

**INFLUENCE DES VIBRATIONS SUR LES
MATERIAUX THIXOTROPES : CAS DE LA
BENTONITE ET DE LA LAPONITE**

Sommaire

Sommaire	p.2
Introduction	p.3
<u>I Les principaux comportements rhéologiques</u>	p.4
<i>A) Les différentes grandeurs en rhéologie</i>	
1] <u>Vitesse de cisaillement et gradient de vitesse</u>	
2] <u>La contrainte de cisaillement</u>	p.5
3] <u>La viscosité</u>	
<i>B) Les comportements à viscosité indépendante du temps</i>	
1] <u>Le comportement newtonien</u>	
2] <u>Les fluides rhéofluidifiants ou rhéoépaississant</u>	
3] <u>Les fluides à seuil</u>	p.6
<i>C) Les fluides thixotropes : une viscosité dépendant du temps et du gradient de vitesse</i>	p.7
<u>II Premier protocole : fréquence critique associée à l'enfoncement total d'un objet dans un liquide thixotrope sous l'action de vibrations</u>	
<i>A) Présentation des matériaux étudiés</i>	
1] <u>La bentonite</u>	
2] <u>La laponite</u>	
<i>B) Préparation des matériaux</i>	p.8
1] <u>Préparation de la bentonite</u>	
2] <u>Préparation de la laponite</u>	
<i>C) Protocole et résultats</i>	
1] <u>Mise en place du protocole expérimental</u>	p.9
2] <u>Résultats et interprétations</u>	p.10
3] <u>Discussion</u>	
<u>III Deuxième protocole : chute d'une bille d'acier dans un fluide thixotrope soumis à des vibrations</u>	p.11
<i>A) Etude théorique de la chute d'une bille dans un fluide newtonien en vibration</i>	
<i>B) Protocole</i>	p.12
<i>C) Résultats</i>	p.13
1] <u>Contrainte liée au protocole : valeurs des incertitudes</u>	
2] <u>Fréquence critique associée à une vitesse limite constante</u>	p.14
<i>D) Modélisation théorique de la chute d'une bille dans un fluide thixotrope</i>	p.16
1] <u>Equations constitutives</u>	
2] <u>Simulation numérique</u>	p.17
<u>IV Chute d'une bille d'acier dans un fluide de type Hershel-Buckley</u>	p.19
CONCLUSION	p.20
BIBLIOGRAPHIE	p.21
REMERCIEMENTS	p.22
ANNEXE : PROGRAMME MATLAB	p.23

INTRODUCTION

La thixotropie est une propriété introduite par Freundlich en 1928 et dont la définition la plus courante est actuellement la suivante [1]: le fluide possède une viscosité dépendante du temps et de la contrainte qui lui est appliquée.

Beaucoup d'applications à l'industrie agro-alimentaire ont été étudiées comme par exemple la nourriture pour bébé qui doit être suffisamment consistante pour rester dans la cuillère mais assez fluide pour qu'un nourrisson puisse l'avaler. De même, la peinture devra être assez fluide pour s'étaler facilement mais ne devra cependant pas tomber sur le peintre. Enfin, on peut citer le cas de la pâte dentifrice qui doit être assez consistante pour rester sur la brosse à dents mais assez fluide pour s'étaler sur les dents.

L'objectif de ce stage effectué au LMSGC (Laboratoire des Matériaux et des Structures du Génie Civil – UMR113) est d'étudier une propriété peu connue des fluides thixotropes à savoir la destructuration du fluide sous l'action de vibrations. Il conviendra donc de mettre en place un protocole expérimental permettant une étude non seulement expérimentale mais aussi par la suite théorique du phénomène. Pour cela, nous utiliserons deux matériaux différents : la bentonite et la laponite qui sont toutes deux des argiles.

Dans une première partie, nous définirons les principaux types de comportements rhéologiques en insistant sur la propriété de thixotropie. Ensuite, nous présenterons les différents matériaux utilisés au cours de cette étude. Puis, nous décrirons le montage et la procédure. Enfin, nous analyserons les résultats obtenus.

I Les principaux comportements rhéologiques

La rhéologie est l'étude de la déformation et de l'écoulement des fluides sous l'influence des contraintes qui leur sont appliquées. Dans ce cadre, le LMSGC s'intéresse plus particulièrement aux matériaux granulaires et aux boues et pâtes.

A) Les différentes grandeurs en rhéologie

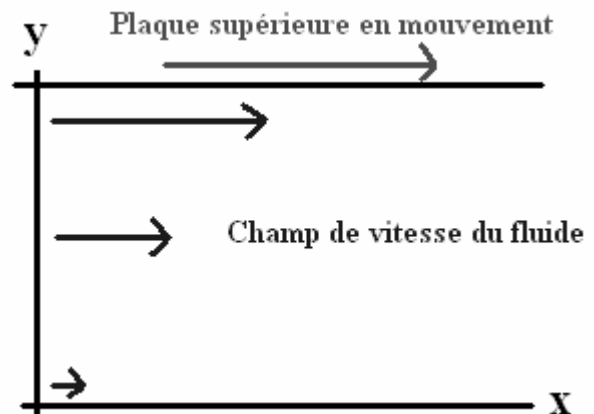
1] Gradient de vitesse (de cisaillement)

Le gradient de vitesse est un tenseur :

$$\nabla V = \begin{pmatrix} \partial V_x / \partial x & \partial V_x / \partial y & \partial V_x / \partial z \\ \partial V_y / \partial x & \partial V_y / \partial y & \partial V_y / \partial z \\ \partial V_z / \partial x & \partial V_z / \partial y & \partial V_z / \partial z \end{pmatrix}$$

Pour un cisaillement simple, la vitesse n'a qu'une composante selon x qui ne dépend que de la hauteur y, si bien que le tenseur s'écrit :

$$\nabla V = \begin{pmatrix} 0 & \partial V_x / \partial y & 0 \\ \partial V_y / \partial x & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$



Par définition, le tenseur des contraintes s'écrit :

$$D = \frac{1}{2} (\nabla V + \nabla V^T) \text{ ce qui donne dans le cas d'un cisaillement simple : } = \frac{1}{2} \begin{pmatrix} 0 & \dot{\gamma} & 0 \\ \dot{\gamma} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

où on pose $\dot{\gamma} = \frac{\partial V_x}{\partial y}$ qui est appelé gradient de vitesse (de cisaillement).

2] La contrainte de cisaillement

La contrainte de cisaillement notée τ correspond à la force exercée pour lutter contre la résistance du fluide au cisaillement par unité de surface $\tau = \frac{dF}{dS}$.

3] La viscosité apparente

La viscosité s'interprète macroscopiquement comme la capacité du fluide à s'écouler. Plus la viscosité est faible, plus le fluide peut s'écouler facilement.

La viscosité apparente se définit comme le rapport entre la contrainte et le gradient de cisaillement :

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}}$$

B) Les comportements à viscosité indépendante du temps [2]

1] Le comportement newtonien

Un fluide est newtonien si sa viscosité est constante à une température et une pression données. Elle ne dépend ni de la contrainte appliquée, ni du temps. On a alors une relation linéaire entre la contrainte et le gradient de vitesse :

$$\tau = \eta \dot{\gamma}$$

Les exemples les plus connus de fluides newtoniens sont l'eau ou bien encore le miel.

2] Les fluides rhéofluidifiants ou rhéoépaississants

Les fluides rhéofluidifiants et rhéoépaississants possèdent une viscosité apparente ($\tau / \dot{\gamma}$) qui varie avec le gradient de vitesse. Si la viscosité apparente augmente avec le gradient de vitesse, le fluide est dit rhéoépaississant ; dans le cas contraire, il est rhéofluidifiant.

L'équation la plus utilisée pour représenter le comportement rhéofluidifiant est une loi de type puissance :

$$\tau = a \dot{\gamma}^n$$

Ainsi, la viscosité apparente étant le rapport $\tau / \dot{\gamma}$, on obtient une viscosité dépendant du gradient de vitesse :

$$\eta = a \dot{\gamma}^{n-1}$$

a est appelé index de consistance

n est appelé index de comportement. Si $n > 1$, la viscosité augmente avec le gradient de vitesse, on a alors un rhéoépaississement, dans le cas contraire on a une rhéofluidification. On note que quand $n=1$, on retrouve le comportement newtonien.

3] Les fluides à seuil

Un fluide à seuil correspond à un fluide qui, pour être mis en mouvement, nécessite que lui soit appliquée une certaine contrainte non nulle : il doit dépasser un certain seuil de contrainte τ_c pour sa mise en mouvement.

$$\tau < \tau_c \Leftrightarrow \dot{\gamma} = 0$$

$$\tau > \tau_c \Leftrightarrow \tau = \tau_c + f(\dot{\gamma}) \quad \text{avec } f \rightarrow 1 \text{ quand } \dot{\gamma} \rightarrow 0$$

Le moyen le plus facile de se représenter ce qu'est un fluide à seuil est d'imaginer un plan incliné. Lorsqu'on dépose un fluide à seuil sur un plan incliné, pour que le fluide s'écoule, il faut atteindre un angle critique.

