



**HAL**  
open science

## **Comportement de fluides pâteux en écoulement d'écrasement**

Mohend Chaouche, Fahmi Chaari, Guillaume Racineux, Arnaud Poitou

### ► **To cite this version:**

Mohend Chaouche, Fahmi Chaari, Guillaume Racineux, Arnaud Poitou. Comportement de fluides pâteux en écoulement d'écrasement. *Rhéologie*, 2003, 3, pp.46-52. <hal-01005982>

**HAL Id: hal-01005982**

**<https://hal.science/hal-01005982v1>**

Submitted on 8 Feb 2017

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Distributed under a Creative Commons CC BY 4.0 - Attribution - International License

# Comportement de fluides pâteux en écoulement d'écrasement

M. Chaouche<sup>1a)</sup>, F. Chaari<sup>1</sup>, G. Racineux<sup>2</sup>, et A. Poitou<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Laboratoire de Mécanique et Technologie, Ecole Normale Supérieure de Cachan. 61, avenue du Président Wilson, 94235 Cachan Cedex, France

<sup>2</sup>Laboratoire d'Etude Mécanique des Assemblages, Université de Versailles, St-Quentin-en-Yvelines. 45, av. Des Etats Unis, 78035 Versailles Cedex, France

<sup>3</sup>Ecole Centrale de Nantes. BP 92101F-44321 Nantes Cedex 3, France

**Résumé :** Nous considérons l'écoulement entre deux disques se rapprochant à vitesse constante, de différentes pâtes réelles ou modèles. Nous montrons que le comportement de la force normale s'exerçant sur les disques correspond à deux régimes différents selon la vitesse de compression. Pour de fortes vitesses, la force normale augmente lorsque la vitesse augmente, ce qui correspond à l'écoulement visqueux non-Newtonien de la pâte. Au dessous d'une certaine vitesse critique, une séparation de phase apparaît, et le sens de variation de la force en fonction de la vitesse s'inverse. Nous montrons que ces deux régimes peuvent être décrits par un nombre de Peclet, défini par le rapport entre le temps caractéristique de déformation de la pâte et le temps caractéristique de filtration du fluide interstitiel à travers le milieu poreux constitué par les grains formant la pâte.

**Mots-clé :** Rhéologie, pâtes, écoulement d'écrasement, filtration, milieu poreux.

**Abstract:** The squeeze flow behaviour of different paste-like materials is considered experimentally. Analysing the evolution of the squeeze force as a function of time for different controlled velocities, the paste is found to present two main flow regimes. The first regime is characterized by the situation in which the force decreases when the velocity decreases, which is expected and corresponds to a viscous flow of the material. In the second regime, the force increases when the velocity decreases which is shown to correspond to a filtration of the solvent through the particle skeleton that behaves then as a quasi-rigid porous media. The transition between the two regimes is shown to be controlled by a Peclet number, which is defined to be the ratio of the characteristic time of paste flow to the characteristic time of the fluid filtration through the porous media made up by the solid phase.

**Key-words:** Rheology, pastes, squeeze flow, filtration, porous media

## 1. Introduction

De nombreux milieux naturels (fluides géologiques, boues argileuses, etc.) ou industriels (pâtes à papier, béton, etc.) sont constitués par un ensemble de particules solides dispersées dans un liquide. Nous désignerons ce milieu par le terme 'pâte'. Lorsque la concentration en solide est assez faible, le comportement rhéologique du milieu est bien décrit par des théories hydrodynamiques analytiques ou semi-analytiques [1, 2]. Ces théories prévoient que

le comportement de la pâte est Newtonien avec une viscosité qui augmente de manière algébrique en fonction de la concentration en particules. Dans ces modèles, on suppose que la contrainte effective du milieu est la somme de la contribution du fluide suspendant et de celle des particules. Cette dernière est calculée en supposant que la vitesse du fluide à la surface de chaque particule (si elle est indéformable) est égale à la vitesse du centre de gravité de la particule. Cette hypothèse est valable pour des concentrations en particules assez faibles. Dans le cas des pâtes réelles la concentration est en générale

élevée, et les théories analytiques actuelles ne sont pas capables de décrire correctement leur écoulement. On a recours alors à des théories phénoménologiques [3] ou des simulations numériques [4].

