



HAL
open science

Conception et réalisation d'un viscosimètre capillaire pour la détermination des paramètres rhéologiques des fluides chargés.

Walid Samah

► **To cite this version:**

Walid Samah. Conception et réalisation d'un viscosimètre capillaire pour la détermination des paramètres rhéologiques des fluides chargés.. Mécanique des fluides [physics.class-ph]. 2020. hal-03781923

HAL Id: hal-03781923

<https://hal.inrae.fr/hal-03781923>

Submitted on 20 Sep 2022

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.



SORBONNE UNIVERSITÉ

Master Sciences pour l'Ingénieur – 2^{ème} année
Énergétique & Environnement – Spécialité CLEANER



Sujet de stage :

Conception et réalisation d'un viscosimètre capillaire pour la détermination des paramètres rhéologiques des fluides chargés.

Organismes d'accueil : laboratoire FRISE de l'Institut National de Recherche pour l'Agriculture, l'Alimentation et l'Environnement (INRAE) et De Vinci Research Center (DVRC).

Maîtres de stage : Dr. Laurence FOURNAISON

Dr. Pascal CLAIN

Dr. Anthony DELAHAYE

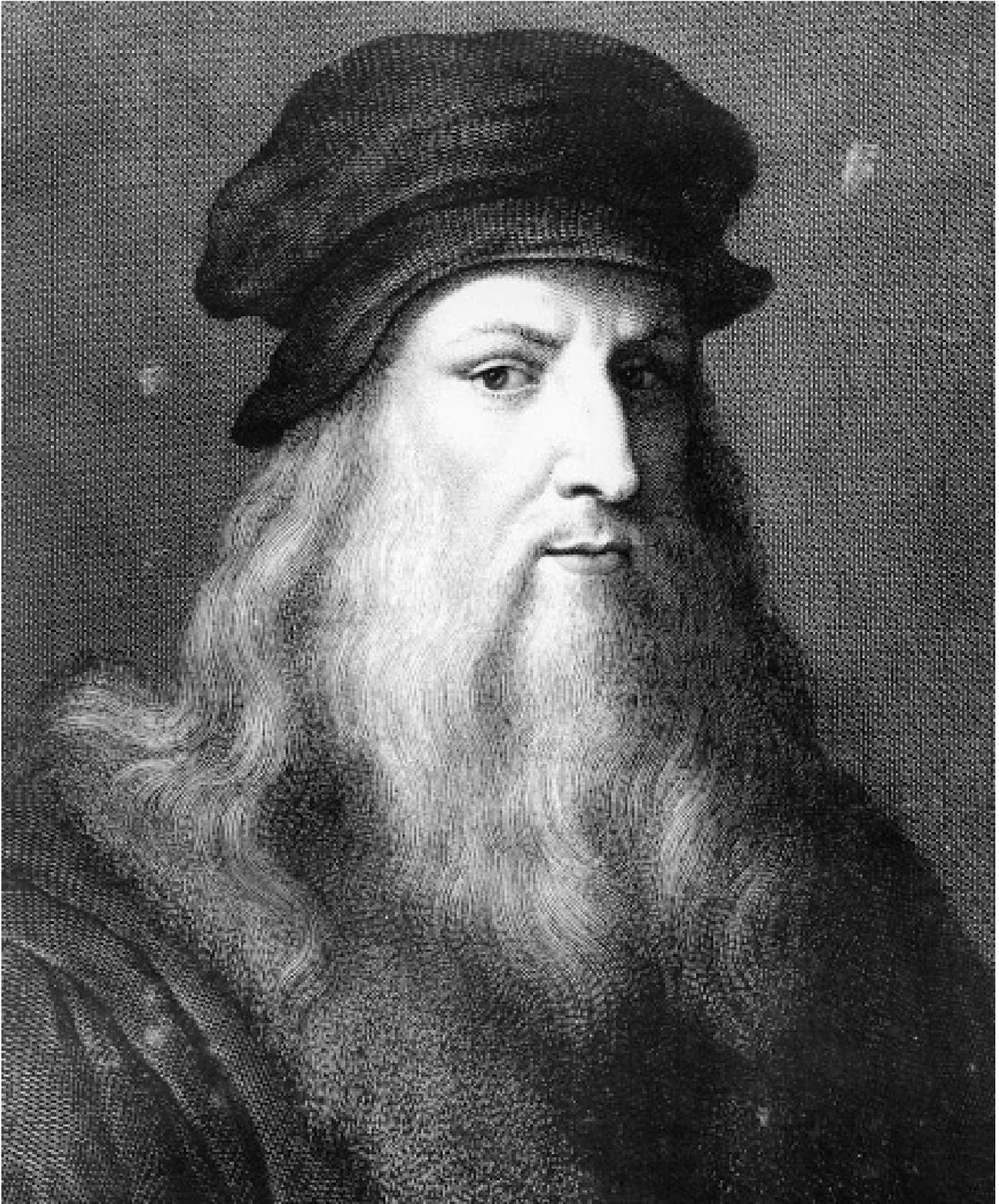
Dr. François RIOUAL

Stagiaire : Walid SAMAH

Numéro d'étudiant : 3801749

Présenté et soutenu le 27 octobre 2020

2019/2020



Léonard de Vinci (italien : Leonardo di ser Piero da Vinci, dit Leonardo da Vinci), né le 15 avril 1452 à Vinci (Toscane) et mort le 2 mai 1519 à Amboise (Touraine), est un peintre florentin et un homme d'esprit universel, à la fois artiste, organisateur de spectacles et de fêtes, scientifique, ingénieur, inventeur, anatomiste, peintre, sculpteur, architecte, urbaniste, botaniste, musicien, poète, philosophe et écrivain.

Présentation de l'organisme d'accueil

Ce stage a été effectué au sein de l'unité de recherche FRISE «Génie des procédés FRIGorifiques pour la Sécurité alimentaire et l'Environnement» avec l'équipe Enerfri «Énergétique des installations frigorifiques» à INRAE Institut National de Recherche pour l'Agriculture, l'Alimentation et l'Environnement» situé à Antony (92), pour une durée de 6 mois (du 15 mars 2020 au 15 septembre 2020).

Le 1^{er} janvier 2020, le mariage entre INRA «Institut National de la Recherche Agronomique» et IRSTEA «Institut National de Recherche en Sciences et Technologies pour l'Environnement et l'Agriculture» donne naissance à INRAE¹, «Institut National de Recherche pour l'Agriculture, l'Alimentation et l'Environnement». Le nouvel organisme est désormais le premier au monde pour l'étude des relations entre agriculture, environnement et alimentation.

L'unité de recherche FRISE «Génie des procédés FRIGorifiques pour la Sécurité alimentaire et l'Environnement» de INRAE est dirigée par M. Anthony DELAHAYE, elle est composée de deux équipes :

- Équipe Enerfri «Énergétique des installations frigorifiques, respectueuses de l'environnement».
- Équipe Metfri «Maîtrise des écoulements et des transferts dans la chaîne du froid et les procédés associés».

Le centre de recherche DVRC² «De Vinci Research Center» regroupe toutes les forces en recherche des trois écoles de l'Association Léonard de Vinci : l'École de Management (EMLV), l'école d'Ingénieurs (ESILV) et l'Institut de l'Internet et du Multimédia (IIM). Le centre de recherche DVRC contribue au développement de connaissances scientifiques de pointe dans les domaines de la recherche et les partage avec la communauté scientifique et économique/industrielle. L'objectif est de développer une recherche de haute qualité dans toutes les disciplines pour soutenir l'enseignement dans les écoles de l'association Léonard de Vinci.

¹<https://www.inrae.fr//>

²<https://www.devinci.fr//>

Remerciements

Après avoir rédigé ce rapport de stage, je suis convaincu que la recherche scientifique est loin d'être un travail solitaire. En effet, je n'aurais jamais pu réaliser ce travail sans le soutien de mes maîtres de stage et de mes professeurs de l'université de la Sorbonne, dont la générosité, la bonne humeur et l'intérêt pour mes recherches m'ont permis de progresser dans cette phase délicate de "l'apprenti-chercheur".

En premier lieu, je tiens à remercier profondément mes maîtres de stage : un grand merci à Mme. Laurence FOURNAISON directrice de recherche à INRAE, à M. Pascal CLAIN enseignant-chercheur au sein de l'école supérieure d'ingénieurs Léonard-de-Vinci et chercheur accueilli à INRAE, à M. Anthony DELAHAYE directeur de l'unité de recherche FRISE à INRAE et à M. François RIOUAL chargé de recherche à INRAE pour la confiance qu'ils m'ont accordée en acceptant d'encadrer ce travail de recherche, pour leurs multiples conseils et pour toutes les heures qu'ils ont consacré à diriger cette recherche. Je voudrais aussi leur dire combien j'apprécie leur grande disponibilité, la qualité de leur encadrement et leur encouragement pour finir ce travail.

J'adresse mes sincères et profonds remerciements à M. Philippe GUIBERT, enseignant-chercheur et responsable du Master énergétique et environnement au sein de la Sorbonne Université et membre de l'institut Jean le Rond d'Alembert, pour ses enseignements lors de mon Master 1 et 2. Son écoute et ses conseils m'ont permis de cibler ma candidature, et de trouver ce stage qui était en totale adéquation avec mes attentes.

Un grand merci à M. Alexis MATYNIA, enseignant-chercheur au sein de la Sorbonne Université et membre de l'institut Jean le Rond d'Alembert. pour ses conseils et ses enseignements lors de mon Master 1 et 2. Un grand merci au membre du jury d'avoir accepté d'examiner ce travail.

Je tiens également à remercier M. Romuald HUNLEDE, ingénieur à INRAE, pour ses conseils sur la conception et la réalisation du viscosimètre capillaire et je désire aussi remercier l'équipe d'appui technique composée de M. Sébastien SAAVEDRA, M. Elyamin DAHMANA, M. Alain DENIS et M. Alain THOMAS qui m'ont fourni les outils techniques nécessaires au bon déroulement de mon stage.

Je tiens également à remercier Mme. Sylvie CARLINI, assistante administrative à l'unité de recherche FRISE à INRAE, pour ses conseils et son soutien administratif.

Un grand merci à ma mère et mon père, pour leurs conseils ainsi que leur soutien inconditionnel.

Je souhaite enfin adresser mes remerciements au corps professoral et administratif de la Sorbonne Université de Paris et de l'INRAE d'Antony.

Résumé

Ce travail de recherche est une contribution expérimentale à l'étude rhéologique de fluides complexes circulant dans une boucle hydraulique. Il s'agit notamment de suspensions de particules de polyéthylène dans un mélange eau-éthanol. L'étude se concentre sur l'évolution des pertes de charge et des débits et se situe en régime laminaire. L'étude a été réalisée en mettant au profit un viscosimètre capillaire développé en laboratoire. L'analyse rhéologique des suspensions de particules de polyéthylène a mis en évidence deux comportements dépendant de la concentration en particules de polyéthylène, un comportement rhéoépaississant à faible concentration en particules et un comportement rhéofluidifiant à forte concentration en particules. On a mis en évidence l'existence d'un comportement rhéoépaississant à faible concentration, qui est due au régime inertiel des particules (nombre de Reynolds particulaire $Re_p > 1$) qui domine le régime visqueux. On a établi une loi par analyse dimensionnelle pour la description rhéologique d'une suspension de particules non colloïdales et non browniennes qui dépend du diamètre des particules. L'étude de l'évolution de la viscosité en fonction du diamètre des particules a montré que la viscosité diminue avec l'augmentation de la taille des particules.

Mots-clés : Rhéologie, viscosimètre capillaire, non-newtonien, écoulement en conduite, analyse de tailles de particules, particules de polyéthylène.

Abstract

This research work is an experimental contribution to the rheological study of complex fluids circulating in a hydraulic loop. These include suspensions of polyethylene particles in a water-ethanol mixture. The study focuses on the evolution of pressure drops and flow rates and is located in laminar regime. The study was carried out in using a capillary viscometer developed in the laboratory. Rheological analysis of the suspension of polyethylene particles revealed two behaviors depending on the concentration of polyethylene particles, a shear-thickening behavior at low particle concentration and a shear-thinning behavior at high particle concentration. We have shown the existence of a shear-thickening behavior at low concentration, which is due to the inertial particle regime (particle Reynolds number $Re_p > 1$) that dominates the viscous regime. We have established a law by dimensional analysis for the rheological description of the non-colloidal and non-Brownian suspension which depends on the diameter of the particles. The study of the evolution of viscosity as a function of particle diameter showed that viscosity decreases with increasing particle size.

Keywords : Rheology, capillary viscometer, non-newtonian, duct flow, particle size analysis, polyethylene particles.

Table des matières

Introduction générale	1
Objectifs de l'étude	3
I Notions sur la rhéologie des fluides complexes et les suspensions.	4
I.1 Notion et caractérisation rhéologique des fluides complexes.	5
I.1.1 Classification des comportements rhéologiques des fluides.	5
I.1.1.1 Fluides de Pascal (fluides parfaits).	5
I.1.1.2 Fluides newtoniens.	5
I.1.1.3 Fluides non-newtoniens.	6
I.2 Méthodes de caractérisation rhéologique.	8
I.2.1 Viscosimètre de Couette ou rotatif.	8
I.2.2 Viscosimètre d'Ostwald ou capillaire.	8
I.3 Notions sur les dispersions.	10
I.3.1 Classification des types d'écoulement des suspensions.	10
I.3.2 Propriétés des suspensions en écoulement.	11
I.3.2.1 Nombre de Reynolds (Re).	11
I.3.2.2 Nombre de Reynolds particulaire (Re_p) et le nombre de Stokes (St).	12
I.3.2.3 Nombre de Péclet (Pe).	12
I.3.2.4 Viscosité relative.	13
I.3.3 Forces sur une particule en suspension.	14
I.3.3.1 Force de gravitation.	14
I.3.3.2 Force de frottement visqueux.	14
I.3.4 Les facteurs qui influencent la rhéologie des suspensions.	16
I.3.4.1 Effet de la concentration des particules sur la rhéologie de la suspension.	16
I.3.4.2 Effet de la polydispersité.	17
I.3.4.3 Relation entre la viscosité et la distribution de la taille des par- ticules (PSD).	18
I.4 Conclusions.	19
II Matériels et méthodes expérimentales.	20
II.1 Description générale de la boucle hydraulique.	21
II.2 Instrumentation.	22

II.2.1	Transmetteur de pression différentielle.	22
II.2.2	Pièces de prises de pression et porte-filtre.	23
II.2.3	Débitmètre de type Coriolis.	23
II.2.4	Thermocouples de type T.	24
II.3	Protocole expérimental.	24
II.3.1	Protocole d'analyse de la matière en suspension.	24
II.3.1.1	Technique optique de caractérisation de la taille des particules.	25
II.3.2	Protocole de préparation du coulis de polyéthylène.	28
II.3.3	Protocole d'étude rhéologique de la suspension.	29
II.4	Conclusions.	30
III	Résultats et discussions.	31
III.1	Caractérisation rhéologique des fluides newtoniens.	32
III.2	Caractérisation rhéologique des suspensions.	34
III.2.1	Caractérisation rhéologique de la suspension à base de particules de polyéthylène haute densité.	34
III.2.2	Modélisation du comportement rhéoépaississant.	40
III.2.3	Effet du diamètre des particules sur la viscosité de la suspension.	42
III.2.4	Effet du diamètre de la conduite sur la viscosité de la suspension.	43
III.3	Conclusions.	44
A	Annexe sur les viscosités relatives,	47
A.1	Modèles de viscosité relative des suspensions	47
A.1.1	Modèles de viscosité relative valables pour des suspensions très diluées	47
A.1.2	Modèles de viscosité relative valables pour des suspensions diluées et à concentrations modérées	49
A.1.3	Modèles de viscosité relative valables pour des suspensions à concentrations élevées	50
A.2	Comparaison entre les différents modèles de viscosité relative	53
	Bibliographie	59

Table des figures

I.1	Comportements rhéologiques des différents fluides. (a) : Écoulement sans contraintes critiques ; (b) : Écoulement avec contraintes critiques (Midoux, 1993).	7
I.2	Les principaux régimes d'écoulement pour le transport solide/liquide. De haut en bas : le débit moyen diminue (Peysson, 2004).	11
I.3	Comportement rhéofluidifiant et rhéoépaississants par cisaillement en fonction de la fraction solide des suspensions sphériques.	17
I.4	Viscosité des suspensions sphériques monodisperses et polydisperses à fraction volumique constante ϕ_s (Paar, 2011).	17
I.5	Comparaison des viscosités relatives (Farris, 1968).	18
I.6	Dépendance de la viscosité relative de la concentration en particules solide et la distribution en taille des particules–le rapport d/D étant le rapport des diamètres et ϕ_s est la concentration des petites particules (Ramacciotti, 1999).	19
II.1	Schéma de la boucle hydraulique (réalisé avec le logiciel Edraw Max)	21
II.2	Boucle hydraulique : (a) - conception avec un logiciel de CAO ; (b) - réalisation.	21
II.3	(a)- Schéma de la pompe volumétrique PCM ; (b)- fonctionnement du rotor-stator de la pompe.	22
II.4	Transmetteur de pression différentiel modèle Rosemount 3051C.	23
II.5	Pièce de prises de pression.	23
II.6	Pièce porte-filtre.	23
II.7	Débitmètre de type Coriolis.	24
II.8	Tamiseur RETSCH utilisé.	24
II.9	Granulométrie des trois échantillons de particules de 200 g de polyéthylène brut.	25
II.10	(a) : image microscopique des particules de polyéthylène gamme 100-315 μm ; (b) : mesure des surfaces des particules (contours des particules sous le logiciel Image J).	26
II.11	Distribution de tailles des particules de polyéthylène pour la gamme de taille comprise entre 100 et 315 μm (diamètre moyen : 169,75 μm ; variance : 2356,27 μm^2).	27
II.12	Évolution du débit et de la perte de charge en montée et en descente dans une boucle de circulation fermée en présence de particules de polyéthylène de diamètre compris entre 100 et 315 μm et une concentration solide volumique de 5 %.	29

III.1	comparaison entre les données expérimentales et numériques (CFD Ansys Fluent) sur l'évolution de la perte de charge en fonction du débit d'eau.	32
III.2	(a) : comparaison des rhéogrammes obtenus à partir des données expérimentales et numériques (CFD Fluent) avec un fluide newtonien (eau), à 25 °C; (b) : indice de comportement de l'eau obtenu à partir des données expérimentales.	33
III.3	(a) : comparaison entre la viscosité dynamique expérimentale de l'eau et la et du mélange eau-éthanol; (b) : indice de comportement du mélange eau-éthanol obtenu à partir des données expérimentales.	34
III.4	Les indices de comportement des suspensions à base de particules de polyéthylène de diamètre compris entre 100 et 315 μm	34
III.5	(a) : Rhéogrammes; (b) : évolution des viscosités en fonction du taux de cisaillement, pour la gamme de diamètre de particules 100-315 μm (n : indice de comportement, Exp : expérience).	35
III.6	Écoulement d'une suspension composée de sphères monodisperses en régime de Stokes (visqueux).	37
III.7	Évolution des rapports de viscosité R_v , (a) : rapports de viscosité R_v dans le cas comportement rhéoépaississant; (b) : rapports de viscosité R_v dans le cas du comportement rhéofluidifiant.	39
III.8	Évolution du nombre de Reynolds Re en fonction du taux de cisaillement et pour toutes les fractions solides volumiques de la suspension composée de particules de polyéthylène de diamètre compris entre 100-315 μm	40
III.9	Évolution de l'indice de comportement n en fonction de la fraction solide volumique comprises entre 5 % et 30 %.	41
III.10	(a) : Détermination de l'indice de consistance k; (b) : Évolution de l'indice de consistance k en fonction de la fraction solide volumique comprises entre 5 % et 30 %.	41
III.11	Rhéogrammes de la suspension de polyéthylène (points : expérience; traits continus : modèle Adim = modèle de l'analyse dimensionnelle et modèle Odw = modèle Ostwald-de Waele).	42
III.12	Effet du diamètre des particules sur la viscosité de la suspension, (a) : 5 % en concentration de particules de polyéthylène; (b) : 10 % en concentration de particules de polyéthylène.	43
III.13	Effet du diamètre internes de la conduite sur la viscosité de la suspension composée de particules de diamètre 100 - 315 μm , (a) : évolution des viscosités en fonction du taux de cisaillement pour une fraction de 10 %.; (b) : évolution des viscosités en fonction du taux de cisaillement pour une fraction de 5 %.	44
A.1	Rapports d'aspect des ellipsoïdes réguliers (Paar, 2011)	48
A.2	Comparaison entre la viscosité relative à taux de cisaillement nul de Graham et les données expérimentales présentées par Thomas (Thomas, 1965), (Graham, 1981).	50
A.3	Comparaison entre les différents modèles de viscosité relative et celui de Cheng et al.(Cheng and Law, 2003).	52
A.4	Comparaison entre les différents modèles de viscosité relative en fonction de la fraction volumique solide $\phi_s < 65\%$ pour une suspension de sphères rigides monodisperses.	56

A.5 Comparaison entre les différents modèles de viscosité relative en fonction de la fraction volumique solide $\phi_s < 30\%$ pour une suspension de sphères rigides monodisperses. 57

A.6 Comparaison entre les différents modèles de viscosité relative en fonction de la fraction volumique solide $\phi_s < 0,09\%$ pour une suspension de sphères rigides monodisperses. 58

Liste des tableaux

I.1	Modèles de comportements rhéologiques	7
II.2	Granulométrie moyenne des trois échantillons de particules de 200 g de polyéthylène brut.	25
II.3	Les diamètres équivalents de particules (Tourbin, 2006).	26
III.1	Comparaison entre la viscosité dynamique expérimentales de l'eau avec la viscosité théorique.	33
III.2	Les équations fit des courbes expérimentales.	38
A.1	État de l'art avec classification chronologique des viscosités relatives des suspensions diluées et à concentrations modérées (Avec $\mu_r = \frac{\mu_{app}}{\mu_f}$ la viscosité relative, $\phi_{s,max}$ la fraction volumique maximale d'empilement de particules compact, ϕ_s la fraction volumique solide et $[\eta]$ la viscosité intrinsèque, dans le cas des sphères $[\eta] = 2,5$).	53
A.2	État de l'art avec classification chronologique des viscosités des suspensions à concentrations élevées (Avec $\mu_r = \frac{\mu_{app}}{\mu_f}$ la viscosité relative, $\phi_{s,max}$ la fraction volumique maximale d'empilement de particules compact, ϕ_s la fraction volumique solide et $[\eta]$ la viscosité intrinsèque, dans le cas des sphères $[\eta] = 2,5$).	54
A.3	État de l'art avec classification chronologique des viscosités des suspensions à concentrations élevées (Avec $\mu_r = \frac{\mu_{app}}{\mu_f}$ la viscosité relative, $\phi_{s,max}$ la fraction volumique maximale d'empilement de particules compact, ϕ_s la fraction volumique solide et $[\eta]$ la viscosité intrinsèque, dans le cas des sphères $[\eta] = 2,5$).	55

Nomenclature

Alphabet

D	Coefficient de diffusion	$[-]$
k_B	Constante de Boltzmann	$k_B=1,38 \times 10^{-23} \text{ J} \cdot \text{K}^{-1}$
R	Constante universelle des gaz	$R = 8,314 \text{ mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$
D	Diamètre	m
k	Indice de consistance	$\text{Pa} \cdot \text{s}$
L	Longueur	m
M	Masse molaire	$\text{kg} \cdot \text{mol}^{-1}$
m	Masse	kg
n	Indice de comportement	$[-]$
P	Pression	Pa
Q	Débit volumique	$\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$
R	Rayon	m
T	Température	$K \text{ ou } ^\circ C$
U	Vitesse	$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$
V	Volume	m^3

Alphabet grec et symboles

ΔP	Perte de charge	Pa
ΔT	Ecart de température	K
$\dot{\gamma}$	Taux de déformation	s^{-1}
μ	Viscosité dynamique	$\text{Pa} \cdot \text{s}$
ρ	Masse volumique	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$

τ	Contrainte de cisaillement	<i>Pa</i>
ϕ	Fraction volumique	<i>vol.vol⁻¹</i>
τ_0	Contrainte de cisaillement minimale pour la mise en mouvement d'un fluide	<i>Pa</i>

Indices & Exposants

App	Apparent
d	Débitante
g	Gaz
h	Hydrate
liq	Liquide
m	Moyen
p	À la paroi
r	Relative
s	Solide
st	Stoechiométrique
tot	Totale
v	Vapeur

Liste des abréviations

CFC	ChloroFluoroCarbures
FFD	Fluide frigoporteur diphasique
HCFC	HydroChloroFluoroCarbures
HFC	HydroFluoroCarbures
MCP	Matériau à changement de phase
PSD	Conception assistée par ordinateur
PSD	Distribution de la taille des particules

Constantes et Nombres adimensionnels

<i>Pe</i>	Nombre de Péclet
<i>Re</i>	Nombre de Reynolds
<i>Re_p</i>	Nombre de Reynolds particulaire
<i>St</i>	Nombre de Stokes

Introduction générale.

La production du froid pour la réfrigération, la conservation des aliments et la climatisation n'a pas cessé d'augmenter depuis son apparition. En vue de la demande croissante des fluides frigorigènes dans les systèmes de réfrigération classiques, cette production est hautement consommatrice d'énergie et créatrice d'émissions de gaz à effet de serre qui provoquent le réchauffement climatique. Des engagements internationaux tels que : le protocole de Montréal en 1987 sur la protection de la couche d'ozone et le protocole de Kyoto en 1997 sur les changements climatiques, ont été menés afin de limiter et de lutter contre les émissions de ces substances (HCFC «HydroChloroFluoroCarbures», CFC «ChloroFluoroCarbures» et HFC «HydroFluoroCarbures»).

