . Cette étude a fait l'objet d'une publication dans *Physical Review of Fluids*. En perspectives, on pourrait effectuer des expériences d'inversion de sens de cisaillement sur d'autres systèmes telles que des suspensions de particules molles ou de particules plus allongées pour voir si cette description les englobe également.

La suite de mes travaux s'est focalisée sur la thématique principale de mon sujet de thèse : la resuspension visqueuse de particules sphériques induites par cisaillement et le lien avec les contraintes normales particulaires. La resuspension représente une migration verticale des particules solides dirigée vers le haut qui vient contrebalancer la sédimentation des particules plus denses que le fluide suspendant. Ce phénomène particulier est très intéressant puisqu'il permet d'explorer très facilement un large domaine de concentration de la suspension. J'ai donc monté un dispositif expérimental basé sur un rhéomètre de Couette cylindrique me permettant de mesurer localement la vitesse de l'écoulement ainsi que la fraction volumique d'une suspension transparente au sein de l'entrefer de la géométrie. J'ai ainsi pu déduire la contrainte normale particulaire dans la direction de la vortacité, responsable dans ce cas-là du phénomène de resuspension, à partir des profils verticaux de concentration dans la zone resuspendue. Ensuite, grâce à la connaissance du taux de cisaillement local au sein de l'écoulement déduit de la mesure de la vitesse d'écoulement, j'ai pu établir une relation entre la contrainte particulaire et le taux de cisaillement, en fonction de la fraction volumique. Nous avons alors pu observer que cette relation était en bon accord avec les travaux de [Zarraga et al. \[2000\]](#). Sur ce point, mes travaux ont donc simplement permis d'étendre le domaine de validité de la relation proposée par [Zarraga et al. \[2000\]](#) et d'en fournir une version locale.

Au-delà de ça, la possibilité d'étudier localement le comportement de la suspension m'a permis de faire plusieurs observations très surprenantes. Tout d'abord, nous avons constaté que les prédictions du Suspension Balance Model ne permettaient pas d'ajuster les profils radiaux de concentration observés expérimentalement et qui semblaient démontrer une quasi-absence de migration radiale au sein de la géométrie dans le cas de la suspension non isodense. Bien conscients que les dimensions du montage expérimental (cellule de Couette à large entrefer) « auraient dû » induire une migration radiale des particules, nous avons voulu mettre à l'épreuve notre technique expérimentale de mesures du champ de concentration sur une suspension constituée des mêmes particules dispersées dans un fluide de même densité et déterminer si, comme attendu, le Suspension Balance Model prédisait correctement la migration radiale. Et ce fut bien le cas ! Mes travaux suggèrent donc qu'il existe un couplage entre les différents flux des particules solides au sein de l'écoulement d'une suspension. Plus précisément, il semblerait que lorsque la resuspension a lieu, la migration radiale des particules est fortement diminuée. Mon travail s'est contenté de faire émerger ce constat sans proposer de cadre théorique pour l'expliquer mais il me semble qu'il serait intéressant de s'y pencher d'un point de vue théorique

et peut-être de revisiter le Suspension Balance Model pour qu'il puisse être appliqué à des écoulements qui ne seraient plus seulement unidimensionnels.

L'étude de la suspension isodense a ensuite permis d'aller bien plus loin que prévu. En effet, dans le cas isodense, en plus des mesures de taux de cisaillement et de concentration, on peut déduire la contrainte de cisaillement de la mesure du couple. Armé de ces trois quantités fondamentales mesurées (ou déduite) à l'échelle locale de l'écoulement, nous avons donc pu étudier la rhéologie complète de la suspension sur une grande gamme de concentration et sur un large domaine de contrainte de cisaillement. Nous avons ainsi pu déterminer l'évolution de la contrainte normale particulière suivant le gradient de cisaillement en fonction de la concentration et de la contrainte de cisaillement imposée. Nous avons également pu mesurer la variation de la viscosité de cisaillement et celle de la viscosité normale de la suspension sur un domaine important du rapport ϕ/ϕ_m . En comparant nos résultats avec ceux de la littérature, nous avons notamment observé un très bon accord avec les travaux de [Zarraga et al. \[2000\]](#) tandis que l'accord avec les travaux de [Boyer et al. \[2011\]](#) est apparu moins satisfaisant.

