



HAL
open science

Measurement of suspensions transient viscosity upon any change of shear direction thanks to a novel Cross-Rheometer apparatus.

Frédéric Blanc, Camille Benarroche, Laurent Lobry, François Peters, Romain Mari, Elisabeth Lemaire

► To cite this version:

Frédéric Blanc, Camille Benarroche, Laurent Lobry, François Peters, Romain Mari, et al.. Measurement of suspensions transient viscosity upon any change of shear direction thanks to a novel Cross-Rheometer apparatus.. 25e Congrès Français de Mécanique, Nantes, 29 août-2 septembre 2022, Aug 2022, Nantes, France. hal-04280065

HAL Id: hal-04280065

<https://hal.science/hal-04280065>

Submitted on 10 Nov 2023

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.

Mesure de la viscosité transitoire des suspensions lors d'un changement de direction du cisaillement grâce à un nouvel appareil de rhéométrie croisée

F. Blanc^a, C. Benarroche^a, F. Peters^a, R. Mari^b, E. Lemaire^a

a. Institut de Physique de Nice. CNRS, Université Côte d'Azur, Nice, France. frederic.blanc@unice.fr

b. Liphy. Université Grenoble Alpes, CNRS, Grenoble, France.

Résumé : (16 gras)

Il est désormais admis que les forces de contact jouent un rôle clé dans la rhéologie des suspensions denses. Les contacts frictionnels augmentent fortement la viscosité [7]. Une caractéristique frappante des suspensions frictionnelles est le comportement transitoire de la viscosité qui se produit lorsque la direction du cisaillement est inversée. Dans de telles expériences, la viscosité diminue après l'inversion du cisaillement jusqu'à un minimum où les contacts disparaissent et augmente à nouveau jusqu'à la valeur stationnaire à mesure que les contacts frictionnels se reconstituent [10, 13]. Cet écoulement transitoire est lié à l'asymétrie de la microstructure anisotrope induite par le cisaillement des suspensions non browniennes. Jusqu'à présent, l'effet de cette anisotropie sur la viscosité n'a été caractérisé qu'en inversant la direction du cisaillement bien que les particules s'organisent en une microstructure 3D [5] qui doit être sondée dans toutes les directions. Il est donc nécessaire de cisailler la suspension non seulement en inversant la direction de l'écoulement mais dans toutes les directions perpendiculaires à la direction du gradient de vitesse.

C'est pourquoi nous avons développé un dispositif de rhéométrie croisée qui consiste en deux plans parallèles horizontaux se déplaçant l'un par rapport à l'autre au moyen de deux platines de translations orthogonales. Le déplacement de ces deux platines permet à la plaque supérieure de se déplacer dans n'importe quelle direction par rapport à la plaque inférieure. La suspension, qui est versée dans le réservoir de la plaque inférieure, peut alors être cisailée dans n'importe quelle direction. Les mesures de contraintes sont effectuées par une plateforme de force située sous le plan inférieur qui fournit la force dans les 3 directions. Connaissant la force de cisaillement sur la plaque et sa vitesse, ce dispositif nous permet de mesurer la viscosité transitoire de cisaillement lors de tout changement de direction de cisaillement. Nous présenterons nos résultats pour une suspension non-brownienne avec une fraction volumique de 0.45.

Abstract : (16 gras)

It is now accepted that contact forces play a key role in the rheology of dense suspensions. Frictional contacts strongly increase the viscosity [7]. A striking feature of frictional suspensions is the transient viscosity behavior that happens when the shear direction is reversed. In such experiments the viscosity decreases after the shear reversal to a minimum where contacts vanish and increases again up to the steady value as frictional contacts re-build [10, 13]. This transient flow is related to the asymmetry

of the shear-induced anisotropic microstructure of non-Brownian suspensions. So far, the effect of this anisotropy on the viscosity has only been characterized by reversing the shear direction although the particles organize in a 3D microstructure [5] that has to be probed in any direction. It is therefore necessary to shear the suspension not only by reversing the direction of the flow but in all the directions perpendicular to the velocity gradient direction.

To this aim, we have developed a cross rheometry device that consists in two parallel horizontal plates moving one with respect to the other by means of two orthogonal translation stages. The displacement of these two stages allows the top plate to move in any direction relative to the bottom plate. The suspension, which is poured in a cup on the lower plate, can then be sheared in any direction. Stress measurements are performed by a force platform located below the lower plane which provides the force in the 3 directions. Knowing the shear force on the plate and its velocity, this device allows us to measure the transient shear viscosity upon any change of shear direction. We will present our results for a non-Brownian suspension with a volume fraction of 0.45.

Mots clefs : Rhéologie, rhéométrie croisée, suspensions concentrées, régimes transitoires, microstructure

1 Introduction

La rhéologie des suspensions non-browniennes concentrées a connu une petite révolution quand, il y a une dizaine d'années, on a pris conscience de l'importance du rôle joué par les contacts entre particules [9]. Ceux-ci sont en particulier responsables de la présence d'une microstructure anisotrope induite par un écoulement. La mesure de la fonction de distribution de paires [2] et la mesure directe de la trajectoire de deux particules dans un écoulement de cisaillement simple [14] ont montré que l'asymétrie de la microstructure par rapport à la direction du gradient de vitesse était directement reliée à la taille des rugosités de surface des particules. Les contacts normaux et tangentiels influencent de façon spectaculaire la rhéologie des suspensions. Il a par exemple été montré que le rhéoépaississement discontinu observé dans les suspensions très concentrées pouvait s'expliquer par une transition d'un écoulement où les particules n'exercent aucune force de contact tangentielle les unes sur les autres (écoulement non-frottant) vers un écoulement où les particules frottent les unes sur les autres [11]. En effet, la viscosité d'une suspension augmente fortement avec le coefficient de frottement interparticulaire et ce, d'autant plus que la suspension est concentrée [7]. Des simulations numériques discrètes ont permis de quantifier l'importance des contributions respectives des forces hydrodynamiques et des forces de contact à la viscosité d'une suspension et ont montré que, pour une suspension de particules avec un coefficient de frottement de 0.5, ces deux contributions étaient à peu près égales pour une fraction volumique solide, ϕ , de 0.4 tandis que, pour $\phi = 0.5$, la contribution des forces hydrodynamiques ne représente plus qu'un quart de la viscosité totale de la suspension [7].