Pour répondre aux exigences des protocoles, des recherches sur de nouvelles technologies de réfrigération plus propres et plus économiques ont donné naissance à la réfrigération secondaire. Cette dernière semble être une bonne solution pour les défis actuel et futur, car elle utilise des fluides frigoporteurs (coulis de glace ou d'hydrate). La réfrigération secondaire permet le confinement des fluides frigorigènes dans la salle machine, afin de permettre la réduction des fuites et de la charge en réfrigérants classiquement utilisés (HCFC, CFC, HFC) dans la boucle primaire. Le fluide frigoporteur (coulis de glace ou d'hydrates) de la boucle secondaire est responsable du transport du froid de la salle machine (boucle primaire) vers les postes utilisateurs.

En effet, ces fluides contiennent des particules solides (glace ou hydrates) qui restituent de la chaleur latente de fusion lorsqu'ils sont soumis à une source de chaleur. Néanmoins, l'application de fluide frigoporteur comme Matériaux à Changement de Phase (MCP) dans les boucles de réfrigération secondaire, nécessite une connaissance des différents comportements rhéologiques (propriétés d'écoulement) et granulométriques (présence de particules solides en suspension dans la phase liquide) de ce dernier pour différents régimes d'écoulement. Il est donc nécessaire de connaître ce comportement rhéologique pour trouver l'optimum de fonctionnement du procédé.

Dans le premier chapitre de ce rapport, qui est un état de l'art général, nous présentons successivement des notions générales sur les suspensions et la rhéologie des fluides complexes ainsi qu'une synthèse bibliographique sur les études rhéologiques des suspensions en écoulement et les principaux facteurs qui influencent la rhéologie des suspensions homogènes (modèles), suivi d'une synthèse bibliographique sur les modèles rhéologiques des suspensions homogènes.

Le deuxième chapitre décrit les dispositifs, équipements et protocoles expérimentaux qui permettent de réaliser l'étude rhéologique et granulométrique d'une suspension de particules de polyéthylène en écoulement.

Enfin, le dernier chapitre du rapport présente les résultats de l'étude expérimentale du comportement rhéologique et granulométrique d'une suspension de particules de polyéthylène en écoulement. Le modèle mathématique de rhéologie de type Ostwald-de Waele qui prend en compte la fraction solide du coulis et la distribution granulométrique (distribution de la taille des particules PSD) dans l'expression de la viscosité apparente sera aussi détaillé.

Objectifs de l'étude.

Ce stage porte sur la compréhension et la détermination des paramètres rhéologiques qui contrôlent le comportement d'une suspension composée de particules de polyéthylène dans une solution aqueuse (eau-éthanol) et la compréhension de l'influence de la taille des particules de polyéthylène sur le comportement de la suspension. Ce travail de recherche comporte deux objectifs :

- Le premier objectif est la conception et la construction d'un viscosimètre capillaire (boucle hydraulique) dont le but est de permettre la détermination expérimentale du comportement rhéologique de fluides newtoniens et non-newtoniens (suspension composée de particules de polyéthylène) en écoulement. Cela pour différentes conditions opératoires (température, pression et vitesses de pompe) et différentes fractions solide volumique de suspensions.
- Le second objectif consiste à construire des modèles mathématiques de rhéologie de type d'Ostwald–de Waele et par l'analyse dimensionnelle, ce dernier va tenir compte de la fraction solide du coulis (suspension) et de la distribution de la taille des particules (PSD) dans l'expression de la viscosité apparente en se basant sur les résultats expérimentaux obtenus.

Notions sur la rhéologie des fluides complexes et les suspensions.

«Dans la nature, tout a toujours une raison. Si tu comprends cette raison, tu n'as plus besoin de l'expérience.»

Léonard de Vinci
(La Compréhension)

Ce chapitre porte principalement sur l'étude des propriétés rhéologiques et granulométriques des suspensions en écoulement. Nous nous intéresserons à la compréhension des phénomènes régissant l'écoulement de ces suspensions. Afin de mieux comprendre le sujet, une synthèse bibliographique sur les travaux réalisés dans le domaine de la rhéologie des suspensions modèles (forme sphérique) est proposée. Ces recherches sont étroitement liées au système de réfrigération secondaire, mais touchent également différentes autres problématiques dans divers domaines d'utilisation des fluides polyphasiques (pétrolier, agroalimentaire, génie civil, etc...).

I.1 Notion et caractérisation rhéologique des fluides complexes.

Le domaine de la réfrigération est touché de plein fouet par la réglementation qui impose de réduire, voire interdire l'utilisation de fluides frigorigènes nocifs pour l'environnement. La réfrigération secondaire qui consiste à transporter le froid du lieu de production (salle des machines) au lieu d'utilisation (pièce à climatiser) par un fluide frigoporteur est une solution intéressante au regard de la quantité de fluide frigorigène utilisée. Néanmoins, cette technique est souvent moins efficace que la réfrigération dite primaire. Ainsi l'utilisation de fluides frigoporteurs à haute densité énergétique permet de pallier cet inconvénient. Les fluides frigoporteurs diphasiques «solide/liquide», tels que les coulis de glace ou coulis d'hydrates répondent à des critères environnementaux et énergétiques. En effet, ces fluides contiennent des particules solides (glace ou hydrates) qui restituent de la chaleur latente de fusion lorsqu'ils sont soumis à une source de chaleur. Néanmoins, l'application de fluide frigoporteur comme MCP «matériaux à changement de phase» dans les boucles de réfrigération secondaire, nécessite une connaissance des différents comportements rhéologiques (propriétés d'écoulement) et granulométriques (présence de particules solides en suspension dans la phase liquide) de ce dernier pour différents régimes d'écoulement. En effet, d'un point de vue énergétique, l'efficacité du procédé sera la meilleure avec une grande quantité de solide et avec la plus grande surface d'échange possible, par contre les pertes de charge liées à cette situation peuvent être pénalisantes. Il est donc nécessaire de connaître ce comportement rhéologique pour trouver l'optimum de fonctionnement du procédé. Dans cette section, nous présentons les différents types de fluides, leur comportement rhéologique et les différents modèles rhéologiques.

I.1.1 Classification des comportements rhéologiques des fluides.

La classification des fluides se fait en fonction du comportement rhéologique. On peut distinguer trois grandes familles : les fluides de Pascal ou fluides parfaits, les fluides newtoniens et les fluides non-newtoniens.

I.1.1.1 Fluides de Pascal (fluides parfaits).

Les fluides de Pascal, se caractérisent par une contrainte de cisaillement toujours nulle (fluides non-visqueux), aucune force ne s'oppose au glissement des couches du fluide les unes sur les autres et sur les parois.

I.1.1.2 Fluides newtoniens.

Dans le cas des fluides newtoniens la contrainte de cisaillement varie linéairement avec la vitesse de déformation (il existe une proportionnalité entre la contrainte de cisaillement τ et la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$). La constante de proportionnalité est appelée viscosité dynamique du fluide μ , exprimée en Pa·s.

$$\tau = \mu \dot{\gamma} \quad (\text{I.1})$$

Ce comportement à l'écoulement est le plus simple et la viscosité dynamique μ est indépendante de la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$. L'eau, le lait, des huiles minérales et des solvants organiques sont des exemples de fluides newtoniens (cf.Figure I.1).

I.1.1.3 Fluides non-newtoniens.

Dans le cas des fluides non-newtoniens, la contrainte de cisaillement ne varie pas linéairement avec le taux de déformation (vitesse de déformation). On parle de cette catégorie lorsque chaque valeur de la contrainte de cisaillement et de la vitesse de déformation, couple $(\tau, \dot{\gamma})$ correspond à une valeur différente du rapport $\tau/\dot{\gamma}$, ce rapport est appelé viscosité apparente μ_{app} (Andersson and Gudmundsson, 2000).

Les quatre types de fluides non newtoniens indépendants du temps :

- **Les fluides sans contrainte critique ($\tau_c = \tau_0 = 0$), appelée aussi contrainte seuil de plasticité) :**
 - Les fluides pseudoplastiques ou rhéofluidifiants : sont définis par un rhéogramme dont la concavité est tournée vers le bas (cf.Figure I.1). Dans ce type d'écoulement la viscosité décroît lorsque le cisaillement augmente (Upadhyay and Kale, 2001).
 - Les fluides dilatants ou rhéoépaississants : sont définis par un rhéogramme dont la concavité est tournée vers le haut : le fluide devient plus visqueux lorsque le cisaillement croît (cf.Figure I.1).

Ces fluides sont représentés, en général, par une loi de puissance ou encore loi d' Ostwald-De Waele (1925) :

$$\tau = k\dot{\gamma}^n \quad (I.2)$$

Où

$$\mu_{app} = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = k\dot{\gamma}^{(n-1)}$$

Avec τ_c la contrainte de cisaillement critique minimale pour la mise en mouvement du fluide (en Pa), k la consistance du fluide (en Pa·sⁿ) et n l'indice de comportement.

Pour un indice de comportement ($0 < n < 1$), le comportement du fluide est dit rhéofluidifiant, et rhéoépaississant pour ($n > 1$).

Dans le cas d'un fluide newtonien, l'indice k correspond à la viscosité dynamique μ , l'indice de comportement vaut l'unité ($n = 1$) et la contrainte critique est nulle ($\tau_c = 0$).

- **Les fluides à contrainte critique ($\tau_c \neq 0$) :**
Certains fluides ont un comportement rhéofluidifiant ou rhéoépaississant mais sont caractérisés par l'existence d'une contrainte critique (ou seuil $\tau_c \neq 0$) si la contrainte appliquée au fluide est inférieure à cette contrainte seuil, aucune déformation ne se produit, le fluide ne coule pas :
 - Les fluides plastiques idéaux ou plastiques de Bingham.
 - Les fluides plastiques d'Herschel-Bulkley.

Une grande partie des fluides à contrainte critique peuvent être formulés selon le modèle d'Herschel-Bulkley (1926), également appelé modèle de Bingham généralisé (Couarraze, 2000) :

$$\tau = \tau_c + k\dot{\gamma}^n \quad (I.3)$$

Pour $n = 1$, le comportement du fluide est dit de Bingham et se manifeste par un rhéogramme en partie analogue à celui de l'écoulement newtonien. Cependant, la droite coupe l'axe des ordonnées en un point correspondant au seuil de plasticité τ_c :

$$\tau = \tau_c + k\dot{\gamma} \quad (I.4)$$

La figure I.1, représente les types de fluides non-newtoniens indépendants du temps et les fluides newtoniens et la table I.1 résume les différents types de comportements rhéologiques.

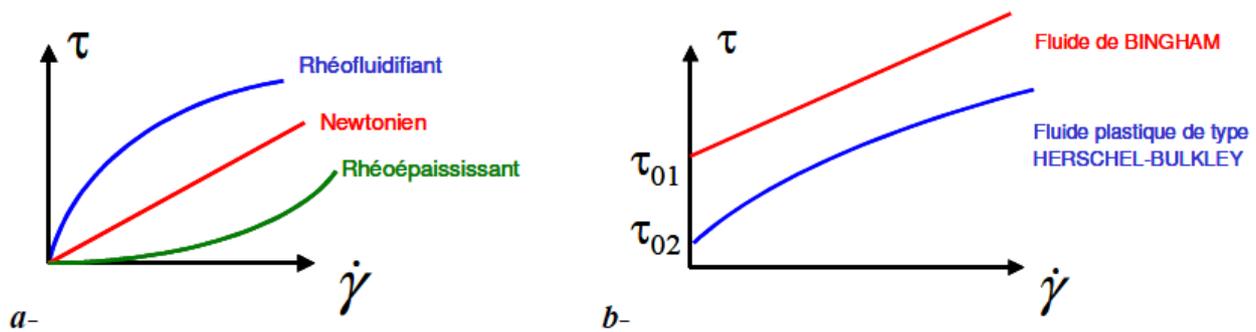


FIGURE I.1 – Comportements rhéologiques des différents fluides. (a) : Écoulement sans contraintes critiques; (b) : Écoulement avec contraintes critiques (Midoux, 1993).

TABLE I.1 – Modèles de comportements rhéologiques

Fluides sans contrainte critique $\tau_c = 0$		Fluides avec contrainte critique $\tau_c \neq 0$	
Fluides rhéofluidifiants	Fluides rhéoépaississants	Fluides plastiques de Bingham	Fluides plastiques de type Herschel-Bulkley
Modèle d'Oswald-de Waele $\tau = k\dot{\gamma}^n$ avec $0 < n < 1$	Modèle d'Oswald-de Waele $\tau = k\dot{\gamma}^n$ avec $n > 1$	Modèle d'Herschel-Bulkley $\tau = \tau_c + k\dot{\gamma}^n$ avec $n = 1$	Modèle d'Herschel-Bulkley $\tau = \tau_c + k\dot{\gamma}^n$ avec $n \neq 1$
Suspensions telle que la moutarde	Suspensions de forte teneur en solide	Suspensions de particules solides telle que le dentifrice	Suspensions de particules solides telles que certaines graisses

I.2 Méthodes de caractérisation rhéologique.

Afin de trouver la relation entre le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ (taux de déformation) et la contrainte de cisaillement τ , deux méthodes expérimentales peuvent être utilisées : le viscosimètre rotatif et le viscosimètre capillaire (également connu sous le nom de viscosimètre d'Oswald).

I.2.1 Viscosimètre de Couette ou rotatif.

La première méthode viscosimètre rotatif consiste à appliquer une vitesse de cisaillement uniforme et à mesurer directement la contrainte tangentielle correspondante. Malheureusement, ce type de mesure ne convient pas aux mélanges diphasiques solide-liquide en écoulement car l'installation de ce type de viscosimètre se fait hors ligne expérimentale, ce qui nécessite de prélever un échantillon représentatif. Or les particules solides ayant une densité différente du liquide, ainsi que des caractéristiques géométriques hétérogènes entre elles, on assiste à une stratification des phases présentes. De plus, la phase porteuse ayant une viscosité relativement basse, l'écartement entre les deux cylindres doit être très faible, ce qui pourrait générer un frottement plus important localement, dû au cisaillement, et une augmentation de la température qui conduit au changement de comportement du coulis (Clain, 2014).

I.2.2 Viscosimètre d'Ostwald ou capillaire.

La deuxième méthode viscosimètre capillaire, ou viscosimètre d'Ostwald, consiste à construire des diagrammes reliant les pertes de charge Δp dues aux effets de viscosité à la vitesse débitante U_d (vitesse moyenne sur une section droite) dans une conduite droite de diamètre et de longueur connue. Sous certaines hypothèses, cette méthode de viscosimètre capillaire est bien adaptée pour les écoulements diphasiques solide-liquide. La caractérisation rhéologique par viscosimètre capillaire est une pratique assez courante dans l'étude des écoulements d'hydrates (Delahaye et al., 2008, Clain et al., 2012, Mayoufi, 2010).

Cette méthode est couramment utilisée sur les coulis d'hydrates pour sa facilité de mise en oeuvre sur une boucle expérimentale et elle est basée sur de nombreuses hypothèses :

- Écoulement laminaire en régime permanent.
- Fluide incompressible, les propriétés du fluide sont indépendantes de la pression.
- Température est constante, pas d'échauffement du fluide dû aux effets visqueux.
- Vitesse du fluide nulle à l'interface fluide-paroi, la couche liquide au contact avec la paroi adhère sans glissement.
- Les suspensions doivent être considérées comme des fluides pseudo-homogènes.

La contrainte de cisaillement et le taux de cisaillement peuvent donc être représentés par leurs valeurs au niveau de la paroi en utilisant l'équation générale de Rabinowitsch et Mooney (Metzner and Reed, 1955) :

$$\frac{Q_v}{\pi r^3} = \frac{1}{\tau_p^3} \int_0^{\tau_p} \tau^2 \dot{\gamma} d\tau \quad (\text{I.5})$$

La vitesse de circulation du fluide U_d , est classiquement liée au débit par la relation classique suivante :

$$U_d = \frac{Q_v}{\left(\frac{\pi D^2}{4}\right)} \quad (\text{I.6})$$

Avec Q_v , le débit volumique du coulis et U_d , la vitesse débitante. Les mesures de la vitesse débitante U_d et des pertes de pression Δp permettront d'établir un rhéogramme de la forme :

$$\tau_p = f(\dot{\gamma}_p) \quad (\text{I.7})$$

Les valeurs des contraintes de cisaillement à la paroi τ_p sont déduites à partir de la relation suivante :

$$\tau_p = \frac{D \Delta p}{4 L} \quad (\text{I.8})$$

Où Δp représente la variation de pression due à la perte de charge en Pa; L et D, sont respectivement la longueur de la canalisation et son diamètre en mètre. Les valeurs de perte de charge sont déterminées pour différents débits de manière expérimentale.

Avec la dérivation de l'équation I.5 par rapport à τ_p , cela aboutira à une équation différentielle en τ_p . Après résolution et regroupement, le résultat final est une expression de $\dot{\gamma}_p$ donnée par l'équation (I.9) :

$$\dot{\gamma}_p = \frac{3}{4} \left(\frac{8U_d}{D} \right) + \frac{1}{4} \left(\frac{8U_d}{D} \right) \frac{d \left(\ln \frac{8U_d}{D} \right)}{d(\ln \tau_p)} \quad (\text{I.9})$$

L'indice de comportement n est présent dans cette relation (I.9) sous la forme suivante :

$$n = \frac{d(\ln \tau_p)}{d \left(\ln \frac{8U_d}{D} \right)} \quad (\text{I.10})$$

En remplaçant la relation de l'indice de comportement n dans celle de la vitesse de déformation I.9, il est possible d'obtenir une équation simplifiée :

$$\dot{\gamma}_p = \frac{8U_d}{D} \frac{3n + 1}{4n} \quad (\text{I.11})$$

La viscosité apparente peut être déterminée comme suit :

$$\mu_{app} = \frac{\tau_p}{\dot{\gamma}_p} \quad (\text{I.12})$$

I.3 Notions sur les dispersions.

Les dispersions sont constituées d'au moins deux phases, dont l'une est la phase dispersée et discontinue. L'autre phase est la phase de dispersion : il s'agit d'un milieu continu parfois appelé fluide porteur. On distingue ainsi :

- **Les aérosols** : par exemple, des particules solides ou des gouttelettes dans une matrice gazeuse.
- **Les colloïdes** : le colloïde apparaît à l'œil nu comme un mélange homogène, mais peut également exister sous forme de mélange hétérogène (ex : lait). Les particules d'une solution colloïdale ont une taille comprise entre 1 nm et 1 μm . Même si le processus de sédimentation n'est pas perturbé, les particules d'un colloïde ne se déposent pas sous l'influence de la gravité.
- **Les émulsions** : une émulsion est un mélange de deux liquides non miscibles (par exemple, huile dans eau). Les particules dans l'émulsion ont une taille moyenne (supérieure à la taille de la molécule). Les émulsions ne se forment pas spontanément car elles sont instables, un émulsifiant peut être ajouté pour augmenter la stabilité. Elles se forment lors de l'agitation. Les gouttelettes de l'émulsion peuvent s'accumuler et former des gouttelettes plus grosses.
- **Les suspensions** : la suspension apparaît à l'œil nu comme un mélange hétérogène de substances. Il y a deux composants dans la suspension, à savoir le matériau dispersé (particules plus ou moins dures) et le milieu de dispersion. Les particules d'une suspension sont insolubles et leurs tailles sont supérieures à 1 μm . Dans une suspension, les particules peuvent avoir des formes et des tailles très différentes. Si le processus de sédimentation n'est pas perturbé, les particules de la suspension se déposent sous l'influence de la gravité.

C'est l'étude de cette dernière catégorie qui nous intéresse.

I.3.1 Classification des types d'écoulement des suspensions.

Le type d'écoulement des suspensions solide/liquide joue un rôle important dans le transport de particules, car des problèmes tels que le bouchage des conduits, l'agglomération et la sédimentation des cristaux, pourraient être un frein à la mise en place effective du procédé de réfrigération secondaire. On distingue trois types d'écoulement de suspensions : les suspensions homogènes, hétérogènes et stratifiés.

- **Écoulement de suspension homogène** : cette situation est favorisée lorsque la différence de densité entre particules solides et liquides est faible avec des vitesses de fluide porteur élevées, le mélange turbulent est suffisamment élevé pour maintenir une dispersion homogène de solide dans la phase liquide. Dans ce cas, la fraction volumique de solide dans la conduite peut être considérée comme constante dans l'espace et le temps (Peysson, 2004).
- **Écoulement de suspension hétérogène** : ce régime apparaît lorsque la différence de densité entre les particules et le liquide est élevée et lorsque la vitesse d'écoulement diminue, les mécanismes de mélange ou de remise en suspension peuvent être du même ordre de grandeur que l'effet de gravité et les particules ont tendance à se concentrer sur un côté de la conduite.

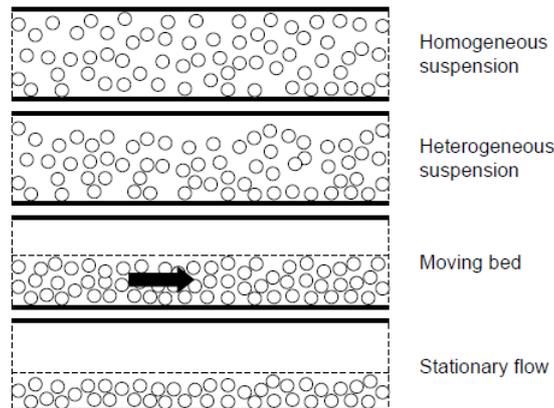


FIGURE I.2 – Les principaux régimes d’écoulement pour le transport solide/liquide. De haut en bas : le débit moyen diminue (Peysson, 2004).

- **Écoulement stratifié** : ce régime étant caractérisé à de très faibles vitesses d’écoulement, on peut distinguer deux cas particuliers :
 - **Écoulement avec un lit mouvant** : lorsque la vitesse continue de diminuer, la vitesse limite de dépôt peut être atteinte et un lit de particules se forme sur les parois de la conduite est formant un lit mobile de particules (Peysson, 2004). Ainsi, les particules sont toutes en contact et se déplacent à la même vitesse et la distribution solide n’est pas symétrique dans la direction radiale de la conduite (Morris and Boulay, 1999).
 - **Écoulement avec un lit stationnaire (lit fixe)** : lorsque le débit est trop faible pour permettre à toutes les particules de se déplacer, un lit fixe se formera sur la paroi de la conduite (cf.Figure I.2).

I.3.2 Propriétés des suspensions en écoulement.

Il est très important de contrôler les propriétés d’écoulement des suspensions. Selon la littérature, le régime d’écoulement a une grande influence sur leur comportement rhéologique. Par exemple, la chute de pression est contrôlée par les caractéristiques rhéologiques telles que la viscosité apparente de la suspension dans le régime laminaire et par le coefficient de frottement en régime turbulent (Sinquin et al., 2004).

I.3.2.1 Nombre de Reynolds (Re).

Le nombre de Reynolds caractérise la nature de régime d’écoulement (laminaire, turbulent), il est défini de la manière suivante :

$$Re = \frac{\rho U D}{\mu} \quad (I.13)$$

Où ρ et μ désignent respectivement la masse volumique et la viscosité dynamique du fluide, D est le diamètre de la conduite.

Dans le cas des conduites circulaires, le régime laminaire est localisé pour un nombre de Reynolds $Re < 2500$.

I.3.2.2 Nombre de Reynolds particulaire (Re_p) et le nombre de Stokes (St).

Cependant le nombre de Reynolds ne permet pas de caractériser l'écoulement d'un fluide diphasique, pour cela d'autres corrélations ont été élaborées. On définit ainsi un nombre de Reynolds particulaire (Reynolds relatif à la particule, Re_p) :

$$Re_p = \frac{\rho_f d_p^2 \dot{\gamma}}{\mu_f} \quad (I.14)$$

Où ρ_f et μ_f désignent respectivement la masse volumique et la viscosité dynamique du fluide porteur, d_p la taille caractéristique de la particule.

Le nombre de Stokes (St) est un nombre adimensionné permettant d'évaluer l'importance relative de la force inertielle et de la force de dissipation visqueuse. Il est défini comme suit :

$$St = \frac{\rho_p d_p U_f}{18\mu_f} \quad (I.15)$$

Où U_f est la vitesse du fluide porteur.

Dans le cas du régime visqueux ($Re_p < 1$) : les particules suivent les lignes de courant du fluide. Par contre, dans cas du le régime inertiel ($Re_p > 1$) : les particules sont entraînées par leur inertie et leur trajectoire n'est que peu influencée par le mouvement du fluide environnant. Elles se détachent facilement des lignes de courant et les particules entrent en collision avec d'autres particules (Bonnefoy, 2020).

I.3.2.3 Nombre de Péclet (Pe).

Il existe deux types d'écoulement de suspensions, selon la taille des particules utilisées : les suspensions browniennes, dans lesquelles le mouvement brownien des particules est important face aux effets hydrodynamiques, et les suspensions non-browniennes où il peut être négligé devant les effets hydrodynamiques. Le nombre de Péclet (Pe) est un nombre sans dimension utilisé en transfert thermique et en transfert massique. Dans le cas du transfert massique ce nombre représente le rapport entre la convection hydrodynamique et la diffusion brownienne, il mesure l'importance relative de ces deux effets et joue un rôle crucial dans la rhéologie des suspensions. Habituellement exprimé par la relation suivante :

$$Pe = \frac{UL}{D} \quad (I.16)$$

Où U est la vitesse caractéristique de l'écoulement, L est la taille des particules et D est le coefficient de diffusion.