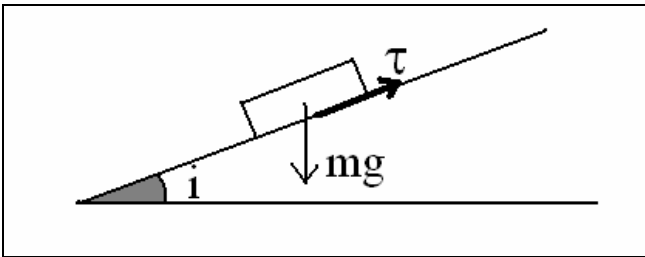


fig.1 Schema du plan incliné

$$\tau = \rho g h \sin(i)$$

Il existe ainsi un angle critique pour lequel le fluide à seuil commence à s'écouler. [3]

Il existe différents modèles pour les fluides à seuil :

Modèle de Bingham : $\tau = \tau_c + \mu_0 \dot{\gamma}$ si $\tau > \tau_c$

Modèle d'Herschel-Bulkley ou loi puissance généralisée :

$$\tau = \tau_c + a \dot{\gamma}^n \quad \text{si } \tau > \tau_c$$

L'avantage de cette loi d'Herschel-Bulkley est qu'elle couvre l'ensemble des comportements précédents :

Si $\tau_c = 0$, on retrouve la loi puissance

Si $n = 1$ on retrouve le modèle de Bingham

Si $\tau_c = 0$ et $n = 1$, on retrouve le fluide newtonien

On rencontre un grand nombre de fluides à seuil dans la vie de tous les jours : la purée, le gel pour les cheveux, la mousse à raser...

C) Les fluides thixotropes : une viscosité dépendant du temps et du gradient de vitesse

Dans le cas des fluides thixotropes, la viscosité dépend non seulement du gradient de vitesse mais aussi du temps et des traitements préalables que le fluide a subis : on parle de fluide à mémoire. Après suppression de la contrainte appliquée au fluide, la viscosité retourne à sa valeur initiale suivant un temps plus ou moins long appelé temps de restructuration.

Pour mieux comprendre le phénomène, reprenons l'exemple du plan incliné. Sachant que le fluide a une mémoire, on lui fait subir toujours le même traitement avant de le déposer sur le plan incliné. Ceci pour que le fluide soit toujours dans le même état initial. Lorsqu'on le dépose, il commence à s'écouler puis s'arrête brusquement. On attend ensuite un temps variable (temps de repos) avant d'incliner à nouveau le plan et on note l'angle critique à partir duquel le fluide s'écoule de nouveau. On constate que plus le temps de repos est long, plus l'angle critique est important. [3] Cependant, une nouvelle notion autre que le temps et le gradient de vitesse a récemment été retenue comme participant à la destructuration du fluide : il s'agit des vibrations qui peuvent lui être infligées et qui conduisent à une diminution de sa viscosité. Cependant, il n'existe à ce jour qu'un seul article traitant de l'influence des vibrations sur le comportement thixotrope d'un matériau, notamment par la mesure du débit massique de fluide à travers un tuyau soumis à des vibrations [4]. Je me propose d'étudier un autre aspect de ce problème en travaillant sur la chute d'objets dans le fluide soumis à des vibrations ce qui pourrait permettre d'avoir un test pratique pour caractériser la thixotropie d'un fluide comme pour le ciment par exemple.

Présentation des matériaux étudiés

1] La bentonite

La bentonite est une argile dont le nom utilisé en géologie est Na-montmorillonite, argile de la famille des smectites. Elle se présente sous la forme d'une poudre ocre jaune de densité $2,3\text{g/cm}^3$. Il s'agit d'un phyllosilicate de type TOT dont la formule chimique est $\text{Na}_{0,33}[(\text{Al}_{1,67}\text{Mg}_{0,33})(\text{O}(\text{OH}))_2(\text{SiO}_2)_4]$. Cette argile est dioctahédrique puisque deux tiers de ses sites sont occupés par des cations trivalents. La bentonite est par ailleurs capable d'une très grande hydratation de ses feuillets en incorporant des molécules d'eau dans les plans (001). La distance d_{001} peut augmenter jusqu'à 100 Å avec l'hydratation croissante de l'argile ce qui fait qu'elle gonfle de 10 à 15 fois et peut absorber jusqu'à plus de 10 fois son poids en eau.

La bentonite sous forme cristalline se présente comme un hexagone de 300nm de largeur.

L'arrangement sous forme hydraté de la bentonite utilise des interactions de type « face-bord » au pH et aux concentrations en électrolytes considérés dans nos manipulations. [5]

2] La laponite [6]

La laponite est une argile de synthèse de type hectorite de la famille des smectites qui se présente sous forme d'une poudre blanche. Sa formule chimique empirique est $\text{Na}_{0,7}[(\text{Si}_8\text{Mg}_{5,5}\text{Li}_{0,3})\text{O}_{20}(\text{OH})_4]$ est celle d'un phyllosilicate de type TOT. La forme cristalline de la laponite est un cylindre très aplati puisque le disque de base fait 25nm de diamètre pour une hauteur de 0,92nm. Cependant, l'arrangement en solution est encore sujet à débat.

La laponite a une capacité d'absorption bien supérieure à celle de la bentonite et présente un avantage expérimental majeur car lors de sa mise en solution, elle est transparente.

3 Le fluide à seuil non thixotrope

On utilisera du gel pour les cheveux (Gel coiffant fixation forte, Leader Price) qu'on a dilué (1 volume de gel pour 4 volumes d'eau).

Montage

Le but des manipulations est d'étudier la chute d'un corps dans un fluide thixotrope.

1^{er} Montage

Dans un pot de 5 cm de rayon se trouve la bentonite qu'on veut étudier sur une hauteur de 7cm. Ce pot est placé sur un plateau vibrant relié à un générateur de vibration sinusoïdale pouvant contrôler l'amplitude, la fréquence, l'accélération ou la vitesse de vibration. On utilise un générateur contrôleur numérique de type DSC-4, le modèle V403 de la Société Ling Dynamics System relié à un amplificateur PA100E de la Ling Dynamics System aussi. L'objet choisi pour mesurer l'enfoncement est une demi-sphère de plastique de 4,4cm de diamètre fiché d'une tige de verre. Un bras articulé accroché à une potence tient un tube de verre renversé gradué centimètres par centimètres dans lequel la tige s'adapte sans frottement pour mesurer la profondeur. Ainsi, lors de l'enfoncement, la progression de la tige dans le tube de verre permet de connaître la profondeur d'enfoncement de la demi-sphère.

2^{ème} montage

Pour des raisons liés à une augmentation de la contrainte du à l'entrée de la tige dans le fluide, nous avons été obligé de mettre en place un deuxième montage. Etant, donné que la tige gêne, nous décidons d'enlever cette tige et d'utiliser une bille d'acier de densité $\rho_s = 7781,0\text{g/cm}^3$ et de rayon $r = 1,5\text{mm}$. Nous choisissons un tube cylindrique plus long de 21cm. Nous enlevons donc la potence ainsi que le tube de verre qui ne serve plus. Nous utilisons toujours le même générateur relié au même amplificateur. Pour mesurer l'enfoncement, nous graduons centimètres par centimètres la colonne qui sera rempli cette fois-ci de laponite, ce matériau étant transparent en solution : on peut donc y voir la bille chuter.

Procédure

La préparation est une étape clef de l'expérimentation. Elle demande une grande précision et une grande rigueur car le succès des expériences en est grandement tributaire. En effet, la mise en solution est délicate. De plus, le matériau évoluant avec l'histoire des contraintes qu'il a subi, il faut contrôler parfaitement la préparation afin d'avoir un matériau ayant toujours le même état initial de référence.

1] Préparation de la bentonite

Dans un pot en verre taré à la balance de précision, on introduit 1500,00g d'eau distillée. Après avoir taré de nouveau la balance sur une coupelle en plastique, on y pèse 165,00g de bentonite (« Poudre Impersol », Société Française des Bentonites et Dérivés). On place ensuite le pot en verre sur un support boy et on soumet l'eau à une agitation constante de 1000tr/min grâce à un malaxeur. On ajoute très progressivement la bentonite. On prélève ensuite une partie de la préparation à la pipette que l'on met dans la coupelle afin de dissoudre le restant de bentonite encore présente dans la coupelle. Le contenu de la coupelle est ensuite mis dans la solution. Ceci permet de minimiser les pertes de bentonite car des différences de comportement se manifeste sensiblement pour des changements de concentration. La solution est ensuite couverte d'un film plastique dans lequel on fait un trou afin de faire passer la tige du malaxeur. Ce plastique est lui-même recouvert de papier imbibé d'eau distillée. Ces deux précautions permettent ainsi de limiter grandement la déshydratation. La solution est remise à agitation pendant 8 heures. Elle est ensuite laissée au repos pendant 24 heures avant utilisation pour que le temps de restructuration soit atteint. La solution se présente alors sous la forme d'un gel dont la concentration massique de bentonite est de 11%.

2] Préparation de la laponite

Avec les mêmes précautions que précédemment on introduit 1457,00g d'eau distillée à laquelle on ajoute 35 gouttes de soude concentrée à 4mol/l. On complète ensuite jusqu'à 149,50g avec de l'eau distillée. On pèse ensuite 40,5g de laponite (Laponite, Grade RD, Rockwood Additives Limited) qu'on introduit dans la solution sous agitation à 2000tr/min (les particules de laponite étant beaucoup plus petite, l'agitation doit être beaucoup plus forte). Après agitation pendant 8 heures selon le même protocole que précédemment, on récupère une petite quantité de solution afin de vérifier que la valeur du pH est de l'ordre de 10 car un tel pH permet de limiter les forces ioniques. La préparation de laponite est ensuite laissée au repos pendant sept jours complets afin que le temps de restructuration soit atteint. On obtient alors un gel transparent de concentration massique 2,7%.

