

# LA MESURE EN RHÉOLOGIE

Des avancées récentes aux perspectives

Éditeur scientifique

Groupe Français de Rhéologie (GFR)

Coordonnateurs

Jean-Louis Grossiord et Alain Ponton

 edp sciences

physique | matériaux

# LA MESURE EN RHÉOLOGIE

Des avancées récentes aux  
perspectives

Éditeur scientifique

**Groupe Français de Rhéologie (GFR)**

Coordonnateurs

**Jean-Louis Grossiord et Alain Ponton**



17, avenue du Hoggar  
Parc d'activités de Courtaboeuf, BP 112  
91944 Les Ulis Cedex A, France

Imprimé en France

ISBN : 978-2-7598-0623-2

Tous droits de traduction, d'adaptation et de reproduction par tous procédés, réservés pour tous pays. La loi du 11 mars 1957 n'autorisant, aux termes des alinéas 2 et 3 de l'article 41, d'une part, que les « copies ou reproductions strictement réservées à l'usage privé du copiste et non destinées à une utilisation collective », et d'autre part, que les analyses et les courtes citations dans un but d'exemple et d'illustration, « toute représentation intégrale, ou partielle, faite sans le consentement de l'auteur ou de ses ayants droit ou ayants cause est illicite » (alinéa 1<sup>er</sup> de l'article 40). Cette représentation ou reproduction, par quelque procédé que ce soit, constituerait donc une contrefaçon sanctionnée par les articles 425 et suivants du code pénal.

© EDP Sciences 2013

# Table des matières

<b>Liste des auteurs</b> .....	ix
<b>Préface</b> .....	xi
<b>Avant-propos</b> .....	xv
<b>Organisation de l'ouvrage</b> .....	xvii

---

## Chapitre 1 : Concepts et outils de base en rhéologie

<b>1.1. Grandeurs fondamentales associées aux différents écoulements</b> ..	1
1.1.1. <i>Écoulement de cisaillement simple</i> .....	1
1.1.2. <i>Autres types d'écoulement et de déformation</i> .....	17
<b>1.2. Appareils de mesures</b> .....	17
1.2.1. <i>Viscosimètres capillaires</i> .....	18
1.2.2. <i>Viscosimètres à chute de bille</i> .....	20
1.2.3. <i>Rhéomètres rotatifs</i> .....	21
1.2.4. <i>Analyseurs de texture</i> .....	24
<b>1.3. Conclusion</b> .....	28
<b>Références</b> .....	29

---

## Chapitre 2 : Effets inertiels en rhéométrie instationnaire

<b>2.1. Introduction</b> .....	31
<b>2.2. Temps caractéristiques associés à la mesure</b> .....	34
2.2.1. <i>Inertie d'appareillage</i> .....	34
2.2.2. <i>Inertie du fluide</i> .....	37

<b>2.3. Temps caractéristiques associés au matériau</b> . . . . .	38
2.3.1. <i>Thixotropie</i> . . . . .	39
2.3.2. <i>Viscoélasticité</i> . . . . .	40
<b>2.4. Approche analytique des effets d'inertie d'appareil en rhéométrie à contrainte imposée</b> . . . . .	42
2.4.1. <i>Fluage</i> . . . . .	42
2.4.2. <i>Oscillations</i> . . . . .	44
<b>2.5. Conclusion</b> . . . . .	47
<b>Références</b> . . . . .	48

## Chapitre 3 : Glissement et fracturation dans les fluides complexes. Interpréter les essais rhéométriques

<b>3.1. Introduction</b> . . . . .	49
<b>3.2. Mise en évidence et illustration du glissement et de la fracturation</b> . . . . .	51
3.2.1. <i>Manifestation du glissement sur les courbes de rhéométrie</i> . . . . .	51
3.2.2. <i>Mise en évidence de la fracturation</i> . . . . .	54
<b>3.3. Quelques uns des mécanismes physiques à l'origine du glissement et de la fracturation</b> . . . . .	57
3.3.1. <i>Glissement dû à une séparation de phase, une déplétion ou une migration</i> . . . . .	57
3.3.2. <i>Glissement sur des parois interagissant faiblement avec le fluide</i> . . . . .	58
3.3.3. <i>Glissement dans le cas d'interactions fortes entre les parois et le fluide</i> . . . . .	59
3.3.4. <i>Mécanismes spécifiques à la fracturation</i> . . . . .	60
<b>3.4. Éviter et/ou détecter le glissement et la fracturation</b> . . . . .	61
3.4.1. <i>Éviter le glissement</i> . . . . .	61
3.4.2. <i>Détecter un glissement</i> . . . . .	62
3.4.3. <i>Glissement et localisation de la déformation : mise en évidence par marquage et visualisation</i> . . . . .	64
<b>3.5. Quantifier le glissement et/ou corriger les mesures</b> . . . . .	66
3.5.1. <i>La méthode de Yoshimura-Prud'homme (1988)</i> . . . . .	66
3.5.2. <i>La méthode de Mooney (1931)</i> . . . . .	68
3.5.3. <i>La méthode des parois rugueuses</i> . . . . .	72
3.5.4. <i>Glissement des fluides à seuil – technique du cissomètre</i> . . . . .	77
3.5.5. <i>Mesures des vitesses de glissement : vélocimétrie laser et autres alternatives</i> . . . . .	78
<b>3.6. Prendre en compte la fracture de l'échantillon</b> . . . . .	80
3.6.1. <i>Mesures en régime dynamique</i> . . . . .	80
3.6.2. <i>Régimes d'écoulement et de visualisation du champ de déformation : exemple d'une dispersion thixotrope d'argile</i> . . . . .	82
3.6.3. <i>Mieux analyser la fracturation : mesures locales et rhéométrie</i> . . . . .	91