Dans cette étude, nous considérons l'écoulement de pâtes réelles (boues de stations d'épuration [5] et pâtes céramiques [6]) ou modèles (suspensions de sphères [7]) en géométrie d'écrasement. Cette géométrie est bien adaptée pour étudier le comportement rhéologique de matériaux très visqueux comme les pâtes [8-9] ou les polymères [10]. Certains de nos résultats ne peuvent être interprétés que si l'on suppose que la vitesse du fluide est différente de celle des particules (filtration). Cette hypothèse n'est pas habituelle dans le domaine concernant l'hydrodynamique des suspensions.

## 2. Expériences

### 2.1 Pâtes

Nous avons considéré trois types de pâtes.

#### (i) Suspensions de sphères dans un fluide Newtonien (pâte modèle)

Nous avons considéré des suspensions de sphères (de PolyMethylMethAcrylate) dans des fluides Newtoniens de différentes viscosités (huiles silicone 12.5 Pa.s et mélange eau/glycérol 0.085 Pa.s). La taille moyenne des sphères est de 70  $\mu\text{m}$ .

#### (ii) Boues de station d'épuration :

La boue utilisée provient de la station d'épuration de Valenton (France). Elle est fournie par RHODIA par lots hebdomadaires. Afin de stopper son activité biologique, la boue est divisée sur plusieurs récipients et stockée dans un réfrigérateur. La distribution en taille des floes n'a pas été analysée, mais elle devrait être assez large (quelques nanomètres à quelques dizaines de micromètres).

Un additif dénommé 67 FS 40 (la nature de cet additif est un secret industriel) est préparé selon le mode indiqué par RHODIA : dilué à 0,4 % dans l'eau et agité à 700 tr/min pendant 30 minutes. Il est ensuite mélangé avec la boue selon toujours le même dosage et durant le même temps.

Dès la fin de l'agitation, l'eau libre est évacuée et l'on obtient un matériau gélatineux destiné à la présente étude.

#### (iii) Pâtes céramiques pour supports de catalyseurs

Cette pâte est constituée de particules d'oxyde de Titane ( $\text{TiO}_2$ ) de diamètre moyen 4 $\mu\text{m}$ . Le solvant est une solution aqueuse d'acide nitrique. La concentration en solide est de 60% en poids. Dans la pratique, cette pâte est extrudée pour obtenir des supports de catalyseur (surface spécifique très élevée). Pour plus de détails sur la préparation de la pâte, le lecteur peut consulter la référence [11].

### 2.2 Procédure expérimentale

Les écoulements d'écrasement ont été mis en œuvre sur une machine de traction-compression servo-hydraulique MTS équipée d'un plateau supérieur circulaire de diamètre 27 mm et d'un plateau inférieur mobile constitué d'une plaque métallique, ou en verre pour les expériences de visualisation. On enregistre les variations de l'effort de compression  $F$  en fonction de la distance  $h$  entre les plateaux. Les échantillons de pâte sont placés entre les plateaux puis écrasés à vitesse constante. La hauteur initiale  $h_0$  au début de l'essai est fixée à 5 mm.

Pour éviter les problèmes de glissement à la paroi, nous avons recouvert les plateaux de papiers abrasifs autocollants. Pour assurer l'homogénéité de l'échantillon et éviter la perte en fluide avant l'essai, la pâte est préformée dans un anneau.

Des expériences de visualisation ont été effectuées pour observer (qualitativement) l'évolution du milieu en cours d'écoulement. Dans ce cas le disque inférieure est transparent (verre). Le système de visualisation comprend un miroir à 45° disposé sous le plateau en verre et une caméra CCD reliée à un PC équipé du logiciel d'analyse d'images OPTIMAS.

## 3. Résultats

Sur la figure 1 nous représentons l'évolution de la force normale en fonction de la distance de séparation entre les deux disques, pour différentes vitesses d'écrasement, dans le cas d'un fluide suspendant relativement visqueux (Silicone 12.5 Pa.s). Sur toute la gamme de vitesses considérée, la pâte se comporte comme un fluide visqueux non-Newtonien dont la rhéologie est assez classique et bien modélisée par une loi de puissance. Par ailleurs, sans surprise, la force est plus élevée pour une vitesse d'écrasement plus élevée. De plus, comme nous allons le voir plus loin, cela correspond à un écoulement rhéofluidifiant de la pâte sans changement de comportement lors de l'écrasement.