La mesure de la viscosité de cisaillement et sa dépendance avec la fraction volumique et la contrainte de cisaillement nous a permis de revisiter les résultats que nous avons obtenus avec les expériences de resuspension. En effet, en supposant que la rhéologie de la suspension est la même dans le cas isodense et dans le cas non isodense, nous avons reconstruit, à partir des champs de fraction volumique et de taux de cisaillement, les champs de contrainte de cisaillement et de fraction volumique de blocage pour chaque expérience de resuspension. Nous avons alors pu montrer que $\Sigma_{33}^p/\eta_0\dot{\gamma}$ était une fonction unique de ϕ/ϕ_m . En comparant les valeurs de Σ_{22}^p obtenues à partir des profils radiaux de concentration dans les expériences de rhéologie sur la suspension isodense et les valeurs de Σ_{33}^p obtenues à partir des profils verticaux de resuspension, nous avons montré que $\lambda_3/\lambda_2 = \Sigma_{33}^p/\Sigma_{22}^p \simeq 0.5$, conformément à ce qu'on trouve dans la littérature. Enfin, nous avons terminé en analysant nos résultats dans le cadre d'une rhéologie en $\mu(I_p)$. Encore une fois, nous avons observé un accord très satisfaisant avec les travaux de [Zarraga et al. \[2000\]](#) tandis que les résultats de mes travaux présentaient quelques différences avec ceux de [Boyer et al. \[2011\]](#).

En conclusion, le montage expérimental que j'utilise semble riche et prometteur car il permet d'accéder dans un même temps au champ de vitesse et au champ de concentration d'une suspension transparente. Il permet donc de déterminer directement les contraintes normales particulières. Dans le cas où la suspension est isodense, on a également accès à la contrainte de cisaillement locale et on est alors armé de toutes les quantités nécessaires pour caractériser la rhéologie d'une suspension. La resuspension visqueuse apparaît notamment comme un phénomène qui permet de caractériser efficacement les suspensions étudiées sur un large domaine de concentrations ou de nombres visqueux. Aussi, la méthode expérimentale que j'ai mise en place pourrait permettre de caractériser efficacement le comportement rhéologique de différentes suspensions, la seule limite, et non des moindres, résidant dans la transparence de la suspension. J'ai moi-même voulu étudier la resuspension visqueuse de particules cubiques via le même système. Hélas, il a été impossible d'obtenir une suspension suffisamment transparente pour faire des mesures locales des différents champs. J'ai alors dû me contenter de mesurer la hauteur de resuspension de laquelle j'ai pu déduire Σ_{33}^p . En outre, j'ai montré que la resuspension visqueuse était beaucoup plus efficace pour resuspendre des particules

cubiques que des particules sphériques.

Dans la suite, il me semblerait intéressant de faire à nouveau varier les propriétés des particules pour mesurer l'impact de ces changements sur la resuspension et Σ_{33}^p . Un projet ANR, en cours dans l'équipe, étudie l'impact de l'état de surface (chimie, rugosité) sur la rhéologie des suspensions. Certaines des particules synthétisées par l'IMP à Lyon dans le cadre de ce projet sont constituées de PMMA et ont pour certaines des brosses polymère greffées à leur surface et pour d'autres des rugosités de taille contrôlée pouvant aller jusqu'à $1 \mu m$. Il serait sans doute intéressant d'étudier en rhéologie locale des suspensions constituées de ces différents types de particules.

Outre les caractéristiques des particules, il serait également intéressant de faire varier les caractéristiques de l'écoulement en modifiant la géométrie de la cellule du rhéomètre. Par exemple, dans l'optique d'étudier le transport de sédiment dans les fleuves et rivières, on pourrait étudier la resuspension visqueuse dans un écoulement torsionnel annulaire qui reprendrait le même dispositif expérimental dont je me suis servi mais dont la migration verticale des particules solides se ferait suivant le gradient de cisaillement. Le dispositif expérimental que j'ai monté pourrait notamment être amélioré en installant à certains endroits de la cellule un système de grilles et de capteurs comme l'ont fait [Garland et al. \[2013\]](#) ou [Dbouk et al. \[2013\]](#) pour pouvoir accéder à une nouvelle mesure des contraintes normales particulières, complètement indépendante de la mesure faite à partir des profils de fraction volumique.

Au cours de mes expériences, j'ai également pu observé un effondrement du sédiment lorsque la vitesse du rotor était extrêmement faible, inférieure ou égale à 0.2 tr/min . Cette observation ne faisant pas partie du cœur de mon projet et n'ayant pas étudié davantage ce phénomène, je ne l'ai pas retranscrit dans ce manuscrit mais il serait intéressant de comprendre les mécanismes mis en jeu pouvant expliquer cet effondrement.