---

<b>3.7. Conclusion</b> . . . . .	93
<b>Références</b> . . . . .	93

---

## Chapitre 4 : Écoulement en bandes de cisaillement (« shear banding »)

<b>4.1. Introduction</b> . . . . .	97
<b>4.2. Modèles théoriques</b> . . . . .	97
<b>4.3. Rhéologie non linéaire</b> . . . . .	105
4.3.1. <i>Rhéologie en écoulement permanent</i> . . . . .	105
4.3.2. <i>Rhéologie transitoire</i> . . . . .	108
<b>4.4. Instabilité de l'écoulement hétérogène</b> . . . . .	111
4.4.1. <i>Instabilité dans la direction de la vortacité</i> . . . . .	111
4.4.2. <i>Instabilité azimutale de la bande induite</i> . . . . .	114
<b>4.5. Méthodes expérimentales</b> . . . . .	116
4.5.1. <i>Caractérisation macroscopique du champ des vitesses en écoulement hétérogène</i> . . . . .	116
4.5.2. <i>Structure de l'écoulement hétérogène</i> . . . . .	120
<b>4.6. Conclusion</b> . . . . .	124
<b>Références</b> . . . . .	124

---

## Chapitre 5 : Caractérisation rhéologique des fluides à seuil

<b>5.1. Introduction</b> . . . . .	133
<b>5.2. Rhéologie des fluides à seuil</b> . . . . .	134
5.2.1. <i>Fluides à seuil simples</i> . . . . .	135
5.2.2. <i>Fluides à seuil thixotropes</i> . . . . .	142
<b>5.3. Problèmes rhéométriques spécifiques aux fluides à seuil</b> . . . . .	148
5.3.1. <i>Choix d'une géométrie de mesure et précautions à prendre</i> . . . . .	149
5.3.2. <i>Facteurs géométriques pour les mesures de contrainte seuil</i> . . . . .	149
5.3.3. <i>Hétérogénéités d'écoulements</i> . . . . .	151
<b>5.4. Conclusion</b> . . . . .	155
<b>Références</b> . . . . .	156

---

## Chapitre 6 : Systèmes évolutifs

<b>6.1. Introduction</b> . . . . .	159
<b>6.2. Thixotropie</b> . . . . .	161

6.2.1. Définition et phénoménologie . . . . .	161
6.2.2. Origine microscopique . . . . .	163
6.2.3. Caractérisation rhéologique . . . . .	164
6.2.4. Modélisation . . . . .	179
<b>6.3. Gélification . . . . .</b>	<b>182</b>
6.3.1. Définition et phénoménologie . . . . .	182
6.3.2. Description microscopique . . . . .	183
6.3.3. Caractérisation rhéologique . . . . .	189
6.3.4. Modélisation . . . . .	194
<b>6.4. Conclusion . . . . .</b>	<b>197</b>
<b>Références . . . . .</b>	<b>198</b>

---

## Chapitre 7 : De l'intérêt d'une caractérisation rhéologique empirique et relative

<b>7.1. Introduction . . . . .</b>	<b>205</b>
<b>7.2. Caractérisation des propriétés rhéologiques . . . . .</b>	<b>208</b>
7.2.1. Viscosité ou comment caractériser l'aptitude à l'écoulement . . . . .	208
7.2.2. Propriétés plastiques/seuil d'écoulement . . . . .	220
7.2.3. Thixotropie – sensibilité au cisaillement . . . . .	230
7.2.4. Élasticité et rigidité . . . . .	231
7.2.5. Viscoélasticité . . . . .	232
<b>7.3. Analyse critique : quelques exemples . . . . .</b>	<b>236</b>
7.3.1. Exemple de la mesure de viscosité avec un viscosimètre Brookfield . . . . .	236
7.3.2. Analyse de texture par le test TPA . . . . .	238
7.3.3. Courbes d'écoulement : cas des cylindres coaxiaux . . . . .	240
<b>7.4. Conclusion . . . . .</b>	<b>242</b>
<b>Références . . . . .</b>	<b>243</b>

---

## Chapitre 8 : La rhéologie systémique ou une rhéologie au service d'un génie des procédés et des produits

<b>8.1. Introduction . . . . .</b>	<b>249</b>
<b>8.2. Analogie Couette et concept de rhéo-réacteur . . . . .</b>	<b>251</b>
8.2.1. Analogie Couette . . . . .	251
8.2.2. Concept de rhéo-réacteur . . . . .	255
<b>8.3. Quelques applications de la rhéologie systémique . . . . .</b>	<b>257</b>
8.3.1. Formulation de bitumes additivés (consolidés) . . . . .	257