Des expériences d'inversion du sens de l'écoulement en cisaillement simple ont permis de mettre en évidence ce rôle joué par les forces de contact dans la rhéologie des suspensions. En effet, lors de l'inversion du sens de l'écoulement, on observe une baisse brutale de la viscosité qui passe ensuite par un minimum pour augmenter à nouveau et retrouver la valeur qu'elle avait avant l'inversion de cisaillement [3] (voir Fig. 1). Cette réponse transitoire de la viscosité s'interprète comme la destruction de la microstructure anisotrope et asymétrique initiale suivie par la reconstruction d'une microstructure miroir [6] (Fig. 1).

Ainsi, au voisinage du minimum de viscosité, l'essentiel des contacts interparticulaires a disparu et, finalement, la différence entre la viscosité stationnaire et la viscosité au minimum représente qualitativement la contribution des contacts à la viscosité. Des simulations numériques ont permis d'affiner cette description et ont montré que, quels que soient la rugosité des particules, leur fraction volumique ou le coefficient de frottement interparticulaire, la différence entre la viscosité stationnaire et la viscosité au minimum est égale à 85% de la viscosité de contact [13]. Des modèles théoriques de milieux continus ont également été bâtis pour représenter l'évolution de la microstructure lors d'une inversion de cisaillement et pour la relier à la réponse transitoire de la viscosité [4, 12, 8]. Dans ce papier, nous

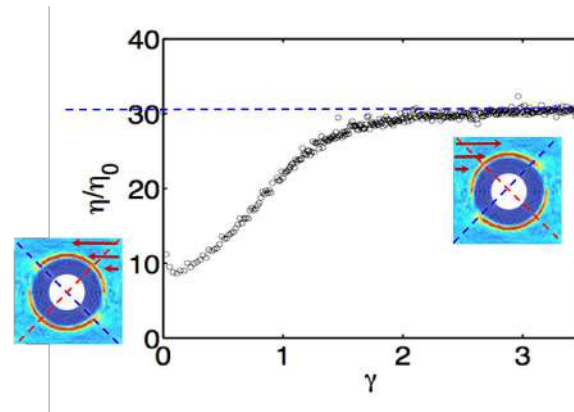


FIGURE 1 – Evolution de la viscosité en fonction de la déformation cumulée depuis le moment où l'écoulement a changé de sens. On observe que la fonction de distribution de paires, caractéristique de la microstructure.

présentons un dispositif expérimental qui permet d'étendre les mesures d'inversion de cisaillement au cas plus complexe où le précisaillement et le cisaillement qui lui fait suite ne sont plus alignés. En faisant varier l'angle qui existe entre la direction de la vitesse du cisaillement initial et la direction de la vitesse du second cisaillement, nous sommes capables de sonder la microstructure dans toutes les directions du plan orthogonal au gradient de vitesse et de mesurer pour chacun des angles la réponse transitoire de la viscosité. Enfin, ces premiers résultats expérimentaux sont comparés aux prédictions du modèle de [8] et mettent encore une fois en exergue les liens très forts qui existent entre microstructure et rhéologie dans les suspensions non-browniennes concentrées.

2 Méthodes expérimentales

2.1 Principe général du rhéomètre croisé

Le dispositif de rhéométrie croisée (Figure 2) est composé de deux plans horizontaux parallèles. Ces deux plans (A) et (G) sont reliés à deux platines de translation (B) et (F) orientées suivant deux directions perpendiculaires (X et Y). Le mouvement indépendant de ces deux platines permet de déplacer le plan supérieur dans toutes les directions relativement au plan inférieur. Le liquide qui repose sur le plan inférieur peut alors être cisailé dans n'importe quelle direction du plan horizontal. Les mesures de contraintes sont réalisées par une plateforme de force (E) solidaire du plan inférieur. Cette plateforme mesure les forces de cisaillement exercées dans toutes les directions possibles du plan horizontal. Connaissant avec précision la force de cisaillement sur le plan et sa vitesse de déplacement, ce dispositif nous permet de calculer la viscosité pour un cisaillement effectué dans une direction quelconque.