Il serait aussi intéressant d'étudier de nouveau la migration radiale des particules dans le cas isodense, et la dépendance de cette migration vis-à-vis de la contrainte de cisaillement. En effet, la littérature met en avant que l'état stationnaire de la migration ne dépend pas de la contrainte appliquée, seule la dynamique en dépend, mais cela avait été établi lorsque le comportement non newtonien des suspensions était encore mal connu voire nié par la communauté scientifique. Aujourd'hui, nous en savons davantage sur ces comportements complexes et puisque les travaux modernes les relient au contact solide entre les particules qui sont eux-mêmes responsables des phénomènes de migration, il serait alors étrange selon moi que la valeur de la contrainte n'ait aucun impact sur l'état stationnaire de migration. On pourrait notamment reprendre mes travaux en isodense et faire varier la contrainte de cisaillement qui amène le profil de concentration mesuré. Par ailleurs, je rappelle que la totalité de mes travaux se concentre sur l'état stationnaire de l'écoulement. Il serait donc également intéressant de pouvoir utiliser mon montage expérimental pour étudier la dynamique de migration et de la comparer aux prédictions du Suspension Balance Model. J'avais moi-même commencé à étudier le régime transitoire de la resuspension. J'avais ainsi pu observer une première phase très rapide, d'une durée de l'ordre de la centaine de seconde, durant laquelle le couple chutait rapidement, avant une seconde phase bien plus lente où le couple continuait de diminuer légèrement.

J'aimerais maintenant clôturer cet écrit en disant que la rhéologie locale est un outil

puissant qui offre une richesse de mesures disponibles que la rhéologie macroscopique ne peut égaler. Elle permet d'aller observer ce qui se passe au cœur même de l'écoulement d'une suspension, d'effectuer beaucoup de mesures en peu d'expériences et par dessus tout, de s'affranchir des effets de parois qui souvent masquent la réalité de l'écoulement de « bulk ». En un mot, elle permet réellement de mieux comprendre ce monde encore rempli de mystères qu'est la rhéologie des suspensions concentrées.

Références

- Abbott, J., Tetlow, N., Graham, A., Altobelli, S., Fukushima, E., Mondy, L., and Stephens, T. (1991). Experimental observations of particle migration in concentrated suspensions : Couette flow. *Journal of rheology*, 35(5) :773–795. [22](#), [58](#)
- Acrivos, A., Fan, X., and Mauri, R. (1994). On the measurement of the relative viscosity of suspensions. *Journal of Rheology*, 38(5) :1285–1296. [15](#), [108](#)
- Acrivos, A., Mauri, R., and Fan, X. (1993). Shear-induced resuspension in a couette device. *International journal of multiphase flow*, 19(5) :797–802. [ii](#), [24](#), [25](#), [26](#), [27](#), [106](#), [156](#), [164](#), [165](#)
- Adrian, R. J. (1991). Particle-imaging techniques for experimental fluid mechanics. *Annual review of fluid mechanics*, 23(1) :261–304. [69](#)
- Ahuja, A. and Singh, A. (2009). Slip velocity of concentrated suspensions in couette flow. *Journal of Rheology*, 53(6) :1461–1485. [58](#)
- Batchelor, G. (1970). The stress system in a suspension of force-free particles. *Journal of fluid mechanics*, 41(03) :545–570. [7](#), [22](#)
- Batchelor, G. (1977). The effect of brownian motion on the bulk stress in a suspension of spherical particles. *Journal of Fluid Mechanics*, 83(01) :97–117. [7](#)
- Blanc, F. (2012). *Rhéologie et microstructure des suspensions concentrées non-browniennes*. PhD thesis, Nice. [5](#), [8](#)
- Blanc, F., Lemaire, E., Meunier, A., and Peters, F. (2013). Microstructure in sheared non-brownian concentrated suspensions. *Journal of rheology*, 57(1) :273–292. [18](#), [66](#), [70](#)
- Blanc, F., Peters, F., and Lemaire, E. (2011a). Experimental signature of the pair trajectories of rough spheres in the shear-induced microstructure in noncolloidal suspensions. *Physical review letters*, 107(20) :208302. [10](#)
- Blanc, F., Peters, F., and Lemaire, E. (2011b). Local transient rheological behavior of concentrated suspensions. *Journal of Rheology*, 55(4) :835–854. [58](#)
- Bossis, G. and Brady, J. F. (1984). Dynamic simulation of sheared suspensions. i. general method. *The Journal of chemical physics*, 80(10) :5141–5154. [18](#)
- Boyer, F., Guazzelli, É., and Pouliquen, O. (2011). Unifying suspension and granular rheology. *Physical Review Letters*, 107(18) :188301. [i](#), [v](#), [vii](#), [2](#), [12](#), [13](#), [14](#), [23](#), [27](#), [61](#), [83](#), [85](#), [87](#), [88](#), [89](#), [147](#), [150](#), [153](#), [154](#), [155](#), [165](#), [168](#)