3] Mise en place de l'expérience

1^{er} protocole

Après avoir agité la préparation pendant

Il nous faut trouver un protocole qui permette d'étudier l'influence des vibrations sur le changement de viscosité d'un fluide thixotrope c'est à dire qu'il faut pouvoir caractériser le comportement du fluide à partir d'une série d'expériences.

Nous reprenons une expérience montée en classe préparatoire et qui avait pour but l'étude de la thixotropie et nous l'améliorons.[7]

1] Mise en place du protocole expérimental

Le problème est donc de monter un protocole expérimental qui permette d'étudier ce phénomène mais aussi de pouvoir donner une approche théorique. On sait que la viscosité variera avec le temps : nous travaillerons donc au départ à temps de repos constant. Pour pouvoir simplifier une partie des équations, nous allons essayer de trouver un système qui possède une symétrie. Nous utiliserons donc un pot cylindrique, ce qui permet de s'affranchir de la composante y . Pour étudier le changement de viscosité, nous nous proposons de nous intéresser à la chute d'un objet à l'intérieur du matériau. Nous utiliserons donc une demi-sphère pour deux raisons : elle possède elle-même une symétrie qui permet aussi de s'affranchir de la composante y et de plus, les forces de frottement exercées sur la surface de la sphère sont bien connues grâce à la formule de Stokes. Le matériau étant opaque, la demi-sphère est fichée d'une tige qui permettra de surveiller l'enfoncement.

Le pot est placé sur un plateau vibrant relié à un générateur de vibration sinusoïdale pouvant contrôler l'amplitude, la fréquence, l'accélération ou la vitesse de vibration. Un bras articulé accroché à une potence tient un tube de verre renversé gradué dans lequel la tige s'adapte sans frottement pour mesurer la profondeur. On fait en sorte que le rayon de la sphère soit assez petit par rapport au rayon du pot afin de pouvoir négliger les effets de bords. Par ailleurs, les conditions limites ne sont pas simples : on va supposer qu'il y a vibration sans amortissement dans tout le fluide.

Il en résulte une simplification du problème : on ne travaille que sur deux composantes dans l'espace : on a donc deux équations aux dérivées partielles. On néglige tous les effets de bords et on considère une transmission totale des vibrations.

Nous allons ensuite rechercher les paramètres qui permettent un enfoncement total de l'objet dans le fluide.

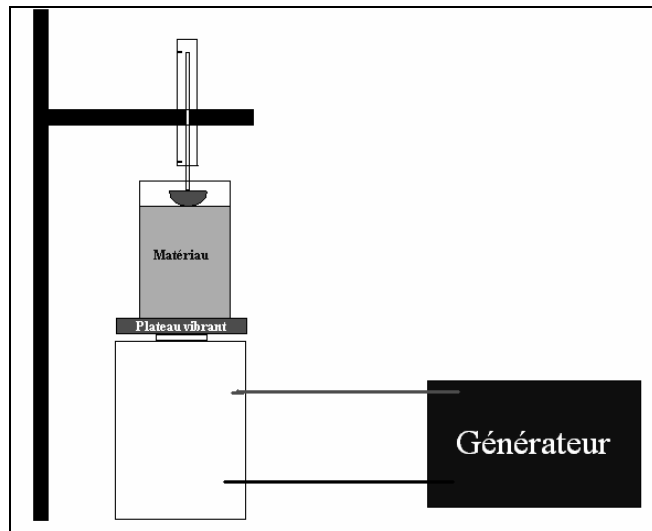


Fig.2 Dispositif expérimental

Après avoir agité à nouveau la préparation pendant 20 minutes à 2000tr/min, on en place 280ml dans le récipient que l'on couvre là encore pour limiter la déshydratation. On attend un certain temps dit temps de repos (t_r). On soumet ensuite le matériau à une séance de vibrations.

On utilise un générateur contrôleur numérique de type DSC-4, le modèle V403 de la Société Ling Dynamics System relié à un amplificateur PA100E de la Ling Dynamics System aussi.

Ici, on peut donc fixer un des paramètres suivants : fréquence, amplitude, vitesse ou accélération, ces quatre paramètres étant reliés mathématiquement. La plupart du temps, on ne fixe pas la fréquence puisqu'on va rechercher la fréquence critique, c'est à dire la fréquence minimale pour que la demi-sphère s'enfonce jusqu'au fond du pot. Cette fréquence dépend du temps de repos et aussi de l'amplitude ou des deux autres grandeurs. On écrit donc un programme pour le générateur [8] qui maintient une de ces grandeurs constantes et qui fait varier la fréquence.

Le programme est ensuite enregistré dans la mémoire de l'appareil et est ensuite lancé.

Quand la demi-sphère commence à s'enfoncer, on passe en mode manuel : on maintient la fréquence constante pour voir si la demi-sphère s'enfonce jusqu'au bout. Si on constate qu'elle s'immobilise, on augmente manuellement la fréquence jusqu'à ce qu'elle recommence à s'enfoncer. On répète ainsi l'opération jusqu'à ce que la boule se soit enfoncée jusqu'au bout.

2] Résultats et interprétations

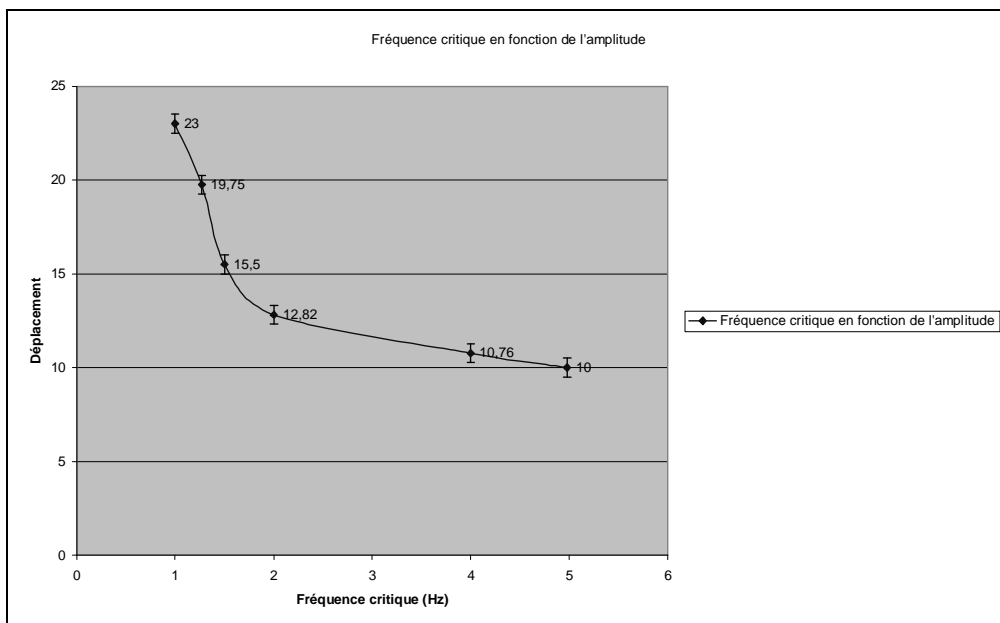


fig.3 Influence de l'amplitude sur la fréquence

Nous présentons ici les résultats d'une première série d'expériences réalisée à temps de repos constant (30 minutes) sur de la bentonite et à différentes amplitudes.

On constate que l'amplitude a une influence importante sur la fréquence critique. Plus l'amplitude est faible, plus la fréquence critique est élevée. Par ailleurs, on a pu constater que le temps au bout duquel la demi-sphère arrive au fond est toujours situé entre 2 et 4 minutes.

On peut nettement distinguer deux parties de courbe : une à faible amplitude, où cette dernière est le facteur dominant puisqu'une petite variation d'amplitude provoque une grande variation de fréquence, et une autre partie à faible fréquence où elle est alors le paramètre dominant.

On renouvelle ensuite les mêmes expériences pour des temps de repos différents. On obtient les résultats suivants :