En d'autres termes, le nombre de Péclet s'écrit comme le rapport entre le temps caractéristique de convection t_c de la particule par l'écoulement moyen, c'est-à-dire le temps nécessaire pour parcourir la distance a à une vitesse $a\dot{\gamma}$, et le temps caractéristique de diffusion t_d sous l'effet des fluctuations thermiques des molécules du fluide suspendant.

Dans le cas de suspensions modèles telles que la suspension de sphères dures de rayon a dans un écoulement de cisaillement simple de taux de cisaillement $\dot{\gamma}$, caractérisées par le coefficient de diffusion d'Einstein $D = \frac{k_B T}{6\pi\mu_f a}$.

La relation I.16 devient :

$$Pe = \frac{6\pi\mu_f \dot{\gamma} a^3}{k_B T} \quad (\text{I.17})$$

Où μ_f est la viscosité du fluide suspendant (porteur), T est la température ambiante, $\dot{\gamma}$ est le taux de cisaillement et k_B la constante de Boltzmann.

Exemple : pour une suspension modèle (sphérique) réelle comme celle utilisée par (Fall et al., 2010), où $\mu_f = 10^{-3}$ Pas, $a \approx 40 \cdot 10^{-6}$ m, $\dot{\gamma} = 1 \text{ s}^{-1}$ et $T = 300 \text{ K}$. Calcul du nombre de Péclet :

$$Pe = \frac{6 \times \pi \times 10^{-3} \times (40 \cdot 10^{-6})^3 \times 1}{1,38 \cdot 10^{-23} \times 300} = 10^6 \quad (\text{I.18})$$

On trouve un très grand nombre de Péclet. Par conséquent, cette suspension est évidemment non-brownienne.

L'expression I.17 montre que la transition entre le comportement brownien ($Pe \ll 1$) et non-brownien ($Pe \gg 1$) dépend à la fois du taux de cisaillement et de la taille des particules (Blanc, 2011). Pour les mêmes conditions, avoir un nombre de Péclet d'ordre unitaire correspond à un rayon $a_{\text{brownien}} = 10^{-6} \text{ m} = 1 \mu\text{m}$.

On parlera donc de régime brownien, lorsque la taille des particules est submicronique ($< 1 \mu\text{m}$).

Remarque : lorsque les particules sont browniennes, elles sont généralement soumises à des forces colloïdales (forces électrostatiques, de Van der Waals) qui peuvent affecter de manière significative la rhéologie (Blanc, 2011).

I.3.2.4 Viscosité relative.

La viscosité relative permet de séparer les contributions de la phase dispersée et celles de la phase continue sur le comportement rhéologique des suspensions. La viscosité relative μ_r est définie comme le rapport entre la viscosité apparente de la suspension μ_{app} et la viscosité de la phase continue μ_f (fluide porteur) (cf. Annexe A).

$$\mu_r = \frac{\mu_{app}}{\mu_f} \quad (\text{I.19})$$

I.3.3 Forces sur une particule en suspension.

Dans cette section, on recense les différentes forces qui s'appliquent sur une particule, immergée dans un fluide. Les forces à distance sont la force de gravitation \vec{F}_G , la force d'interaction magnétique \vec{F}_M et la force d'interaction électrique \vec{F}_E , ces deux dernières sont très faibles voire négligeables par rapport aux autres forces. Les forces de contact qu'exerce le fluide sur la particule sont la force de frottement visqueux \vec{F}_D , la force de portance \vec{F}_P , la force de Basset \vec{F}_B et la force de masse ajoutée \vec{F}_{MA} , ces deux dernières forces ne sont présentes qu'en régime instationnaire c'est-à-dire lorsque la vitesse relative fluide/particule évolue au cours du temps (Bonnefoy, 2020).

Il n'y a pas d'équation générale pour chacune des forces de contact, seulement des expressions valides dans un contexte très spécifique. Il y a plusieurs raisons aux difficultés :

- La forme de la particule.
- La taille de la particule.
- La nature de l'écoulement à proximité de la particule.

I.3.3.1 Force de gravitation.

La force de gravité F_G est la plus simple à décrire, elle s'écrit :

$$\vec{F}_G = (m_p - m_f)\vec{g} \quad (\text{I.20})$$

Dans le cas où le fluide porteur et la particule ont la même densité (iso-densité) et la particule est en mouvement de translation, cette force s'annule avec la force de portance.

I.3.3.2 Force de frottement visqueux.

C'est la force exercée par un fluide sur une particule dans un mouvement de translation. C'est souvent la force la plus importante. On note, U la vitesse relative entre fluide et particule, elle est égale à :

$$\vec{U} = (\vec{U}_p - \vec{U}_f)\vec{g} \quad (\text{I.21})$$

La force de frottement visqueux \vec{F}_D , également appelée force de traînée, cette dernière s'oppose au mouvement de la particule dans le fluide. En utilisant l'analyse dimensionnelle, nous pouvons montrer que la force \vec{F}_D peut être exprimée sous la forme :

$$F_D = \frac{1}{2}\rho_f U^2 A C_D \quad (\text{I.22})$$

Où A désigne la surface projetée sur un plan orthogonal à la direction de l'écoulement. Cette expression fait apparaître le coefficient de traînée $C_D=f(\text{Re}_p)$. Ce coefficient sans dimension est fonction du nombre de Reynolds relatif à la particule Re_p appelé encore nombre de Reynolds particulaire :

$$\text{Re}_p = \frac{\rho_f d_p U}{\mu_f} \quad (\text{I.23})$$

Cas de particules sphériques : A très faible nombre de Reynolds particulaire ($Re_p < 1$), en trainée dit de Stokes. Le coefficient de trainée C_D s'écrit :

$$C_D = \frac{24}{Re_p} \quad (I.24)$$

Lorsque nombre de Reynolds particulaire ($Re_p > 1$), Oseen (Oseen, 1913) a calculé le terme correcteur valable et le coefficient de trainée C_D s'écrit :

$$C_D = \frac{24}{Re_p} \left(1 + \frac{3}{16} Re_p\right) \quad (I.25)$$

La force de trainée sur une sphère, dans ce cadre :

$$F_D = \frac{1}{2} \rho_f U^2 A \frac{24}{Re_p} \left(1 + \frac{3}{16} Re_p\right) \quad (I.26)$$

Où $Re_p = \frac{\rho_f U d_p}{\mu_f}$ le nombre de Reynolds local (à l'échelle d'une particule) et A la surface d'une particule sphérique $A = \frac{\pi d_p^2}{4}$, l'équation I.26 devient comme suit :

$$F_D = \underbrace{3\pi\mu_f d_p U}_{\text{contribution de Stokes}} + \underbrace{\frac{9}{16}\rho_f \pi d_p^2 U^2}_{\text{contribution inertielle}} \quad (I.27)$$

On voit donc qu'à la force de Stokes ($3\pi\mu_f d_p U$) s'ajoute un terme correctif purement inertielle supplémentaire ($\frac{9}{16}\rho_f \pi d_p^2 U^2$) : on a une décomposition additive entre une contribution de Stokes (visqueuse) et une contribution inertielle.

Maintenant, nous divisons la force par la surface d'une particule sphérique pour trouver une contrainte et nous choisissons à nouveau, $U \sim \dot{\gamma} d_p$.

La contrainte exercée sur une particule sphérique s'écrit :

$$\tau = \underbrace{12\mu_f \dot{\gamma}}_{\text{contribution visqueuse}} + \underbrace{\frac{9}{4}\rho_f d_p \dot{\gamma}^2}_{\text{contribution inertielle}} \quad (I.28)$$

La contrainte de cisaillement inertielle dans le cas monodisperses avec des particules sphériques s'écrit (Guazzelli and Pouliquen, 2018) :

$$\tau = \underbrace{f(\phi_s) 12\mu_f \dot{\gamma}}_{\text{contribution visqueuse}} + \underbrace{f(\phi_s) \frac{9}{4}\rho_f d_p \dot{\gamma}^2}_{\text{contribution inertielle}} \quad (I.29)$$

Où $f(\phi_s)$ la viscosité relative. Cette dernière ne dépend pas du taux de cisaillement, elle dépend que de la fraction solide volumique et de la viscosité du fluide porteur (pour une faible concentration $\phi_s < 4\%$, on a la loi d'Einstein $f(\phi_s) = 1 + 2.5\phi_s$, cf. Annexe A).

I.3.4 Les facteurs qui influencent la rhéologie des suspensions.

Bien que la recherche sur le transport des suspensions s’approfondisse, la caractérisation du comportement rhéologique de suspensions reste complexe. En effet, la compréhension des paramètres clés qui contrôlent et influent sur la rhéologie des suspensions est un sujet d’étude actuel. Ainsi il est encore nécessaire de répondre à un ensemble de questions :

- La forme des particules, la distribution de la taille des particules (PSD) et la concentration des particules ont-elles le même degré d’influence sur le comportement rhéologique des suspensions ?
- La nature et les propriétés physicochimiques du fluide porteur affectent-elles la rhéologie de la suspension ?
- Existe-t-il une relation entre la taille moyenne des particules et la viscosité de la suspension ?

Pour répondre à ces questions, nous devons effectuer une recherche bibliographique approfondie pour comprendre les phénomènes qui régissent la rhéologie des suspensions. La présence de particules dans un fluide dissipe une partie de l’énergie nécessaire pour mettre le fluide en mouvement. Par conséquent, la viscosité apparente de la suspension augmente. La viscosité d’une suspension dépend de plusieurs paramètres affectant les propriétés rhéologiques dès que l’on dépasse une certaine fraction volumique (Pinkerton and Stevenson, 1992).

La fraction volumique occupée par les particules (ϕ_s) est définie comme le rapport entre le volume occupé par les particules et le volume total occupé (particules + fluide porteur) :

$$\phi_s = \frac{\text{Volume occupé par les particules}}{\text{Volume total occupé (particules + fluide)}} \quad (\text{I.30})$$

I.3.4.1 Effet de la concentration des particules sur la rhéologie de la suspension.

Une petite fraction volumique de particules induit généralement un comportement rhéofluidifiant (la viscosité apparente diminue avec le taux de cisaillement), tandis que des fractions volumiques de particules élevées peuvent entraîner un comportement rhéoépaississant (l’augmentation de la viscosité avec le taux de cisaillement). Plus généralement, le comportement rhéoépaississant se retrouve dans des suspensions concentrées de particules de tailles inférieures à 100 μm (Barnes, 1989) (cf. Figure I.3). Par exemple, ce phénomène s’observe lors du malaxage de certaines pâtes de ciment, notamment à très hauts taux de cisaillement.

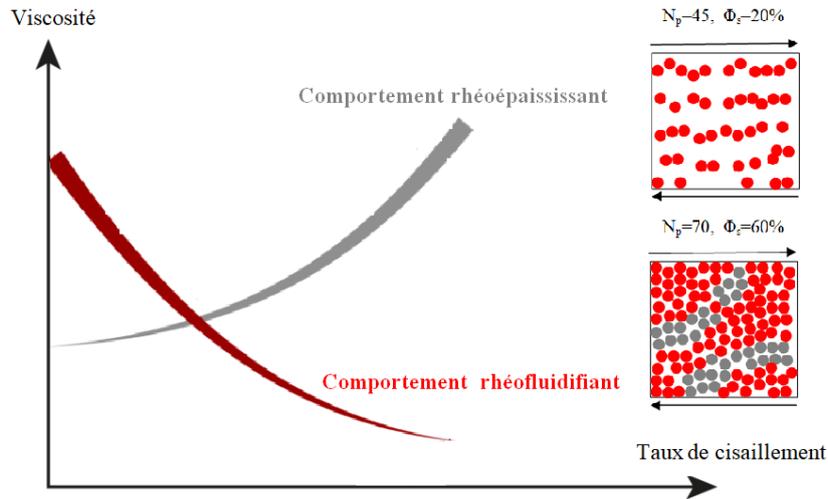


FIGURE I.3 – Comportement rhéofluidifiant et rhéoépaississants par cisaillement en fonction de la fraction solide des suspensions sphériques.

Une question se pose ici : ces deux comportements (rhéofluidifiant et rhéoépaississants) sont-ils dus à la distribution de la taille des particules (PSD), à la forme des particules ou seulement à l’organisation des particules dans la suspension pendant l’écoulement ?

I.3.4.2 Effet de la polydispersité.

Sur la figure illustrative I.4, on peut noter que pour une fraction solide constante et un taux de cisaillement constant, les petites sphères ont des viscosités plus élevées que les grandes sphères. À la même fraction volumique solide, les suspensions bidispersées et polydispersées présentent des viscosités plus faibles (Pednekar et al., 2018).

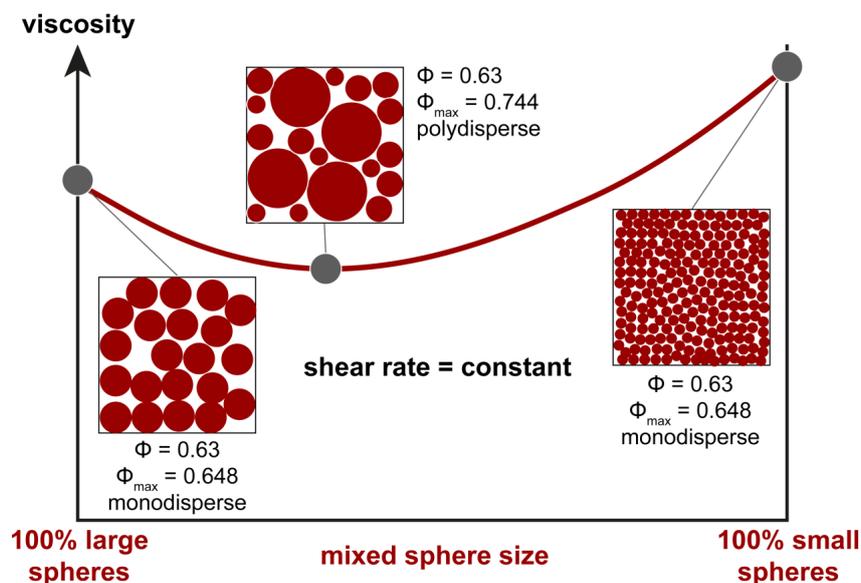


FIGURE I.4 – Viscosité des suspensions sphériques monodisperses et polydisperses à fraction volumique constante ϕ_s (Paar, 2011).

I.3.4.3 Relation entre la viscosité et la distribution de la taille des particules (PSD).

Dans la littérature, des études ont été menées sur l'effet de la taille des particules sur la viscosité apparente des suspensions constituées de fluides chargés de sable de silice, de carbone et de cendres, mais les résultats sont contradictoires. La taille des particules devrait avoir une influence, un diamètre plus petit provoquant une viscosité relative plus élevée. Ward et Whitmore (Ward and Whitmorer, 1950) ont déjà noté l'existence d'une dépendance de la viscosité relative sur la distribution granulométrique des sphères en suspension. Des résultats expérimentaux montrent des effets faibles ou nuls sur la viscosité relative pour des sphères de diamètre compris entre 3 et 300 μm (Rutgers, 1962).

Farris (Farris, 1968) a comparé les résultats expérimentaux des viscosités relatives de 4 auteurs ((Chong, 1962), (Robinson, 1949), (Sweeny and Geckler, 1954) et (Williams, 1953)) pour les particules unimodales sphériques monodisperses rigides (cf. Figure I.5). L'auteur a remarqué d'après les données expérimentales que la viscosité relative est indépendante de la taille des particules.

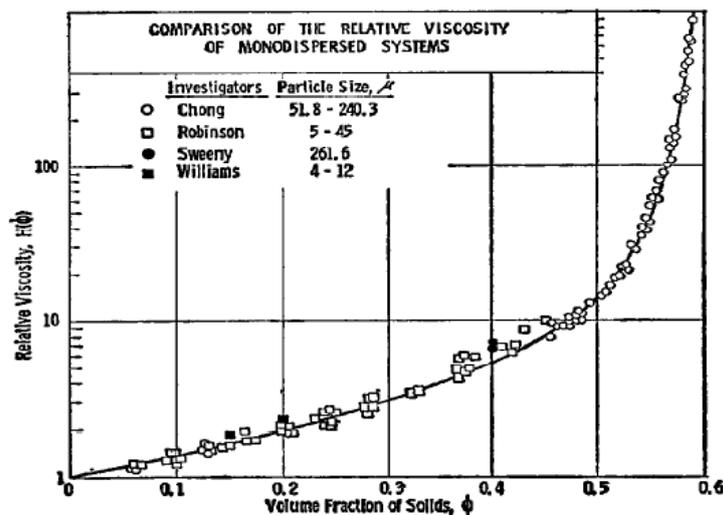


FIGURE I.5 – Comparaison des viscosités relatives (Farris, 1968).

Selon une étude de Ramacciotti (Ramacciotti, 1999) sur la distribution des tailles des particules, où les grosses particules de diamètre moyen de 236 μm et les petites 112.5, 73.8 et 33 μm , ce qui donne un rapport de taille $d/D=0.477$, 0.33 et 0.138, l'auteur introduit 25 % de petites particules dans chaque système bidisperse. On peut voir que la viscosité diminue lorsque le rapport de taille diminue, ce qui semble indiquer que la concentration dans une suspension peut être augmentée de manière significative tout en maintenant une viscosité souhaitée. Selon l'auteur, les petites particules agissent comme des lubrifiants lors de l'écoulement (Ramacciotti, 1999).

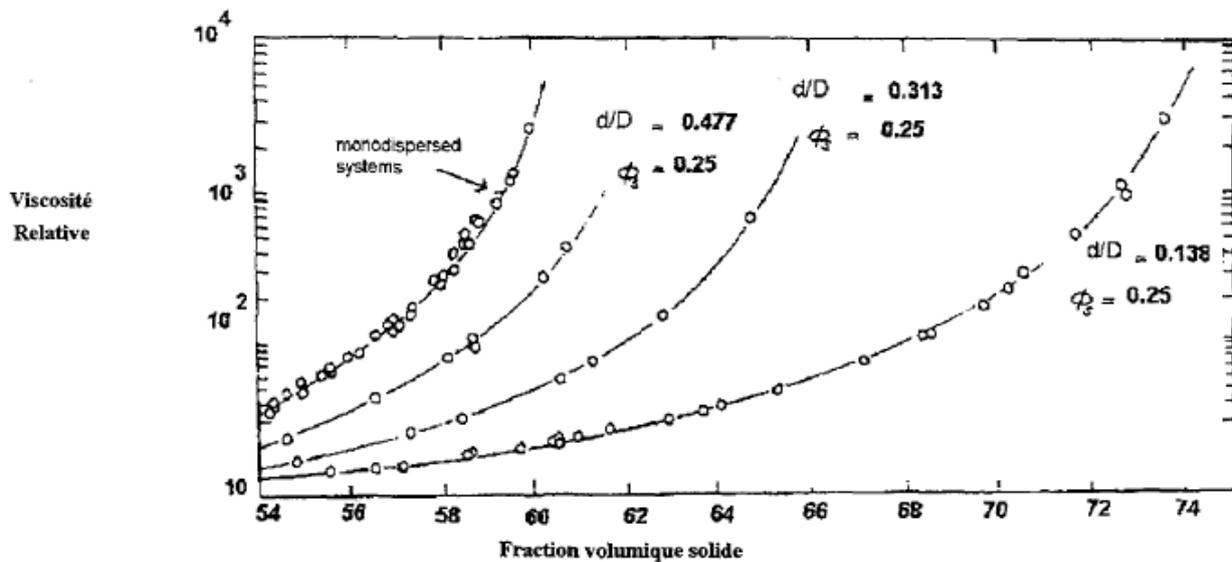


FIGURE I.6 – Dépendance de la viscosité relative de la concentration en particules solide et la distribution en taille des particules–le rapport d/D étant le rapport des diamètres et ϕ_s est la concentration des petites particules (Ramacciotti, 1999).

I.4 Conclusions.

Dans cette première partie, quelques notions ont été présentées sur les propriétés rhéologiques et granulométriques des suspensions en écoulement, les méthodes de mesure de la viscosité des fluides et ainsi que les différents facteurs qui influencent la rhéologie des fluides chargés en particules. L'analyse de la littérature soulève des contradictions sur l'influence du diamètre de la particule sur la viscosité de ces fluides, il sera intéressant de vérifier cette influence du diamètre dans notre expérience.

Chapitre II

Matériels et méthodes expérimentales.

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

Léonard de Vinci
(Expérience)

L'objectif est l'étude est la compréhension de l'influence de la concentration et de la taille des particules sur le comportement rhéologique de la suspension.

Ce chapitre présente le dispositif expérimental développé au cours de ce stage de recherche, ainsi que l'instrumentation scientifique et les procédures de mesures expérimentales.

Le dispositif expérimental pour caractériser la rhéologie de l'écoulement s'appuie sur la technique du viscosimètre d'Ostwald (viscosimètre capillaire). Par ailleurs une étude granulométrique est menée pour caractériser les suspensions. Ce chapitre détaille la boucle hydraulique développée et l'approche granulométrique.

II.1 Description générale de la boucle hydraulique.

Le dispositif expérimental utilisé pour l'étude des différents comportements rhéologiques des suspensions est une boucle hydraulique composée d'un viscosimètre capillaire conçue et réalisée au sein du laboratoire FRISE (cf. Figure II.1 et II.2). Afin de répondre aux exigences d'un viscosimètre capillaire, la boucle comporte un tube horizontal d'une longueur utile de 2.45 m en Plexiglas[®] avec un diamètre intérieur de 17 mm qui peut être remplacé par un autre tube de 21 mm diamètre intérieur. Cette boucle permet de mesurer les pertes de charge sur une longueur de 50 cm entre les deux prises de pression amont et aval situées à 1.5 et 2 m de l'entrée de la boucle de mesure. Cette longueur de la conduite de 2.45 m permet de disposer d'une longueur d'établissement de 1,5 m avant la prise de pression amont. La longueur d'établissement L_e du régime d'écoulement correspond à la distance entre l'entrée dans la canalisation et la position à partir de laquelle la couche limite a envahi l'ensemble de la canalisation. Puisque nos expériences seront effectuées en régime laminaire donc la longueur d'établissement est corrélée en fonction de la valeur du nombre de Reynolds comme suit :

$$\frac{L_e}{D} = 0.06Re \quad (\text{II.1})$$

Où D est le diamètre de la conduite et Re est le nombre de Reynolds dans la conduite.

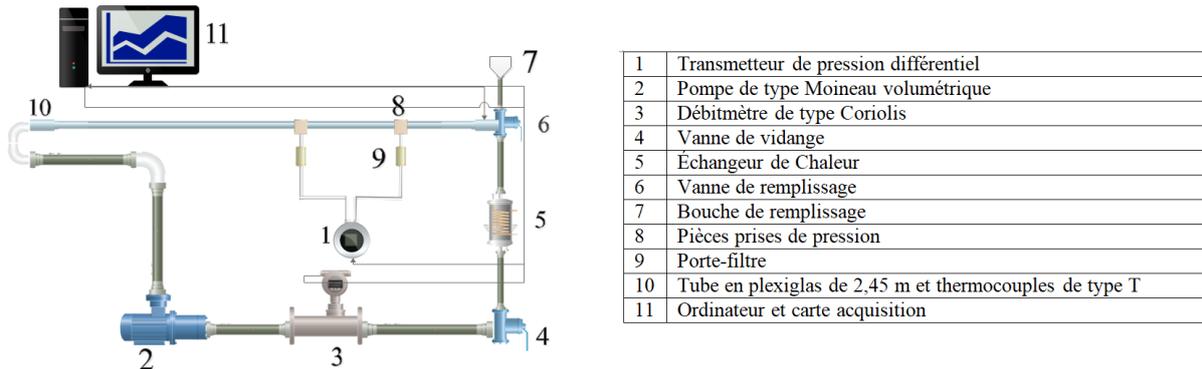


FIGURE II.1 – Schéma de la boucle hydraulique (réalisé avec le logiciel Edraw Max)

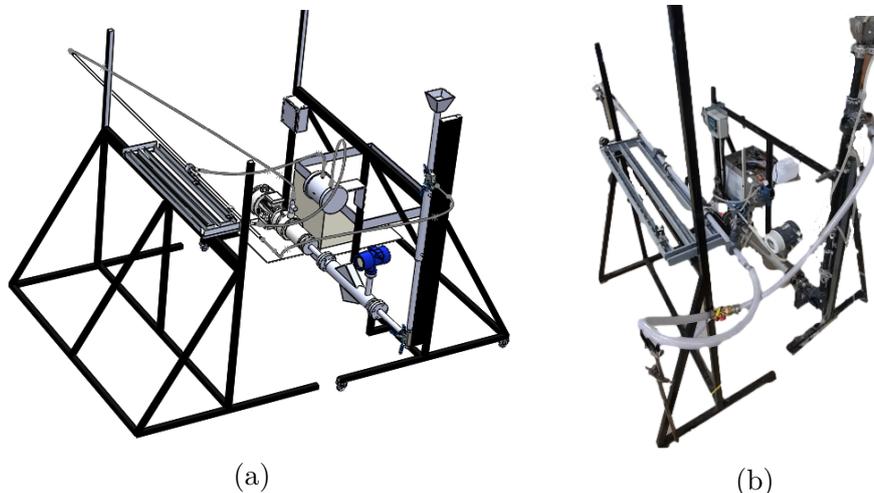


FIGURE II.2 – Boucle hydraulique : (a) - conception avec un logiciel de CAO ; (b) - réalisation.