8.3.2.	<i>Suivi des processus d'émulsification et des processus d'inversion de phase dynamique</i> . . . . .	258
8.3.3.	<i>Préparation semi-continue de dispersions concentrées</i> . . . . .	263
8.3.4.	<i>Incorporation de CO<sub>2</sub> supercritique dans un polymère fondu</i> . . . . .	264
8.3.5.	<i>Conclusions</i> . . . . .	267
<b>8.4.</b>	<b>Études fondamentales en rhéologie systémique : application aux milieux granulaires denses</b> . . . . .	<b>268</b>
8.4.1.	<i>Introduction</i> . . . . .	268
8.4.2.	<i>Rhéométrie des milieux granulaires</i> . . . . .	269
8.4.3.	<i>Viscoélasticité des milieux granulaires : modélisation</i> . . . . .	270
8.4.4.	<i>Confrontations expérimentales : réponse à des sollicitations mécaniques canoniques</i> . . . . .	272
8.4.5.	<i>Conclusions</i> . . . . .	278
<b>8.5.</b>	<b>Conclusion</b> . . . . .	<b>278</b>
	<b>Références</b> . . . . .	<b>279</b>

---

## Chapitre 9 : Rhéométrie interfaciale

<b>9.1.</b>	<b>Introduction</b> . . . . .	<b>283</b>
<b>9.2.</b>	<b>Principe des analyses par cisaillement et dilatation/compression</b> . . . . .	<b>284</b>
9.2.1.	<i>Analyse par cisaillement</i> . . . . .	284
9.2.2.	<i>Analyse par dilatation/compression</i> . . . . .	286
<b>9.3.</b>	<b>Mises en œuvre expérimentale</b> . . . . .	<b>289</b>
9.3.1.	<i>Analyse par cisaillement</i> . . . . .	289
9.3.2.	<i>Analyse par dilatation/compression</i> . . . . .	300
<b>9.4.</b>	<b>Autres techniques</b> . . . . .	<b>305</b>
9.4.1.	<i>Viscosimètre de surface à canal</i> . . . . .	305
9.4.2.	<i>Viscosimètre de surface à cylindres concentriques</i> . . . . .	306
9.4.3.	<i>Anneau à bord tranchant</i> . . . . .	306
9.4.4.	<i>Disque</i> . . . . .	307
9.4.5.	<i>Coupelle plate à bord tranchant</i> . . . . .	307
9.4.6.	<i>Goutte tournante</i> . . . . .	308
9.4.7.	<i>Mesure avec ondes capillaires</i> . . . . .	308
<b>9.5.</b>	<b>Conclusion</b> . . . . .	<b>309</b>
	<b>Références</b> . . . . .	<b>310</b>

## Chapitre 10 : Apport de techniques couplées (diffusion de rayonnements, résonance magnétique, vélocimétrie ultrasonore) à la rhéologie

<b>10.1. Introduction</b>	313
<b>10.2. Diffusion de rayonnements et rhéologie</b>	317
10.2.1. Principe de la diffusion de rayonnement	318
10.2.2. Structures induites sous cisaillement	322
10.2.3. Dynamique d'orientation de colloïdes anisotropes sous écoulement d'élongation	325
10.2.4. Conclusion et perspectives	328
<b>10.3. IRM et rhéologie</b>	328
10.3.1. Principe de l'IRM/de la RMN	328
10.3.2. Mesures de vitesse : principe et application	331
10.3.3. Mesures de concentration : principe et application	335
10.3.4. Indicateurs de microstructure	340
10.3.5. Conclusion	342
<b>10.4. Vélocimétrie ultrasonore et rhéologie</b>	343
10.4.1. Introduction	343
10.4.2. Vélocimétrie ultrasonore couplée à la rhéométrie standard	343
10.4.3. Rhéologie « en ligne » par vélocimétrie ultrasonore	353
10.4.4. Conclusions et perspectives	357
<b>10.5. Conclusions et perspectives sur l'apport des techniques rhéophysiques sur la rhéométrie et le comportement rhéologique</b>	357
<b>Références</b>	360