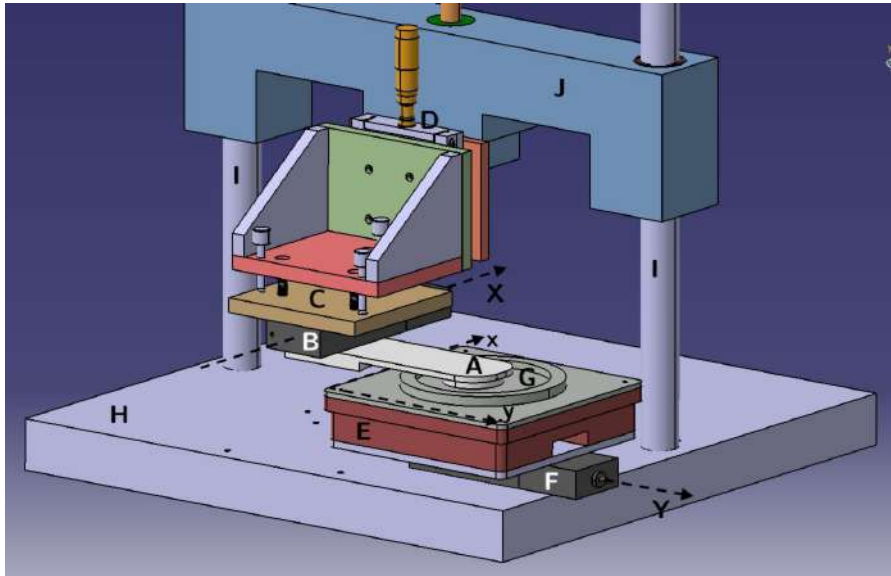


FIGURE 2 – Vue 3D du dispositif expérimental.

2.2 Description de l'appareil

Le rhéomètre croisé est constitué de deux blocs X et Y indépendants. Ces deux blocs sont solidaires d'un bâti en acier composé d'un plan horizontal de référence (H) et de deux axes verticaux (I).

Le bloc X est composé d'un cylindre en PMMA (A) de diamètre $2R = 40$ mm et de hauteur 6 mm solidaire d'une plaque fixé à une platine motorisée (B) (MFA-CC, Newport). La direction de translation de la platine (B) définit l'axe X . L'ensemble (A)+(B) est relié à une platine *trait-point-plan* (C) réalisée dans notre atelier qui permet le réglage du parallélisme entre le plan supérieur (A) et le plan inférieur (G). L'ensemble supérieur est fixé à une platine micrométrique (D) qui permet de régler l'entrefer entre les deux plans.

Le bloc Y est composé d'un réservoir en PMMA (G) de diamètre 90 mm et de profondeur 5 mm fixé à une plateforme de force (E) (HE6X6-1, AMTI) solidaire d'une platine de translation motorisée (F) (MFA-CC, Newport) dont la direction de translation définit l'axe Y .

La conception du bâti et le positionnement rigoureux des deux blocs X et Y assurent l'orthogonalité des directions X et Y des deux platines de translations.

Les platines de translation (MFA-CC, Newport) ont une course de 25 mm, un incrément de déplacement de $0.1 \mu\text{m}$, une vitesse maximale de 2.5 mm/s et une accélération maximale de 10 mm/s^2 . Elles sont pilotées par un contrôleur programmable (ESP300, Newport) relié à un PC. Le déplacement d'une platine se fait en indiquant au contrôleur les consignes de position, de vitesse v et d'accélération a . Une fois ces consignes transmises au contrôleur, le chariot accélère pendant une durée $\tau = v/a$ jusqu'à la consigne de vitesse, poursuit son déplacement à vitesse constante, puis réduit sa vitesse jusqu'à l'arrêt à la consigne de position.

La plateforme de force (HE6X6-1, AMTI) est une balance "6 axes" de dimension $152.4\text{mm} \times 152.4\text{mm}$ qui mesure les forces horizontales F_x , F_y et la force verticale F_z . Nous avons apporté un soin particulier à ce que les axes x et y de la plateforme de force soient confondus avec les directions de translation X et Y des platines motorisées. La plateforme délivre les signaux de force sous forme de tensions analogiques

mesurées à l'aide d'un convertisseur analogique digital (USB-1608FS-PLUS, MCCDAQ) relié à un PC. La fréquence d'échantillonnage des mesures est 1200 points par seconde. la force horizontale maximale applicable est $2.2 N$ et nous avons mesuré le bruit de la mesure de force à environ $3.10^{-3} N$.

Pour régler le parallélisme et l'entrefer g entre les deux plans nous déposons sur le plan inférieur (G) trois billes en acier de diamètre 1 mm (Goodfellow) de manière à occuper l'espace sous le plan supérieur (A). A l'aide de la platine micrométrique verticale (D) et de la platine "trait-point-plan" (C) nous assurons le contact "simultané" entre ces trois billes et les deux plans. Les trois contacts sont visualisés à l'aide du logiciel propriétaire *Netforce* (AMTI) qui permet de mesurer les positions des points d'appui sur la plateforme de force. Après réglage, nous estimons à $50 \mu m$ le défaut de parallélisme sur les 40 mm du diamètre du plan supérieur.

Le dispositif ainsi conçu permet de cisailer un liquide dans toutes les directions du plan horizontal et de mesurer la contrainte correspondante dans ce plan. Les vitesses caractéristiques des platines de translation (B,F) étant de $1 mm/s$ les taux de cisaillement typiques imposés sont de l'ordre de $1 s^{-1}$ pour un entrefer $g = 1 mm$. La gamme de forces mesurables par la plateforme (E) est comprise entre $0.02 N$ et $2.2 N$ ce qui correspond à des contraintes de cisaillement comprise entre $16 Pa$ et $1750 Pa$. La gamme de viscosité mesurable par le rhéomètre croisé est donc raisonnablement comprise entre $10 Pa.s$ et $2000 Pa.s$.

Les deux platines (B) et (F), donc les deux plans (A) et (G), se déplacent indépendamment dans deux directions orthogonales dans le référentiel du laboratoire. Dans toutes les descriptions suivantes nous nous plaçons dans le référentiel de la platine inférieur (F) en mouvement.

2.3 Mesure de la viscosité d'un fluide Newtonien de référence

Pour valider la procédure de réglage du dispositif nous mesurons la viscosité d'un liquide Newtonien de référence (S8000) et nous la comparons à la mesure réalisée avec un rhéomètre commercial (MARSII, Thermofisher).