L'écoulement est assuré au moyen d'une pompe PCM Moineau volumétrique à rotor excentré, pilotable en débit pouvant atteindre 18 kg/min, le volume de la boucle est de 4,2 l. Ce type de pompe est parfaitement adaptée à une large gamme de viscosité de mélange visqueux et une large gamme de fraction solide (taille, forme, densité, ...). Elle est constituée d'un rotor tournant à l'intérieur d'un stator, tous deux à géométrie hélicoïdale (cf. Figure II.3b). La figure II.1 détaille la composition de la boucle.

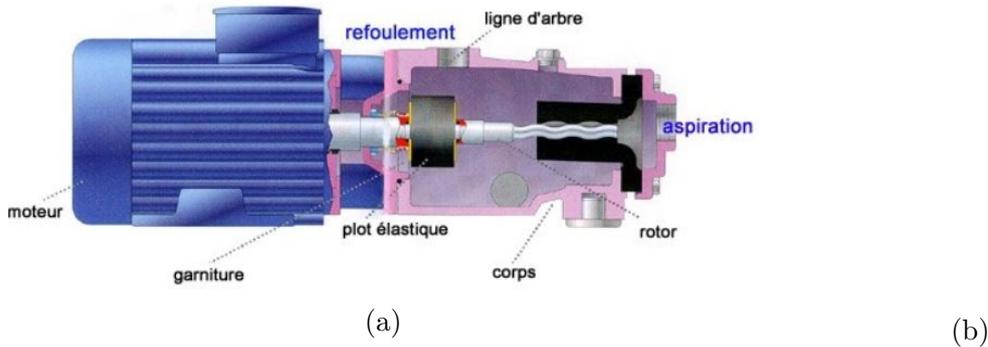


FIGURE II.3 – (a)- Schéma de la pompe volumétrique PCM; (b)- fonctionnement du rotor-stator de la pompe.

II.2 Instrumentation.

Dans cette section, nous présenterons les différents instruments de mesure utilisés pour la pression, le débit et la température.

II.2.1 Transmetteur de pression différentielle.

La perte de charge est mesurée sur une longueur de 50 cm avec un transmetteur de pression différentiel de type modèle Rosemount 3051C (cf. Figure II.4). Ce type de transmetteur offre une plage de mesure (étendue d'échelle/plage) calibrée de 0 à 7,6 mbar (0 Pa à 760 Pa), leur plage d'utilisation en température est compris entre -40 °C et +100 °C. L'incertitude de ce type de transmetteur de pression différentielle peut atteindre $\pm 0,04$ %. Ce capteur est basé sur le principe de déformation d'une jauge. La présence de particules dans la boucle nécessite de protéger la membrane d'une agglomération de particules de chaque côté, ce qui engendrerait une erreur de mesure forte. Ainsi, nous avons dû insérer des filtres à particules en amont du capteur.



FIGURE II.4 – Transmetteur de pression différentiel modèle Rosemount 3051C.

II.2.2 Pièces de prises de pression et porte-filtre.

Les pièces de prise de pression avec porte-filtres (cf. Figure II.5 et II.6) démontable ont été conçues en atelier à l'aide du logiciel de conception mécanique Fusion 360, puis imprimées sur une imprimante 3D de marque Formlabs, avec une résine technique conçue pour les pièces de haute précision. La résine est de couleur transparente afin de vérifier l'absence de bulles d'air emprisonnées à l'intérieur des porte-filtres et des pièces prise de pression. De cette manière, différents filtres d'une porosité de 50 μm peuvent être remplacés au cours des expériences.

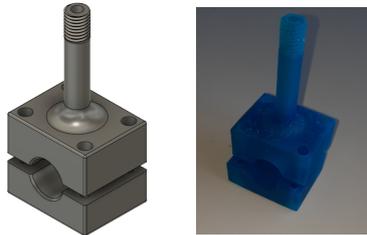


FIGURE II.5 – Pièce de prises de pression.

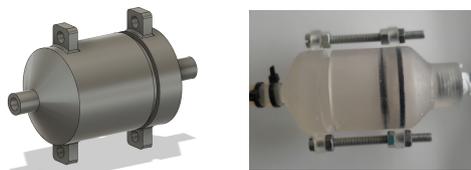


FIGURE II.6 – Pièce porte-filtre.

II.2.3 Débitmètre de type Coriolis.

Un débitmètre de type Coriolis (débitmètre massique) est utilisé dans cette boucle afin de mesurer les débits avec une grande précision. Son principe de fonctionnement est basé sur la mesure du déplacement des extrémités d'un tube dans lequel s'écoule le fluide. Cette mesure est faite par des capteurs électrodynamiques disposés de part et d'autre du tube mis en vibration par un oscillateur. Le déphasage entre les deux capteurs de mesures est une fonction du débit massique du fluide dans le tube. Sa plage d'utilisation est de 0 à 100 kg/min.

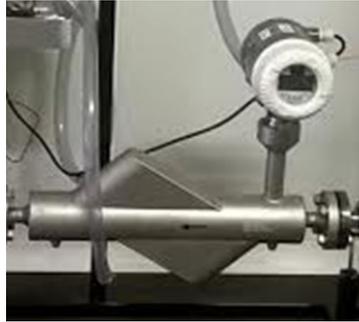


FIGURE II.7 – Débitmètre de type Coriolis.

II.2.4 Thermocouples de type T.

La boucle est équipée de 4 thermocouples gainés de type T, deux pour mesurer la température du fluide en amont et en aval du viscosimètre et deux autres pour mesurer la température de l'air ambiant. Leur précision est de 0,1 °C.

II.3 Protocole expérimental.

Dans cette section, nous présenterons les différents protocoles : le protocole d'analyse de la distribution granulométrique, le protocole de préparation du fluide de travail et ainsi que les protocoles de mesure rhéologique.

II.3.1 Protocole d'analyse de la matière en suspension.

Les particules de polyéthylène ont été livrées dans un sac de 20 kg. Afin d'étudier l'influence de la taille des particules, il a été nécessaire de trier les particules selon leur taille à l'aide d'un tamiseur RETSCH composé de 4 tamis constitués de mailles de 56 µm, 100 µm, 315 µm et 500 µm. Les tamis sont empilés par ordre décroissant de taille, de haut en bas, pour effectuer un tamisage et une mesure du poids des particules traversant le dernier tamis, une amplitude de vibration doit être fixée.



FIGURE II.8 – Tamiseur RETSCH utilisé.

Afin de faire un choix sur la gamme de diamètre à étudier dans nos expériences de rhéologie, il est nécessaire de voir quelle gamme contient le plus de particules afin de ne pas être limité pour les expériences. Nous avons choisi d'étudier 3 échantillons de 200 g de particules de polyéthylène brut. Les échantillons sont versés dans le tamis supérieur et la colonne de tamis est secouée pendant 14 min avec une amplitude de 2,7 mm. La figure II.9 et le tableau II.2 montrent la distribution des diamètres des particules de polyéthylène des 3 échantillons bruts de 200 g étudiés. Nous remarquons que la gamme 100-315 μm et la gamme 315-500 μm sont les plus importantes, donc lors de nos expériences de rhéologie nous travaillerons avec ces deux gammes.

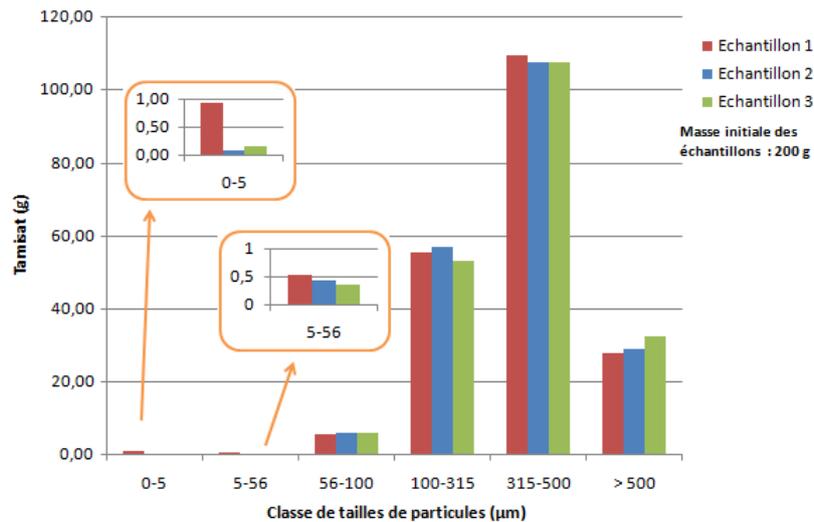


FIGURE II.9 – Granulométrie des trois échantillons de particules de 200 g de polyéthylène brut.

TABLE II.2 – Granulométrie moyenne des trois échantillons de particules de 200 g de polyéthylène brut.

D_p en μm	Masse en g de échantillon 1	Masse en g de échantillon 2	Masse en g de échantillon 3	Masse moyenne en g
$0 \leq D_p \leq 5$	0,94	0,09	0,16	0,40
$5 \leq D_p \leq 56$	0,54	0,43	0,37	0,45
$56 \leq D_p \leq 100$	5,49	6,01	5,93	5,81
$100 \leq D_p \leq 315$	55,52	56,87	53,16	55,18
$315 \leq D_p \leq 500$	109,64	107,5	107,81	108,32
$D_p \geq 500$	29,85	29,1	32,57	29,84

II.3.1.1 Technique optique de caractérisation de la taille des particules.

Afin de réaliser des mesures sur la distribution de la taille des particules de PSD (particle size distribution), des échantillons de particules de polyéthylène de la gamme de taille 100-315 μm , ont été mélangés avec une huile de silicone (fluide très visqueux de viscosité 5952 mPa·s) afin de séparer les particules et d'empêcher les forces électrostatiques de rapprocher les particules. Plusieurs échantillons ont été photographiés au microscope pour s'assurer qu'au moins 100 particules peuvent être étudiées afin d'avoir une analyse statistique significative.

La figure II.10a montre l'image microscopique des particules de polyéthylène de taille 100-315 μm , nous remarquons que les particules ont des formes et des tailles très différentes. Afin de

déterminer les diamètres des particules, un logiciel d'analyse d'images (Image J) a été utilisé, afin de mesurer les surfaces projetées de chaque particule de polyéthylène en traçant automatiquement son périmètre (cf. Figure II.10b).

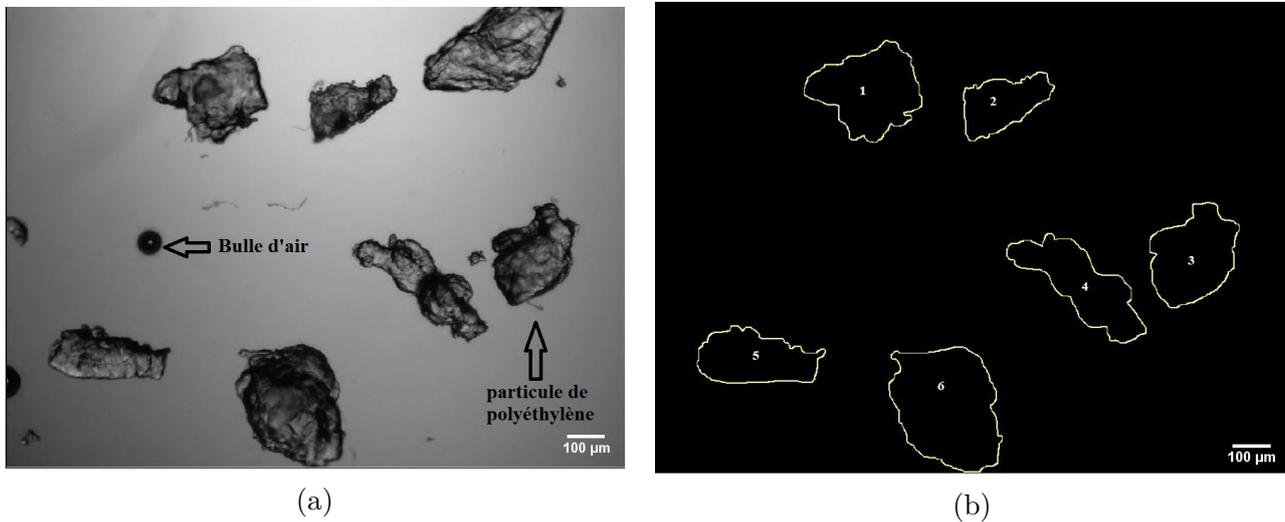


FIGURE II.10 – (a) : image microscopique des particules de polyéthylène gamme 100-315 μm ; (b) : mesure des surfaces des particules (contours des particules sous le logiciel Image J).

Il existe de nombreuses façons de définir la taille d'une particule. Allen (Allen, 1968) a répertorié 13 paramètres et défini le diamètre équivalent de la particule en se référant aux caractéristiques communes entre la particule et la sphère. La sphère est généralement choisie comme référence car pour une sphère, il existe une définition sans ambiguïté du diamètre.

TABLE II.3 – Les diamètres équivalents de particules (Tourbin, 2006).

Symbole	Appellation	Définition
D_v	Diamètre en volume	Diamètre de la sphère qui a le même volume que la particule
D_s	Diamètre en surface	Diamètre de la sphère qui a la même surface que la particule
D_t	Diamètre de tamisage	Côté de la plus petite maille carrée au travers de laquelle la particule peut passer
D_f	Diamètre de Feret	Valeur moyenne de la distance entre deux tangentes au contour projeté de la particule tracées parallèlement à une direction donnée

Etant donné que la plupart des particules ne sont pas sphériques, la connaissance de plus d'une dimension devient nécessaire pour décrire la forme réelle d'une particule. Les diamètres les plus utilisés sont les diamètres des sphères équivalents et particulièrement le diamètre de Féret (cf. Table II.3). Ce dernier a été calculé en utilisant l'aire de la projection de la particule de suspension 2D A_i récupérée sous le logiciel d'analyse d'image (Image J) comme dans travaux antérieurs (Delahaye et al., 2010).

$$D_{F,i} = \sqrt{\frac{4A_i}{\pi}} \quad (\text{II.2})$$

Le diamètre moyen des particules dans la suspension D_m est calculé à partir de la connaissance du diamètre de Féret et du nombre total de particules analysées N :

$$D_m = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N D_{F,i} \quad (\text{II.3})$$

La distribution granulométrique des particules est estimée en supposant une probabilité de distribution normale.

$$PDF_{Normal} = f(x; \mu, \sigma) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(x - \mu)^2}{2\sigma^2}\right) \quad (\text{II.4})$$

Où μ est une moyenne et σ^2 est la variance.

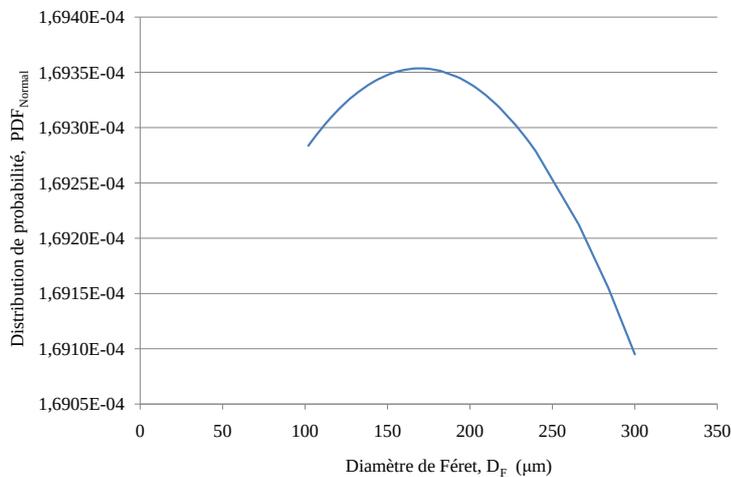


FIGURE II.11 – Distribution de tailles des particules de polyéthylène pour la gamme de taille comprise entre 100 et 315 μm (diamètre moyen : 169,75 μm ; variance : 2356,27 μm^2).

La figure II.11 montre les résultats de l'étude de la PSD (particle size distribution), des échantillons de particules de polyéthylène de la gamme de taille 100-315 μm , exprimés sous forme de distribution de probabilité et calculées à l'aide de l'équation (II.4) distribution de probabilité normale PDF_{normal} . Le diamètre moyen des particules est de 169,75 μm .

II.3.2 Protocole de préparation du coulis de polyéthylène.

La rhéologie des coulis de glace est difficile à étudier car le diamètre des cristaux de glace peut être modifié lorsque le fluide est soumis au cisaillement. Ce dernier peut provoquer un échauffement local qui induit à la fusion des particules et modifie ainsi la rhéologie du fluide et sa nature. Afin de s'affranchir de ces contraintes thermiques, les cristaux de glace ont été remplacés par des particules de polyéthylène de taille similaires aux cristaux de glace.

Les matériaux utilisés dans cette étude sont des suspensions à base de particules de polyéthylène de tailles comprises entre 100-315, 315-500 μm et supérieur à 500 μm dans un mélange aqueux d'eau et d'éthanol. L'éthanol est mélangé à de l'eau afin d'avoir une densité très proche de celle des particules de polyéthylène (iso-densité) et d'avoir une concentration de particules homogène dans le domaine d'étude.

La densité des particules de polyéthylène est de $940 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$, afin d'avoir un fluide porteur (mélange eau-éthanol) de même densité, la proportion massique d'alcool ajouté a été déterminée par le calcul suivant :

$$\rho_{\text{particules}} = \rho_{\text{mélange}} \quad (\text{II.5})$$

$$m_{\text{mélange}} = m_{\text{eau}} + m_{\text{éthanol}} \quad (\text{II.6})$$

$$\frac{m_{\text{mélange}}}{\rho_{\text{particules}}} = \frac{m_{\text{éthanol}}}{\rho_{\text{éthanol}}} + \frac{m_{\text{eau}}}{\rho_{\text{eau}}} \quad (\text{II.7})$$

$$\frac{m_{\text{mélange}}}{\rho_{\text{particules}}} = \frac{m_{\text{éthanol}}}{\rho_{\text{éthanol}}} + \frac{m_{\text{mélange}} - m_{\text{éthanol}}}{\rho_{\text{eau}}} \quad (\text{II.8})$$

$$m_{\text{éthanol}} = m_{\text{mélange}} \left(\frac{\left(\frac{1}{\rho_{\text{particules}}} + \frac{1}{\rho_{\text{eau}}} \right)}{\left(\frac{1}{\rho_{\text{éthanol}}} + \frac{1}{\rho_{\text{eau}}} \right)} \right) \quad (\text{II.9})$$

Donc, la fraction massique d'éthanol :

$$X_{\text{éthanol}} = \frac{\left(\frac{1}{\rho_{\text{particules}}} - \frac{1}{\rho_{\text{eau}}} \right)}{\left(\frac{1}{\rho_{\text{éthanol}}} - \frac{1}{\rho_{\text{eau}}} \right)} \quad (\text{II.10})$$

De même, la fraction massique d'eau :

$$X_{\text{eau}} = \frac{\left(\frac{1}{\rho_{\text{particules}}} - \frac{1}{\rho_{\text{éthanol}}} \right)}{\left(\frac{1}{\rho_{\text{eau}}} - \frac{1}{\rho_{\text{éthanol}}} \right)} \quad (\text{II.11})$$

Les proportions des deux liquides sont calculées soit 77 % en masse d'eau et 23 % en masse d'éthanol.

II.3.3 Protocole d'étude rhéologique de la suspension.

Le protocole expérimental adopté pour l'étude du comportement rhéologique de la suspension consiste tout d'abord à nettoyer et à remplir la boucle avec le mélange eau-éthanol déjà préparé conformément au protocole II.3.2. Puis 5 % en volume de ce mélange est remplacé par 5 % en volume de particules de polyéthylène de la gamme de diamètre 100-315 μm , pour créer une suspension de 5 % en volume solide. Ensuite, la pompe est mise en marche à faible puissance et l'air emprisonné dans la boucle est évacué par une purge, et à la fin de processus de purge, la vanne de remplissage est fermée afin de réaliser des expériences en boucle fermée. Une fois le régime stationnaire établi dans la boucle, les essais consistent à mesurer la perte de charge associée à un débit. Les variations de la perte de charge et du débit en fonction du temps sont illustrées sur la figure II.12. Afin de vérifier la répétabilité des résultats, de premiers essais sont menés en augmentant le débit et répétés en diminuant le débit, les différents essais ont montré des écarts inférieurs à 3 %.

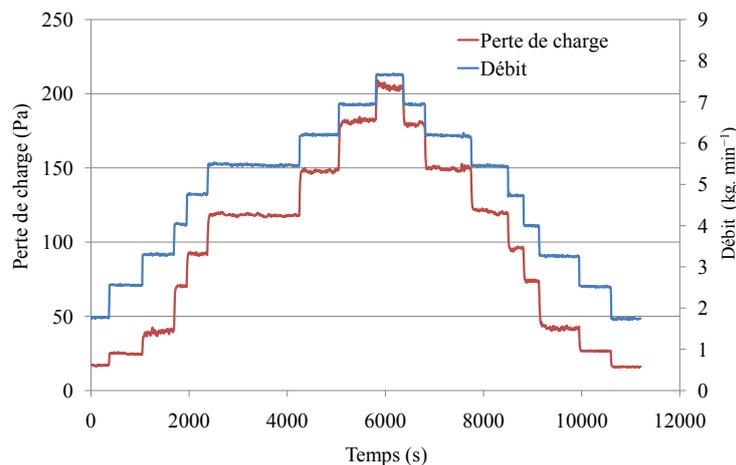


FIGURE II.12 – Évolution du débit et de la perte de charge en montée et en descente dans une boucle de circulation fermée en présence de particules de polyéthylène de diamètre compris entre 100 et 315 μm et une concentration solide volumique de 5 %.

Afin de tracer les rhéogrammes et de calculer la viscosité apparente de la suspension, la méthode de Rabinowitsch et Mooney est appliquée à partir des données récupérées expérimentalement (pression, débit) (cf. chapitre I.2.2). Le même principe est répété pour les concentrations 10 %, 20 %, 30 %, 35 %, 40 %.

Avant d'entamer le chapitre III «résultats et discussions», il est nécessaire de rappeler les conditions d'écoulement des suspensions de particules de polyéthylène pour connaître le type d'écoulement du fluide étudié.

Conditions d'écoulement des suspensions :

- **Mouvement brownien** : le nombre de Péclet : $Pe = \frac{6\pi\mu_f\dot{\gamma}\bar{d}_p^3}{k_B T} \sim 10^8 - 10^{10}$, c'est une suspension non brownienne car $Pe \gg 1$.
- **Inertie des particules** : le nombre de Reynolds particulaire (nombre de Reynolds à l'échelle d'une particule) est : $Re_p = \frac{\rho_f \bar{d}_p^2 \dot{\gamma}}{\mu_f} \sim 1,3 - 4 > 1$, ou le nombre de Stokes $St = \frac{\rho_f \bar{d}_p U}{18\mu_f} \sim 1,04 - 3 > 1$, il s'agit ici d'un régime inertiel (suspension inertielle), même à faible débit on est loin du régime Stokesien (régime visqueux).
- **Régime d'écoulement** : le nombre de Reynolds Re dans la conduite cylindrique est : $Re = \frac{\rho_f U_d D}{\mu_f} \sim 1000 - 1300 < 2500$, écoulement laminaire dans le tube cylindrique.

Avec :

- Viscosité du fluide porteur : $\mu_f \approx 1,7 \times 10^{-3} \text{ Pa}\cdot\text{s}$.
- Diamètre moyen des particules de la gamme 100-315 μm : $\bar{d}_p \approx 169 \times 10^{-6} \text{ m}$.
- Vitesse de cisaillement : $\dot{\gamma} \approx 82-260 \text{ s}^{-1}$.
- Température du fluide porteur : $T \approx 297 - 308 \text{ K}$.
- Densité du fluide porteur : $\rho_f = 940 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$.
- Vitesse débitante : $U_d \approx 0,2 - 0,6 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$.
- Diamètre du tube : $D = 0.017 \text{ m}$ et $D = 0.021 \text{ m}$.
- Constante de Boltzman : $k_B = 1,38 \times 10^{-23} \text{ J}\cdot\text{K}^{-1}$.

Ainsi, dans les valeurs limites $Pe \gg 1$, $Re_p > 1$ et $St > 1$: les écoulements sont considérés inertiels et non-browniens, il s'agit bien d'une suspension inertielle (Guazzelli and Pouliquen, 2018).

II.4 Conclusions.

Dans cette deuxième partie, une description générale des différents matériels et méthodes utilisés a été faite, notamment la boucle hydraulique qui est composée d'un viscosimètre capillaire développée au laboratoire. Différents protocoles ont été présentés dans ce chapitre : le protocole d'analyse de la distribution granulométrique, le protocole de préparation du fluide de travail et ainsi que les protocoles de mesure rhéologique. Il est intéressant de noter que les particules utilisées dans ce travail de recherche sont polydisperses et varient largement en forme et en taille. Les mesures effectuées sur les suspensions ont été principalement en régime laminaire avec une gamme de concentration volumique en particules étudiée variant de 0 % à 40 %.

Chapitre III

Résultats et discussions.

«Toutes connaissance commence par les sentiments.»

Léonard de Vinci
(L'amour pour les sciences)

Après une introduction détaillée des différentes techniques de mesure dans le chapitre précédent «Matériaux et méthodes expérimentales», le présent chapitre est consacré à la discussion des résultats obtenus.