## Liste des auteurs

- C. Baravian** Laboratoire d'Énergétique et de Mécanique Théorique et Appliquée, CNRS UMR 7563, 2 avenue de la Forêt de Haye, B. 160, France
- L. Choplin** Chaire Industrielle de Génie Chimique des Milieux Rhéologiquement Complexes (LRGP UPR 3349 CNRS), École Nationale Supérieure des Industries Chimiques (ENSIC), Institut National Polytechnique de Lorraine (INPL), 1, rue Grandville, BP 20451, 54001 Nancy Cedex, France
- J.P. Decruppe** Laboratoire de Physique des Milieux Denses, 1 Bd D.F. Arago, IPEC, CP87811, 57078 Metz Cedex 3, France
- S. Domenek** AgroParisTech, UMR 1145 Ingénierie Procédés Aliments, 1 avenue des Olympiades, 91305 Massy, France  
INRA, UMR 1145 Ingénierie Procédés Aliments, 1 avenue des Olympiades, 91305 Massy, France
- N. El Kissi** Laboratoire de Rhéologie, BP 53, Domaine universitaire, 38041 Grenoble, France
- P. Estellé** UEB, LGCGM EA3913, MTRheo, Insa/Université Rennes 1, 3 rue du clos Courtel, BP 90422, 35704 Rennes Cedex, France
- J. Galindo** Chaire Industrielle de Génie Chimique des Milieux Rhéologiquement Complexes (LRGP UPR 3349 CNRS), École Nationale Supérieure des Industries Chimiques (ENSIC), Institut National Polytechnique de Lorraine (INPL), 1, rue Grandville, BP 20451, 54001 Nancy Cedex, France

- V. Girard**                   Chaire Industrielle de Génie Chimique des Milieux Rhéologiquement Complexes (LRGP UPR 3349 CNRS), École Nationale Supérieure des Industries Chimiques (ENSIC), Institut National Polytechnique de Lorraine (INPL), 1, rue Grandville, BP 20451, 54001 Nancy Cedex, France
- J.L. Grossiord**               Université Paris-Sud 11 et CNRS, UMR 8612, Faculté de Pharmacie, 5 rue Jean Baptiste Clément, 92296 Châtenay-Malabry Cedex, France
- N. Huang**                    Université Paris-Sud 11 et CNRS, UMR 8612, Faculté de Pharmacie, 5 rue Jean Baptiste-Clément, 92296 Châtenay-Malabry Cedex, France
- C. Lanos**                    UEB, LGCGMEA3913, MTRheo, Insa/Université Rennes1, 3 rue du clos Courtel, BP 90422, 35704 Rennes Cedex, France
- S. Manneville**              Laboratoire de Physique – École Normale Supérieure de Lyon – CNRS UMR 5672, 46 allée d'Italie, 69364 Lyon Cedex 07, France
- P. Marchal**                   Chaire Industrielle de Génie Chimique des Milieux Rhéologiquement Complexes (LRGP UPR 3349 CNRS), École Nationale Supérieure des Industries Chimiques (ENSIC), Institut National Polytechnique de Lorraine (INPL), 1, rue Grandville, BP 20451, 54001 Nancy Cedex, France
- C. Michon**                  AgroParisTech, UMR 1145 Ingénierie Procédés Aliments, 1 avenue des Olympiades, 91305 Massy, France  
INRA, UMR 1145 Ingénierie Procédés Aliments, 1 avenue des Olympiades, 91305 Massy, France
- S. Nigen**                    Laboratoire de Rhéologie, BP 53, Domaine universitaire, 38041 Grenoble, France
- G. Ovarlez**                  Université Paris Est, Laboratoire Navier (UMR 8205 ENPC-LCPC-CNRS), 2 allée Kepler, 77420 Champs-sur-Marne, France
- E. Peuvrel-Disdier**        MINES-ParisTech, Centre de Mise en Forme des Matériaux (CEMEF), UMR CNRS 7635, BP 207, 06904 Sophia Antipolis Cedex, France
- F. Pignon**                  Laboratoire de Rhéologie, BP 53, Domaine universitaire, 38041 Grenoble, France
- A. Ponton**                  Université Paris Diderot-Paris-7 et CNRS, UMR 7057, Bâtiment Condorcet, CC 7056, 75205 Paris Cedex 13, France
- S. Rodts**                    Université Paris-Est, Laboratoire Navier (UMR 8205 CNRS-EPPT-IFSTTAR), 2 allée Kepler, Cité Descartes, 77420 Champs-sur-Marne, France

# Préface

Parler de « rhéologie », et plus encore de « mesure en rhéologie », c'est prendre le risque de voir ses interlocuteurs détourner le regard. En effet, la rhéologie a souvent la réputation d'une science compliquée, en particulier auprès des étudiants, sans doute parce qu'elle est peu présente dans les cursus universitaires classiques, et parce que c'est une science à la frontière entre la physique, la mécanique des fluides, la mécanique des solides, et la physico-chimie de cette autre science que l'on appelle « matière molle » depuis que Pierre Gilles de Gennes lui a donné ses lettres de noblesses dans les années 1980. Très souvent aussi, on introduit la rhéologie aux étudiants à propos du comportement d'un ou de quelques systèmes complexes spécifiques, si bien que le terme rhéologie reste associé à cette complexité, et les étudiants peinent à saisir l'unité profonde de cette science des réponses mécaniques de systèmes complexes, fluides par certains aspects et solides par d'autres.