Le réservoir (G) est initialement rempli sur une hauteur de $2.5 mm$ et le plan supérieur (A) positionné avec un entrefer $g = 1 mm$. Nous appliquons une série de consignes de vitesse à la platine de translation X (B) et mesurons les forces suivant les trois axes avec la plateforme (E). La figure 3 montre les résultats pour différentes consignes de vitesses du plan supérieur. Les mesures sont réalisées en déplaçant le plan supérieur (A) d'environ $12 mm$ dans la direction X à partir d'une position centrale du plan inférieur (G). Chaque consigne de vitesse est entrecoupée d'un temps de pause permettant de contrôler l'éventuelle dérive du zéro de force. Remarquons que lorsque la platine (B) se déplace à une vitesse imposée, la plateforme de force (E) ne mesure une force non nulle que dans la direction x , illustrant le parallélisme des directions X de la platine et x de la mesure de force¹. Pour chacune des consignes de vitesse nous calculons la moyenne de la force et son écart-type. Les résultats sont représentés sur la figure 4 (gauche). La force exercée sur le cylindre (A) en partie immergé provient à priori du cisaillement entre les deux plans et également d'une traînée exercée sur le cylindre (A) lors de son déplacement à vitesse imposée. La force de traînée par unité de longueur sur un cylindre de rayon R qui déplace à vitesse v dans un fluide de viscosité η , de masse volumique ρ est [1] :

$$D = \frac{4\pi\eta v}{\log \frac{7.4\eta}{2R\rho v}} \quad (1)$$

1. Nous avons également vérifié le parallélisme des directions Y et y .

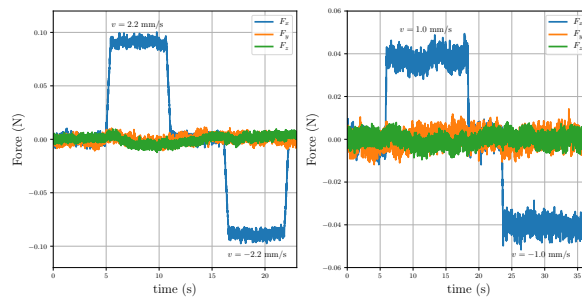


FIGURE 3 – Mesures des forces F_x, F_y, F_z pour différentes consignes de vitesse de la platine X (B). **Gauche** : $v = \pm 2.2 \text{ mm/s}$. **Droite** : $v = \pm 1.0 \text{ mm/s}$. Liquide de référence S8000.

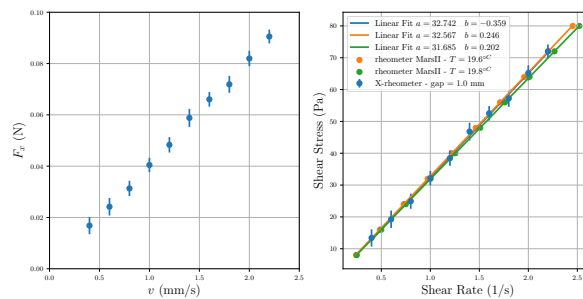


FIGURE 4 – **Gauche** : Mesure de F_x en fonction de la vitesse de la platine de translation (B). Les points et barres d'erreur correspondent aux moyennes et écart-type sur des plateaux comme ceux présentés en figure 3. **Droite** : contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement. Les mesures réalisées avec le rhéomètre croisé (points bleus) sont comparées aux mesures réalisées simultanément à l'aide d'un rhéomètre commercial (points oranges et verts). Liquide de référence S8000.

Le cylindre étant immergé sur une hauteur de 1.5 mm la force de traînée est d'environ 10^{-4} N . La traînée est donc négligeable devant les forces horizontales typiques mesurées dans les expériences. La force totale mesurée provient donc exclusivement du cisaillement entre les deux plans et la contrainte de cisaillement est donc $\tau = F_x / \pi R^2$. Le taux de cisaillement s'exprime simplement par la relation $\dot{\gamma} = v/g$.

La courbe d'écoulement $\tau(\dot{\gamma})$ est tracée sur la figure 4 (droite). Ces résultats sont également présentés avec des courbes d'écoulement réalisées à l'aide d'un rhéomètre commercial (MarsII, Thermofisher) à deux températures de travail identiques à celles mesurées sur le dispositif pendant les mesures. L'erreur relative de la viscosité mesurée au rhéomètre et celle déduite du dispositif de rhéométrie croisée est de l'ordre de 2%. Ce bon accord valide la procédure de réglage du parallélisme et de l'entrefer des deux plans du dispositif mais également l'hypothèse que seul le cisaillement simple entre les deux plans contribue à la force horizontale mesurée.

2.4 Protocole expérimental de mesures de la viscosité transitoire d'une suspension

La suspension étudiée est un mélange de particules sphériques de polystyrène de diamètre $40 \mu\text{m}$ (TS40, Microbeads) dans une solution aqueuse de polyéthylène glycol ($\eta = 38.2 \text{ Pa}\cdot\text{s}$). La fraction volumique solide du mélange est $\phi = 0.45$. La suspension est préalablement préparée dans un récipient dans lequel les particules et le fluide sont mélangés à la spatule. L'ensemble est ensuite dégazé sous vide à une

température de 40°C pendant une heure environ. La suspension est ensuite versée dans le réservoir (G) et le plan supérieur (A) abaissé à une hauteur de 1 mm au dessus du plan inférieur.