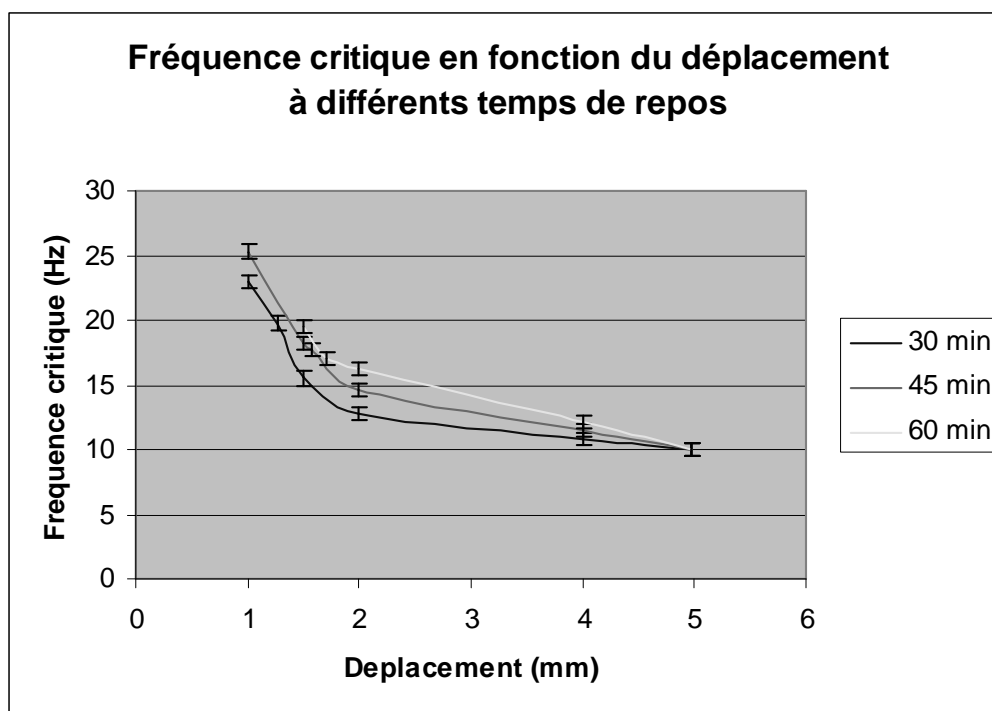


Fig.4 Influence de l'amplitude sur la fréquence pour différents temps de repos

On observe que les courbes ont une allure similaire : on retrouve les deux parties de courbes pour des temps de repos de 45 et 60 minutes. On constate que plus le temps de repos est important, plus la fréquence critique est élevée pour un même déplacement. Ceci est bien en accord avec ce qu'on pouvait prévoir puisque lors du repos du fluide, il se restructure : sa viscosité augmente et la sollicitation doit donc être plus importante pour permettre la chute de l'objet.

Dans le cas d'un temps de repos de 60 minutes, pour une amplitude de 1mm, il n'a pas été possible de trouver une fréquence critique (le dispositif fait qu'on ne peut pas aller au delà de 60Hz ; la fréquence critique doit donc être dans ce cas supérieure à 60Hz).

3] Discussion

Le problème que pose ce protocole est que la contrainte exercée sur l'objet qui descend n'est pas constante. En effet, la tige de verre cylindrique subit une partie des frottements visqueux en plus de la demi-sphère. On peut calculer à quelle profondeur la contrainte a doublé c'est à dire quand la surface de contact avec le fluide a doublé. Cette profondeur h est telle que la surface de la demi-sphère et celle de la tige soient égales, soit $h = \frac{2\pi R^2}{2\pi r} = \frac{R^2}{r}$. On obtient une profondeur de 5,3cm.

Or, notre pot fait 7cm. On en déduit donc que la contrainte a plus que doublé pendant l'ensemble de l'enfoncement. Il est donc difficile de pouvoir élaborer une théorie à partir de ces résultats. De plus, le critère de chute au fond du fluide n'est pas suffisamment intrinsèque au fluide. C'est pourquoi, il nous faut mettre en place un deuxième protocole qui prendra en compte un critère suffisamment propre au fluide.

III Deuxième protocole : chute d'une bille d'acier dans un liquide thixotrope soumis à des vibrations

Ce deuxième protocole a pour but de reproduire une manipulation très connue qui permet la plupart du temps d'obtenir une bonne approximation de la viscosité d'un fluide newtonien par l'intermédiaire de la mesure de la vitesse de chute d'une bille dans ce fluide. Nous allons appliquer cette expérience à un fluide thixotrope. Etant donné que la tige impliquait une augmentation de la contrainte au cours de l'enfoncement, nous enlevons cette tige. Pour cette raison, il va nous falloir travailler sur un fluide transparent : nous utiliserons donc la laponite. Tout d'abord, nous allons présenter la chute d'une bille dans un fluide newtonien en vibration de façon théorique, puis nous présenterons brièvement le protocole, ensuite nous étudierons les résultats obtenus avant d'en déduire les implications théoriques sur le comportement du fluide thixotrope.

A) Etude théorique de la chute d'une bille dans un fluide newtonien en vibration

On considère un fluide newtonien de densité et de viscosité constantes (ρ, η) et une bille de densité ρ_s chutant dans ce liquide en vibration. On se place dans un référentiel lié à la bille si bien que c'est le liquide qui est considéré comme étant en mouvement.

Ce liquide est animé d'un mouvement de vibration sinusoïdale périodique de pulsation propre ω et d'amplitude A . L'oscillation ne se produit par ailleurs que dans la direction z du fluide.

Dans le cas d'un fluide non-oscillant, les forces s'exerçant sur la bille sont :

$$\text{Son poids : } P = \frac{4}{3} \pi r^3 \rho_s g$$

$$\text{La poussée d'Archimède : } \Pi_a = -\frac{4}{3} \pi r^3 \rho g$$

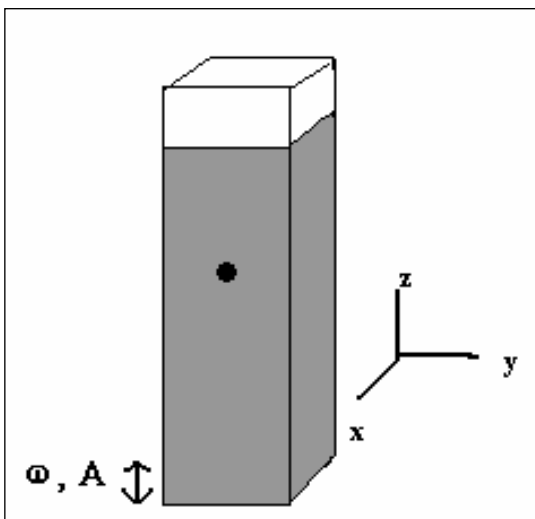
Une force de frottement donnée par la loi de Stokes : $F = -6\pi\eta r v$ avec v vitesse de chute

En régime permanent, la bille atteint une vitesse limite constante si bien qu'on peut appliquer le

principe de l'inertie : $\sum \vec{F} = 0$

$$\text{On obtient alors } v = \frac{2r^2}{9\eta} (\rho_s - \rho) g \quad (1)$$

Dans le cas où le fluide est soumis à une oscillation,



L'équation d'onde s'écrit : $z = z_0 \sin(\omega t)$

La vitesse est alors $v_z = \frac{dz}{dt} = z_0 \omega \cos(\omega t) = u_0 \cos(\omega t)$

La conservation de la quantité de mouvement s'écrit :

$$\rho \left(\frac{\partial v_i}{\partial t} + v_j \cdot \frac{\partial v_i}{\partial x_j} \right) = -\frac{\partial p}{\partial x_i} + \eta \cdot \frac{\partial^2 v_i}{\partial^2 x_j} + f_i$$

Le mouvement ne se fait que selon z , les deux premières équations conduisent donc à un résultat nul ($\theta=0$).

La vitesse ne dépendant pas de z , on ne tient compte que de la dérivée temporelle. Par ailleurs, la seule force volumique qui s'applique est le poids. La conservation de la quantité de mouvement s'écrit donc :

Fig 5 Schéma du système

$$\rho \omega u_0 \sin(\omega t) = -\frac{\partial p}{\partial z} - \rho g$$

Après intégration de p entre 0 et h avec $p(h) = p_0$, il vient

$$p(z) = \rho g (h - z) \left(1 - \frac{\omega^2 z_0 \sin(\omega t)}{g} \right) + p_0$$

Ou encore $p(z) = \rho^\times g (h - z) + p_0$ avec $\rho^\times(t) = \rho \left(1 - \frac{\omega^2 z_0 \sin(\omega t)}{g} \right)$ (2)

B) *Protocole*

Pour des raisons pratiques évidentes, la vitesse de chute de la bille sera étudiée sur la laponite du fait de sa couleur transparente. On choisit un tube suffisamment long pour pouvoir s'affranchir pendant une partie du tube des effets initiaux comme le dépôt de la bille et des effets de fond puisque la bille ralentira à l'approche du fond. C'est pourquoi, nous utilisons une colonne de 21 cm. De même, afin de négliger les effets de bords, la bille possède un diamètre de 3mm contre 4,2cm pour la colonne, ce qui permet de supposer que les bords n'ont pas d'influence.

On agite au malaxeur pendant 20 minutes à 2000trs/min de la laponite préparée comme précédemment puis on effectue une agitation au mixeur pendant 2 minutes pour assurer une destructuration totale et réduire le nombre de bulles présentes dans le fluide. On verse ensuite une partie du fluide dans la colonne sur une hauteur de 21cm. La colonne est graduée centimètre par centimètre. On couvre ensuite la colonne d'un film plastique pour éviter la déshydratation et on laisse le fluide au repos pendant un temps t_r . Après repos, on place la colonne sur le plateau vibrant et on dépose délicatement une bille d'acier ($\rho_s = 7781,0 \text{g/cm}^3$, $r = 1,5 \text{mm}$) à la surface du fluide et au milieu du dispositif pour éviter les effets de bords. On lance le chronomètre ainsi que le générateur. On note le temps de passage de la bille à chaque graduation. On en déduit ainsi la vitesse instantanée de la bille.