Et pourtant, les écoulements de fluides complexes auxquels s'adresse la rhéologie sont omniprésents dans notre vie quotidienne, qu'il s'agisse des produits alimentaires (pour ne citer que quelques exemples, les yaourts, les sauces ou encore les émulsions comme les vinaigrettes ou les mayonnaises), de produits cosmétiques (crèmes, pâtes dentifrice, shampoings, gels divers...), de produits d'entretien (gels, cires, peintures...), où à d'autres échelles tout aussi importantes en pratique, de bétons, de boues, de sable, de neige, etc. Et qui de nous ne s'est jamais irrité en n'arrivant pas à faire sortir d'un tube une pâte récalcitrante ! Clairement, nous avons tous besoin que les développements techniques et l'optimisation de ces produits de notre vie quotidienne reposent sur une connaissance rigoureuse des méthodes de caractérisation et de mesure de ces comportements complexes, de leurs modélisations macroscopiques, et des approches qui permettent de relier ces comportements macroscopiques aux aspects plus microscopiques comme la structure et l'organisation des éléments moléculaires ou micrométriques qui constituent ces systèmes. Nous avons tous besoin que la rhéologie soit une science développée, précise, reposant sur des techniques de mesure et d'analyse de ces mesures tout aussi précises et dont les limites soient clairement posées.

C'est le défi que Jean-Louis Grossiord et Alain Ponton ont accepté de relever en coordonnant l'écriture de ce livre, édité par le Groupe Français de Rhéologie. Le défi a consisté à couvrir la très large diversité des comportements rhéologiques connus, ainsi que la grande variété des outils expérimentaux et théoriques qui ont été élaborés progressivement, au fil des années et des besoins, pour caractériser

cette large gamme de comportements. Pour relever ce défi, Jean-Louis Grossiord et Alain Ponton ont fait appel aux meilleurs spécialistes français de chacun des aspects retenus. Bien que faisant appel à ces spécialistes, la volonté affichée (et atteinte) est de produire un texte qui reste accessible et pédagogique, sans perdre en rigueur ni en pertinence. L'ouvrage diffère cependant d'un livre classique d'enseignement : il aborde les développements récents, les questions que posent les limites de chaque technique expérimentale décrite. Ces questions sont discutées de façon relativement pointue, mais brève, le lecteur étant renvoyé à une abondante bibliographie s'il souhaite aller plus loin.

L'articulation des dix chapitres est agréable, puisqu'elle nous emmène comme naturellement du plus simple au plus complexe. Le premier chapitre introduit les concepts et les outils de base en rhéologie, alors que le second s'intéresse aux effets instationnaires et aux effets inertiels, en pointant bien les rôles respectifs de l'appareillage et du fluide complexe lui-même dans ces effets instationnaires. Le troisième chapitre aborde la question importante de la transmission des contraintes aux parois limitant les écoulements : glissement à la paroi (qui représente une hétérogénéité intrinsèque du système), fracturation éventuelle au sein du matériau sollicité lorsque celui-ci risque de devenir non homogène, soit du fait de sa structure, soit du fait de la structure des écoulements qui peut favoriser une concentration locale de contraintes, sont discutés à la lumière des avancées récentes dans ces domaines. Ce troisième chapitre met l'accent sur l'utilité de mesures annexes comme, par exemple, la visualisation des écoulements, afin d'identifier autrement que par leur signature rhéologique ces éventuels événements de glissement et de fracturation. Il s'agit là d'une approche peu fréquente dans un traité de rhéologie, et qui se retrouve dans les chapitres suivants, à propos des écoulements avec bandes de cisaillement (chapitre 4) ou des écoulements de fluides à seuil (chapitre 5). Cela constitue à mon sens un point fort de cet ouvrage. Le chapitre 6 quant à lui décrit les procédures spécifiques nécessaires à la caractérisation des fluides dont les propriétés évoluent sous l'effet du temps et (ou) sous l'effet de l'écoulement. Les deux chapitres suivants sont plus orientés vers les utilisations possibles de la rhéologie comme aide à la mise au point de produits, soit par une utilisation judicieuse de tests relatifs, ne nécessitant pas de calibrations fastidieuses (chapitre 7), soit par l'utilisation de la signature rhéologique, via leur incidence sur les lois de comportements, des modifications engendrées aux échelles microscopiques par une chaîne de transformation ou d'élaboration de matériau. Cette dernière approche, qui fait l'objet du chapitre 8 est illustrée par son application à des systèmes aussi divers que la formulation de bitumes additivés, le suivi d'un processus d'émulsification, la préparation de suspensions concentrées, l'incorporation de CO<sub>2</sub> supercritique dans un polymère, ou le développement d'une cellule d'étude de systèmes pulvérulents sous vibration. L'approche décrite montre bien qu'il est possible de parler de génie des procédés assisté par la rhéologie. Les deux derniers chapitres sont plus originaux dans un traité de rhéologie, et constituent sans aucun doute un autre point fort de l'ouvrage. Le chapitre 9 présente un état des lieux de la rhéométrie interfaciale. Enfin, le dernier chapitre revient et complète ce qui a déjà été présenté des techniques additionnelles qu'il est possible de coupler avec la rhéologie, afin de mieux cerner les corrélations entre structure, modification de ces structures par les écoulements et comportement rhéologique.