-
- Bricker, J. M. and Butler, J. E. (2007). Correlation between stresses and microstructure in concentrated suspensions of non-brownian spheres subject to unsteady shear flows. *Journal of rheology*, 51(4) :735–759. [18](#)
- Brizmer, V., Kligerman, Y., and Etsion, I. (2007). Elastic–plastic spherical contact under combined normal and tangential loading in full stick. *Tribology Letters*, 25(1) :61–70. [15](#), [16](#)
- Butler, J. E. and Bonnecaze, R. T. (1999). Imaging of particle shear migration with electrical impedance tomography. *Physics of fluids*, 11(8) :1982–1994. [22](#)
- Chapman, B. and Leighton, D. (1991). Dynamic viscous resuspension. *International journal of multiphase flow*, 17(4) :469–483. [25](#)
- Chapman, B. K. (1990). *Shear-induced migration phenomena in concentrated suspensions*. PhD thesis, University of Notre Dame. [22](#), [23](#)
- Chatté, G., Comtet, J., Niguès, A., Bocquet, L., Siria, A., Ducouret, G., Lequeux, F., Lenoir, N., Ovarlez, G., and Colin, A. (2018). Shear thinning in non-brownian suspensions. *Soft matter*, 14(6) :879–893. [i](#), [ii](#), [11](#), [12](#), [13](#), [15](#), [16](#), [17](#)
- Chèvremont, W., Chareyre, B., and Bodiguel, H. (2019). Quantitative study of the rheology of frictional suspensions : Influence of friction coefficient in a large range of viscous numbers. *Physical Review Fluids*, 4(6) :064302. [vii](#), [85](#), [154](#), [155](#)
- Chow, A. W., Iwayima, J., Sinton, S. W., and Leighton, D. (1995). Particle migration of non-brownian, concentrated suspensions in a truncated cone-and-plate. In *Society of Rheology Meeting, Sacramento, CA*, volume 103. [22](#), [58](#)
- Chow, A. W., Sinton, S. W., Iwamiya, J. H., and Stephens, T. S. (1994). Shear-induced particle migration in couette and parallel-plate viscometers : Nmr imaging and stress measurements. *Physics of Fluids*, 6(8) :2561–2576. [22](#), [23](#), [58](#)
- Couturier, É., Boyer, F., Pouliquen, O., and Guazzelli, É. (2011). Suspensions in a tilted trough : second normal stress difference. *Journal of Fluid Mechanics*, 686 :26–39. [8](#)
- Dbouk, T., Lobry, L., and Lemaire, E. (2013). Normal stresses in concentrated non-brownian suspensions. *Journal of Fluid Mechanics*, 715 :239–272. [i](#), [8](#), [10](#), [11](#), [23](#), [24](#), [27](#), [60](#), [149](#), [169](#)
- Deboeuf, S., Lenoir, N., Hautemayou, D., Bornert, M., Blanc, F., and Ovarlez, G. (2018). Imaging non-brownian particle suspensions with x-ray tomography : Application to the microstructure of newtonian and viscoplastic suspensions. *Journal of Rheology*, 62(2) :643–663. [66](#), [70](#)
- Einstein, A. (1906). Zur theorie der brownschen bewegung. *Annalen der physik*, 324(2) :371–381. [1](#), [7](#)
- Gadala-Maria, F. and Acrivos, A. (1980). Shear-induced structure in a concentrated suspension of solid spheres. *Journal of Rheology*, 24(6) :799–814. [ii](#), [18](#), [19](#), [24](#), [106](#), [147](#)
- Gadala-Maria, F. A. (1979). The rheology of concentrated suspensions[ph. d. thesis]. [8](#), [24](#)
- Gallier, S. (2014). *Simulation numérique de suspensions frictionnelles. Application aux propegols solides*. PhD thesis, Université Nice Sophia Antipolis. [154](#)