Sur les figures 2a, 2b, 2c, nous représentons l'évolution de la force normale en fonction de l'espacement entre les deux disques pour différentes

vitesse d'écrasement, dans le cas des trois types de pâtes considérés. Dans ce cas la suspension considérée est celle avec un fluide peu visqueux (mélange eau/glycérol). Le comportement de la force normale est très similaire pour les trois milieux, mais il est qualitativement différent du cas précédent. Il peut être divisé en deux régimes différents selon la vitesse d'écrasement :

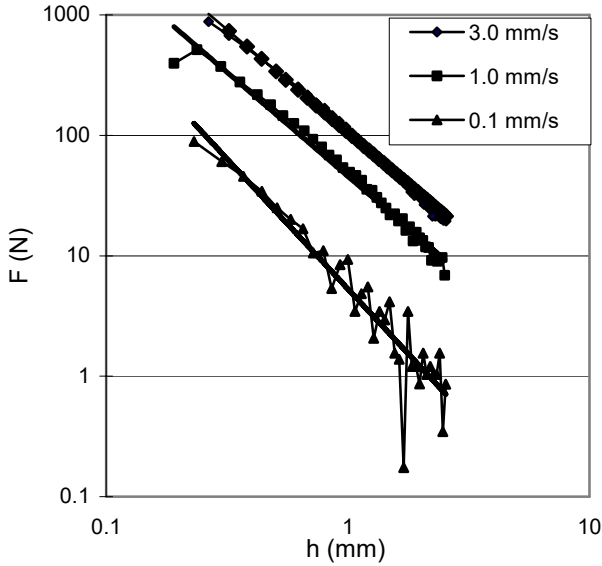


Figure 1 : Comportement de l'effort normal en fonction de la distance entre les deux disques pour différentes vitesses d'écrasement.

- (i) Pour des vitesses d'écrasement assez élevées, le comportement de la pâte est similaire au cas précédent. Pour une distance entre disques donnée, la force normale est plus élevée pour une vitesse plus élevée.

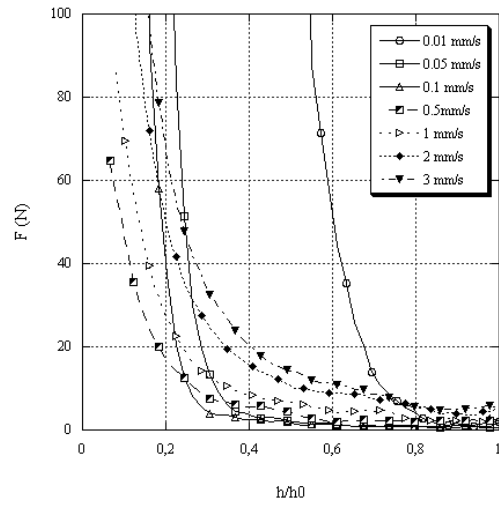


Figure 2a : Force normale en fonction de la distance de séparation entre disques pour différentes vitesses d'écrasement, dans le cas d'une suspension de sphères dans un fluide peu visqueux.

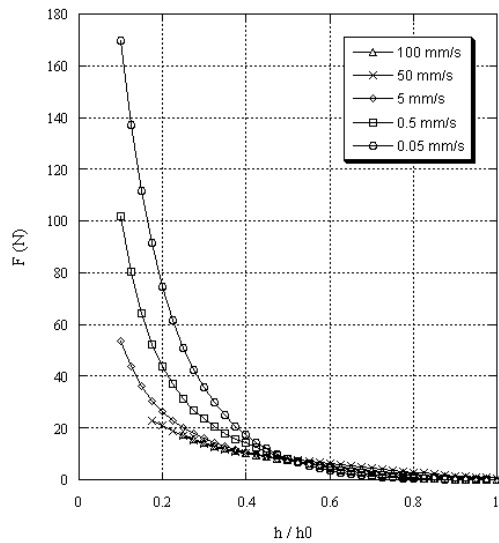


Figure 2b : Force normale en fonction de la distance de séparation entre disques pour différentes vitesses d'écrasement, dans le cas d'une boue de station d'épuration.