C) *Résultats*

1] Contrainte liée au protocole : valeurs des incertitudes

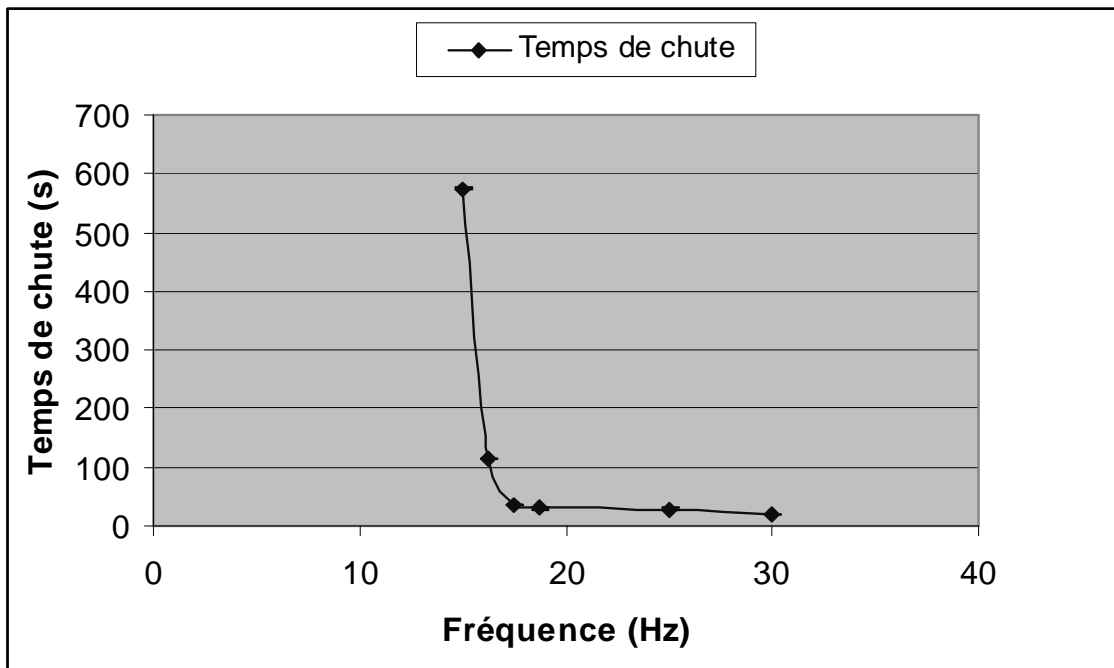


Fig. 6 Relation temps de chute- fréquence

On constate tout d'abord que plus la fréquence augmente, plus le temps de chute diminue. Il existe même des fréquences pour lesquelles la bille ne descend pas jusqu'au fond de la colonne. C'est par exemple le cas pour une fréquence de 12,5 Hz ou la bille ne chute que de 5cm avant de s'arrêter. Par ailleurs, ce graphe permet aussi d'expliquer l'augmentation de la valeur des incertitudes que nous allons rencontrer ensuite. En effet, le temps que met la bille entre deux repères est difficile à évaluer avec une précision supérieure à la demi seconde et ce pour deux raisons :

- étant donné que la colonne vibre, il est difficile d'apprécier avec exactitude le moment où la bille passe le repère étant entendu qu'on décide au préalable si on considère comme référence le haut de la bille ou son centre de gravité. Ainsi, la bille faisant 3mm de diamètre, on peut estimer une première incertitude qui est de l'ordre de grandeur de la taille de la bille divisée par le temps moyen entre deux repères. Ceci conduira à une incertitude sur la vitesse de 1/10000ème de seconde pour une fréquence de 15Hz à 300ms pour une fréquence de 30Hz.
- La deuxième incertitude est liée aux réflexes de l'expérimentateur qui doit arrêter le chronomètre lorsqu'il estime que la partie référence de la bille a passé le repère. Cette incertitude réflexe est d'environ 200ms.

Ceci conduit donc à une incertitude totale entre 200 et 500ms.

2] Fréquence critique associée à une vitesse limite constante

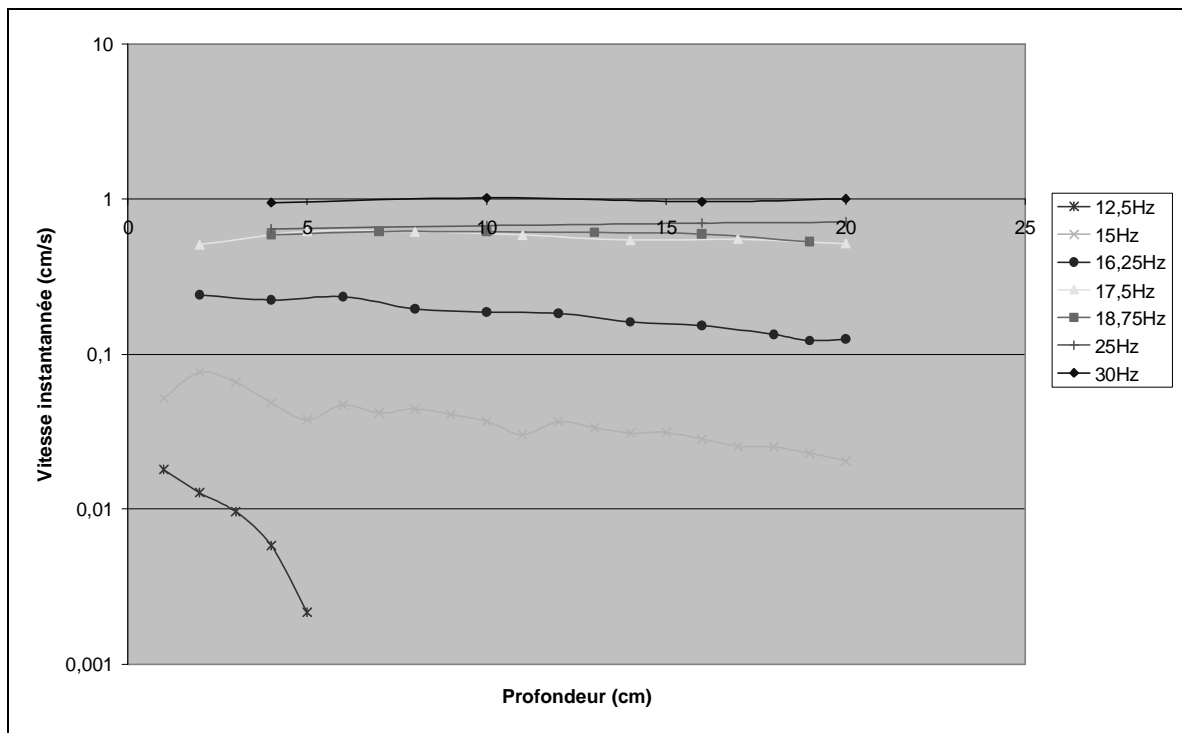


Fig.7 Vitesse instantanée (log) en fonction de la profondeur

Le but de la représentation de cette figure est de voir si on peut trouver une fréquence à partir de laquelle le fluide est en régime permanent, c'est à dire une fréquence pour laquelle la vitesse de la chute de la bille est constante. La première constatation que nous pouvons faire est que la vitesse de chute atteinte augmente avec la fréquence. Dans le cas où la vitesse n'est pas constante, on note que la vitesse diminue au fur et à mesure de l'enfoncement.

Pour une fréquence de 12,5Hz, on constate que la bille s'arrête au bout de 5cm de chute. Pour des fréquences de 15Hz et 16,25Hz, on peut remarquer que la bille arrive à descendre jusqu'au fond de la colonne mais que sa vitesse diminue bien avant le fond, chutant de plus de la moitié de sa valeur initiale. Sa vitesse n'atteignant pas une vitesse limite constante, on en déduit donc que le fluide n'est pas encore en régime permanent. On peut donc interpréter ceci comme le fait que, malgré les vibrations qui ont tendance à structurer le fluide, la restructuration se fait plus vite que la destruction.

A partir de 17,5Hz, on constate que la vitesse instantanée est beaucoup plus importante que précédemment et on peut la considérer comme constante compte tenu des incertitudes de l'expérience que nous avons présentées précédemment : le fluide peut alors être considéré comme en régime permanent. On en déduit donc que la fréquence critique est comprise entre 16,25Hz et 17,5Hz pour un temps de repos de 45 minutes.

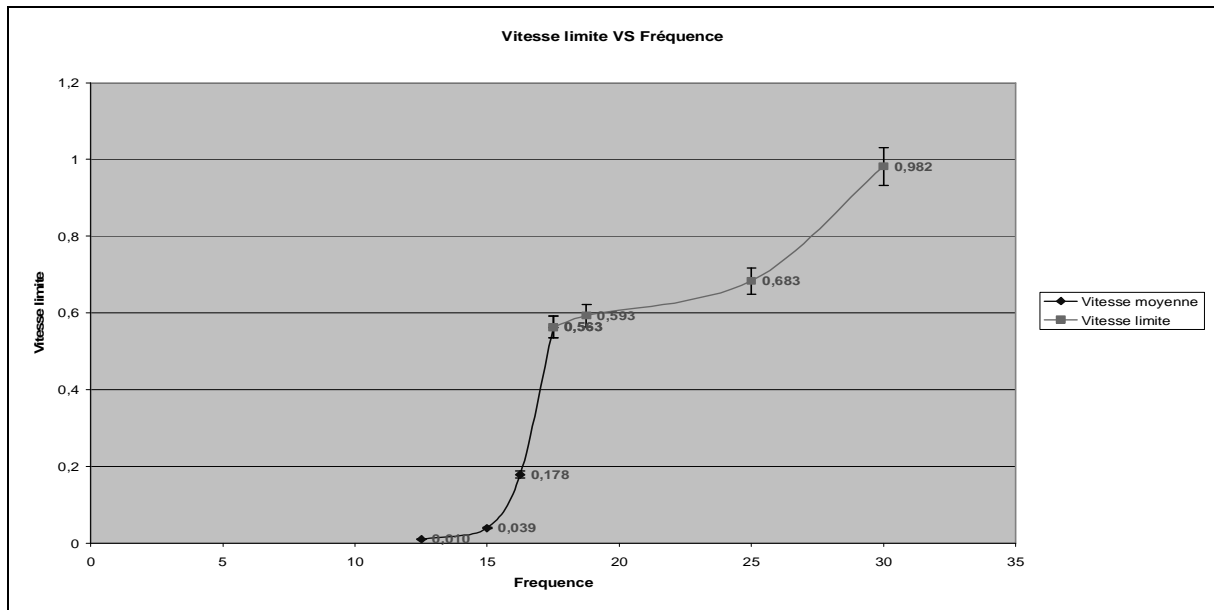


Fig. 8 Vitesse moyenne ou limite en fonction de la fréquence

On peut identifier plusieurs phases bien nettes du comportement du fluide sous l'action des vibrations. La première phase correspond à un comportement où la vitesse moyenne de chute est extrêmement faible (la bille ralentit de plus en plus) de 12,5 à 15Hz. On note ensuite une deuxième phase qui se traduit par une augmentation brusque de la vitesse moyenne de chute (la vitesse n'est pas constante : elle diminue là encore au cours de la chute) de 15Hz à 17,5Hz. A partir de 17,5Hz, on arrive à des vitesses de chute constantes qui continuent à augmenter avec la fréquence.