-
- Gallier, S., Lemaire, E., Lobry, L., and Peters, F. (2016). Effect of confinement in wall-bounded non-colloidal suspensions. *Journal of Fluid Mechanics*, 799 :100–127. [8](#), [66](#), [70](#), [71](#)
- Gallier, S., Lemaire, E., Peters, F., and Lobry, L. (2014). Rheology of sheared suspensions of rough frictional particles. *Journal of Fluid Mechanics*, 757 :514–549. [i](#), [vii](#), [5](#), [8](#), [9](#), [10](#), [11](#), [13](#), [14](#), [21](#), [23](#), [24](#), [27](#), [60](#), [71](#), [149](#), [154](#), [155](#)
- Gao, C., Kulkarni, S., Morris, J., and Gilchrist, J. (2010). Direct investigation of anisotropic suspension structure in pressure-driven flow. *Physical Review E*, 81(4) :041403. [8](#), [18](#)
- Garland, S., Gauthier, G., Martin, J., and Morris, J. (2013). Normal stress measurements in sheared non-brownian suspensions. *Journal of Rheology*, 57(1) :71–88. [169](#)
- Graham, A., Altobelli, S., Fukushima, E., Mondy, L., and Stephens, T. (1991). Note : Nmr imaging of shear-induced diffusion and structure in concentrated suspensions undergoing couette flow. *Journal of Rheology*, 35(1) :191–201. [22](#)
- Guazzelli, É. and Pouliquen, O. (2018). Rheology of dense granular suspensions. *Journal of Fluid Mechanics*, 852. [i](#), [8](#)
- Hampton, R., Mammoli, A., Graham, A., Tetlow, N., and Altobelli, S. (1997). Migration of particles undergoing pressure-driven flow in a circular conduit. *Journal of Rheology*, 41(3) :621–640. [22](#)
- Helgeson, M. E., Chapin, S. C., and Doyle, P. S. (2011). Hydrogel microparticles from lithographic processes : Novel materials for fundamental and applied colloid science. *Current opinion in colloid & interface science*, 16(2) :106–117. [157](#)
- Jana, S., Kapoor, B., and Acrivos, A. (1995). Apparent wall slip velocity coefficients in concentrated suspensions of noncolloidal particles. *Journal of Rheology*, 39(6) :1123–1132. [vi](#), [58](#), [70](#), [90](#), [91](#), [92](#), [93](#), [100](#), [101](#), [108](#), [110](#), [111](#)
- Koh, C. J., Hookham, P., and Leal, L. G. (1994). An experimental investigation of concentrated suspension flows in a rectangular channel. *Journal of Fluid Mechanics*, 266 :1–32. [22](#)
- Korhonen, M., Mohtaschemi, M., Puisto, A., Illa, X., and Alava, M. J. (2015). Apparent wall slip in non-brownian hard-sphere suspensions. *The European Physical Journal E*, 38(5) :46. [58](#)
- Krieger, I. M. and Dougherty, T. J. (1959). A mechanism for non-newtonian flow in suspensions of rigid spheres. *Transactions of The Society of Rheology (1957-1977)*, 3(1) :137–152. [7](#)
- Krishnan, G. P., Beimfohr, S., and Leighton, D. T. (1996). Shear-induced radial segregation in bidisperse suspensions. *Journal of Fluid Mechanics*, 321 :371–393. [29](#)
- Leighton, D. and Acrivos, A. (1986). Viscous resuspension. *Chemical engineering science*, 41(6) :1377–1384. [24](#), [25](#), [106](#)
- Leighton, D. and Acrivos, A. (1987a). Measurement of shear-induced self-diffusion in concentrated suspensions of spheres. *Journal of Fluid Mechanics*, 177 :109–131. [29](#)