Le présent ouvrage devrait devenir une référence à la fois pour les enseignants et les étudiants, les chercheurs, mais aussi, de par sa recherche de simplicité et de pédagogie, pour tout lecteur curieux de comprendre comment on peut caractériser et optimiser ces objets de notre vie courante qui s'écoulent, mais pas toujours, qui semblent solides, mais se mettent à s'écouler sous l'effet de forces faibles, qui se déforment facilement, dont l'aptitude à l'écoulement dépend du fait que l'on les sollicite vite ou lentement... Défi donc relevé pour faire aimer la mesure en rhéologie.

Liliane Léger

Professeur à l'Université Paris Sud  
Membre de l'Institut Universitaire de France, promotion 1995  
Le 15 juillet 2013

**Vj ku' r ci g'lvpgpvkqpcmf 'igh' drc pm**

# Avant-propos

La rhéologie est une discipline capable de fournir une signature très précise et très riche du comportement, de la structure et de la texture des matériaux. Elle constitue un outil analytique très puissant permettant une identification et un suivi de la stabilité et du vieillissement, conduisant aussi à des corrélations et des interprétations moléculaires.

Un champ d'application de la rhéologie consiste à définir et à optimiser certaines propriétés d'usage, et cela en simulant les conditions de cisaillement mises en œuvre dans différentes applications (concernant les peintures, les matières plastiques, les bitumes, les excipients pharmaceutiques, les produits cosmétiques...).

La rhéologie présente également de très nombreuses autres applications. Elle joue par exemple un rôle essentiel en génie des procédés, pour rationaliser des opérations de mélange et de dispersion. Elle intervient également dans l'évaluation sensorielle en agroalimentaire ou en cosmétologie.

L'intérêt et les applications de la rhéologie sont donc maintenant largement reconnus, ainsi que l'attestent les nombreux ouvrages publiés depuis quelques années sur le sujet. Le Groupe Français de Rhéologie, dont la vocation consiste à faire connaître et développer cette discipline, a déjà publié un ouvrage concernant les bases de la rhéologie, intitulé « Comprendre la rhéologie : de la circulation du sang à la prise du béton » (EDP Sciences, 2002). Grâce à son approche pluridisciplinaire et didactique, cet ouvrage a reçu un très bon accueil (mention spéciale du prix Roberval), contribuant ainsi à une sensibilisation d'un large public aux thématiques et possibilités de la rhéologie.

Si les concepts de base de la rhéologie sont désormais bien connus, il n'en est pas de même des techniques expérimentales dont la mise en œuvre s'avère parfois délicate, en raison de la grande diversité des rhéomètres utilisés et des précautions à prendre dans leur utilisation et l'interprétation des résultats. C'est pourquoi le GFR a décidé de rédiger en langue française un ouvrage sur la rhéométrie, capable de présenter sous une forme relativement accessible et concrète les principes et techniques d'utilisation mis en jeu dans les principales analyses ainsi que la discussion des différents artefacts pouvant nuire à la qualité des résultats.

**Vj ku' r ci g'lvpgpvkqpcmf 'ighv'drepm**

# Organisation de l'ouvrage

Après avoir présenté un rappel sommaire des concepts et outils de base en rhéométrie (chapitre 1), ce livre se propose :

- 1) D'aborder les problématiques de caractérisation rencontrées dans le cas de systèmes fluides complexes, pour lesquels il est nécessaire de prendre en compte un certain nombre de phénomènes spécifiques tels les effets inertiels (chapitre 2), les phénomènes de glissement et de fracturation (chapitre 3), ainsi que l'écoulement en bandes de cisaillement (chapitre 4) et de développer les techniques d'analyse de matériaux présentant des propriétés rhéologiques particulières, telles l'existence de seuil d'écoulement (chapitre 5) ou des propriétés évolutives (chapitre 6).
- 2) De traiter une problématique importante dans l'industrie : il s'agit de présenter le principe de fonctionnement de rhéomètres ou viscosimètres fonctionnant en mode relatif, en faisant ressortir les limites mais aussi certains avantages de ce type d'analyse mis en œuvre dans certains « appareils de chantier » (chapitre 7). Le chapitre 8 proposera des solutions pour obtenir une caractérisation objective en utilisant des mobiles dont la géométrie s'inspire de celle mise en œuvre dans les procédés.
- 3) De mettre en relief des techniques d'analyse qui connaissent un développement important depuis quelques années : il s'agit d'une part des analyses rhéologiques interfaciales dont l'intérêt est essentiel dans la caractérisation des phénomènes d'adsorption et de déplétion aux interfaces (chapitre 9) et d'autre part des méthodes indirectes et complémentaires d'analyse comme la caractérisation des cisaillements par vélocimétrie ultrasonore ou résonance magnétique nucléaire, et les mesures couplées par diffraction et diffusion (chapitre 10).

En résumé, l'ouvrage comprendra donc les chapitres suivants, qui peuvent être classés en trois rubriques différentes selon les objectifs précédents.