Pour mesurer un diagramme de viscosité transitoire de la suspension nous opérons un précisaillement IO suivi d'une pause de 5 secondes en O puis un cisaillement croisé OJ orienté d'un angle θ par rapport à la direction initiale IO (figure 5). Nous mesurons le régime transitoire de viscosité pendant le cisaillement OJ pour différentes valeurs de θ . Les résultats présentés sont réalisés pour des valeurs de θ comprises entre 0 et 360° tous les 10°. Pour chaque angle θ nous moyennons les signaux obtenus pour 10 expériences réalisées avec des directions initiales θ_i différentes (figure 5).

Les différentes consignes nécessaires à la réalisation de ce protocole sont calculées par un script python puis envoyées au contrôleur ESP300. Pour chaque couple (θ, θ_i) nous calculons les consignes d'accélération (a_X, a_Y) , de vitesses (v_X, v_Y) et de positionnements (X_I, Y_I) et (X_J, Y_J) des platines de translation pour respecter les directions de précisaillement et de cisaillement choisies. Le point O est constant pour l'ensemble du protocole. Nous avons choisi $IO = OJ = 10 \text{ mm}$ ce qui correspond à des déformations $\gamma = 10$ suffisantes pour que l'état stationnaire de viscosité soit atteint [13]. L'accélération du plan supérieur (dans le référentiel de la platine (F)) est $a = \sqrt{a_X^2 + a_Y^2} = 10 \text{ mm/s}^2$. La vitesse stationnaire du plan supérieur (dans le référentiel de la platine (F)) est $v = \sqrt{v_X^2 + v_Y^2} = 0.4 \text{ mm/s}$ ce qui correspond à $\dot{\gamma} = 0.4 \text{ s}^{-1}$ à l'état stationnaire. La mesure des forces est déclenchée par un signal envoyé par le contrôleur ESP300 à la plateforme de force au début du cisaillement OJ .

L'accélération des platines et la consigne de vitesse déterminent la durée $\tau = v/a$ nécessaire aux platines de translation pour atteindre cette vitesse. Pour notre expérience $\tau = 40 \text{ ms}$ et le déplacement du plan supérieur est $1/2 a \tau^2 = 8 \mu\text{m}$ pendant la phase d'accélération des platines. Comme le contrôleur ESP300 ne permet pas d'avoir un accès continu aux valeurs des positions des platines pendant leurs déplacements, nous estimons que la plus petite déformation mesurable dans notre expérience est celle atteinte théoriquement après la phase d'accélération. Cette déformation est $\gamma_0 \approx 10^{-2}$ pour les résultats présentés. Les déformations ultérieures sont déduites de la relation $\gamma = \gamma_0 + v(t - \tau)/g$.

La viscosité est déduite des mesures de forces par la relation $\eta_{12} = \frac{F_{12}}{S\dot{\gamma}}$ avec F_{12} la force mesurée dans la direction du cisaillement croisé, S la surface du plan supérieur et $\dot{\gamma} = v/g$.

3 Résultats

La figure 6 présente le diagramme de viscosité de cisaillement transitoire η_{12} de la suspension de TS40 dans le PEG après un changement de direction de cisaillement. La viscosité est présentée normalisée par la viscosité à l'état stationnaire η_{12}^{SS} obtenue en moyennant la viscosité entre les déformations 9.7 et 10.

Comme attendu, η_{12}/η_{12}^{SS} présente une symétrie par rapport à la direction du précisaillement. Rappelons que la microstructure induite par le précisaillement est symétrique par rapport au plan de cisaillement qui est vertical.

Pour $\theta = 180^\circ$ on retrouve le régime transitoire habituel des suspensions de sphères dures. Pour des valeurs de θ comprises entre 180° et 100°, ce scénario est qualitativement identique. Cependant le minimum de viscosité est de moins en moins marqué passant de $0.51\eta_{12}^{SS}$ à $0.83\eta_{12}^{SS}$. Par ailleurs, la déformation pour atteindre ce minimum diminue de 0.33 pour $\theta = 180^\circ$ à 0.18 pour $\theta = 100^\circ$. Pour $50^\circ < \theta < 100^\circ$ on observe un changement de comportement : la viscosité augmente lentement et

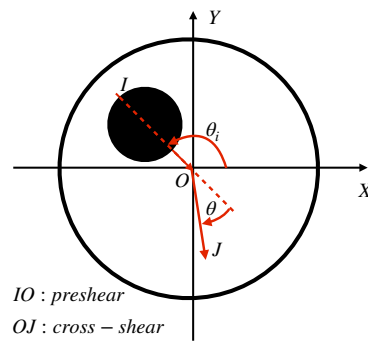


FIGURE 5 – Vue du dessus du déplacement du plan supérieur dans le référentiel du plan inférieur. Le disque noir représente le plan supérieur. Le cercle noir extérieur représente la limite du réservoir inférieur. Les proportions ne sont pas respectées. θ_i est la direction du précisaillement IO par rapport à l'axe de la platine de translation X . θ est l'angle entre la direction de précisaillement IO et celle du cisaillement croisé OJ .