-
- Leighton, D. and Acrivos, A. (1987b). The shear-induced migration of particles in concentrated suspensions. *Journal of Fluid Mechanics*, 181 :415–439. [29](#)
- Lhuillier, D. (2009). Migration of rigid particles in non-brownian viscous suspensions. *Physics of Fluids*, 21(2) :023302. [2](#), [8](#), [10](#), [23](#), [24](#)
- Lin, N. Y., Guy, B. M., Hermes, M., Ness, C., Sun, J., Poon, W. C., and Cohen, I. (2015). Hydrodynamic and contact contributions to continuous shear thickening in colloidal suspensions. *Physical review letters*, 115(22) :228304. [34](#), [166](#)
- Lobry, L., Lemaire, E., Blanc, F., Gallier, S., and Peters, F. (2019). Shear thinning in non-brownian suspensions explained by variable friction between particles. *Journal of Fluid Mechanics*, 860 :682–710. [i](#), [ii](#), [13](#), [15](#), [16](#), [17](#), [18](#), [60](#), [79](#), [82](#), [83](#)
- Manneville, S., Bécu, L., and Colin, A. (2004). High-frequency ultrasonic speckle velocimetry in sheared complex fluids. *The European Physical Journal-Applied Physics*, 28(3) :361–373. [68](#)
- Maranzano, B. J. and Wagner, N. J. (2001). The effects of interparticle interactions and particle size on reversible shear thickening : Hard-sphere colloidal dispersions. *Journal of Rheology*, 45(5) :1205–1222. [14](#)
- Mari, R., Seto, R., Morris, J. F., and Denn, M. M. (2014). Shear thickening, frictionless and frictional rheologies in non-brownian suspensions. *Journal of Rheology*, 58(6) :1693–1724. [i](#), [5](#), [9](#), [10](#), [11](#), [14](#), [15](#)
- Maron, S. H. and Pierce, P. E. (1956). Application of ree-eyring generalized flow theory to suspensions of spherical particles. *Journal of colloid science*, 11(1) :80–95. [7](#), [32](#), [81](#), [83](#)
- Merhi, D., Lemaire, E., Bossis, G., and Moukalled, F. (2005). Particle migration in a concentrated suspension flowing between rotating parallel plates : Investigation of diffusion flux coefficients. *Journal of Rheology*, 49(6) :1429–1448. [22](#)
- Metzger, B., Rahli, O., and Yin, X. (2013). Heat transfer across sheared suspensions : role of the shear-induced diffusion. *Journal of fluid mechanics*, 724 :527–552. [70](#)
- Meunier, P. and Leweke, T. (2003). Analysis and treatment of errors due to high velocity gradients in particle image velocimetry. *Experiments in fluids*, 35(5) :408–421. [69](#)
- Morris, J. F. and Boulay, F. (1999). Curvilinear flows of noncolloidal suspensions : The role of normal stresses. *Journal of rheology*, 43(5) :1213–1237. [vi](#), [2](#), [5](#), [7](#), [10](#), [22](#), [23](#), [24](#), [27](#), [58](#), [60](#), [61](#), [84](#), [90](#), [106](#), [108](#), [109](#), [149](#), [153](#), [164](#), [165](#)
- Nott, P. R. and Brady, J. F. (1994). Pressure-driven flow of suspensions : simulation and theory. *Journal of Fluid Mechanics*, 275 :157–199. [23](#)
- Nott, P. R., Guazzelli, E., and Pouliquen, O. (2011). The suspension balance model revisited. *Physics of Fluids*, 23(4) :043304. [2](#)
- Ovarlez, G., Bertrand, F., and Rodts, S. (2006). Local determination of the constitutive law of a dense suspension of noncolloidal particles through magnetic resonance imaging. *Journal of rheology*, 50(3) :259–292. [1](#), [83](#)
- Parsi, F. and Gadala-Maria, F. (1987). Fore-and-aft asymmetry in a concentrated suspension of solid spheres. *Journal of Rheology*, 31(8) :725–732. [8](#), [18](#)