Le chapitre s'articule autour de deux sections, la première section traite de la caractérisation et de l'étalonnage de la boucle de circulation hydraulique mise au point lors de ce stage.

La deuxième section est consacrée à l'étude du comportement rhéologique des suspensions composées de particules de polyéthylène haute densité de diamètre compris entre 100 et 315 μm , Plusieurs concentrations solides volumiques : 5 %, 10 %, 20 %, 30 %, 35 % et 40 % sont étudiées dans le mélange eau-éthanol (fluide porteur), circulant dans un tube cylindrique en Plexiglas[®]. Enfin, des expériences ont été réalisées et discutées sur l'influence de la taille des particules (gamme 100-315 μm et gamme supérieur à 500 μm) et l'influence de la présence de petites particules de diamètre inférieur à 56 μm sur l'évolution de la viscosité des suspensions.

III.1 Caractérisation rhéologique des fluides newtoniens.

Afin de vérifier et valider le fonctionnement et le dimensionnement de la boucle de circulation hydraulique et de vérifier expérimentalement la longueur d'établissement déjà calculer de 1,5 m (cf.Chapitre II.1), des tests préliminaires ont été réalisés en mesurant les débits et les pertes de charge générés par un fluide newtonien (eau). Nous utiliserons la méthode de Rabinowitsch et Mooney pour calculer la viscosité dynamique de ce dernier tout en respectant les hypothèses d'application de cette méthode (cf.Chapitre I.2.2).

Les essais ont été réalisés à température ambiante (température du fluide stabilisée entre 25 et 26 °C) et à des débits allant de 0,3 kg·min⁻¹ à 1,25 kg·min⁻¹, afin de maintenir le régime laminaire pendant les essais, dans un tube de diamètre intérieur de 17 mm.

La figure III.2a, montre le rhéogramme obtenu à partir des pertes de charge et des débits mesurés expérimentalement (cf.Figure III.1), ainsi qu'une comparaison avec les résultats obtenus à partir des simulations numériques à l'aide du logiciel Ansys Fluent dans les mêmes conditions d'écoulement.

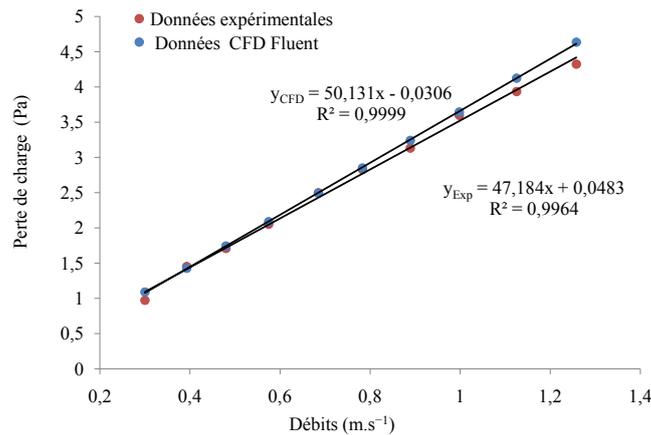


FIGURE III.1 – comparaison entre les données expérimentales et numériques (CFD Ansys Fluent) sur l'évolution de la perte de charge en fonction du débit d'eau.

Dans le rhéogramme ci-dessus (cf.Figure III.2a), le comportement newtonien de l'eau est validé : la contrainte de cisaillement à la paroi évolue linéairement en fonction du taux de cisaillement en passant par l'origine et les résultats des simulations numériques (CFD Ansys fluent) sont en accord avec les résultats expérimentaux. L'indice de comportement obtenu expérimentalement est égal à 1,015 ce qui est très proche de 1 (cf.Figure III.2b). La viscosité dynamique moyenne obtenue expérimentalement est de 0,000871 Pa·s, et la valeur de référence¹ à 25 °C, est de 0,000891 Pa·s, la valeur de l'erreur maximale résultante ne dépasse pas 2,25 %.

¹https://www.thermexcel.com/french/tables/eau_atm.htm

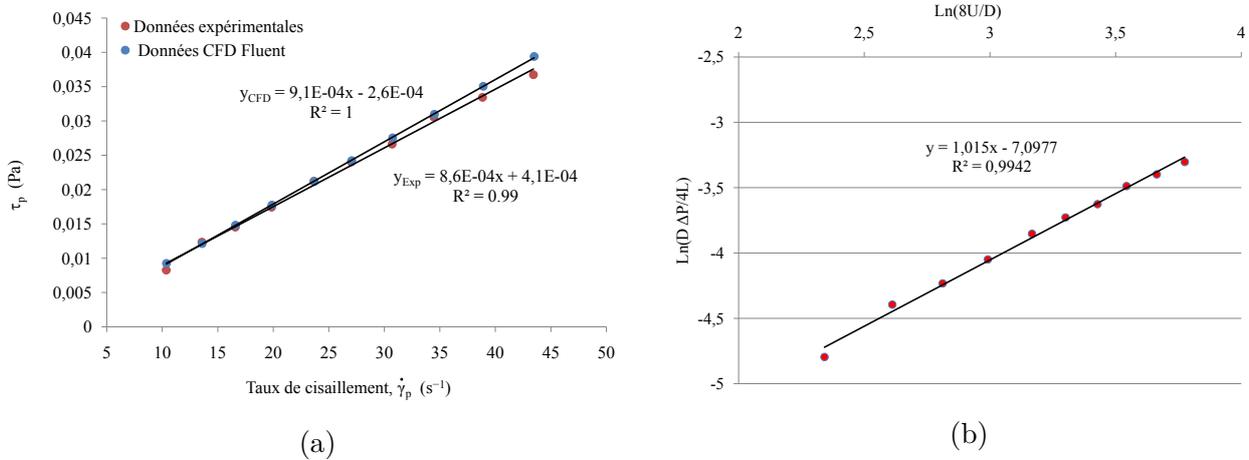


FIGURE III.2 – (a) : comparaison des rhéogrammes obtenus à partir des données expérimentales et numériques (CFD Fluent) avec un fluide newtonien (eau), à 25 °C; (b) : indice de comportement de l’eau obtenu à partir des données expérimentales.

TABLE III.1 – Comparaison entre la viscosité dynamique expérimentales de l’eau avec la viscosité théorique.

Températures (°C)	μ_{Exp} (mPa·s)	$\mu_{Théo}$ (mPa·s)	Écarts relatifs (%)
25,13	0,909	0,897	1,31
25,19	0,876	0,896	2,22
25,35	0,879	0,892	1,49
25,84	0,897	0,882	1,75
26,12	0,889	0,875	1,56
26,17	0,867	0,874	0,84
26,21	0,887	0,873	1,56
26,20	0,861	0,874	1,45
26,28	0,846	0,872	2,98

Caractérisation rhéologique du mélange eau-éthanol :

Les figures III.3a et III.3b, représentent respectivement le rhéogramme et l’indice de comportement du mélange eau-éthanol (fluide porteur composé de 77 % d’eau et 23 % d’éthanol) à température ambiante 26 °C.

Les résultats expérimentaux ont montré que le mélange eau-éthanol se comporte comme un fluide newtonien (la contrainte de cisaillement à la paroi évolue linéairement en fonction de la vitesse de déformation en passant par l’origine) et l’indice de comportement obtenu expérimentalement est égal à 0,99 qui est très proche de 1 (cf.Figure III.3b). La viscosité dynamique moyenne obtenue expérimentalement est de 0,00177 Pa·s, et la valeur de référence à 27 °C est de 0,00188 Pa·s, l’erreur maximale résultante ne dépasse pas 5,8 %.

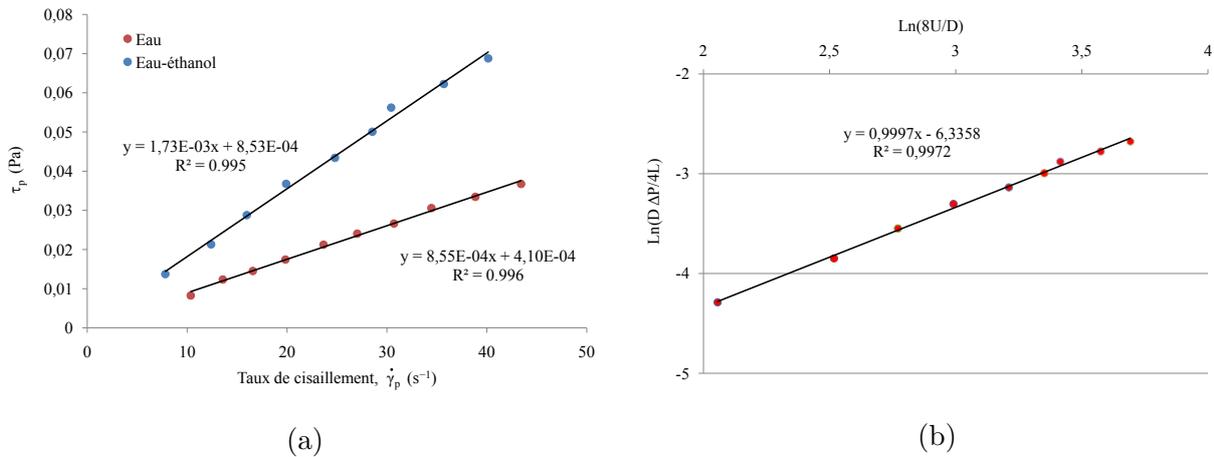


FIGURE III.3 – (a) : comparaison entre la viscosité dynamique expérimentale de l’eau et la et du mélange eau-éthanol ; (b) : indice de comportement du mélange eau-éthanol obtenu à partir des données expérimentales.

III.2 Caractérisation rhéologique des suspensions.

Dans cette partie, on a déterminé le comportement rhéologique du fluide chargé de suspensions composées de particules de polyéthylène haute densité de la gamme de diamètre de particules 100-315 μm et pour différentes fractions solides volumiques. L’influence du diamètre des particules et du diamètre du tube sur le comportement rhéologique de la suspension a également été vérifiée.

III.2.1 Caractérisation rhéologique de la suspension à base de particules de polyéthylène haute densité.

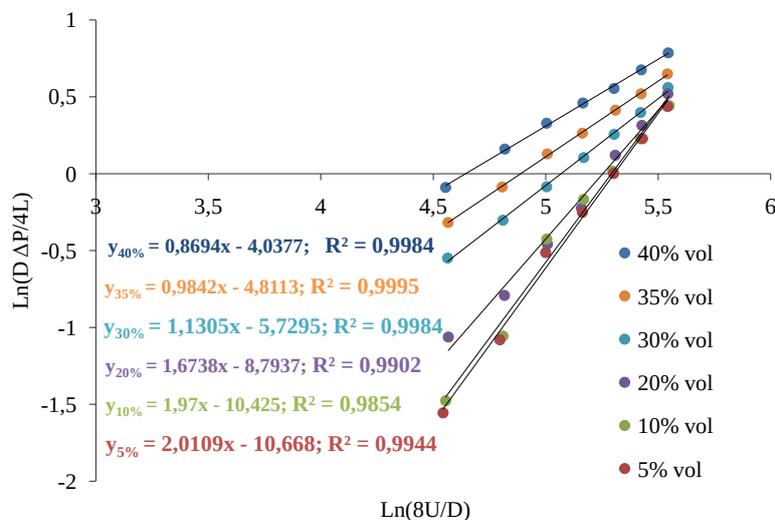


FIGURE III.4 – Les indices de comportement des suspensions à base de particules de polyéthylène de diamètre compris entre 100 et 315 μm .

Afin d'établir les rhéogrammes des suspensions à base de particules de polyéthylène, on a d'abord déterminé leurs indices de comportement n . Cet indice de comportement renseigne sur la nature du fluide et reflète l'éloignement au comportement newtonien. L'indice peut être déterminé en traçant les courbes : $\ln \frac{D\Delta P}{4L} = f(\ln \frac{8U_d}{D})$ pour chaque fraction solide volumique, ϕ_s .

La figure III.4, illustre l'évolution des indices de comportement des suspensions à base de particules de polyéthylène de diamètre compris entre 100 et 315 μm en fonction des fractions solides volumiques. On remarque que la pente des courbes est de tendance linéaires et on remarque également que l'indice décroît lorsque la fraction solide volumique augmente. L'indice de comportement est différent de 1 ce qui montre un caractère non-newtonien de notre suspension, avec des valeurs inférieures à 1 aux plus fortes fraction solide (rhéofluidifiant) et supérieures à 1 aux plus faibles fractions (rhéoépaississant).

Les figures III.5a et III.5b, montrent respectivement les rhéogrammes et l'évolution des viscosités des suspensions en fonction du taux de cisaillement, pour la gamme de diamètre de particule 100-315 μm . On observe différents comportements rhéologiques dépendant de la concentration. L'analyse des rhéogrammes montre qu'en augmentant la concentration, la viscosité augmente. Ce qui est assez classique pour les fluides chargés. Par ailleurs, il est possible de visualiser des comportements rhéologiques qui varient selon la concentration solide, ce qui est cohérent avec l'analyse précédente des indices de comportement. Ainsi, on peut remarquer un comportement rhéoépaississant des suspensions ($n > 1$) pour des faibles concentrations allant de 5 à 30 %, avec une évolution croissante de la viscosité en fonction du taux de cisaillement. Ce type de comportement a déjà été observé avec des coulis d'hydrates de CO_2 pour des faibles concentrations (5 - 10 %) (Clain et al., 2017, Delahaye et al., 2008, Marinas, 2006). Pour une concentration solide volumique $\phi_s=35\%$, on ne constate pas de réelle évolution de la viscosité, ce qui correspond à un comportement proche du newtonien ($n=0.98 \approx 1$). Par contre à 40 % en fraction (concentration) solide volumique le comportement du fluide devient rhéofluidifiant.

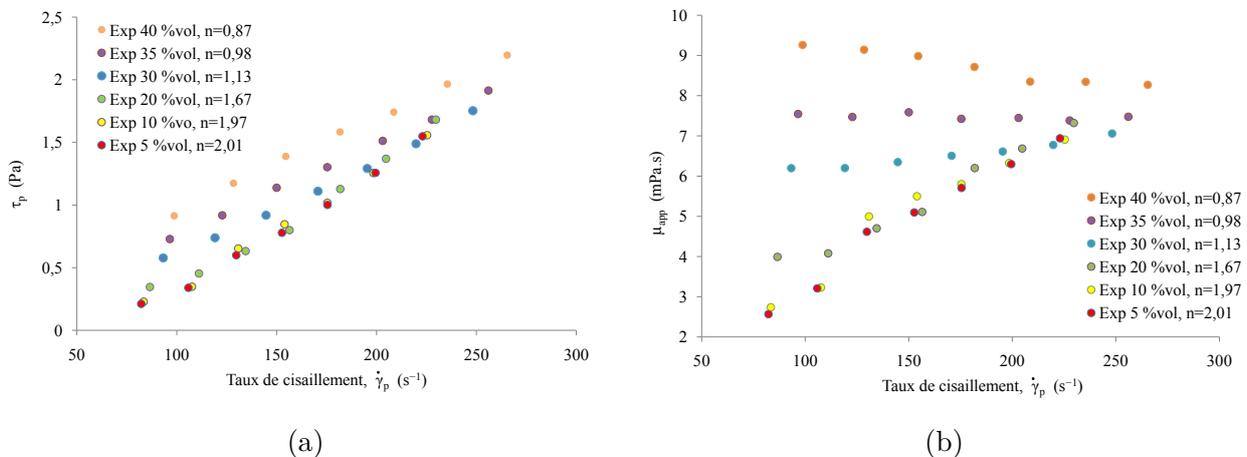


FIGURE III.5 – (a) : Rhéogrammes; (b) : évolution des viscosités en fonction du taux de cisaillement, pour la gamme de diamètre de particules 100-315 μm (n : indice de comportement, Exp : expérience).

Ce changement de comportements selon la concentration solide (du rhéoépaississant rhéofluidifiant, en passant par le newtonien), peut sembler étonnant, sachant qu'un comportement rhéofluidifiant est souvent observé dans les suspensions chargées. Toutefois, plusieurs hypothèses peuvent être étudiées pour expliquer ces différents comportements : sont-ils dus à la distribution de la taille des particules (PSD), à la forme des particules, à l'état de surface des particules ou bien seulement à l'organisation des particules dans la suspension pendant l'écoulement ?

A- Interprétation des résultats selon la littérature : Selon la littérature sur la rhéologie, le comportement des suspensions est contrôlé par plusieurs paramètres : la distribution granulométrique des particules, la forme des particules, la fraction solide volumique, la viscosité du fluide porteur, les conditions de mesure, etc. Le comportement rhéoépaississant est moins fréquent et fait actuellement l'objet de nombreuses recherches, ce comportement semble dû à des changements de structures dans tous les systèmes rhéoépaississant, mais les détails du mécanisme sont rarement compris (Wang, 2008). L'une des clés pour comprendre les phénomènes qui régissent le rhéo-épaississement passe par la compréhension du comportement des particules dans la suspension.

Dans notre cas d'étude, les particules sont polydisperses, de forme irrégulière et leur état de surface est très rugueux. Le comportement rhéoépaississant à faible concentration peut alors s'expliquer comme suit : premièrement, la distance entre les particules est suffisamment grande, ce qui donne aux particules un grand degré de liberté, des mouvements de rotation et de translation de particules (un réarrangement spatial des particules, qui passent d'une configuration 2D à une configuration 3D (Lassaigne, 2015)) qui est due au régime inertiel des particules. Deuxièmement, étant donné la forme et la rugosité des particules, cela provoque une forte perturbation du champ d'écoulement en raison des interactions particule-particule et particule-fluide (Les particules irrégulières ont plus de points de contact, donc le frottement dissipera beaucoup d'énergie (Ziegel, 1970)). Certaines études ont déjà montré que la rugosité des particules joue un rôle important sur la rhéologie des suspensions (Machado, 2016). Troisièmement, la formation d'agrégats qui ne sont pas faciles à cisailer par l'écoulement, compte tenu des degrés de liberté, conduit à une perte de charge importante.

Le comportement rhéofluidifiant à forte concentration peut s'expliquer comme suit : premièrement, la distance entre les particules est réduite, ce qui limite l'interaction (choc brutal) entre les particules. Deuxièmement, les agrégats sont bien calés entre eux à haute concentration ce qui facilite leur cisaillement par l'écoulement, et la libération du fluide porteur emprisonné dans les agrégats, lubrifiant ainsi l'écoulement des particules tout en minimisant la perte de charge. Troisièmement, en raison de la polydispersité des particules, à forte concentration les particules de petit diamètre sont piégées entre les agrégats, lubrifiant ainsi l'écoulement de ces derniers à des taux de cisaillement élevés, réduisant ainsi la perte de charge et donc la viscosité apparente.

B- Interprétation des résultats selon l'analyse dimensionnelle : Pour tenter d'interpréter ces résultats du rhéo-épaississement et de la rhéo-fluidification, considérons d'abord une suspension de sphères monodisperses dures de taille suffisamment grande pour être dans le régime non-brownien de diamètre d_p , avec une concentration solide volumique ϕ_s , au sein d'un fluide newtonien de viscosité μ_f et dans la limite des Stokes ($Re_p \ll 1$). Dans ce cas on néglige aussi l'effet de taille ($d_p \ll h$), où h est l'écart entre les deux plaques (cf.figure III.6).

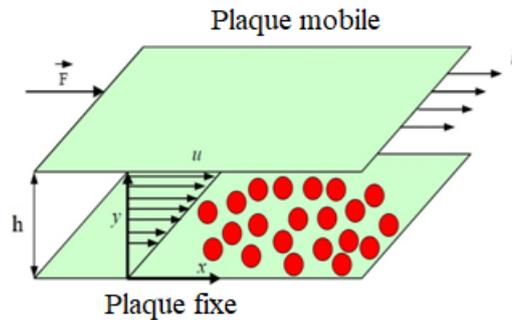


FIGURE III.6 – Écoulement d’une suspension composée de sphères monodisperses en régime de Stokes (visqueux).

On a alors d_p , μ_f , ϕ_s et $\dot{\gamma}$: 4 paramètres de contrôle, la seule contrainte impliquée dans ce problème est $\mu_f \dot{\gamma}$ par analyse dimensionnelle (c’est typiquement la contrainte visqueuse du fluide sur une particule avec une vitesse $U \sim \dot{\gamma}d$ et la surface de particules $A \sim d_p^2$).

La contrainte nécessaire pour cisailer la suspension s’écrit :

$$\tau = \mu_f \dot{\gamma} \cdot f(\phi_s) \quad (\text{III.1})$$

La viscosité apparente est :

$$\mu_{app} = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = \mu_f f(\phi_s) \quad (\text{III.2})$$

Où μ_{app} la viscosité apparente de la suspension et $f(\phi_s)$ la viscosité relative. Cette dernière ne dépend pas du taux de cisaillement, elle dépend que de la fraction solide volumique et de la viscosité du fluide porteur (pour ϕ_s faible, on a la loi d’Einstein $f(\phi_s)=1+2.5\phi_s$, cf. *Annexe A*).

Remarque : Ces conclusions restent les mêmes pour une suspension polydisperse en étant stationnaire a priori (une fois la ségrégation éventuelle achevée), car cela n’introduit aucune échelle de contrainte supplémentaire (dans ce cas la fonction $f(\phi_s, D_g)$ dépendra alors de la concentration solide volumique ϕ_s et de la distribution granulométrique D_g).

Cependant, nos résultats expérimentaux montrent un comportement fortement non newtonien par l’approche de Rabinowitsch-Mooney : un comportement rhéoépaississant ($n \approx 2$) pour une faible concentration ($\phi_s = 5\%$). Ce comportement questionne et plusieurs hypothèses peuvent être envisagées :

1. Une dépendance de la fraction solide volumique locale dans la zone d’étude avec la vitesse débitante ($\frac{\partial \phi_s}{\partial U_d} \neq 0$). Malheureusement, cette dépendance n’est pas facile à mettre en évidence expérimentalement.
2. Un comportement non-newtonien qui résulte de phénomènes physiques plus complexes à l’échelle des grains (mouvement brownien, collision, ...), cela peut introduire des échelles de contrainte supplémentaires dans le problème. Cette hypothèse ne peut être appliquée car les particules utilisées dans nos expériences ne sont pas dans le régime d’écoulement brownien (le nombre de Peclet : $Pe > 1$, cf. chapitre II.3.3).

3. La dernière hypothèse découle du fait que le nombre de Reynolds à l'échelle des particules dans nos expériences est : $Re_p \sim 1,3 - 4$, on est loin d'être dans le régime de Stokes (de nombreuses études précédentes sur la rhéologie des suspensions se placent dans la limite de Stokes $Re_p < 1$).

On s'attend à observer des effets inertiels supplémentaires (les équations de Stokes-Oseen décrivent dans ce cas ces écoulements).

La contrainte de cisaillement inertielle dans le cas monodisperses avec des particule sphériques s'écrit (cf.chapitre III.13b) :

$$\tau = \underbrace{f(\phi_s)12\mu_f\dot{\gamma}}_{\text{contribution visqueuse}} + \underbrace{f(\phi_s)\frac{9}{4}\rho_f d_p^2 \dot{\gamma}^2}_{\text{contribution inertielle}} \quad (\text{III.3})$$

La contrainte de cisaillement inertielle dans le cas polydisperses avec des particules non sphériques s'écrit : $g(\phi_s, D_g)\rho_f \bar{d}_p^2 \dot{\gamma}^2$ qui s'ajoute a la contrainte de Stokes : $f(\phi_s, D_g)\mu_f \dot{\gamma}$ précédente :

$$\tau = \underbrace{f(\phi_s, D_g)\mu_f \dot{\gamma}}_{\text{contribution visqueuse}} + \underbrace{g(\phi_s, D_g)\rho_f \bar{d}_p^2 \dot{\gamma}^2}_{\text{contribution inertielle}} \quad (\text{III.4})$$

L'analyse prévoit pour le cas polydisperse avec des particules non sphériques une viscosité apparente de la forme :

$$\mu_{app} = \underbrace{f(\phi_s, D_g)\mu_f}_{\text{contribution visqueuse}} + \underbrace{g(\phi_s, D_g)\rho_f \bar{d}_p^2 \dot{\gamma}}_{\text{contribution inertielle}} \quad (\text{III.5})$$

Les dépendances en concentration ϕ_s et en distribution granulométriques D_g sont très complexes à déterminer ($f(\phi_s, D_g), g(\phi_s, D_g)$) : interaction hydrodynamique multicorps.

Les équations fit des courbes de contrainte de cisaillement sont présentées sur la figure III.11 et données dans le tableau suivant :

TABLE III.2 – Les équations fit des courbes expérimentales.