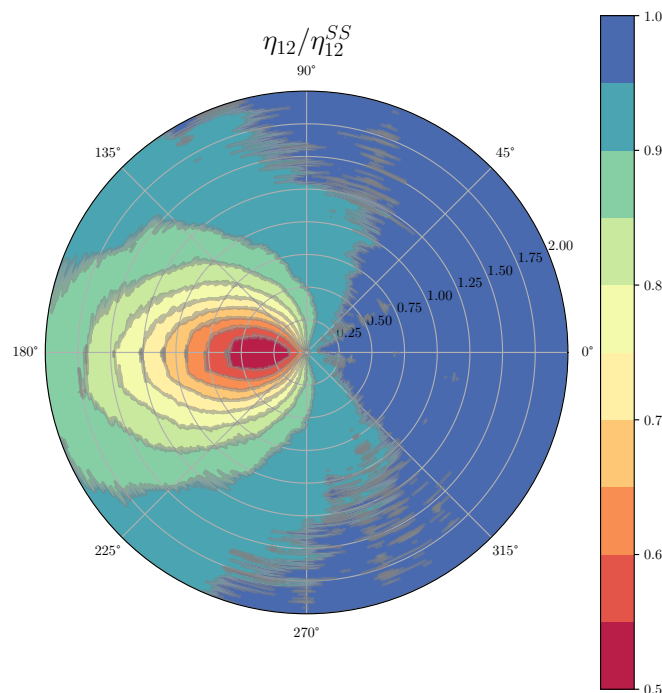


FIGURE 6 – Diagramme de viscosité transitoire après un précisaillement dans la direction $\theta = 0$ pour une suspension à $\phi = 0.45$. La viscosité est normalisée par la viscosité à l'état stationnaire η_{12}^{SS} . La coordonnée azimutale θ est l'angle entre la direction de précisaillement et la direction d'un cisaillement croisé. La direction $\theta = 180^\circ$ est une inversion de cisaillement classique. La coordonnée radiale correspond à la déformation à partir du début du cisaillement croisé.

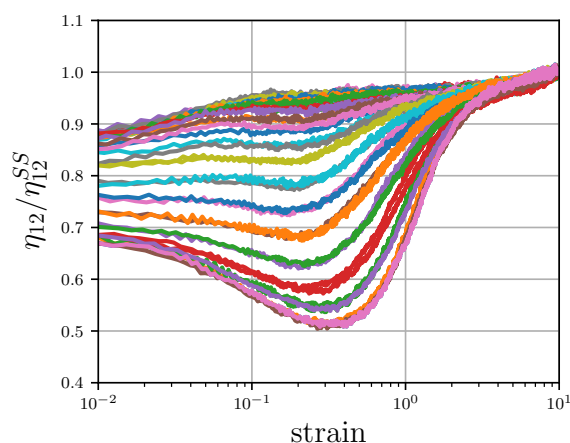


FIGURE 7 – Viscosités de cisaillement normalisées par la viscosité à l'état stationnaire en fonction de la déformation à partir du changement de direction du cisaillement ($\phi = 0.45$). Les différentes couleurs représentent différentes valeurs de θ . $\theta = 180^\circ$ correspond à la courbe présentant la plus grande amplitude de variation. Entre chaque série de courbes $\Delta\theta = 10^\circ$.

ne présente plus de minimum. Enfin, pour $0^\circ < \theta < 50^\circ$ les régimes transitoires sont peu marqués et quasi-identiques. Remarquons également que les déformations nécessaires pour que η_{12} atteigne $0.9\eta_{12}^{SS}$ décroissent à mesure que θ s'éloigne de la direction 180° .

Il est important de noter que toutes les courbes présentent une discontinuité lorsque $\gamma = \gamma_0 = 10^{-2}$. Cette discontinuité est de moins en moins marquée à mesure que θ s'éloigne de 180° .

Soulignons pour finir que η_{12} n'atteint pas vraiment un état stationnaire stable. Nous mesurons toujours une lente variation d'environ 3% sur une déformation $\gamma = 5$. En remarquant que cette lente dérive existe également lorsque nous cisailons des fluides newtoniens, nous avons mis en évidence que cette augmentation est liée à la hauteur initiale de liquide dans le réservoir (G). Lorsque le cylindre supérieur (A) s'enfonce dans le liquide et est mis en mouvement, il se forme un bourrelet à l'avant du cylindre. La hauteur de ce bourrelet, qui reste toujours inférieure à 1 mm dans nos expériences, est d'autant plus importante que le cylindre (A) s'enfonce dans le liquide. Pour autant, dans l'étude que nous présentons, son influence reste très limitée et la mesure du régime transitoire à petite déformation est peu impactée par cet artefact.

4 Discussion

La compréhension fine des ces régimes transitoires de viscosité reste encore à explorer. Pour autant les observations des discontinuités de viscosité à très petite déformation après le changement de direction de cisaillement peuvent apporter une information sur la microstructure des particules au contact à l'état stationnaire du pré-cisaillement juste avant le cisaillement croisé. Rappelons qu'un cisaillement simple induit une microstructure asymétrique par rapport à la direction du gradient de vitesse qui présente un excès de particules au contact dans le quadrant de compression du cisaillement. Ces contacts qui se produisent via les micro-aspérités de surface des particules génèrent des contraintes normales et tangentielles importantes qui contribuent à augmenter considérablement la viscosité des suspensions très concentrées. Toutefois, ces mêmes contacts via les rugosités empêchent les particules de s'approcher d'avantage les unes des autres (leurs vitesses radiales relatives sont nulles), ce qui a pour conséquence

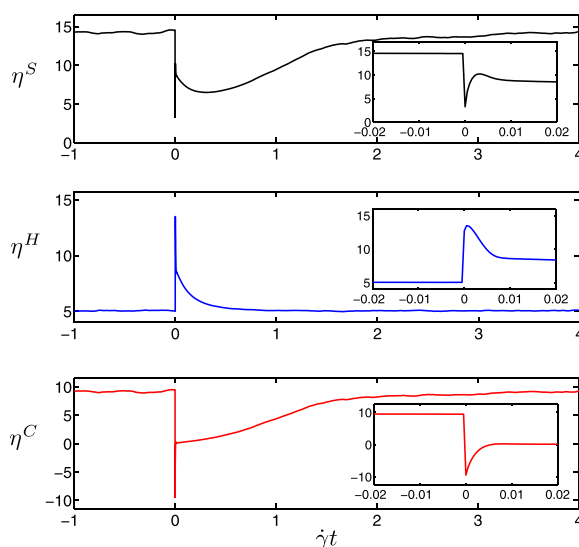


FIGURE 8 – Viscosité η^S en fonction de la déformation $\dot{\gamma}t$. η^H : viscosité hydrodynamique. η^C : viscosité de contact. Les encarts montrent la dynamique rapide due à la relaxation des forces de contact. $t = 0$ est le moment de l'inversion. $\Phi = 0.45$. Figure tirée de [13].