Lorsque la vitesse limite est constante, on peut, grâce à la formule $v = \frac{2r^2}{9\eta}(\rho_s - \rho^*)g$ calculer la

viscosité apparente de la solution puisque le fluide peut alors être considéré comme en régime permanent. Par extension, on peut prendre la valeur moyenne de la vitesse de chute pour les fréquences inférieures à 17,5Hz pour avoir un ordre d'idée sur la viscosité de la solution. Ceci conduit au graphe suivant :

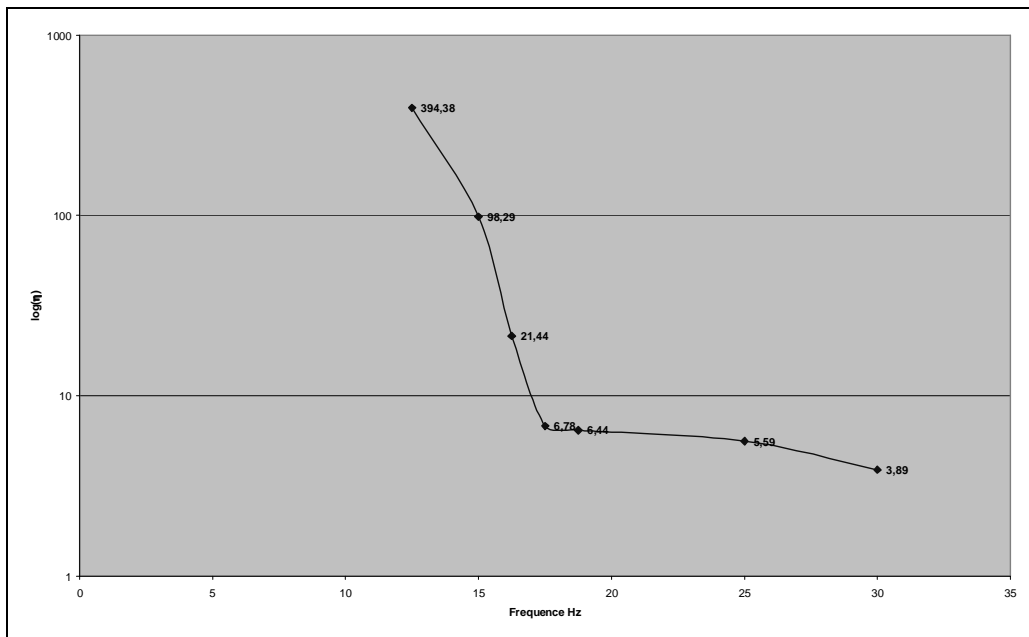


Fig.9 Relation entre log(η) et la fréquence

Ce graphe permet de voir nettement la fréquence critique par la rupture de pente qu'on observe entre 16,25 et 17,5 Hz. En effet, la viscosité passe de 21,4 Pa.s à 6,78 Pa.s. D'autre part, entre une fréquence de 12,5 Hz et 30 Hz, on observe une chute de deux ordres de grandeurs de la viscosité. La même rupture de pente pourrait d'ailleurs être observée sur la vitesse en fonction de la fréquence si on utilisait une échelle logarithmique.

Nous avons ensuite réalisé le même protocole mais avec un temps de repos d'une heure au lieu de 45 minutes. On obtient le graphe suivant :

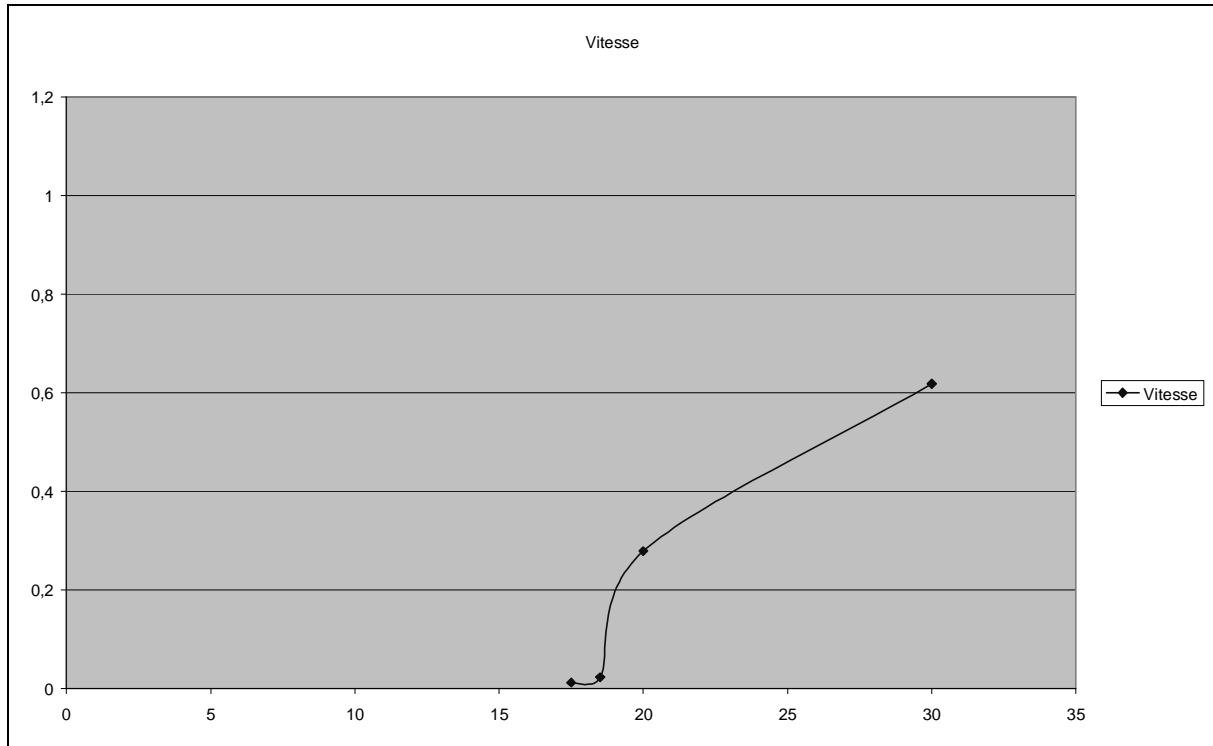


Fig. 10 Vitesse en fonction de la fréquence pour une heure de temps de repos

Tout d'abord, on constate que les courbes ont sensiblement la même allure bien que le manque de points dans cette seconde courbe ne permet pas une comparaison extrêmement rigoureuse dans la partie entre 20 et 30Hz. On remarque cependant qu'on trouve aussi une fréquence critique comme dans le cas précédent mais qui a cette fois ci une valeur plus élevée : elle est comprise entre 18,75 et 20Hz. Par ailleurs, les vitesses associées à une même fréquence sont plus importantes pour un temps de repos de 45 minutes que pour un temps de repos de 60 minutes. On en déduit donc que la restructuration du fluide s'est poursuivie entre 45 minutes et 60 minutes mais que cette restructuration n'est pas très importante étant donné le faible écart entre les fréquences critiques.

D) Modélisation théorique de la chute d'une bille dans un fluide thixotrope

1] Equations constitutives

L'état d'un matériau thixotrope peut être décrit par un seul paramètre appelé paramètre de structure et noté λ . Nous nous proposons ici d'utiliser ce paramètre de structure pour étudier de façon théorique la chute de la bille dans le fluide thixotrope.