### **Problématiques de caractérisation dans le cas de milieux fluides complexes**

1. Concepts et outils de base en rhéométrie.
2. Effets inertiels en rhéométrie instationnaire.
3. Glissement et fracturation dans les fluides complexes. Interpréter les essais rhéométriques.
4. Écoulement en bandes de cisaillement (shear banding).
5. Caractérisation rhéologique des fluides à seuil.
6. Systèmes évolutifs.

### **Corrélation des analyses en mode absolu et relatif**

7. De l'intérêt d'une caractérisation rhéologique empirique et relative.
8. La rhéologie systémique ou une rhéologie au service d'un génie des procédés et des produits.

### **Techniques de caractérisation nouvelles et complémentaires**

9. Rhéométrie interfaciale.
10. Apport de techniques couplées (diffusion de rayonnements, résonance magnétique, vélocimétrie ultrasonore) à la rhéologie.

# Concepts et outils de base en rhéologie

A. Ponton et J.L. Grossiord

Nous proposons dans ce chapitre d'introduire les notions et concepts de base en rhéologie, en adoptant une démarche simple et pédagogique, sans prétendre aborder de manière exhaustive tous les principes fondamentaux. L'enjeu est plutôt de donner au lecteur une description des principales grandeurs, notations et unités qui seront utilisées dans les différents chapitres de cet ouvrage. Les lecteurs qui souhaiteraient élargir leurs connaissances sur des bases théoriques et expérimentales de la rhéologie seront renvoyés à l'un des articles ou ouvrages généraux [1–10].

## 1.1. Grandeurs fondamentales associées aux différents écoulements

### 1.1.1. Écoulement de cisaillement simple

Dans le cas d'un écoulement laminaire en cisaillement simple d'un fluide<sup>1</sup> entre deux parois parallèles infinies (figure 1), les couches de fluide infiniment minces glissent les unes par rapport aux autres sans transfert de matière d'une couche à l'autre. La déformation  $\gamma$  est le gradient de déplacement, c'est-à-dire la variation du déplacement entre deux couches de fluide successives, rapportée à la distance entre ces couches :

$$\gamma = \frac{dy}{dz} \quad (1)$$

Cette grandeur est sans unité et s'exprime le plus souvent en %.

En supposant que le fluide adhère aux parois (hypothèse de non glissement du fluide aux parois), la vitesse varie en fonction de la distance entre les parois. Il existe alors un gradient spatial de vitesse ou vitesse de cisaillement<sup>2</sup>, défini par :

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} = \frac{dv_y}{dz} \quad (2)$$

où  $v_y$  est la composante de la vitesse d'écoulement dans la direction  $y$ .

<sup>1</sup>Un fluide est un milieu susceptible de se déformer indéfiniment dès lors que la résultante des forces appliquées n'est pas nulle. Par la suite, on désignera par fluides les liquides et les matériaux pâteux en général.

<sup>2</sup>Appelée parfois aussi, vitesse de déformation.

- [68] Phillips, R.J., Armstrong, R.C., Brown, R.A., Graham, A.L., Abbott, J.R., A constitutive equation for concentrated suspensions that accounts for shear-induced particle migration, *Phys. Fluids*, 4, 30–40 (1992).
- [69] Fall, A., Lemaître, A., Bertrand, F., Bonn, D., Ovarlez, G., Continuous and discontinuous shear thickening in granular suspension, *Phys. Rev. Lett.*, 105, 268303 (2010).
- [70] Rodts, S., Boujlel, J., Rabideau, B., Ovarlez, G., Roussel, N., Moucheron, P., Lanos, C., Bertrand, F., Coussot, P., Solid-liquid transition and rejuvenation similarities in complex flows of thixotropic materials studied by NMR and MRI, *Phys. Rev. E*, 81, 021402 (2010).
- [71] Porion, P., Rodts, S. Al-Mukhtar, M., Faugère, A.M., Delville, A., Anisotropy of the solvent self-diffusion tensor as a probe of nematic ordering within dispersions of nanocomposites, *Phys. Rev. Lett.*, 87, 208302 (2001).
- [72] Porion, P., Al-Mukhtar, M., Faugere, A.M., Pellenq, R. J. M., Meyer S., Delville, A., Water self-diffusion within nematic dispersions of nanocomposites : a multiscale analysis of 1H pulsed gradient spin-echo NMR measurements, *J. Phys. Chem. B*, 107, 4012–4023 (2003).
- [73] Siebert, H., Grabowski, D.A., Schmidt, C., Rheo-NMR study of a non-flow-aligning side-chain liquid crystal polymer in nematic solution, *Rheol. Acta*, 36, 618–627 (1997).
- [74] Fischer, E., Callaghan, P.T., Shear banding and the isotropic-to-nematic transition in wormlike micelles, *Phys. Rev. E*, 64, 011501 (2001).
- [75] Besseling, R., Weeks, E.R., Schofield, A.B., Poon, W.C.K., Three-dimensional imaging of colloidal glasses under steady shear, *Phys. Rev. Lett.*, 99, 028301 (2007).
- [76] Jensen, J.A., *Estimation of Blood Velocities Using Ultrasound* (Cambridge University Press, Cambridge, 1996).
- [77] Bohs, L.N., Friemel, B.H., Trahey, G.E., Experimental velocity profiles and volumetric flow via two-dimensional speckle tracking, *Ultrasound. Med. Biol.*, 21, 885–898 (1995).
- [78] Christopher, D.A., Burns, P.N., Starkoski, B.G., Foster, F.S., A high-frequency pulsed-wave Doppler ultrasound system for the detection and imaging of blood flow in the microcirculation, *Ultrasound. Med. Biol.*, 23, 997–1015 (1997).
- [79] Bonnefous, O., Pesqué, P., Time domain formulation of pulse-Doppler ultrasound and blood velocity estimation by cross-correlation, *Ultrasonic Imaging*, 8, 73–85 (1986).
- [80] Foster, S.G., Embree, P.M., O'Brien, W.D., Flow velocity profile via time-domain correlation : error analysis and computer simulation, *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelec. Freq. Contr.*, 37, 164–175 (1990).
- [81] Takeda, Y., Velocity profile measurement by ultrasonic Doppler method, *Exp. Therm. Fluid Sci.*, 10, 444–453 (1995).
- [82] Sandrin, L., Manneville, S., Fink, M., Ultrafast two-dimensional ultrasonic speckle velocimetry : A tool in flow imaging, *Appl. Phys. Lett.*, 78, 1155–1157 (2001).