- (ii) Pour des vitesses d'écrasement assez faibles, la pâte se comporte de manière inattendue. Contrairement au premier régime, au dessous d'une certaine distance de séparation entre les deux disques, la force normale devient plus grande quand la vitesse diminue. Ce changement radical de comportement lors d'un essai d'écrasement

est le signe d'une évolution importante de la microstructure de la pâte induite par l'écoulement.

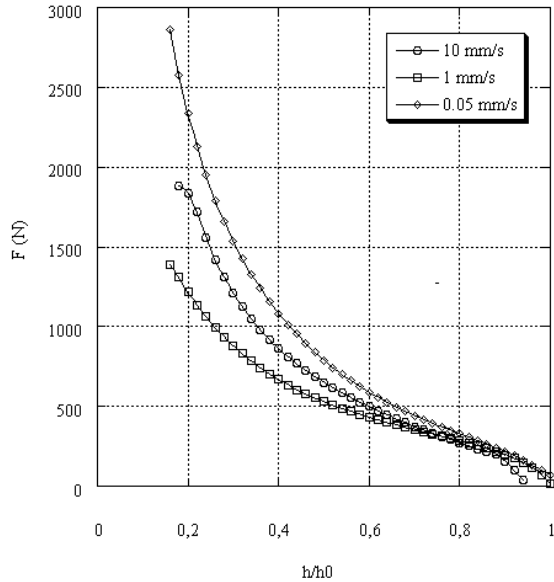


Figure 2c : Force normale en fonction de la distance de séparation entre disques pour différentes vitesses d'écrasement, dans le cas d'une pâte céramique (suspension de particules de TiO2 dans une solution aqueuse d'acide nitrique).

La figure 3a représente qualitativement l'évolution de la microstructure entre le début et la fin de l'essai pour une pâte modèle, dans le cas où la vitesse d'écrasement est assez élevée. Cela correspond au premier régime par rapport à l'évolution de la force normale. Nous voyons que dans ce cas, la pâte reste ostensiblement homogène.

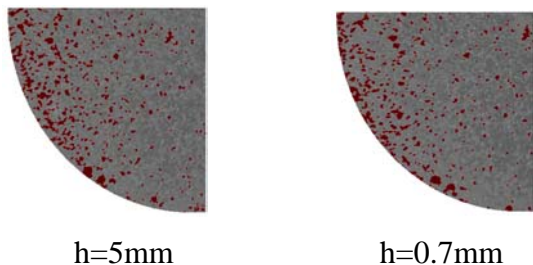


Figure 3a : Evolution de la microstructure lors de l'écrasement d'une suspension de sphères dures dans un fluide relativement visqueux. Le milieu reste homogène.

Sur la figure 3b, nous représentons l'évolution de la pâte modèle en cours d'écrasement dans le cas de faibles vitesses d'écrasement. Cela correspond au deuxième régime relatif au comportement de la force

normale. Il est clair que dans ce régime nous observons un changement important de microstructure de la pâte. Ces images montrent que sous l'effet de l'écoulement d'écrasement, la concentration en particules augmente vers le centre des disques.

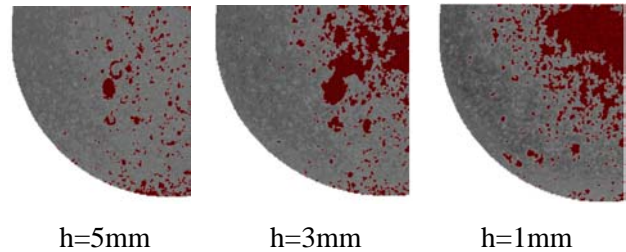


Figure 3b : Evolution de la microstructure lors de l'écrasement d'une suspension de sphères dures dans un fluide peu visqueux. On voit clairement que la concentration en particules augmente au centre du dispositif d'écoulement.

Ces résultats peuvent ainsi être interprétés en supposant une possibilité de séparation de phase entre le liquide et le solide. Ce problème est relativement bien connu dans le domaine de la mécanique des sols [11], mais inhabituel dans le domaine de la rhéologie des suspensions.