Pour un fluide thixotrope au repos, le paramètre λ augmente à un taux constant de $1/T_0$ où T_0 est le temps caractéristique d'évolution de la microstructure. On considère que le taux de diminution de λ

engendrée par une contrainte est proportionnel au gradient de vitesse (de cisaillement) $\dot{\gamma}$. Ce taux est aussi proportionnel à un certain degré de floculation que l'on va supposer être simplement proportionnel à λ , ce qui nous donne :

$$\frac{d\lambda}{dt} = \frac{1}{T_0} - \alpha\lambda\dot{\gamma} \quad (3) \quad \begin{array}{l} T_0 : \text{temps caractéristique d'évolution de la microstructure} \\ \alpha : \text{constante dépendant du système} \end{array}$$

Pour relier l'écoulement et la structure, on considère que la viscosité instantanée est seulement une fonction de l'état du matériau, il vient :

$$\eta = \eta_0 e^{\lambda} \quad [9] \quad \eta_0 : \text{valeur de la viscosité du fluide destructuré } (\lambda \rightarrow 0)$$

Par ailleurs, pour un fluide en vibration, nous avons établi la relation suivante :

$$\rho\omega u_0 \sin(\omega t) = -\frac{dp}{dy} - \rho g.$$

Grâce à cette équation, nous allons faire une étude d'ordre de grandeur afin d'estimer la contrainte supplémentaire imposée au fluide par la vibration.

L'ordre de grandeur du sinus est 1. L'ordre de grandeur de z est z_0 . Par ailleurs, $u_0 = z_0\omega$.

On obtient donc ceci $\rho\omega^2 z_0 = -\frac{\bar{p}}{z_0} - \rho g$ avec \bar{p} ordre de grandeur de la pression

La contrainte étant de même nature qu'une pression comme c'est le cas de \bar{p} , on en déduit que la contrainte supplémentaire est de l'ordre de $\rho\omega^2 z_0^2$. Après calcul, on constate que cette contrainte supplémentaire que l'on va appeler τ_0 est comprise entre 0,1 et 0,9 ($z_0 = 10^{-3}$, $\omega = 10-30$, $\rho = 1000$) dans le cadre de notre travail. Comparativement, l'ordre de grandeur de la contrainte liée à la gravité est $\rho g z_0$ (≈ 10), soit un à deux ordres de grandeurs de plus.

C'est cette toute petite contrainte supplémentaire qui induit le passage de l'équilibre au déséquilibre. Nous possédons donc une idée de la contrainte. Or, nous avons aussi vu qu'il existait une relation

entre gradient de vitesse, contrainte et viscosité : $\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}}$. Nous allons donc pouvoir utiliser τ_0 et η à

la place de $\dot{\gamma}$ dans l'équation (3) puisque nous ne connaissons pas $\dot{\gamma}$ alors que τ_0 est fixée par l'expérience et η dépend du paramètre de structure. On obtient alors :

$$\frac{d\lambda}{dt} = \frac{1}{T_0} - \alpha\lambda \frac{\tau_0}{\eta} = \frac{1}{T_0} - \frac{\alpha\lambda}{\eta_0} \lambda e^{\lambda}.$$

En utilisant la vitesse de chute donnée par l'équation (1) ($v = \frac{2r^2}{9\eta} (\rho_s - \rho)g$), on peut obtenir des courbes donnant la vitesse en fonction de différents paramètres.

2] Simulation numérique

Grâce à un programme rédigé sous Matlab (l'équation différentielle ne pouvant pas être résolue) et figuré en annexe, on peut obtenir les différentes courbes représentant la vitesse en fonction du temps ou en fonction de la fréquence.

Pour l'ensemble des calculs, les valeurs suivantes ont été prises :

$T_0 = 140s$ (pas de donnée dans la littérature sur la valeur ou l'ordre de grandeur de ce paramètre)

$\alpha = 8.10^{-2}$ (pas de donnée dans la littérature sur la valeur ou l'ordre de grandeur de ce paramètre. D'après les dernières études, cette valeur de paramètre est tout à fait possible [COUSSOT, comm. pers.]

$\eta_0 = 1 \text{ Pa.s}$ (c'est l'ordre de grandeur de la viscosité du produit [10])

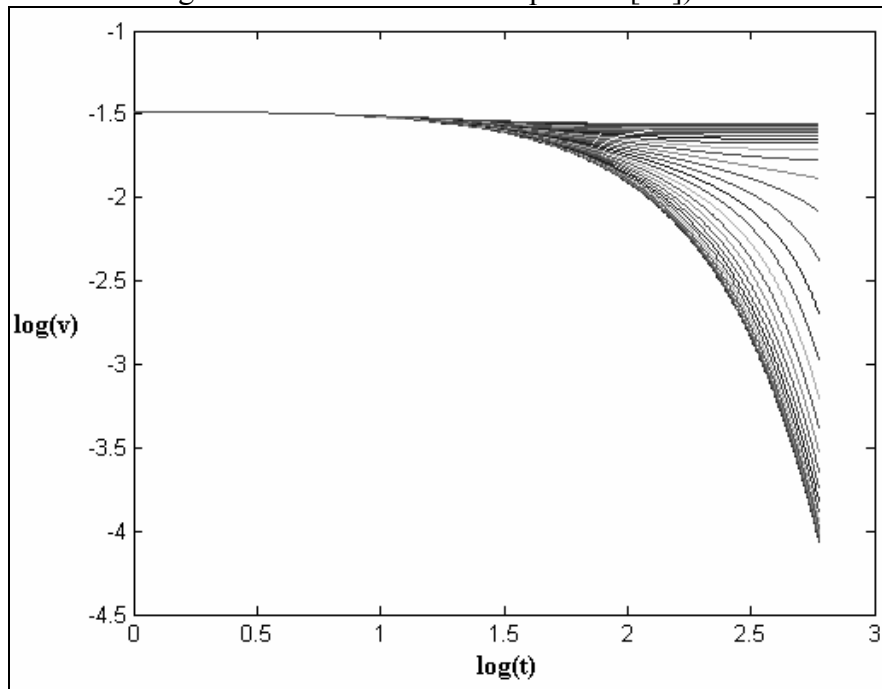


Fig.11 Evolution théorique de la vitesse en fonction du temps (échelle log)

Ce graphique représentant le logarithme de la vitesse en fonction du temps (log) montre clairement une bifurcation de comportement. Au delà d'une certaine fréquence, on trouve une vitesse constante alors qu'au dessous de cette fréquence, la vitesse tend vers 0, comme c'est le cas dans nos expériences. Le modèle du paramètre structural permet donc de retrouver la bifurcation de vitesse constatée expérimentalement.

On peut ensuite chercher à savoir si on peut retrouver une allure de courbe similaire à celle expérimentale lorsqu'on représente la vitesse en fonction de la fréquence.

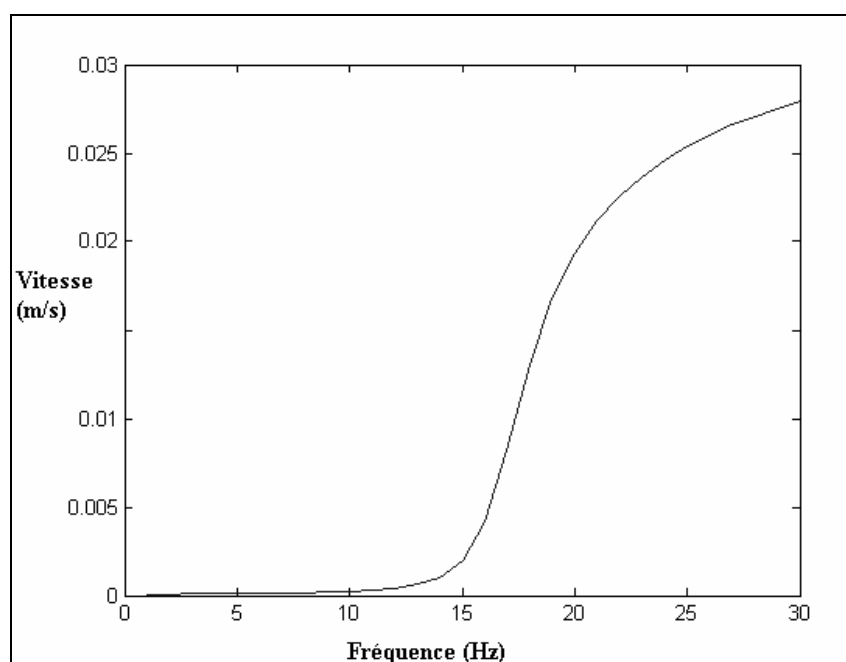


Fig.11 Vitesse limite en fonction de la fréquence

On constate que le modèle basé sur le paramètre structural permet d'obtenir des variations semblables à celles obtenues par les expériences. En effet, l'allure des deux courbes est sensiblement la même. On constate notamment qu'on observe bien une fréquence critique voisine de 17,5Hz marquée par les très fortes variations de la courbe aux alentours de cette fréquence. Bien sûr, la simplicité du modèle mis en avant ne rend pas compte de toutes les variations observées expérimentalement notamment l'incurvation constatée vers 25Hz. Cependant, on peut aussi observer que les ordres de grandeurs des vitesses de la simulation sont les mêmes que celles des expériences ce qui est rassurant puisque dans ce modèle numérique, nous ne travaillons qu'avec des ordres de grandeurs.

Tout ceci nous conduit à penser que le modèle basé sur le paramètre structural est valable mais reste encore un peu trop simple pour expliquer l'ensemble des phénomènes liés à la thixotropie.

A titre de comparaison, nous allons étudier à l'aide du même protocole un fluide à seuil de type Hershel-Bulkley, pour voir notamment les différences de comportements entre les deux fluides.