Concentration	Équations
$\phi_s = 5\%$	$\tau = 0.0005\dot{\gamma} + 3 \times 10^{-5}\dot{\gamma}^2$
$\phi_s = 10\%$	$\tau = 0.0011\dot{\gamma} + 3 \times 10^{-5}\dot{\gamma}^2$
$\phi_s = 20\%$	$\tau = 0.0012\dot{\gamma} + 3 \times 10^{-5}\dot{\gamma}^2$
$\phi_s = 30\%$	$\tau = 0.0055\dot{\gamma} + 6 \times 10^{-6}\dot{\gamma}^2$

On remarque que les équations qui s'ajustent à nos courbes expérimentales sont de la même forme que celle obtenue par analyse dimensionnelle :

$$\tau = \underbrace{f(\phi_s, D_g)\mu_f \dot{\gamma}}_{\text{contribution visqueuse}} + \underbrace{g(\phi_s, D_g)\rho_f \bar{d}_p^2 \dot{\gamma}^2}_{\text{contribution inertielle}} \quad (\text{III.6})$$

A partir des équations du tableau III.2 et des données expérimentales, nous pouvons définir un nombre sans dimension de comportement de la suspension que nous notons R_v qui est le rapport entre la viscosité de la contribution inertielle et la viscosité de Stokes (régime visqueux), ce rapport s'écrit comme suit :

$$R_v = \frac{\text{Contribution inertielle}}{\text{Contribution visqueuse}} = \frac{g(\phi_s, D_g)\rho_f \bar{d}_p^2 \dot{\gamma}}{f(\phi_s, D_g)\mu_f} = F(\phi_s, D_g)Re_p \quad (\text{III.7})$$

La figure III.7 montre l'évolution des rapports de viscosité obtenus expérimentalement en fonction des taux de cisaillement. On peut noter que dans le cas du comportement rhéoépaississant (faibles concentrations) le rapport de viscosité R_v augmente avec l'augmentation du taux de cisaillement (cf. Figure III.7a) et diminue dans le cas du comportement rhéo-fluidifiant (concentrations élevées) III.7b. A partir de ces observations, nous pouvons expliquer le comportement rhéoépaississant à faible concentration comme suit : à faible concentration le régime inertiel domine le régime visqueux ce qui augmente le coefficient de frottement C_D et donc la force de traînée des particules.

On peut également noter que le rapport est plus élevé à plus faible concentration solide volumique (5 %), ce qui signifie que la contribution inertielle domine d'autant plus la contribution visqueuse et la valeur de ce rapport diminue à mesure que la concentration solide volumique augmente. Cela signifie que la contribution de Stokes (contribution visqueuse) commence à prédominer la contribution inertielle. Pour une concentration $\phi_s = 30\%$ l'indice de comportement $n = 1,13$ est proche de 1, la contribution visqueuse est presque en équilibre avec la contribution inertielle. Dans le cas rhéofluidifiant (concentration élevée $\phi_s = 35\%$ et $\phi_s = 40\%$), les rapports sont très faibles ce qui signifie que la contribution visqueuse domine dans l'écoulement.

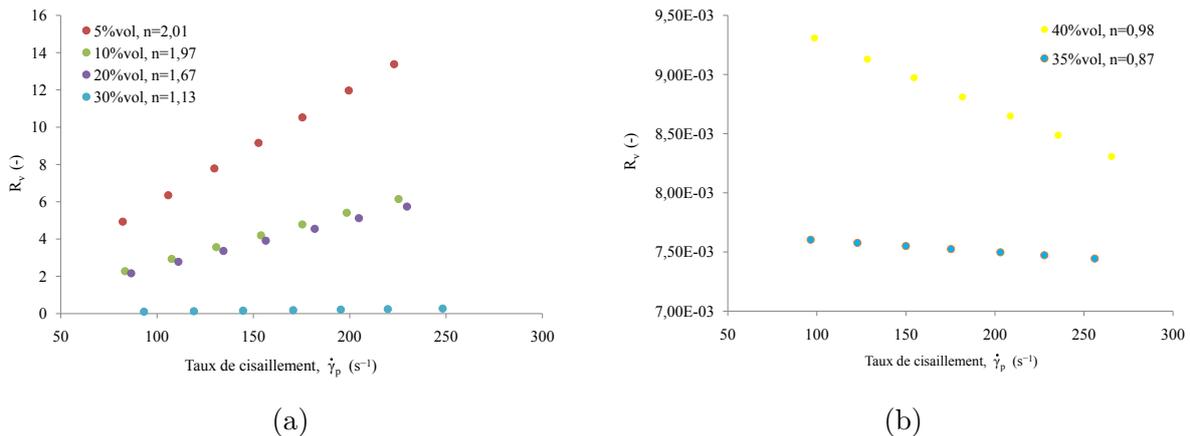


FIGURE III.7 – Évolution des rapports de viscosité R_v , (a) : rapports de viscosité R_v dans le cas comportement rhéoépaississant ; (b) : rapports de viscosité R_v dans le cas du comportement rhéofluidifiant.

La figure III.8, montre l'évolution du nombre de Reynolds Re en fonction du taux de cisaillement et pour toutes les concentrations solides volumiques. On remarque facilement que pour de faibles concentrations solides volumiques : 5 %, 10 % et 20 %, le nombre de Reynolds Re est élevé et son évolution ne suit pas une tendance claire. Ceci peut être dû au régime inertiel des particules qui provoque une augmentation du coefficient de frottement et de la force de traînée des particules. Ces phénomènes, se traduisent par une résistance hydrodynamique et donc une augmentation de la viscosité apparente. Le nombre de Reynolds Re diminue au fur et à mesure que la concentration solide volumique augmente et son évolution devient stable à partir d'une concentration de 30 %, où les effets d'inertie sont négligeables.

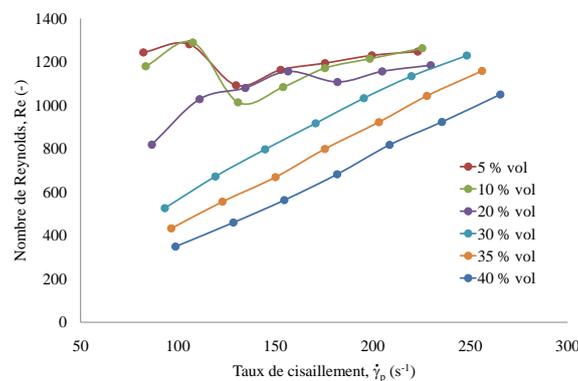


FIGURE III.8 – Évolution du nombre de Reynolds Re en fonction du taux de cisaillement et pour toutes les fractions solides volumiques de la suspension composée de particules de polyéthylène de diamètre compris entre 100-315 μm

III.2.2 Modélisation du comportement rhéoépaississant.

Les résultats expérimentaux obtenus pour des fractions solides volumiques comprises entre 5 et 30 %, décrivent un comportement rhéoépaississant de la suspension (ce qui implique que la viscosité apparente augmente à mesure que le taux de cisaillement augmente, $n > 1$). Cela nous permettra de tracer le graphique ci-dessus (cf. Figure III.9), qui représente les valeurs des indices de comportement en fonction de la fraction solide volumique.

A partir de ce graphique, nous établirons une corrélation de l'indice de comportement en fonction de la fraction solide volumique :

$$n = -3,6473\phi_s + 2,2701 \quad (\text{III.8})$$

Afin de modéliser le comportement rhéologique de la suspension à base de particules de polyéthylène, l'étape suivante consiste à déterminer l'indice de consistance k et la contrainte seuil τ_0 . Pour déterminer cet indice, il faut tracer les courbes de contraintes de cisaillement τ_p en fonction du taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ à la puissance n (cf. figure III.10a). L'indice de consistance k et la contrainte seuil τ_0 correspondent respectivement à la pente et à l'intersection de la contrainte de cisaillement avec l'ordonnée (dans notre cas $\tau_0 = 0$, fluide rhéoépaississant).

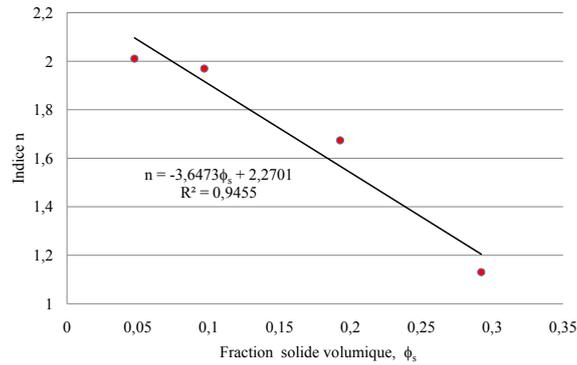


FIGURE III.9 – Évolution de l'indice de comportement n en fonction de la fraction solide volumique comprises entre 5 % et 30 %.

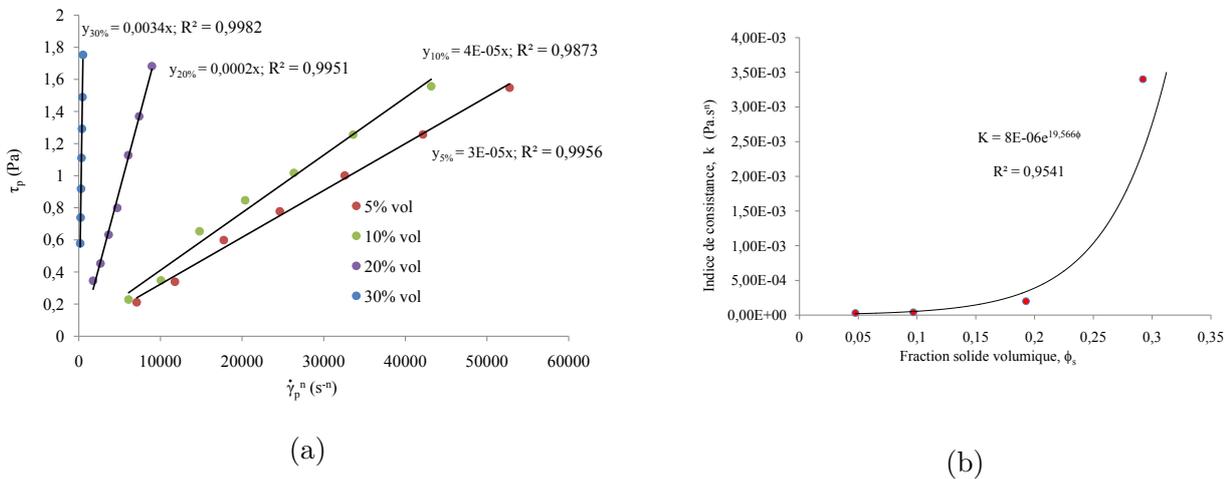


FIGURE III.10 – (a) : Détermination de l'indice de consistance k ; (b) : Évolution de l'indice de consistance k en fonction de la fraction solide volumique comprises entre 5 % et 30 %.

$$k = 8 \times 10^{-6} \exp(19,566\phi_s) \quad (\text{III.9})$$

Après avoir déterminé les trois paramètres rhéologiques (n , k , τ_0), on obtient l'expression de la contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement $\tau_p = f(\dot{\gamma}_p)$ dont les courbes représentatives sont appelées rhéogrammes (cf.figure III.11). Le comportement rhéoépaississant des coulis (suspensions) composés de particules de polyéthylène pour des concentrations solides volumique de 5 %, 10 %, 20 % et 30 %, peut donc être modélisé par une loi de type Ostwald-de Waele :

$$\tau_p = k\dot{\gamma}_p^n \quad (\text{III.10})$$

$$\tau_p = 8 \times 10^{-6} \exp(19,566\phi_s) \dot{\gamma}_p^{(-3,6473\phi_s+2,2701)} \quad (\text{III.11})$$

$$\mu_{app} = 8 \times 10^{-6} \exp(19,566\phi_s) \dot{\gamma}_p^{(-3,6473\phi_s+1,2701)} \quad (\text{III.12})$$

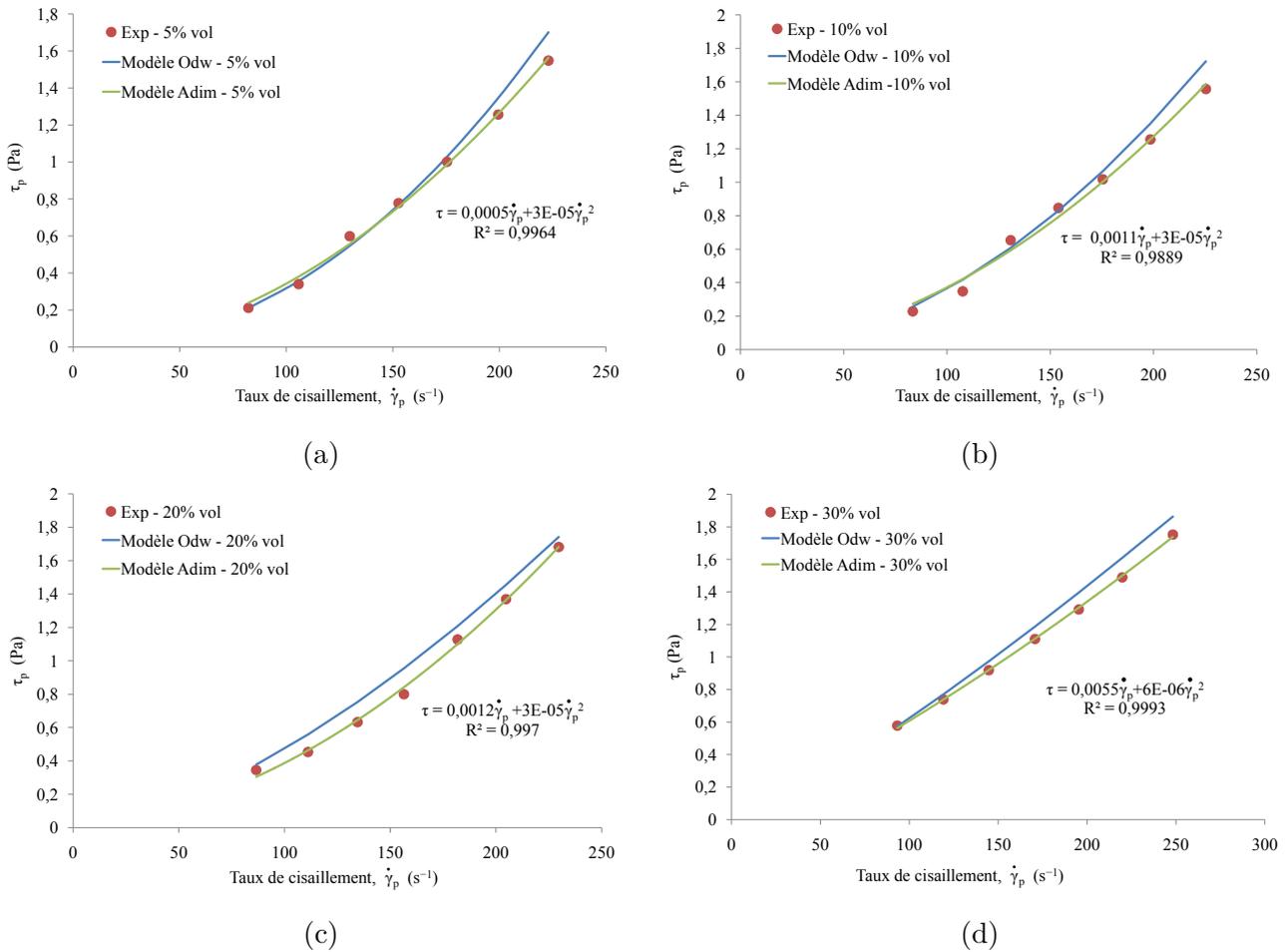


FIGURE III.11 – Rhéogrammes de la suspension de polyéthylène (points : expérience ; traits continus : modèle Adim = modèle de l’analyse dimensionnelle et modèle Odw = modèle Ostwald-de Waele).

III.2.3 Effet du diamètre des particules sur la viscosité de la suspension.

Dans la littérature, des études sur l’influence de la taille des particules ont été effectuées notamment pour des suspensions, mais les résultats sont contradictoires (Rutgers, 1962, Farris, 1968, Ramacciotti, 1999). A cet effet, il est nécessaire d’étudier l’influence de la taille des particules sur les propriétés rhéologiques de la suspension de particules de polyéthylène. La figure III.12 montre l’évolution des viscosités en fonction du taux de cisaillement pour deux types de suspensions à base de particules de polyéthylène : la première suspension est composée de particules d’un diamètre compris entre 100 et 315 μm , déjà étudiée au paragraphe précédent, la seconde est composée de particules de diamètre supérieur à 500 μm . On voit que le comportement des suspensions est rhéoépaississant. A une concentration solide volumique de 5 % (cf.figure III.12a), le diamètre des particules ne semble avoir aucun effet sur l’évolution de la viscosité apparente et à une concentration solide volumique de 10 % (cf.figure III.12b), on observe que la viscosité de la suspension composée de particules de diamètre supérieur à 500 μm est légèrement inférieure à celle de la suspension composée de particules de diamètres compris entre 100 et 315 μm . Cette dépendance peut s’expliquer, par le fait que, quand la taille des particules diminue, le nombre de particules dans la suspension augmente pour une fraction vo-

lumique donnée. Le résultat de cette augmentation du nombre de particules est une diminution de la distance moyenne entre les particules qui se traduit par une augmentation des interactions entre les particules et la viscosité de la suspension se trouve ainsi augmentée.

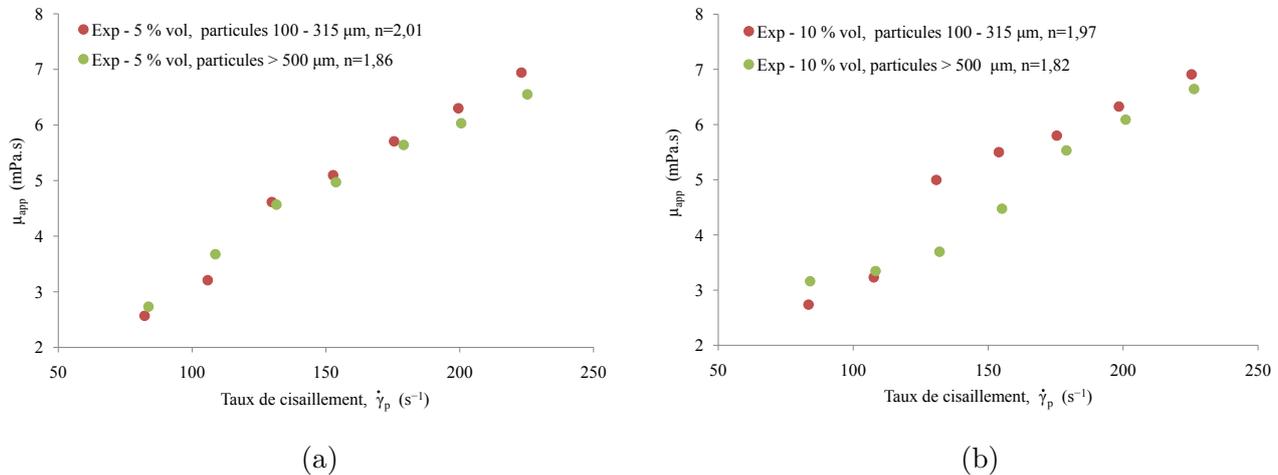


FIGURE III.12 – Effet du diamètre des particules sur la viscosité de la suspension, (a) : 5 % en concentration de particules de polyéthylène; (b) : 10 % en concentration de particules de polyéthylène.

III.2.4 Effet du diamètre de la conduite sur la viscosité de la suspension.

Afin de vérifier l'influence du diamètre interne de la conduite sur le comportement rhéologique de la suspension composée de particules de polyéthylène d'un diamètre compris entre 100 et 315 μm , deux diamètres de conduite ont été étudiés, le premier est 17 mm et le second est 21 mm, et cela pour deux fraction volumique solide 5 % et 10 %.

La figure III.13 montre les rhéogrammes et l'évolution des viscosités en fonction du taux de cisaillement d'une suspension de concentration solide volumique. On voit que le comportement de la suspension est rhéoépaississant et que la viscosité est très élevée dans la conduite avec un petit diamètre intérieur de 17 mm et lorsque le diamètre intérieur de la conduite est augmenté à 21 mm on note une diminution significative de la viscosité. La viscosité diminue car le taux de cisaillement diminue avec l'augmentation du diamètre interne de la conduite.

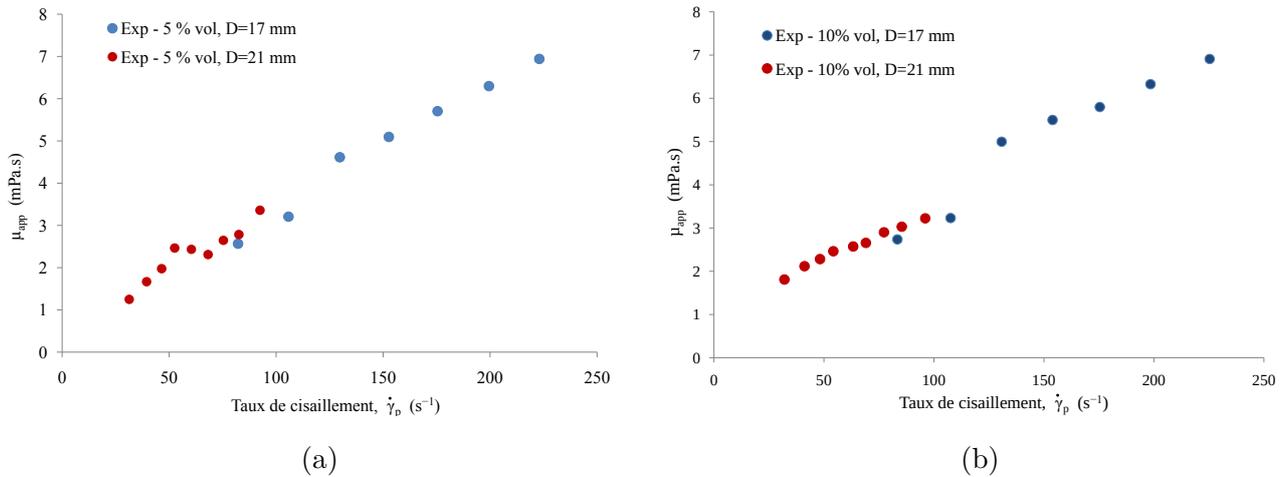


FIGURE III.13 – Effet du diamètre internes de la conduite sur la viscosité de la suspension composée de particules de diamètre 100 - 315 μm , (a) : évolution des viscosités en fonction du taux de cisaillement pour une fraction de 10 %.; (b) : évolution des viscosités en fonction du taux de cisaillement pour une fraction de 5 %.

III.3 Conclusions.

Dans cette dernière partie, on a présenté les différents résultats obtenus lors de nos expériences. On a d'abord vérifié la reproductibilité des mesures, ensuite on a mené des expériences afin de réaliser une étude détaillée sur l'évolution du comportement des suspensions en fonction des concentrations en particules, le but est de comprendre les phénomènes physiques qui interviennent et de développer un modèle mathématique du type Ostwald-de Waele. Enfin, des expériences ont été réalisées et discutées sur le comportement rhéologique des suspensions et sur l'influence de la taille des particules (gamme 100-315 μm et gamme supérieur à 500 μm).

Conclusions et perspectives.

Le cadre général de ce travail de recherche est la compréhension et l'amélioration des caractéristiques rhéologiques des suspensions et le développer un modèle mathématique qui décrit leurs comportements. Les objectifs de cette recherche ont consisté dans un premier temps à la conception et la construction (dimensionnement) d'un viscosimètre capillaire dont le but est la détermination expérimentale des comportements rhéologiques des fluides newtoniens et non newtoniens (suspensions composées de particules de polyéthylène dans un mélange eau-éthanol) en écoulement, cela pour différentes conditions opératoires et différentes fractions solides volumiques. Dans un second temps, il s'agissait de développer des modèles mathématiques rhéologiques de type Ostwald-de Waele et par analyse dimensionnelle. Ce dernier tient compte de la fraction solide du coulis (suspension) et de la distribution de la taille des particules PSD (distribution granulométrique D) dans l'expression de la viscosité apparente sur la base des résultats expérimentaux obtenus.

Dans le premier chapitre, on a présenté quelques notions sur les propriétés rhéologiques et granulométriques des suspensions en écoulement, les méthodes de mesure de la viscosité des fluides et ainsi que les différents facteurs qui influencent la rhéologie des fluides chargés en particules. On a trouvé des contradictions dans la littérature sur l'influence du diamètre de la particule sur la viscosité de ces fluides.

Dans le deuxième chapitre, une description générale des différents matériels et méthodes utilisés a été faite, notamment la boucle hydraulique qui est composée d'un viscosimètre capillaire développée au laboratoire. Différents protocoles ont été présentés dans ce chapitre II : le protocole d'analyse de la distribution granulométrique, le protocole de préparation du fluide de travail et ainsi que les protocoles de mesure rhéologique. Il est intéressant de noter que les particules utilisées dans ce travail de recherche sont polydisperses et varient largement en forme et en taille. Les mesures effectuées sur les suspensions ont été principalement en régime laminaire avec une gamme de concentration volumique en particules étudiée variant de 0 % à 40 %.

Nous avons d'abord vérifié la reproductibilité des mesures, ensuite nous avons mené des expériences afin de réaliser une étude détaillée sur l'évolution du comportement des suspensions en fonction des concentrations en particules, le but est de comprendre les phénomènes physiques qui interviennent et de développer un modèle mathématique de type Ostwald-de Waele. Enfin, des expériences ont été réalisées et discutées sur l'influence de la taille des particules (gamme 100-315 μm et gamme supérieur à 500 μm).

L'étude rhéologique des suspensions de polyéthylène a montré que ce fluide présentait un comportement non-newtonien avec une double tendance en fonction la fraction solide volumique :

- Un comportement rhéoépaississant à faible concentration (5 %, 10 %, 20 % et 30 %).
- Un comportement de rhéofluidifiant à haute concentration de 35 % et 40 % dans les fractions solides en volume.