#### 4. Discussions

Les paramètres les plus significatifs permettant de rendre compte de la transition entre les deux régimes décrits plus haut peuvent être mis en évidence en considérant un comportement diphasique de la pâte. Dans cette approche, le milieu est supposé se déformer avec deux vitesses différentes  $v_p$  et  $v_f$ , associées aux phases solide et fluide respectivement. Cette vision est différente de celle adoptée habituellement pour décrire l'écoulement d'une suspension. En effet, dans ce cas on fait l'hypothèse qu'à la surface de chaque particule la vitesse du fluide est égale à la vitesse du centre de gravité de la particule. Des simulations numériques basées sur l'approche diphasique ont été utilisées par Racineux [11] pour décrire l'écoulement des pâtes céramiques. Ici, nous nous contentons uniquement d'arguments d'échelle simplifiés pour essayer de caractériser la transition décrite plus haut.

On peut supposer en première approximation que la différence de vitesse entre la phase fluide et solide obéit à la loi de Darcy :

$$v_f - v_s = -\frac{k}{\eta_w} \text{grad} p \quad (1)$$

où  $\eta_w$  est la viscosité du fluide,  $\text{grad} p$  le gradient de pression induisant la filtration du fluide, et  $k$  la perméabilité de Darcy. Cette dernière varie comme la taille des pores au carré.  $k$  est aussi une fonction de la concentration en particules  $\phi$ , mais cette dépendance est relativement faible. Par exemple, à travers la loi de Kozeny-Carman, on a [12],  $k(\phi) \propto (1-\phi)^3/\phi^2$ .

La déformation de la pâte peut être décrite par une loi de puissance comme nous l'avons vu expérimentalement, ce qui est par ailleurs assez général pour une suspension concentrée. Ainsi, la contrainte relative à cette déformation peut s'écrire :

$$\sigma = A(\phi)\dot{\gamma}^m \propto A(\phi)\left(\frac{U}{h}\right)^m \quad (2)$$

où  $\dot{\gamma}$  est le taux de cisaillement moyen,  $U$  la vitesse relative des plateaux et  $m$  l'indice de fluidité de la pâte si  $m < 1$ , ou d'épaississement, si  $m > 1$ .  $A(\phi)$  est la consistance (ou viscosité effective) de la pâte. Cette dernière dépend fortement de la concentration, en particulier lorsque celle-ci est proche de la valeur d'encombrement maximum. En fait, la viscosité effective d'une suspension diverge lorsque la concentration s'approche de sa valeur maximale. Un nombre important de résultats expérimentaux et d'approches phénoménologiques mènent à une divergence en loi de puissance [13]:  $A(\phi) \sim \mu(1-\phi/\phi_{\max})^{-\alpha}$ , où l'exposant  $\alpha$  est une fonction de la forme géométrique des particules et des interactions qu'elles exercent l'une sur l'autre.

A l'équilibre mécanique, on a:  $\text{div} \sigma - \text{grad} p = 0$ . Si nous utilisons l'approximation de Hele-Shaw (séparation entre les deux disques nettement plus faible que le diamètre des disques), on obtient :

$$\text{grad} p \propto \sigma/h \propto A(\phi)(U/h)^m /h. \quad (3)$$

Ainsi, en utilisant la loi de Darcy écrite plus haut, on peut estimer le temps caractéristique de filtration du fluide à travers le milieu poreux formé par les grains. Ce temps peut être défini comme étant celui nécessaire au fluide pour filtrer sur une distance égale à la distance de séparation entre les deux disques. Soit :

$$\tau_w \propto \frac{\eta_w h^2}{A(\phi)k} \left(\frac{h}{U}\right)^m \quad (4)$$

Le temps caractéristique pour l'écoulement de la pâte peut être estimé comme :  $\tau_s \propto 1/\dot{\gamma} \propto h/U$ .

Le phénomène de filtration va entraîner une augmentation de la concentration, induisant une augmentation de la force normale puisque la consistance de la pâte augmente fortement en fonction de la concentration. Le phénomène de filtration devient significatif lorsque les deux temps caractéristiques estimés ci-dessus sont du même ordre de grandeur. A partir de l'équation de Darcy couplée avec l'équation de conservation des deux phases, on peut montrer que la filtration du fluide est un phénomène diffusif. Par ailleurs, l'écoulement de la pâte est un phénomène convectif. Ainsi, un nombre de Peclet peut être défini en prenant le rapport entre les deux temps caractéristiques. Soit:

$$Pe = \frac{\tau_s}{\tau_w} = \frac{A(\phi)k U^{m-1}}{\eta_w h^{m+1}} \quad (5)$$