IV Chute d'une bille d'acier dans un fluide de type Hershel-Buckley

Nous rappelons qu'un fluide de type Hershel-Buckley a un comportement modélisé par l'équation suivante:

$$\tau = \tau_c + a \dot{\gamma}^n \quad \text{si } \tau > \tau_c$$

A priori, on pourrait se dire qu'un fluide thixotrope est un fluide de type Hershel-Buckley dont on pourrait arranger la loi de comportement en faisant intervenir le temps. On pourrait notamment introduire la dépendance au temps de la contrainte critique τ_c ainsi que du paramètre a . Pour un temps de repos donné, on devrait donc obtenir une courbe d'allure similaire à celle obtenue pour un fluide thixotrope puisqu'en fixant le temps de repos, on s'affranchit de cette dépendance au temps. Nous utilisons le même protocole que précédemment, à savoir que nous remplissons la colonne sur 21cm de hauteur. La viscosité étant indépendante du temps, nous pouvons commencer les expériences immédiatement.

Les résultats obtenus sont les suivants :

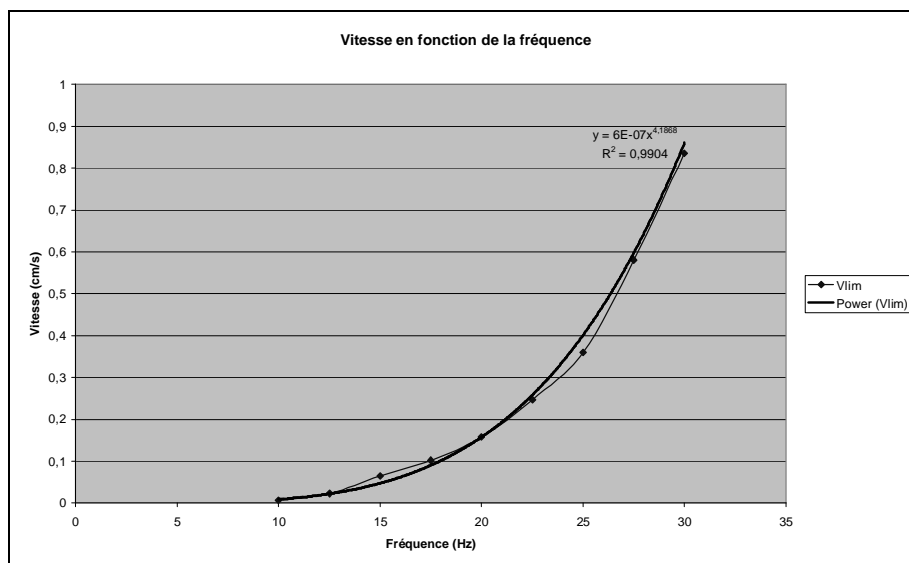


Fig.12 Vitesse limite en fonction de la fréquence dans un fluide de type Hershel-Buckley

On constate que dans le cas du fluide de type Hershel-Buckley, on trouve qu'à partir d'une fréquence critique (inférieure à 10hz), on obtient une vitesse de chute constante dans le fluide. L'allure de la courbe est par ailleurs une allure de type puissance dont l'équation est :

$$V = 9,46 + 6.10^{-7} \omega^{4,1868} \quad (R^2=0,9904)$$

On retrouve donc pour la vitesse une équation du même type que pour la contrainte. Ceci nous permet entre autre de valider le protocole et de voir que le fluide thixotrope n'est pas, après la fréquence critique, un fluide de type Bingham ou Hershel-Bulkley comme nous l'avions supposé au départ. Le fluide thixotrope ne peut donc pas se décrire comme un fluide de type Heshel-Bulkley avec une dépendance au temps.

CONCLUSION

Nous avons pu voir qu'à partir d'un protocole expérimental simple, il est possible d'approcher toute la difficulté du phénomène de thixotropie et des nombreux paramètres qu'il prend en compte. Les résultats que nous présentons ici ne sont certainement que le commencement d'un long travail qui attend les techniciens et les chercheurs sur la destruction des fluides thixotropes soumis à des vibrations.

Nous avons pu voir aussi que les résultats numériques ne correspondent pas complètement aux résultats expérimentaux. Pourtant, l'utilisation du paramètre structural reste certainement le modèle le plus valable à l'heure actuelle.

Plusieurs pistes de travail restent à explorer. On peut tout d'abord tenter d'améliorer la représentativité du modèle en utilisant non plus un mais deux paramètres de structures (λ_1 et λ_2). Ces deux paramètres représenteraient alors des phénomènes physiques distincts ayant des échelles de temps bien différentes mais ceci compliquerait énormément l'approche mathématique du phénomène. Par ailleurs, l'un des plus gros travail qui reste à faire est l'identification précise du sens physique des variables considérées et le moyen de les caractériser expérimentalement. Nous sommes bien conscient que le paramètre λ englobe une multitude de phénomènes physiques qui se doivent être mieux identifiés.

Enfin, l'élaboration d'une loi de comportement caractérisant l'ensemble du phénomène de thixotropie se révèle extrêmement important pour des domaine tels que la géotechnique (boues de forage, ciments...), la cosmétique ou l'agroalimentaire.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] : C-R Huang, in N.P. Cheremisinoff (Ed.), Encyclopedia of Fluid Mechanics, Vol 7, Gul Publishing, Houston, TX, Chapter 1
- [2] : Rhéophysique des pâtes et des suspensions, Chapitre 1, P. Coussot, C. Ancy, EDP Sciences, 1999
- [3] : Caractérisation de la thixotropie de fluides pâteux, H.T. Huynh, D. Bonn, P. Coussot,
- [4] : Vibrational flow of non-Newtonian fluids, N.S. Deshpande, M. Barigou, Chemical Engineering Science, Vol 56 3835-3853, 2001
- [5] : The colloidal and rheological properties of bentonite suspensions, P.F. Luckham, S. Rossi, Advances in Colloid and Interface Science, Vol 82, p. 43-92, 1999
- [6] : Laponite, Répertoire technique, Industrie Laporte, PO Box Moorfield Road Widnes, Cheshire WA8 0JU, Royaume Uni
- [7] : Etude de la thixotropie des sols à partir d'un exemple en région parisienne, T. Ferroir, E. Khelifi, M. Letellier, 2001
- [8] : Manuel d'Installation et d'utilisation LDS Générateur contrôleur numérique pour pilotage sinus des systèmes d'essai aux vibrations type DSC-4, Version Française DSC-4 Edition 1.2, Ling Dynamic System
- [9] : Avalanche Behaviour in Yield Fluid Stress, P. Coussot, Q.D. Nguyen, H.T. Huynh, D. Bonn, Physical Review Letter, A paraitre.
- [10] : Viscosity bifurcation in thixotropic, yielding fluids, P. Coussot, Q.D. Nguyen, H.T. Huynh, D Bonn,

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier en premier lieu Philippe de m'avoir proposer ce stage. C'est avec un grand plaisir que je l'ai accepté et je ne le regrette pas. Je le remercie aussi pour sa grande disponibilité, sa patience et son attention à mon égard. Ses nombreux modèles théoriques et ses idées prolifiques m'ont permis d'avancer rapidement ce qui est important lorsque le stage est si court.

Je remercie aussi vivement Thao de toute l'attention et de toute l'aide qu'il m'a apportées notamment sur le plan expérimental, bibliographique et humain. Ces connaissances expérimentales et bibliographiques on fait, là encore, des merveilles et m'ont permis d'avancer rapidement dans mes expériences et mes connaissances. Je le remercie également d'avoir partagé avec moi son expérience de chercheur qui m'a permis de mieux approcher et de mieux saisir ce qu'est la recherche scientifique.

Je tiens aussi à remercier particulièrement Sébastien pour ses explications et son aide précieuse.

Je remercie aussi l'ensemble du personnel du LMSGC avec qui j'ai pu discuter et/ou qui m'a aidé : Laurent, Sabrina, Frédéric, Teddy, Dehlia, Philippe, Hué, Keifi, Carmen, Michelle, Jean-Pierre, Xavier...

ANNEXE 1 : PROGRAMME MATLAB

```
alpha=8e-2;
rho=1000;
T=100;
eta0=1;
y0=1e-3;
r=1.5e-3;
omegamax=30;

for temps=1 : 600                                % on modélise la chute sur 600s
    for omega=1 : omegamax                        % on modélise la chute pour des fréquences de 1 à 30 Hz

        lambda(temps,omega)=0;                  % on initialise la valeur de lambda
    end
end

for temps=1 : 600
    X(temps)=temps;                              % création de l'axe des abscisses pour la représentation
end
for omega=1 : omegamax
    for temps= 2 : 599
        lambda(1,omega)=0;                       % on pose lambda initial égal à 0

        lambda(temps+1,omega)=lambda(temps,omega)+1/T-
        alpha*rho*omega^2*y0^2*lambda(temps,omega)/eta0*exp(-lambda(temps,omega)); % on adapte l'équation
        à la dérivée partielle au programme Matlab en revenant à la définition de la dérivée
    end
end

for omega=1 : omegamax
    for temps = 1 : 600
        tau0=rho*omega^2*y0^2;
        eta(temps,omega)=eta0*exp(lambda(temps,omega));
        v(temps,omega)= 2/9*6700*9.81*r^2/eta(temps,omega);
        vit(temps,omega)=log10(v(temps,omega));

    end
    vlim(omega)=v(600,omega);
    logvlim(omega)=log10(vlim(omega));

    %plot(X,vit);                                % on peut représenter la vitesse en fonction du temps et pour
    différentes fréquences
end
for omega=1 : omegamax
    omegatab(omega)=omega;
end
plot(omega,vlim);                                % on peut représenter la vitesse limite en fonction de la fréquence
```