de frustrer les forces de lubrification hydrodynamique qui sont normalement très fortes lorsque les surfaces des particules sont proches [13]. Lorsque le sens du cisaillement est inversé ($\theta = 180^\circ$) les axes de compression et de dilatation permutent instantanément. Les particules préalablement au contact se retrouvent alors dans le quadrant de dilatation. Ce nouvel écoulement tend ainsi à séparer ces particules qui se touchent et à rapidement relaxer les forces de contact. Ce faisant, les vitesses radiales relatives de ces particules deviennent non nulles. Les forces de lubrification alors initialement frustrées pour ces particules gagnent en intensité et ce d'autant plus que les particules sont proches les unes des autres. Pour autant, après l'inversion de cisaillement, la viscosité chute sur une déformation qui correspond à la relaxation des forces de contact. Cette baisse de viscosité est un subtil compromis entre la chute brutale de la contribution des contacts et l'augmentation forte de la contribution hydrodynamique de lubrification. A titre d'exemple Peters *et al.* [13] montrent à l'aide de simulations numériques discrètes que pendant la relaxation des forces de contact la viscosité de contact d'une suspension de sphères frottantes de fraction volumique 0.45 passe de 9.25 à 0, tandis que la viscosité hydrodynamique passe de 5 à 8.75. La viscosité relative totale passe donc de 14.25 à 8.75 sur une déformation inférieure à 10^{-2} . A l'échelle des observations expérimentales, cette variation est extrêmement rapide et la viscosité semble présenter une discontinuité juste après l'inversion. Cette discontinuité apparaît clairement pour $\theta = 180^\circ$ sur la figure 7. Pour une inversion de cisaillement ($\theta = 180^\circ$), Peters *et al.* mesurent numériquement une discontinuité relative $8.75/14.25 = 0.61$ très proche de la valeur 0.66 que nous mesurons (figure 7). Notons également que ces auteurs déterminent une déformation de 3.10^{-1} pour atteindre le minimum de viscosité, en parfait accord avec celle mesurée dans ce travail.

Intéressons nous à l'évolution de la discontinuité de viscosité de cisaillement au moment où le cisaillement croisé commence. Ces discontinuités apparaissent clairement à $\gamma_0 = 10^{-2}$ sur la figure 7. La quantité $\Delta\eta_{12} = \eta_{12}(\gamma = \gamma_0) - \eta_{12}^{SS}$ qui traduit cette chute de viscosité est présentée sur la figure 9.

Nous comparons ces observations à celle prédite par un modèle de milieu continu [8]. Ce modèle tensoriel décrit le comportement des suspensions concentrées soumises à des écoulements instationnaires et particulièrement les inversions de cisaillement classique. Le modèle est composé d'une équation d'évo-

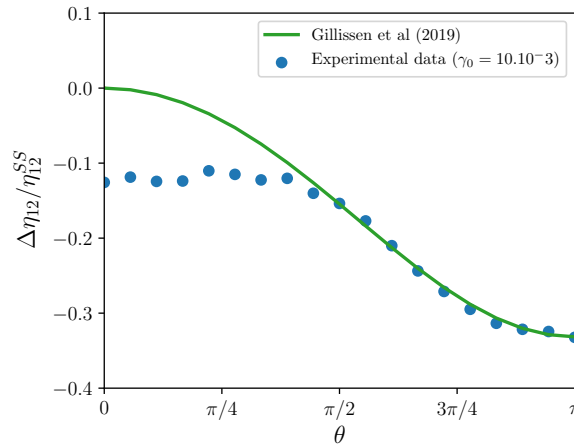


FIGURE 9 – Discontinuité de viscosité de cisaillement mesurée à $\gamma_0 = 10^{-2}$. $\Delta\eta_{12} = \eta_{12}(\gamma = \gamma_0) - \eta_{12}^{SS}$. (Points bleus) : mesures issus de la figure 7 à $\gamma_0 = 10^{-2}$. (Ligne verte) : Modèle de Gillissen et al (2019). Paramètres du modèle : $\beta = 18$, $\alpha = 0.5$ et $\chi = 0.225$.

lution d'un tenseur de microstructure (2) complétée d'une relation entre les contraintes, la microstructure et le taux de déformation (3) :

$$\partial_t \langle \mathbf{nn} \rangle = \mathbf{L} \cdot \langle \mathbf{nn} \rangle + \langle \mathbf{nn} \rangle \cdot \mathbf{L}^T - 2\mathbf{L} : \langle \mathbf{nnnn} \rangle - \beta \left(\mathbf{E}_e : \langle \mathbf{nnnn} \rangle + \frac{\phi}{15} [2\mathbf{E}_c + \text{Tr}(\mathbf{E}_c)\delta] \right) \quad (2)$$

$$\Sigma = \eta_s [\alpha \mathbf{E} + \chi \mathbf{E}_c] : \langle \mathbf{nnnn} \rangle \quad (3)$$

Sans entrer dans les détails de ce modèle, le paramètre β de l'équation (2) représente le taux de création/destruction de paires de particules. La partie compressive du taux de déformation, \mathbf{E}_c , assure l'advection des paires jusqu'au contact préférentiellement dans la direction de l'axe de compression. Au contraire, la partie extensionnelle du taux de déformation \mathbf{E}_e sépare les paires au contact préférentiellement dans la direction de l'axe de dilatation. Le paramètre α de l'équation (3) représente les forces de lubrification et le paramètre χ les forces de contact direct entre particules. Au moment d'une inversion de cisaillement, comme \mathbf{E}_c et \mathbf{E}_e permutent instantanément, l'équation (3) assure alors la discontinuité des contraintes à cet instant.