Pour  $Pe \gg 1$ , on s'attend à ce que le mécanisme de filtration soit important, et l'effort normal devrait augmenter lorsque la vitesse de compression diminue. Pour des pâtes rhéofluidifiantes ( $m < 1$ ), cela devrait apparaître pour de faibles vitesses de compression, alors que pour des pâtes rhéo-épaississantes ( $m > 1$ ), cela apparaîtrait pour de fortes vitesses de compression. En effet, dans ce dernier cas la consistance de la pâte augmente lorsque la vitesse d'écrasement augmente, il serait donc plus facile 'd'assécher' le matériau que de le déformer lorsqu'on se place aux fortes vitesses. Les suspensions granulaires très fortement concentrées présentent souvent un comportement rhéo-épaississant dans le domaine des forts taux de cisaillement. C'est le cas également de certaines pâtes agro-alimentaires. Il est ainsi possible de tester expérimentalement l'argument développé ci-dessus. Les cas considérés ici correspondent à des situations où le matériau est rhéo-fluidifiant. Dans ce cas le phénomène de filtration apparaît bien pour les faibles vitesses.

Pour  $Pe \ll 1$ , la filtration du fluide devrait être négligeable, et le matériau rester homogène. Cela devrait avoir lieu pour les fortes vitesses dans le cas de pâtes rhéofluidifiantes. C'est ce que nous observons dans nos expériences.

Dans le cas singulier de comportement Newtonien de la pâte, ce qui correspond à  $m=1$ , le nombre de Peclet est indépendant de la vitesse. Cela signifie que la transition décrite plus haut ne pourrait pas être obtenue en faisant varier uniquement le paramètre vitesse. Il serait difficile de vérifier expérimentalement cette hypothèse sachant que dans le cas général les pâtes ne sont pas Newtoniennes.

La vitesse 'critique' pour laquelle la transition entre les deux types de comportement de la pâte apparaît correspond à un nombre de  $Pe=1$ , ce qui entraîne :

$$U_c = \left( \frac{Ak}{\eta h^{m+1}} \right)^{1/1-m} \quad (6)$$

L'indice de fluidité ainsi que la consistance peuvent être déterminés expérimentalement en se plaçant dans la situation où la filtration est négligeable, c-à-d pour les fortes vitesses. Si nous considérons que la pâte se déforme comme un fluide en loi de puissance, on peut montrer en utilisant l'approximation d'Hele-Shaw, que la force normale s'écrit [14]:

$$F = 2\pi \left( \frac{2m+1}{m} \right)^m \frac{A}{m+3} \frac{U^m}{h^{2m+1}} R^{m+3} \quad (7)$$

Nous avons déterminé  $m$  et  $A$  dans le cas des trois pâtes considérées à partir des résultats expérimentaux en se plaçant aux fortes vitesses d'écrasement.

(i) *Milieu modèle*

Les indices de fluidité et la consistance de la suspension sont déterminés en ajustant au mieux les mesures expérimentales et les résultats donnés par l'expression théorique de la force normale (7). On trouve  $A=594.6 \text{ Pa.s}^m$  et  $m=0.5$ . La vitesse critique pour laquelle nous observons expérimentalement un changement de comportement se situe autour de  $1 \text{ mm/s}$ . D'après l'expression théorique (6), une telle vitesse critique est compatible avec une valeur de perméabilité de Darcy de l'ordre de  $k=2.10^{-9} \text{ m}^2$  ce qui donne une taille moyenne des pores ( $\sim \sqrt{k}$ ) de l'ordre de  $40\mu\text{m}$ . Une telle taille de pores est très consistante avec la taille moyenne des particules de la suspension ( $70\mu\text{m}$ ).