Le comportement rhéoépaississant à faible concentration est dû au régime inertiel des particules qui domine le régime visqueux à faible concentration solide volumique. A fort concentration le régime visqueux domine le régime inertiel, en d'autres termes le mouvement des particules sera contrôlé par des forces visqueuses (et non par l'inertie) ce qui se traduit par un comportement rhéofluidifiant. Nous avons mis en évidence l'existence d'un comportement rhéoépaississant à faible concentration (nombre de Reynolds particulaire $Re_p > 1$) et nous avons établi une loi par analyse dimensionnelle pour la description rhéologique d'une suspension de particules non colloïdales et non browniennes qui dépend du diamètre des particules.

L'étude de l'évolution de la viscosité en fonction du diamètre des particules a montré que la viscosité de la suspension composée de particules de diamètre supérieur à 500 μm est légèrement inférieure à celle de la suspension composée de particules de diamètres compris entre 100 et 315 μm .

En complément de ces travaux, pour mieux comprendre les phénomènes du rhéoépaississement à faibles concentrations en particules et de déterminer les fonctions $f(\phi_s, D_g)$ et $g(\phi_s, D_g)$ dans les modèles de l'analyse dimensionnelle, plusieurs aspects doivent être étudiés.

Le travail réalisé durant ce stage avait comme objectif essentiel de développer un banc expérimental de rhéologie permettant de caractériser le comportement rhéologique de fluides complexes. En utilisant des particules de polyéthylène, calibré en taille mais non en forme, nous a permis de mettre en évidence des changements de comportement rhéologiques particuliers. Il serait intéressant de voir si ces changements sont répétables et se confirment dans des suspensions composées de particules de polyéthylène calibré avec la même gamme de diamètre et même forme, par exemple des particules sphériques. Le but est de comprendre l'effet de la forme et de la rugosité des particules sur le comportement rhéologique de la suspension.

Ensuite, l'étude de la polydispersité sur l'écoulement des suspensions est à poursuivre. On a pu observer qu'en mélangeant différentes populations de tailles de particules, pour une même fraction donnée, la viscosité de la suspension était diminuée. La compréhension de cet effet devra être poursuivie en utilisant des particules calibrées en forme mais de tailles différentes afin de confirmer le résultat obtenu. Ce serait un moyen simple d'améliorer les propriétés d'écoulements des suspensions. Ensuite, nous aimerions comprendre l'évolution des deux fonctions $f(\phi_s, D_g)$ et $g(\phi_s, D_g)$ pour comprendre l'effet du régime sur le comportement de suspension en utilisant des suspensions non-inertiels. Le but est de comprendre l'effet de la polydispersité sur le comportement de la suspension.

Enfin, ces travaux peuvent ouvrir plusieurs pistes de recherche sur la rhéologie des suspensions, mais aussi pour d'autres domaines comme la réfrigération secondaire qui utilise des coulis de glace ou d'hydrate.

Annexe sur les viscosités relatives,

A.1 Modèles de viscosité relative des suspensions

La détermination des paramètres rhéologiques peut se faire à l'aide de méthodes théoriques et expérimentales. La méthode théorique est principalement basée sur la méthode de calcul des paramètres rhéologiques en se basant sur les variables caractéristiques du fluide qui sont ensuite validées par des essais expérimentaux.

Généralement, le terme suspension signifie un mélange (liquide–solide). Il peut s'agir de suspensions très diluées, suspensions diluées, suspensions à concentrations modérées, ou même de suspension à concentrations élevées. Cependant, le passage d'un terme à un autre n'est pas vraiment bien défini dans la littérature.

A.1.1 Modèles de viscosité relative valables pour des suspensions très diluées

Dans le cas de suspensions très diluées ($\phi_s \leq 2\%$) composées de sphères dures monodispersés dans un liquide newtonien, la viscosité relative est donnée en première approximation par la loi d'Einstein (Einstein, 1906), elle relie la viscosité apparente de la suspension à la fraction volumique occupée par les particules :

$$\mu_r = \frac{\mu_{app}}{\mu_f} = 1 + [\eta]\phi_s \quad (A.1)$$

Où $[\eta]$ est appelé viscosité intrinsèque.

ϕ_s , est la fraction volumique occupée par les particules, elle est déterminée comme suit :

$$\phi_s = \frac{\text{volume occupé par les particules}}{\text{volume total occupé (particules + fluide)}}$$

Viscosité intrinsèque :

La viscosité intrinsèque $[\eta]$, elle varie avec la taille, la forme, les propriétés rhéologiques et l'orientation des particules dispersées (Pabst et al., 2006) :

- $[\eta] = 2,5$ pour les sphères dures.
- $[\eta] > 2,5$ pour les ellipsoïdes allongés.
- $[\eta] < 2,5$ pour les gouttelettes liquides.

Jeffery (Jeffery, 1922) a été le premier à calculer les valeurs de $[\eta]$ en fonction du rapport d'aspect des particules ellipsoïde rigide et de sphéroïdes.

Babst et al. (Pabst et al., 2006) ont étudié la viscosité relative des suspensions de fibres courtes d'un point de vue théorique et expérimental, les auteurs ont démontré la dépendance de la viscosité intrinsèque sur la forme des particules (le rapport d'aspect R comme le rapport entre les axes longs et courts de la particule), pour $R = 1$ et $R = 50$, l'expression suivante peut être utilisée :

$$[\eta] = 2,5 + 0.123(R - 1)^{0.925} \quad (\text{A.2})$$

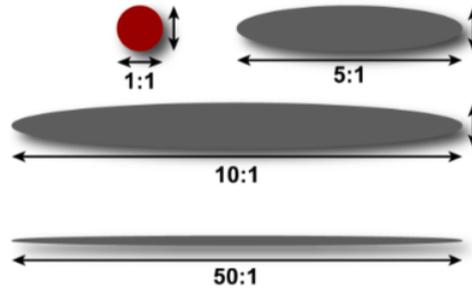


FIGURE A.1 – Rapports d'aspect des ellipsoïdes réguliers (Paar, 2011)

Einstein a physiquement interprété la viscosité intrinsèque $[\eta]$ comme suit : «si de très petites sphères rigides sont suspendues dans un liquide, le coefficient de frottement interne est ainsi augmenté d'une fraction égale à 2,5 fois le volume total des sphères suspendues dans un volume unitaire, à condition que ce volume total soit très faible.» (Einstein, 1906)

Pour des particules sphériques, l'équation d'Einstein devient :

$$\mu_r = \frac{\mu_{app}}{\mu_f} = 1 + 2,5\phi_s \cong \frac{\left(1 + \frac{\phi_s}{2}\right)}{(1 - \phi_s)^2} \quad (\text{A.3})$$

La viscosité intrinsèque $[\eta]$, correspond à la contribution des particules sur la viscosité de la suspension, elle est fonction de la forme des particules dans le cas des modèles électriquement neutres. Pour des sphères dures est indépendamment du rayon des sphères, la viscosité intrinsèque est définie comme suit :

$$[\eta] = \lim_{\phi_s \rightarrow 0} \left(\frac{\frac{\mu_{app}}{\mu_f} - 1}{\phi_s} \right) = \lim_{\phi_s \rightarrow 0} \left(\frac{\mu_r - 1}{\phi_s} \right) = \lim_{\phi_s \rightarrow 0} \left(\frac{\mu_{sp}}{\phi_s} \right) = \lim_{\phi_s \rightarrow 0} (\mu_{red}) = \frac{5}{2} = 2,5$$

Où $\mu_{sp} = \mu_r - 1$ est la viscosité spécifique et $\mu_{red} = \frac{\mu_{sp}}{\phi_s}$ est la viscosité réduite (Camargo, 2001).

Pour l'application de la formule d'Einstein A.1, la fraction volumique de la phase dispersée ne doit pas dépasser 2 %, cette formule ne prend pas en compte la taille des particules (Kauffeld et al., 2005).

La formule d'Einstein montre que la viscosité augmente linéairement avec la fraction volumique de particules. Cette dernière a des restrictions d'application dans l'industrie car elle ne prend pas en compte l'interaction entre les particules, la structure et les fortes concentrations de particules.

A.1.2 Modèles de viscosité relative valables pour des suspensions diluées et à concentrations modérées

Dans le cas des suspensions diluées ($\phi_s > 2\%$) de particules monodisperses, Brinkman (Brinkman, 1952) a étendu l'équation d'Einstein pour une suspension avec une concentration diluée en particules $\phi_s \leq 4\%$. Sa formule empirique est donnée comme suit :

$$\mu_r = \frac{\mu_{app}}{\mu_f} = (1 - \phi_s)^{2,5} \quad (\text{A.4})$$

Dans le cas des fractions volumiques plus importantes ($\phi_s > 7\%$), des interactions hydrodynamiques entre les particules se produisent. Pour surmonter ce problème, des corrections d'ordre supérieur en ϕ_s sont nécessaires pour l'expression de la viscosité relative. Une correction du second ordre de la formule d'Einstein est déterminée par Batchelor pour des particules sphériques de même taille dans le cas des suspensions modérément (moyennement) concentrées ($\phi_s < 10\%$). Sa relation semi-empirique est donnée comme suit (Batchelor, 1972) :

$$\mu_r = \frac{\mu_{app}}{\mu_f} = 1 + 2,5\phi_s + 7,6\phi_s^2 \quad (\text{A.5})$$

Graham (Graham, 1981) a développé un modèle de viscosité relative généralisé à taux de cisaillement nul (valable sur toute la plage de concentration) à partir du modèle de (Frankel and Acrivos, 1967) pour une suspension de sphères uniformes, son modèle tient en compte des rayons des particules et de l'espacement entre particules. Lorsque la dilution est infinie le modèle se réduit à la formule d'Einstein (Einstein, 1906), et à l'expression de Frankel et Acrivos (Frankel and Acrivos, 1967) lorsque la concentration approche de sa valeur maximale (cf.Figure A.2). Le modèle est exprimé comme suit :

$$\mu_r = \frac{\mu_{app}}{\mu_f} = \left(1 + 2,5\phi_s + 4,5 \left[\frac{1}{\left(\frac{h}{r_p} \left(2 + \frac{h}{r_p} \right) \right) \left(1 + \frac{h}{r_p} \right)^2} \right] \right) \quad (\text{A.6})$$

Où h est l'espacement inter-particules et r_p est le rayon de la particule.

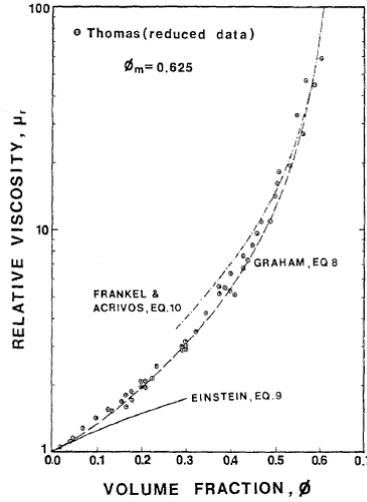


FIGURE A.2 – Comparaison entre la viscosité relative à taux de cisaillement nul de Graham et les données expérimentales présentées par Thomas (Thomas, 1965), (Graham, 1981).

A.1.3 Modèles de viscosité relative valables pour des suspensions à concentrations élevées

Pour les suspensions concentrées, la mesure de la viscosité devient plus compliquée, au-delà de 10% de la valeur de fraction volumique, le mouvement brownien, aléatoire et les interactions hydrodynamiques entre les particules doivent être prises en compte (Hinch, 2010), la généralisation des modèles se fait donc de manière empirique ou semi-empirique. Dans le domaine des suspensions à concentrations élevées $\phi_s \geq 25\%$ de nombreux auteurs ont proposé des relations empiriques et semi-empiriques.

Mooney (Mooney, 1951) a proposé un modèle pour des suspensions composées en particules sphériques en interaction à concentration élevée, son modèle est le suivant :

$$\mu_r = \frac{\mu_{app}}{\mu_f} = \exp\left(\frac{\xi\phi_s}{1 - \frac{\phi_s}{\phi_{s,max}}}\right) \quad (A.7)$$

ξ est un paramètre d'ajustement dont la valeur est 2,5.

Roscoe (Roscoe, 1952) a proposé un modèle de viscosité relative à partir de particules sphériques de même taille et rigides de même densité que le liquide porteur :

$$\mu_r = \frac{\mu_{app}}{\mu_f} = (1 - 1,35\phi_s)^{-2.5} \quad (A.8)$$

Remarque : Roscoe a théoriquement démontré que si les sphères ont des tailles très différentes, la viscosité peut s'exprimer comme suit pour toutes les valeurs de ϕ_s :

$$\mu_r = \frac{\mu_{app}}{\mu_f} = (1 - \phi_s)^{-2.5} \quad (A.9)$$

Krieger et Dougherty (Krieger and Dougherty, 1959) ont proposé un modèle semi-empirique de la viscosité relative d'une suspension composée d'une distribution aléatoire de particules sphériques dures non-browniennes. Le modèle est le suivant :

$$\mu_r = \frac{\mu_{app}}{\mu_f} = \left(1 - \frac{\phi_s}{\phi_{s,max}}\right)^{-q} \quad (\text{A.10})$$

Où $q = [\eta]\phi_{s,max}$ et $\phi_{s,max}$, la fraction volumique maximale d'un empilement aléatoire de sphères de même diamètre. Cette fraction varie de 0,495 à 0,54 et est d'environ 0,605 à des taux de cisaillement plus élevés. $[\eta] = 2,5$ est la viscosité intrinsèque pour les suspensions monodispersées de sphères dures.

Dans ce domaine, la viscosité de la suspension n'est plus essentiellement régie par sa fraction volumique solide et la viscosité du fluide porteur. Par contre elle dépend de l'organisation optimale de cette fraction solide représentée par la fraction volumique maximale d'empilement, $\phi_{s,max}$ (Guillemin et al., 2006).

Chong et al. (Chong et al., 1971) ont proposé une formule semi-empirique, en utilisant un grand nombre de suspensions monodisperses et polydisperses :

$$\mu_r = \frac{\mu_{app}}{\mu_f} = \left(1 + 0,75 \frac{\frac{\phi_s}{\phi_{s,max}}}{1 - \frac{\phi_s}{\phi_{s,max}}}\right)^2 \quad (\text{A.11})$$

Thomas (Thomas, 1965) a proposé une relation semi-empirique pour des particules fines en solution dans l'eau, son modèle peut prendre en compte les interactions entre les particules en suspension concentrée ($\phi_s < 0,625$) et la plage de diamètre des particules est comprise entre 0,099 et 435 μm (Demasles, 2002), la taille des particules n'affecte pas le modèle, qui ne dépend que de la fraction volumique des particules (pour plus d'informations voir l'annexe ??) :

$$\mu_r = \frac{\mu_{app}}{\mu_f} = 1 + 2,5\phi_s + 10,05\phi_s^2 + 0,00273 \exp(16,6\phi_s) \quad (\text{A.12})$$

Cette corrélation est applicable à plusieurs écoulements de suspension tels que les mélanges en eau-billes ou eau-charbon.

Quemada (Quemada, 1977) a obtenu une équation du même type que celle proposé par Krieger et Dougherty (Krieger and Dougherty, 1959), son modèle est basé sur le principe de minimisation de l'énergie dissipée par l'effets visqueux. Le modèle s'écrit de la façon suivante :

$$\mu_r = \frac{\mu_{app}}{\mu_f} = \left(1 - \frac{\phi_s}{\phi_{s,max}}\right)^{-q} \quad (\text{A.13})$$

Avec $q = -2$.

Mills (Mills, 1985), a proposé une équation pour estimer la viscosité relative pour des fractions volumiques $\phi_s < \frac{4}{7}$:

$$\mu_r = \frac{\mu_{app}}{\mu_f} = \frac{1 - \phi_s}{\left(1 - \frac{\phi_s}{\phi_{s,max}}\right)^2} \quad (\text{A.14})$$

Avec ϕ_s la fraction volumique des particules et $\phi_{s,max}$ est physiquement interprété comme la fraction volumique maximale d'un empilement aléatoire de sphères de même diamètre (la concentration d'entassement maximal des particules, pour laquelle l'écoulement est impossible et la viscosité tend vers l'infini), l'auteur a suggéré de prendre $\phi_{s,max} = \frac{4}{7} \approx 0,57$. Notons que cette équation est identique à la formule d'Einstein (A.1) lorsque ϕ_s tend vers zéro.

Coussot (Coussot, 1999) a proposé une expression empirique de la viscosité relative des mélanges concentrés. Mais, lorsque la fraction volumique de particule tend vers 60,5 % la viscosité du mélange est difficile à mesurer, car celle-ci tend vers l'infini :

$$\mu_r = \frac{\mu_{app}}{\mu_f} = \left(1 + \frac{2.5\phi_s}{2\left(1 - \frac{\phi_s}{0.605}\right)}\right)^2 \quad (A.15)$$

Morris et Boulay (Morris and Boulay, 1999) ont proposé un nouveau modèle sans paramètres ajustables, dans le but de mieux refléter les résultats expérimentaux :

$$\mu_r = \frac{\mu_{app}}{\mu_f} = 1 + 2.5\phi_s \left(1 - \frac{\phi_s}{\phi_{s,max}}\right)^{-1} + 0.1 \left(\frac{\phi_s}{\phi_{s,max}}\right)^2 \left(1 - \frac{\phi_s}{\phi_{s,max}}\right)^{-2} \quad (A.16)$$

Cheng et al. (Cheng and Law, 2003) ont proposé un modèle générale exponentiel pour évaluer la viscosité relative d'un mélange particules–fluide :

$$\mu_r = \frac{\mu_{app}}{\mu_f} = \exp\left[\frac{2,5}{\beta} \left(\frac{1}{(1 - \phi_s)^\beta} - 1\right)\right] \quad (A.17)$$

Où β est un paramètre ajustable.

Cette équation A.17 peut être utilisé pour représenter diverses relations semi-empiriques qui ont été dérivées en grande partie sur une base de données expérimentales. Par exemple, la formule donnée par Mooney pour $\phi_{s,max} = 0,74$ peut être bien approximée par Eq. (A.17) avec $\beta = 2$, (cf.Figure A.3).

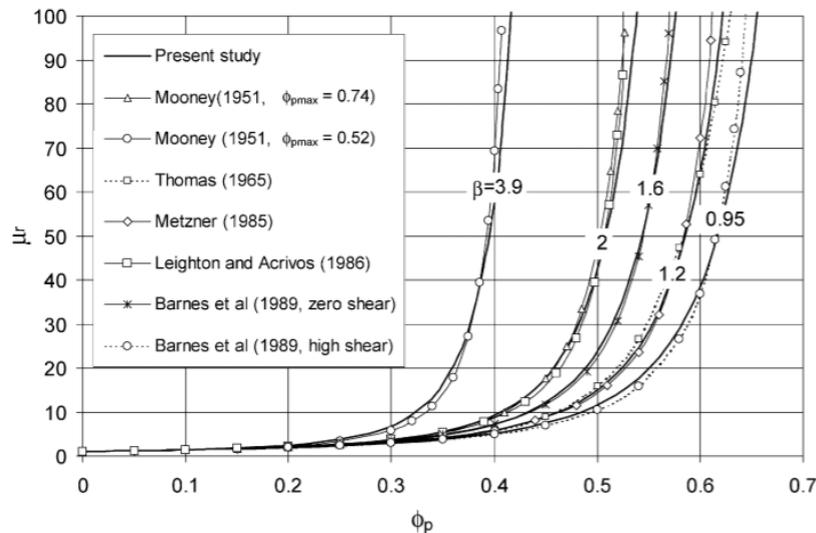


FIGURE A.3 – Comparaison entre les différents modèles de viscosité relative et celui de Cheng et al.(Cheng and Law, 2003).

A.2 Comparaison entre les différents modèles de viscosité relative

Le tableau A.1 donne les principaux modèles de viscosité relatives de suspensions diluées et à concentrations modérées. La plupart des modèles sont dérivés de l'équation d'Einstein, mais d'autres modèles présentent des approches plus originales.

TABLE A.1 – État de l'art avec classification chronologique des viscosités relatives des suspensions diluées et à concentrations modérées (Avec $\mu_r = \frac{\mu_{app}}{\mu_f}$ la viscosité relative, $\phi_{s,max}$ la fraction volumique maximale d'empilement de particules compact, ϕ_s la fraction volumique solide et $[\eta]$ la viscosité intrinsèque, dans le cas des sphères $[\eta] = 2, 5$).

Auteur	Relation proposée	Validités	Particule
(Einstein, 1906)	$\mu_r = (1 + 2,5\phi_s)$	$\phi_s \leq 2\%$, Modèle théorique	Sphérique $d_p \leq 2\mu\text{m}$
(Kunitz, 1926)	$\mu_r = \frac{(1+0,5\phi_s)}{(1+\phi_s)^4}$	$10\% \leq \phi_s \leq 40\%$, Modèle empirique	Sphérique
(Guth, 1936)	$\mu_r = (1 + 2,5\phi_s + 14,1\phi_s^2)$, Modèle semi-empirique	$\phi_s \geq 2\%$	Sphérique
Steimour (1944), cité par (Demasles, 2002)	$\mu_r = exp(4,2\phi_s)$, Modèle semi-empirique	$0\% \leq \phi_s \leq 40\%$	Sphérique
(Brinkman, 1952)	$\mu_r = (1 - \phi)^{-2,5}$, Modèle empirique	$\phi_s \leq 4\%$	Sphérique
(Batchelor, 1972)	$\mu_r = (1 + 2,5\phi_s + 7,6\phi_s^2)$, Modèle semi-empirique	$\phi_s \leq 10\%$	Sphérique
(Graham, 1981)	$\mu_r = \left(1 + 2,5\phi_s + 4,5 \left[\frac{1}{\left(\frac{h}{d_p} \left(2 + \frac{h}{d_p}\right)\right) \left(1 + \frac{h}{d_p}\right)^2} \right]\right)$	$2\% \leq \phi_s \leq 50\%$ $\phi_{s,max} = 62,5\%$	Sphérique
(Dabak and Yucel, 1986)	$\mu_r = \left(1 + \frac{[\eta]\phi_{s,max}\phi_s}{n(\phi_{s,max} - \phi_s)}\right)^n$	$n = 2$	Sphérique
Mori-Ototake, cité par (Bel, 1996)	$\mu_r = \left(1 + \frac{1,56\phi_s}{0,52 - \phi_s}\right)$	$10\% \leq \phi_s \leq 40\%$	Sphérique

Le tableau A.2 et A.3 donne les principaux modèles de suspensions à concentrations élevées. La plupart des modèles sont dérivés de l'équation d'Einstein, mais d'autres modèles présentent des approches plus originales. Tous ces modèles décrivent l'évolution des viscosités relatives des suspensions. Cependant, ces modèles divergent pour des fractions volumiques supérieures à $\phi_{s,max}$ qui varient entre $\phi_{s,max} = 45\%$ et $\phi_{s,max} = 64\%$ selon les modèles.

TABLE A.2 – État de l'art avec classification chronologique des viscosités des suspensions à concentrations élevées (Avec $\mu_r = \frac{\mu_{app}}{\mu_f}$ la viscosité relative, $\phi_{s,max}$ la fraction volumique maximale d'empilement de particules compact, ϕ_s la fraction volumique solide et $[\eta]$ la viscosité intrinsèque, dans le cas des sphères $[\eta] = 2,5$).

Auteur	Relation proposée	Validités et remarques	Particules
(Eilers, 1941)	$\mu_r = \left(1 + \frac{1,25\phi_s}{1 - \frac{\phi_s}{\phi_{s,max}}}\right)^2$	Modèle semi-empirique	Sphériques
(Bruijn, 1942)	$\mu_r^{-1} = 1 + 2,5\phi_s + 1,552\phi_s^2$	–	Sphériques
(Mooney, 1951)	$\mu_r = \exp\left(\frac{\xi\phi_s}{1 - \frac{\phi_s}{\phi_{s,max}}}\right)$	$\xi = 2,5$	Sphériques
(Roscoe, 1952)	$\mu_r = (1 - 1,35\phi_s)^{-2,5}$	$\rho_p \approx \rho_f$, Modèle théorique	Sphériques rigides
(Krieger and Dougherty, 1959)	$\mu_r = \left[1 - \frac{\phi_s}{\phi_{s,max}}\right]^{-\eta\phi_{s,max}}$	$49,5\% \leq \phi_{s,max} \leq 60,5\%$	Sphériques
(Thomas, 1965) cité par (Demasles, 2002)	$\mu_r = (1 + 2,5\phi_s + 10,05\phi_s^2 + 0,00273 \exp(16,6\phi_s))$	Modèle semi-empirique $0\% \leq \phi_s \leq 62\%$	Sphériques $0.099 \leq d_p \leq 435 \mu\text{m}$
(Frankel and Acrivos, 1967)	$\mu_r = \frac{9}{8} \left[\frac{\left(\frac{\phi_s}{\phi_{s,max}}\right)^{\frac{1}{3}}}{\left(\frac{\phi_{s,max} - \phi_s}{\phi_{s,max}}\right)^{\frac{1}{3}}}\right]$	$0,5236 \leq \phi_s \leq 0,7405$ $\phi_{s,max}$ est déterminé expérimentalement	Sphériques
(Chong et al., 1971)	$\mu_r = \left(1 + 0,75 \frac{\phi_s}{1 - \frac{\phi_s}{\phi_{s,max}}}\right)^2$	Modèle empirique	Sphériques
(Quemada, 1977)	$\mu_r = \left(1 - \frac{\phi_s}{\phi_{s,max}}\right)^{-2}$	–	N'inclut pas la géométrie des particules
(Kitano et al., 1981)	$\mu_r = \left(\frac{1}{\left(1 - \frac{\phi_s}{\phi_{s,max}}\right)^2}\right)$	$\phi_{s,max} = 0,60$	Sphériques

TABLE A.3 – État de l’art avec classification chronologique des viscosités des suspensions à concentrations élevées (Avec $\mu_r = \frac{\mu_{app}}{\mu_f}$ la viscosité relative, $\phi_{s,max}$ la fraction volumique maximale d’empilement de particules compact, ϕ_s la fraction volumique solide et $[\eta]$ la viscosité intrinsèque, dans le cas des sphères $[\eta] = 2,5$).