Sur la figure 9 nous avons tracé la discontinuité prédite par le modèle pour différentes valeurs de θ . Nous avons choisi les paramètres $\beta = 18$, $\alpha = 0.5$ et $\chi = 0.225$ pour ajuster au mieux nos résultats avec le modèle. L'accord est bon, sauf pour les valeurs de $\theta < 70^\circ$ pour lesquelles le modèle prédit que lorsque θ tend vers zéro, la discontinuité tend vers zéro alors que les résultats expérimentaux montrent une discontinuité non nulle quelle que soit la valeur de θ . L'origine de cette discontinuité mesurée pour des cisaillements croisés vers l'avant reste une question ouverte à laquelle nous devons répondre.

5 Conclusion

Nous présentons un nouveau dispositif expérimental qui généralise les mesures de viscosité transitoire des suspensions lors d'inversion de cisaillement. Ce rhéomètre croisé permet de cisailler une suspension concentrée dans n'importe quelle direction du plan horizontal. Une plateforme de force solidaire du plan inférieur réalise les mesures de la contrainte de cisaillement horizontal. Connaissant le taux de cisaillement appliqué nous pouvons déduire la viscosité de cisaillement pour n'importe quel écoulement instationnaire. Lorsque qu'on applique un précisaillement suivi d'un cisaillement tourné d'un angle θ dans un plan perpendiculaire à la direction du taux de cisaillement, on mesure un régime transitoire dont le scénario est proche de celui plus classique d'une inversion de cisaillement. En reproduisant ces mesures pour différents θ nous pouvons construire un diagramme de viscosité qui généralise les régimes transitoires des suspensions concentrées. Nous présentons nos premiers résultats pour une suspension de fraction volumique 0.45 en particules solides de polystyrène (TS40) dans une solution aqueuse de polyéthylène glycol (figure 6). Nous comparons également la discontinuité de cisaillement que nous mesurons au moment du changement de la direction du cisaillement avec un modèle de milieu continu qui décrit le comportement des suspensions soumises à des écoulements instationnaires [8].

Références

- [1] Cx K BATCHELOR et GK BATCHELOR. *An introduction to fluid dynamics*. Cambridge university press, 2000.
- [2] Frédéric BLANC, François PETERS et Elisabeth LEMAIRE. « Experimental signature of the pair trajectories of rough spheres in the shear-induced microstructure in noncolloidal suspensions ». In : *Physical review letters* 107.20 (2011), p. 208302.
- [3] Frédéric BLANC, François PETERS et Elisabeth LEMAIRE. « Local transient rheological behavior of concentrated suspensions ». In : *Journal of Rheology* 55.4 (2011), p. 835-854.
- [4] Rahul N CHACKO et al. « Shear reversal in dense suspensions: The challenge to fabric evolution models from simulation data ». In : *Journal of Fluid Mechanics* 847 (2018), p. 700-734.
- [5] S. DEBOEUF et al. « Imaging non-Brownian particle suspensions with X-ray tomography: Application to the microstructure of Newtonian and viscoplastic suspensions ». In : *Journal of Rheology* 62.2 (mars 2018), p. 643-663.
- [6] F GADALA-MARIA et Andreas ACRIVOS. « Shear-induced structure in a concentrated suspension of solid spheres ». In : *Journal of Rheology* 24.6 (1980), p. 799-814.
- [7] Stany GALLIER et al. « Rheology of sheared suspensions of rough frictional particles ». In : *Journal of Fluid Mechanics* 757 (2014), p. 514-549.
- [8] Jurriaan JJ GILLISSEN et al. « Constitutive model for time-dependent flows of shear-thickening suspensions ». In : *Physical review letters* 123.21 (2019), p. 214504.
- [9] Élisabeth GUAZZELLI et Olivier POULIQUEN. « Rheology of dense granular suspensions ». In : *Journal of Fluid Mechanics* 852 (2018).
- [10] Neil Y C LIN et al. « Hydrodynamic and contact contributions to continuous shear thickening in colloidal suspensions ». English. In : *Physical Review Letters* 115.22 (nov. 2015), p. 228304.
- [11] Romain MARI et al. « Shear thickening, frictionless and frictional rheologies in non-Brownian suspensions ». In : *Journal of Rheology* 58.6 (2014), p. 1693-1724.

-
- [12] Olivier OZENDA, Pierre SARAMITO et Guillaume CHAMBON. « A new rate-independent tensorial model for suspensions of noncolloidal rigid particles in Newtonian fluids ». In : *Journal of Rheology* 62.4 (2018), p. 889-903.
- [13] François PETERS et al. « Rheology of non-Brownian suspensions of rough frictional particles under shear reversal: A numerical study ». In : *Journal of rheology* 60.4 (2016), p. 715-732.
- [14] Phong PHAM, Bloen METZGER et Jason E BUTLER. « Particle dispersion in sheared suspensions: Crucial role of solid-solid contacts ». In : *Physics of Fluids* 27.5 (2015), p. 051701.