(ii) *Boue*

Nous avons déterminé  $m$  et  $A$  dans le cas d'une vitesse d'écrasement de  $100\text{mm/s}$ . Le meilleur fit entre la courbe théorique basée sur l'expression (7) et les résultats expérimentaux donne :  $m=0.2$  et

$A=598 \text{ Pa.s}^m$ . La consistance de ce matériau est ainsi très proche de celle de la suspension modèle, en revanche le milieu est nettement plus rhéofluidifiant. La vitesse critique expérimentale est située entre  $50\text{mm/s}$  et  $100\text{mm/s}$  et la transition entre les deux régimes apparaît autour d'une distance entre disques de  $2\text{mm}$ . Ainsi, un nombre de Peclet de l'ordre de l'unité est consistant avec une perméabilité comprise entre  $0.9 \times 10^{-10} \text{ m}^2$  et  $1.53 \times 10^{-10} \text{ m}^2$ . Cela donne une taille de particules comprise entre  $9.5\mu\text{m}$  et  $12.4\mu\text{m}$ . La distribution en taille des floes pour la boue considérée devrait assez large et n'a pas été analysée dans notre étude. Cette taille devrait être comprise entre quelques nanomètres et quelques dizaines de micromètres. Par ailleurs, les floes étant eux même poreux (de structure fractale), ils devraient être également perméables. Il est ainsi difficile de comparer les résultats expérimentaux aux prévisions des arguments d'échelle présentés ci-dessus.

(i) *Pâte céramique*

De la même manière que précédemment, nous déterminons les paramètres rhéologiques de la pâte de  $\text{TiO}_2$ . Nous obtenons :  $A= 22600 \text{ Pa.s}^m$ ,  $m=0.01$ . Ainsi cette pâte est nettement différente des deux précédentes d'un point de vue rhéologique. Elle est beaucoup plus consistante et très rhéofluidifiante. La vitesse critique expérimentale est de l'ordre de  $1\text{mm/s}$ , ce qui donne une perméabilité de  $2.10^{-13} \text{ m}^2$ . La taille des pores est alors de l'ordre de  $0.5\mu\text{m}$ , ce qui est consistant sachant que la taille moyenne des particules est de  $4\mu\text{m}$  et que le milieu est très concentré (60%), donc la taille des pores est plus faible que celle des particules.

## 4. Conclusion

Nous avons considéré le comportement en écoulement d'écrasement de différentes pâtes assez représentatives des milieux pour lesquels ce rhéomètre simple est souvent utilisé. Nous avons montré que le comportement de tels milieux dans une telle géométrie d'écoulement est assez complexe, entraînant souvent une séparation de phase. Cette hétérogénéité induite par l'écoulement rend extrêmement difficile l'interprétation des mesures rhéologiques. Ainsi, nos résultats montrent qu'il est nécessaire de combiner les mesures mécaniques avec des observations in-situ de l'évolution des microstructures pour pouvoir interpréter le comportement rhéologique.

## Références

- [1] Einstein A. Ann. der Phys. **19**, 289-306 (1906).

- [2] Batchelor, G.K. and Green J. T. *Journal of Fluid Mechanics* **56**(3), 401-427 (1972).
- [3] Quemada, D. *Rheologica Acta*. **16**, 82-94 (1977)
- [4] Brady J. F., and Bossis G. *Ann. Rev. Fluid Mech.* **20**, 111 (1988)
- [5] Chaari F., Racineux G., Poitou A., Chaouche M. *Rheologica acta* (à paraître).
- [6] Poitou A. and Racineux G. *Journal of Rheology*. 45 (3) 609-625 (2001).
- [7] Delhaye N. Poitou A. Chaouche M. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mech.* **94** (1) , 67-74 (2000).
- [8] Laun H. M., Rady M., Hassager O. *J. Non-Newtonian Fluid. Mech.* **81** (1999) 1-15
- [9] Toutou Z., Lanos C., Roussel N. *37<sup>ème</sup> colloque annuel du GFR*. 103-109 (2002).
- [10] Walberer, J. A. and A. J. McHugh. *Journal of Rheology* **44** 743-758 (2000).
- [11] Racineux G. Thèse de Doctorat de l'Ecole Normale Supérieure de Cachan (1999).
- [11] [Coussy O. 'Mécanique des milieux poreux'.](#) Technip, Paris 1987.
- [12] Carman P. C. *Trans. Inst. Chem. Engrs* (London) **15** 150-159 (1937).
- [13] Russel W. B., Saville D. A., Schowalter W. R. 'Colloidal Dispersions', Cambridge University Press (1989)
- [14] Scott, J. R. *Trans. Inst. Rubber Ind.* **10** , 481-493 (1935).