-
- Peters, F., Ghigliotti, G., Gallier, S., Blanc, F., Lemaire, E., and Lobry, L. (2016). Rheology of non-brownian suspensions of rough frictional particles under shear reversal : a numerical study. *Journal of rheology*, 60(4) :715–732. [i](#), [ii](#), [5](#), [9](#), [11](#), [12](#), [18](#), [19](#), [20](#), [21](#), [22](#), [34](#), [83](#), [166](#)
- Phillips, R. J., Armstrong, R. C., Brown, R. A., Graham, A. L., and Abbott, J. R. (1992). A constitutive equation for concentrated suspensions that accounts for shear-induced particle migration. *Physics of Fluids A : Fluid Dynamics*, 4(1) :30–40. [23](#), [58](#)
- Richards, J. A., Guy, B. M., Blanco, E., Hermes, M., Poy, G., and Poon, W. C. (2020). The role of friction in the yielding of adhesive non-brownian suspensions. *Journal of Rheology*, 64(2) :405–412. [iv](#), [83](#), [85](#), [147](#)
- Richardson, J. and Zaki, W. (1954). The sedimentation of a suspension of uniform spheres under conditions of viscous flow. *Chemical Engineering Science*, 3(2) :65–73. [23](#), [114](#)
- Saint-Michel, B., Manneville, S., Meeker, S., Ovarlez, G., and Bodiguel, H. (2019). X-ray radiography of viscous resuspension. [107](#)
- Sarabian, M., Firouznia, M., Metzger, B., and Hormozi, S. (2019). Fully developed and transient concentration profiles of particulate suspensions sheared in a cylindrical couette cell. *Journal of Fluid Mechanics*, 862 :659–671. [22](#), [58](#), [66](#), [70](#), [113](#)
- Segre, G. and Silberberg, A. (1962). Behaviour of macroscopic rigid spheres in poiseuille flow part 2. experimental results and interpretation. *Journal of fluid mechanics*, 14(1) :136–157. [22](#)
- Seto, R., Mari, R., Morris, J. F., and Denn, M. M. (2013). Discontinuous shear thickening of frictional hard-sphere suspensions. *Physical review letters*, 111(21) :218301. [9](#), [14](#)
- Sierou, A. and Brady, J. (2002). Rheology and microstructure in concentrated noncolloidal suspensions. *Journal of Rheology*, 46(5) :1031–1056. [21](#)
- Singh, A., Mari, R., Denn, M. M., and Morris, J. F. (2018). A constitutive model for simple shear of dense frictional suspensions. *Journal of Rheology*, 62(2) :457–468. [83](#)
- Singh, A. and Nott, P. R. (2003). Experimental measurements of the normal stresses in sheared stokesian suspensions. *Journal of Fluid Mechanics*, 490 :293–320. [8](#)
- Snook, B., Butler, J. E., and Guazzelli, É. (2016). Dynamics of shear-induced migration of spherical particles in oscillatory pipe flow. *Journal of Fluid Mechanics*, 786 :128–153. [22](#), [66](#)
- Souzy, M., Pham, P., and Metzger, B. (2016). Taylor’s experiment in a periodically sheared particulate suspension. *Physical Review Fluids*, 1(4) :042001. [62](#)
- Souzy, M., Yin, X., Villermaux, E., Abid, C., and Metzger, B. (2015). Super-diffusion in sheared suspensions. *Physics of fluids*, 27(4) :041705. [62](#)
- Suzuki, M., Shinmura, T., Iimura, K., and Hirota, M. (2008). Study of the wall effect on particle packing structure using x-ray micro computed tomography. *Advanced Powder Technology*, 19(2) :183–195. [66](#)

-
- Vázquez-Quesada, A., Mahmud, A., Dai, S., Ellero, M., and Tanner, R. I. (2017). Investigating the causes of shear-thinning in non-colloidal suspensions : Experiments and simulations. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 248 :1–7. [15](#)
- Vázquez-Quesada, A., Tanner, R. I., and Ellero, M. (2016). Shear thinning of noncolloidal suspensions. *Physical review letters*, 117(10) :108001. [15](#), [114](#)
- Vincent, L. and Soille, P. (1991). Watersheds in digital spaces : an efficient algorithm based on immersion simulations. *IEEE Transactions on Pattern Analysis & Machine Intelligence*, (6) :583–598. [65](#)
- Yeo, K. and Maxey, M. R. (2010). Ordering transition of non-brownian suspensions in confined steady shear flow. *Physical Review E*, 81(5) :051502. [66](#), [70](#)
- Zarraga, I. E., Hill, D. A., and Leighton Jr, D. T. (2000). The characterization of the total stress of concentrated suspensions of noncolloidal spheres in newtonian fluids. *Journal of Rheology*, 44(2) :185–220. [i](#), [iv](#), [v](#), [vii](#), [7](#), [8](#), [10](#), [11](#), [24](#), [26](#), [27](#), [60](#), [61](#), [82](#), [83](#), [84](#), [85](#), [86](#), [87](#), [88](#), [89](#), [90](#), [106](#), [107](#), [108](#), [114](#), [147](#), [150](#), [154](#), [155](#), [156](#), [160](#), [161](#), [162](#), [164](#), [165](#), [167](#), [168](#)