- [83] Berson, M., Grégoire, J.M., Gens, F., Rateau, J., Jamet, F., Vaillant, L., Tranquart, F., Pourcelot, L., High frequency (20 MHz) ultrasonic devices : advantages and applications, *Eur. J. Ultrasound*, 10, 53–63 (1999).
- [84] Ferrara, K.W., Zagar, B.G., Sokil-Melgar, J.B., Silverman, R.H., Aslanidis, I.M., Estimation of blood velocity with high frequency ultrasound, *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelec. Freq. Contr.*, 43, 149–157 (1996).
- [85] Manneville, S., Bécu, L., Colin, A., High-frequency ultrasonic speckle velocimetry in sheared complex fluids, *Eur. Phys. J. Appl. Phys.*, 28, 361–373 (2004).
- [86] Pierce, A.D., Acoustics. An introduction to its physical principles and applications (American Institute of Physics, New York, 1994).
- [87] Hein, I.A., O'Brien, W.D., Current time-domain methods for assessing tissue motion by analysis from reflected ultrasound echoes - A review, *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelec. Freq. Contr.*, 40, 84–102 (1993).
- [88] Ozaki, Y., Kawaguchi, T., Takeda, Y., Hishida, K., Maeda, M., High time resolution ultrasonic velocity profiler, *Exp. Therm. Fluid Sci.*, 26, 253–258 (2002).
- [89] Berret, J.F., Roux, D.C., Porte, G., Lindler, P. Shear-induced isotropic-to-nematic phase transition in equilibrium polymers, *Europhys. Lett.*, 25, 521–526 (1994).
- [90] Rehage, H., Hoffmann, H., Viscoelastic surfactant solutions : model systems for rheological research, *Mol. Phys.*, 74, 933–973 (1991).
- [91] Olmsted, P.D., Lu, C.Y.D., Coexistence and phase separation in sheared complex fluids, *Phys. Rev. E*, 56, R55–R58 (1997).
- [92] Porte, G., Berret, J.F., Harden, J.L., Inhomogeneous flows of complex fluids : mechanical instability versus non-equilibrium phase transition, *J. Phys. II France*, 7, 459–472 (1997).
- [93] Cates, M.E., McLeish, T.C.B., Marrucci, G., The rheology of entangled polymers at very high shear rates, *Europhys. Lett.*, 21, 451–456 (1993).
- [94] Spenley, A., Cates, M.E., McLeish, T.C.B., Nonlinear rheology of wormlike micelles, *Phys. Rev. Lett.*, 71, 939–942 (1993).
- [95] Salmon, J.B., Manneville, S., Colin, A., Shear banding in a lyotropic lamellar phase. I. Time-averaged velocity profiles, *Phys. Rev. E*, 68, 051503 (2003).
- [96] Bécu, L., Manneville, S., Colin, A., Spatio-temporal dynamics of wormlike micelles under shear, *Phys. Rev. Lett.*, 93, 018301 (2004).
- [97] Bécu, L., Anache, D., Manneville, S., Colin, A., Evidence for three-dimensional unstable flows in shear-banding wormlike micelles, *Phys. Rev. E*, 76, 011503 (2007).
- [98] Fielding, S.M., Olmsted, P.D., Spatio-temporal oscillations and rheochaos in a simple model of shear banding, *Phys. Rev. Lett.*, 92, 084502 (2004).
- [99] Aradian, A., Cates, M.E., Minimal model for chaotic shear banding in shear thickening fluids, *Phys. Rev. E*, 73, 041508 (2006).
- [100] Grondin, P., Manneville, S., Pozzo, J.L., Colin, A., Shear-induced fractures and three-dimensional motions in an organogel, *Phys. Rev. E*, 77, 011401 (2008).