Auteur	Relation proposée	Validités	Particules
(Mills, 1985)	$\mu_r = \left(\frac{1-\phi_s}{(1-\frac{\phi_s}{\phi_{s,max}})^2} \right)$	$\phi_{s,max} = 0,57$	Sphériques
(Metzner, 1985)	$\mu_r = \left(1 - \frac{\phi_s}{\phi_{s,max}} \right)^{-2}$	Modèle empirique $\phi_{s,max} = 0,68$	Sphériques
(Leighton, 1985)	$\mu_r = \left(1 + \frac{1,5\phi_s}{1-\frac{\phi_s}{\phi_{s,max}}} \right)^2$	$\phi_{s,max} = 0,58$	Sphériques
(Leighton and Acrivos, 1987)	$\mu_r = \left(1 + \frac{0,5[\eta]\phi_s}{1-\frac{\phi_s}{\phi_{s,max}}} \right)^2$	$[\eta] = 2,5$ $\phi_{s,max} = 0,58$	Sphérique
(Morris and Boulay, 1999)	$\mu_r = 1 + 2,5\phi_s \left(1 - \frac{\phi_s}{\phi_{s,max}} \right)^{-1} + 0,1 \left(\frac{\phi_s}{\phi_{s,max}} \right)^2 \left(1 - \frac{\phi_s}{\phi_{s,max}} \right)^{-2}$		Sphérique
(Coussot, 1999)	$\mu_r = \left(1 + \frac{2,5\phi_s}{2(1-\frac{\phi_s}{0,605})} \right)^2$	Modèle empirique $\phi_{s,max} = 60,5\%$	Sphériques
(Zarraga et al., 2000)	$\mu_r = \frac{\exp(-2,34\phi_s)}{\left(1 - \frac{\phi_s}{\phi_{s,max}} \right)^3}$	Modèle empirique $\phi_{s,max} = 0,62$	Sphériques
(Cheng and Law, 2003)	$\mu_r = \exp \left[\frac{2,5}{\beta} \left(\frac{1}{(1-\phi_s)^\beta} - 1 \right) \right]$		Sphérique
(Koda and Furuse, 2006)	$\mu_r = \frac{1+0,5k\phi_s-\phi_s}{(1-k\phi_s)^2(1-\phi_s)}$	$k = 1 + 0,6\phi_s$	Sphériques

la figure A.4 représente une comparaison entre les différents modèles de viscosité relative en fonction de la fraction volumique solide ϕ_s pour une suspension de sphères rigides monodisperses, le but est d'observer les différences entre modèles et cela pour une fraction volumique en solide $0 \leq \phi_s \leq 0,62$. On remarque l'existence de trois zones de criticités distinctes comme suit : Les relations de (Mooney, 1951) et (Cheng and Law, 2003) avec une valeur de $\beta = 3.9$ divergent dès que la fraction volumique solide atteint $[0,4-0.42]$, celles de (Quemada, 1977), (Zarraga et al., 2000), (Leighton, 1985), (Mills, 1985), (Leighton and Acrivos, 1987), (Kitano et al., 1981), (Dabak and Yucel, 1986), (Chong et al., 1971), (Eilers, 1941), (Coussot, 1999), (Krieger and Dougherty, 1959) et (Morris and Boulay, 1999) divergent vers $[0,50-0,58]$ et celles de (Thomas, 1965), (Metzner and Reed, 1955), (Koda and Furuse, 2006) et (Roscoe, 1952), divergent quand $\phi_s \geq 0,60$. Cette caractéristique de divergence de la viscosité relative illustre la répulsion hydrodynamique s'opposant au rapprochement de particules très proche se taux forces de contact qui conduisent au blocage de la suspension pour des fortes fractions volumiques (Bonnoit, 2009).

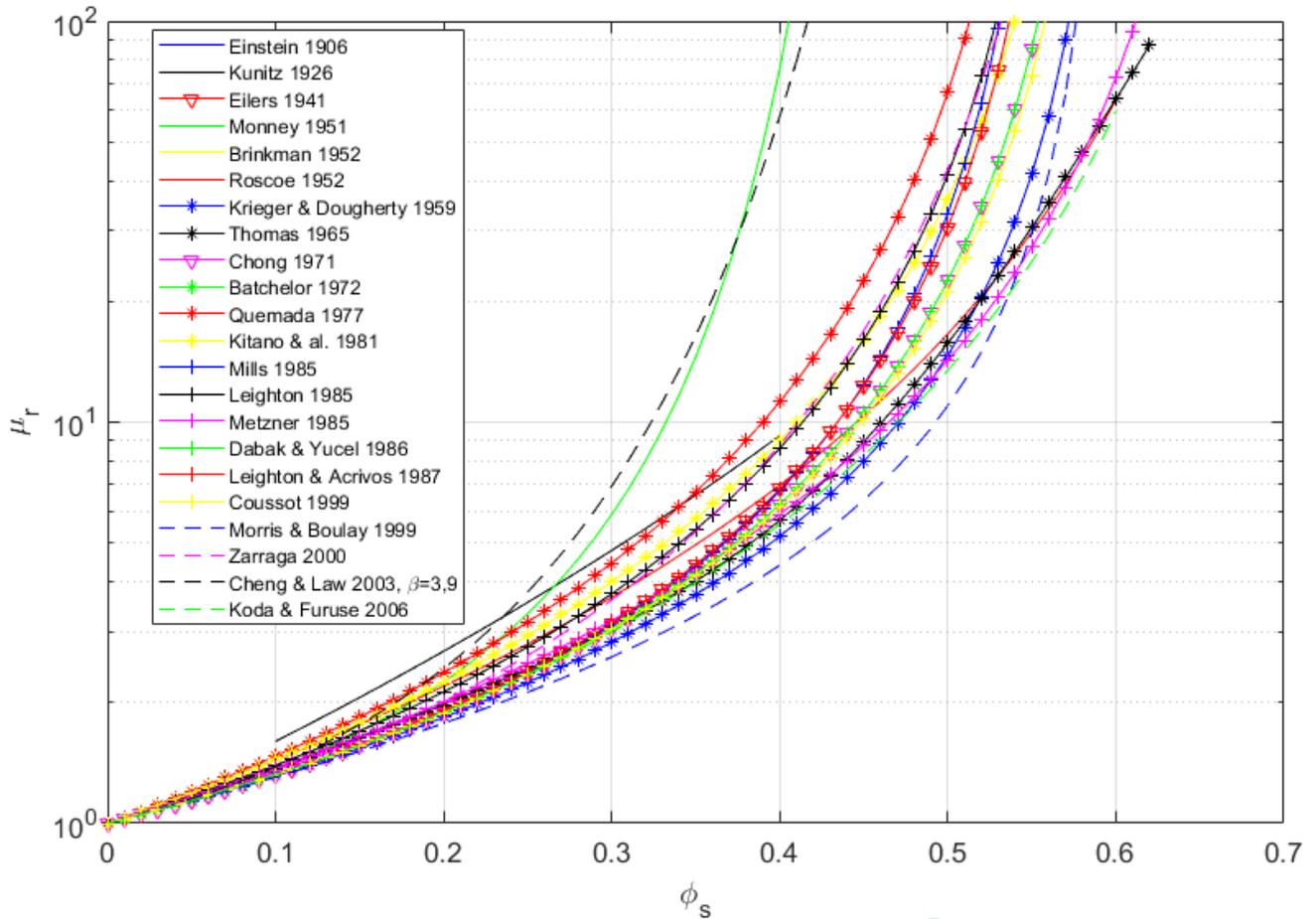


FIGURE A.4 – Comparaison entre les différents modèles de viscosité relative en fonction de la fraction volumique solide $\phi_s < 65\%$ pour une suspension de sphères rigides monodisperses.

la figure A.5 représente une comparaison entre les différents modèles de viscosité relative en fonction de la fraction volumique solide ϕ_s pour une suspension de sphères rigides monodisperses, le but est d'observer les différences entre modèles et cela pour une fraction volumique en solide $0 \leq \phi_s \leq 0,30$. Nous notons qu'une grande partie des modèles sont en accord avec le modèle théorique d'Einstein (Einstein, 1906) à faibles concentrations, car la plupart d'entre eux sont basés sur l'extension du modèle d'Einstein (tous les modèles respectent la limite théorique d'Einstein). Nous notons également que le modèle de Cheng et al. (Cheng and Law, 2003) (pour une valeur de $\beta = 3,9$) est confondu avec le modèle de Monney à haute concentration (cf. Figure A.4), mais à faible concentration la valeur de β du modèle de Cheng et al. doit être ajustée pour mieux représenter le modèle de Monney. Le modèle de (Eilers, 1941), (Mills, 1985), (Cousso, 1999), (Koda and Furuse, 2006), (Thomas, 1965), (Dabak and Yucel, 1986), (Leighton and Acrivos, 1987) et (Chong et al., 1971) sont presque confondus et ils ont le même comportement, la différence de ces modèles se fait principalement sur la courbure pour atteindre la divergence (cf. Figure A.4).

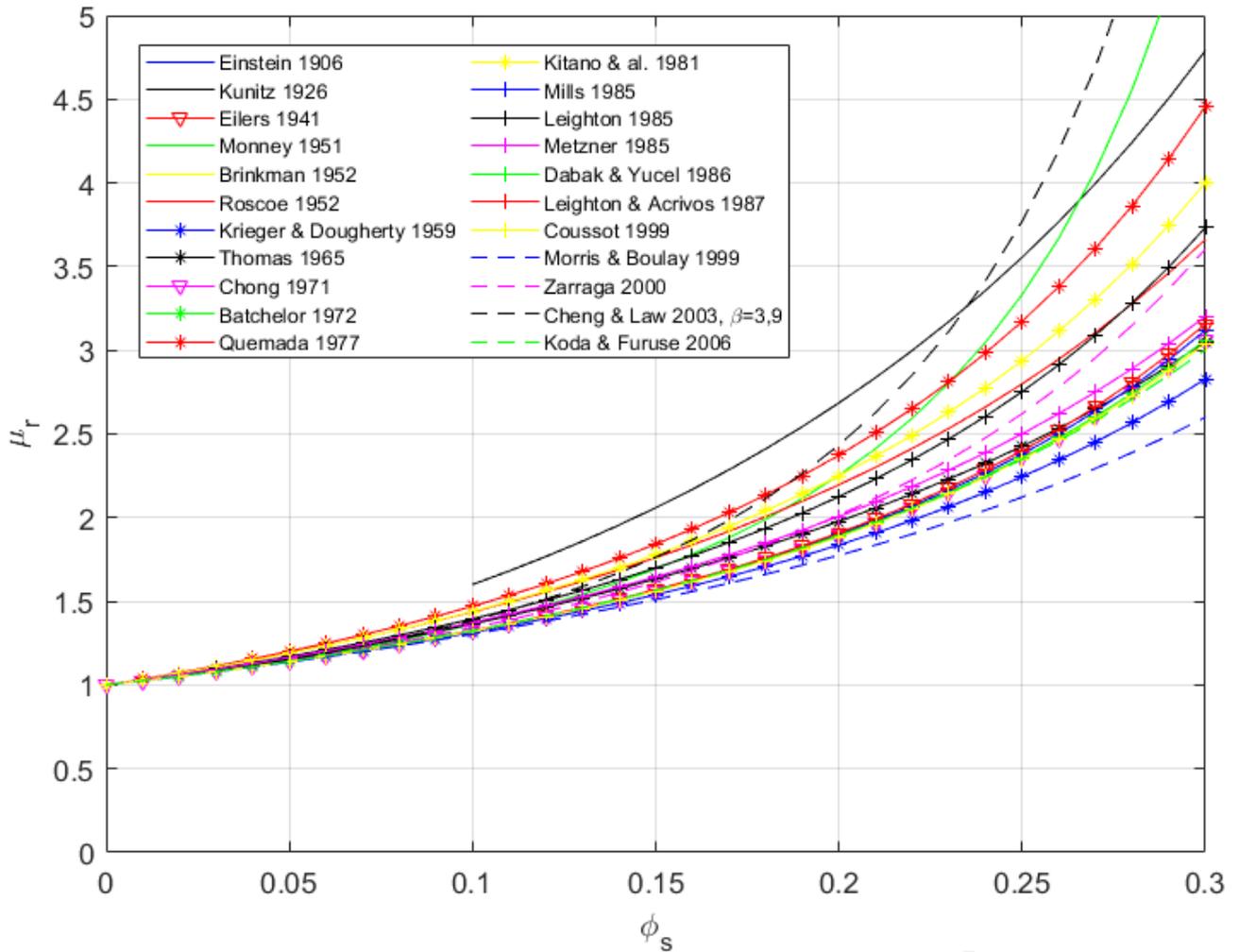


FIGURE A.5 – Comparaison entre les différents modèles de viscosité relative en fonction de la fraction volumique solide $\phi_s < 30\%$ pour une suspension de sphères rigides monodisperses.

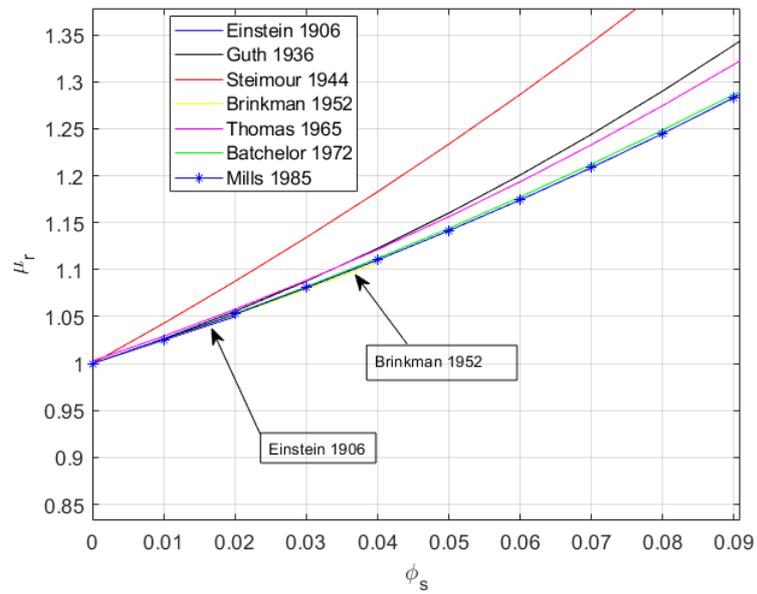


FIGURE A.6 – Comparaison entre les différents modèles de viscosité relative en fonction de la fraction volumique solide $\phi_s < 0,09\%$ pour une suspension de sphères rigides monodisperses.

Bibliographie

- Allen, T. (1968). Particle size measurement. *Fourth edition, Powder Technology Series, Chapman et Hall, The Netherlands.*
- Andersson, V. and Gudmundsson, J. (2000). Flow properties of hydrate-in-water slurries. *Annals of the New York Academy of Sciences*, 912 :322–329.
- Barnes, H. (1989). Review of shear-thickening of suspensions. *Journal of Rheology*, 2 :329–366.
- Batchelor, G. K. (1972). The determination of the bulk stress in a suspension of spherical particles to order c^2 . *Journal of Fluid Mechanics*, 56(3) :401–427.
- Bel, O. (1996). *Contribution à l'étude du comportement thermo-hydraulique d'un mélange diphasique dans une boucle frigorifique à stockage d'énergie*. PhD thesis, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon (France).
- Blanc, F. (2011). *Rhéologie et microstructure des suspensions concentrées non browniennes*. PhD thesis, Université Nice Sophia Antipolis.
- Bonnefoy, O. (2020). *Ecoulements polyphasiques (introduction)*. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne.
- Bonnoit, C. (2009). *Écoulement de suspensions granulaires modèles*. PhD thesis, SPCI Paris-TECH.
- Brinkman, H. C. (1952). The viscosity of concentrated suspensions and solutions. *J. Chem. Phys.*, 20(4) :571.
- Bruijn, H. D. (1942). Viscosity of suspensions of spherical particles. *Rec. trav. chim.*, 61 :863–874.
- Camargo, R. (2001). *Propriétés rhéologiques de suspensions d'hydrate dans des bruts asphalténiques*. PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie, Paris VI.
- Cheng, N. S. and Law, A. W.-K. (2003). Exponential formula for computing effective viscosity. *Powder Technology*, 29(1–3) :156—160.
- Chong, J. S. (1962). *Rheology of Concentrated Suspensions*. PhD thesis, Univ. of Utah.
- Chong, J. S., Christianses, E. B., and Baer, A. D. (1971). Rheology of concentrated suspensions. *Journal of Applied Polymer Science*, 15 :2007–2021.

- Clain, P. (2014). Couplage entre le stockage et distribution de froid par coulis d'hydrates. *Université Pierre et Marie Curie*, page 238.
- Clain, P., Delahaye, A., Fournaison, L., Mayoufi, N., Dalmazzone, D., and Fürst, W. (2012). Rheological study of CO₂ hydrate slurry in a dynamic loop applied to secondary refrigeration. *Chemical Engineering Journal*, 193–194 :112–122.
- Clain, P., Salehy, Y., Boufares, A., Osswald, V., Delahaye, A., and Fournaison, L. (2017). Rheological study on CO₂ hydrate slurries for secondary refrigeration. *ENERGETIKA*, pages 105–112.
- Couarraze, G. (2000). *Initiation à la rhéologie*. Paris : Grossiord Jean-Louis, Tec & Doc – Lavoisier.
- Coussot, P. (1999). *Rhéophysique des pâtes et des suspensions*. Edition EDP Sciences.
- Dabak, T. and Yucel, O. (1986). Shear viscosity behavior of highly concentrated suspensions at low and high shear-rates. *Rheologica Acta*, 25 :527–533.
- Delahaye, A., Fournaison, L., and Guilpart, J. (2010). Characterisation of ice and thf hydrate slurry crystal size distribution by microscopic observation method. *international journal of refrigeration*, 33 :1639–1647.
- Delahaye, A., Fournaison, L., Marinhas, S., and Martínez, M. C. (2008). Rheological study of CO₂ hydrate slurry in a dynamic loop applied to secondary refrigeration. *Chemical Engineering Science*, 63 :3551–3559.
- Demasles, H. (2002). *Etude des transferts de chaleur d'un fluide frigoporteur diphasique à changement de phase liquide-solide dans un échangeur à plaques lisses*. PhD thesis, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon (France).
- Eilers, H. (1941). Die viskosität von emulsionen hochviskoser stoffe als funktion der konzentration. *Kolloid-Zeitschrift*, 97 :313–321.
- Einstein, A. (1906). Eine neue bestimmung der molekuldimension. *Ann. Physik*, 4(19) :289–306.
- Fall, A., Lemaitre, A., Bertrand, F., Bonn, D., and ovralez, G. (2010). Shear thickening and migration in granular suspensions. *Physical Review Letters*, 105 :268303.
- Farris, R. J. (1968). Prediction of the viscosity of multimodal suspensions from unimodal viscosity data. *Trans. Soc. Rheol.*, 12(2) :281–301.
- Frankel, N. and Acrivos, A. (1967). On the viscosity of a concentrated suspension of solid particles. *Chem. Eng. Sc.*, 22 :847–853.
- Graham, A. L. (1981). On the viscosity of suspensions of solid spheres. *Appl. Sci. Res.*, 37(3-4) :275–286.
- Guazzelli, E. and Pouliquen, O. (2018). Rheology of dense granular suspensions. *J. Fluid Mech*, 852.
- Guillemin, J. P., Werckerle, A., Brunet, L., Bonnefoy, O., and Thomas, G. (2006). Application d'un modèle de viscosité à la coulée d'explosifs : Modélisation du temps de coulée. *Rhéologie, Groupe français de rhéologie*, 10 :40–48.

- Guth, E. (1936). Untersuchungen über die viscosität von suspensionen und lösungen - i. Über die viscosität von suspensionen. *Kolloid-Z*, 74 :147.
- Hinch, J. (2010). A perspective of batchelor's research in micro-hydrodynamics. *Journal of Fluid Mechanics*, 663 :8—17.
- Jeffery, G. B. (1922). The motion of ellipsoidal particles immersed in a viscous fluid. *Proc. R. Soc. Lond.*, 102 :161—179.
- Kauffeld, M., Kawaji, M., and Egolf, P. (2005). Handbook on ice slurries fundamentals and engineering. *International Institute of Refrigeration*.
- Kitano, T., Kataoka, T., and Shirota, T. (1981). An empirical equation of the relative viscosity of polymer melts filled with various inorganic fillers. *Rheologica. Acta.*, 20(2) :207–209.
- Koda, K. and Furuse, H. (2006). Extension of einstein's viscosity equation to that for concentrated dispersions of solutes and particles. *Journal of Bioscience and Bioengineering*, 102(6) :524–528.
- Krieger, I. M. and Dougherty, T. (1959). A mechanism for non-newtonian flow in suspensions of rigid spheres. *Trans. Soc. Rheol.*, 3(1) :137—152.
- Kunitz, M. (1926). An empirical formula for the relation between viscosity of solution and volume of solute. *Laboratories of The Rockefeller Institute for Medical Research*, 9 :715–725.
- Lassaigne, M. (2015). *Caractérisation des suspensions concentrées en milieu visqueux*. PhD thesis, Université de montréal.
- Leighton, D. and Acrivos, A. (1987). Measurement of self-diffusion in concentrated suspensions of spheres. *Journal of Fluid Mechanics*, 177 :109–131.
- Leighton, D. T. (1985). *The shear induced migration of particulates in concentrated suspensions*. PhD thesis, Stand ford University.
- Machado, A. (2016). *Contribution à la rhéologie des suspensions : migration, rhéoépaississement*. PhD thesis, Université de Bordeaux.
- Marinhas, S. (2006). *Caractérisation thermohydraulique de coulis d'hydrates de gaz en vue d'une application a la refrigeration secondaire*. PhD thesis, Université Paris 13.
- Mayoufi, N. (2010). *Caractérisation de coulis d'hydrates contenant du CO2 appliqués à des systèmes frigorifiques*. PhD thesis, Ecole Polytechnique.
- Metzner, A. (1985). Rheology of suspensions in polymeric liquids. *Journal of Rheology*, 29 :739.
- Metzner, A. and Reed, J. (1955). Correlation of the laminar, transition, and turbulent flow regions. *AIChE J.*, 1 :434—440.
- Midoux, N. (1993). *Mécanique et rhéologie des fluides en génie chimique*. Edition Lavoisier.
- Mills, P. (1985). Non-newtonian behaviour of flocculated suspensions. *Journal de Physique — Lettres*, 46 :L301–L309.

- Mooney, M. (1951). The viscosity of a concentrated suspension of spherical particles. *J. Colloid Sci.*, 6(2) :162—170.
- Morris, J. F. and Boulay, F. (1999). Curvilinear flows of noncolloidal suspensions : The role of normal stresses. *Journal of Rheology*, 43(5) :1213.
- Oseen, C. (1913). Ueber den gueltigkeitsbereich der stokesschen widerstandsformel. *Friedländer*.
- Paar, A. (2011). <https://wiki.anton-paar.com/en/the-influence-of-particles-on-suspension-rheology/>.
- Pabst, W., Gregorova, E., and Berthold, C. (2006). Particle shape and suspension rheology of short-fiber systems. *Journal of the European Ceramic Society*, 26 :149—160.
- Pednekar, S., Chun, J., and Morris, J. (2018). Bidisperse and polydisperse suspension rheology at large solid fraction. *Journal of Rheology*, 62(2) :513—526.
- Peysson, Y. (2004). Solid/liquid dispersions in drilling and production. *Oil Gas Science and Technology—Rev. IFP*, 59 :11–21.
- Pinkerton, H. and Stevenson, R. (1992). Methods of determining the rheological properties of magmas at sub-liquidus temperatures. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 53 :47.
- Quemada, D. (1977). Rheology of concentrated dispersion systems and minimum energy dissipation. *Rheol. Act.*, 16 :82–94.
- Ramacciotti, M. (1999). *Etude du comportement rheologique de melanges issus de l'interaction corium/beton*. PhD thesis, Université de Provence (Aix-Marseille I).
- Robinson, J. V. (1949). *Proc. phys. Soc.*, 4 :338.
- Roscoe, R. (1952). The viscosity of suspensions of rigid spheres. *British Journal of Applied Physics*, 3(8) :267.
- Rutgers, I. R. (1962). Relative viscosity and concentration. *Rheologica Acta*, 2 :305—348.
- Sinquin, A., Palermo, T., and Peysson, Y. (2004). Étude de la rhéologie et des propriétés d'écoulement de suspensions d'hydrate de gaz : Rheological and flow properties of gas hydrate suspensions. *oil & Gas Science and Technology – Rev. IFP*, 59(1) :41–57.
- Sweeny, K. H. and Geckler, R. D. (1954). *J. Appl. Phys.*, 25 :1135.
- Thomas, D. G. (1965). Transport characteristics of suspension : VIII. a note on the viscosity of newtonian suspensions of uniform spherical particles. *Journal of Colloid Science*, 20 :267–277.
- Tourbin, M. (2006). *Caractérisation et comportement de suspensions concentrées de nanoparticules sous écoulement : Application aux processus d'agrégation et de rupture*. PhD thesis, Institut national polytechnique de toulouse.
- Upadhyay, R. D. and Kale, D. D. (2001). Rheological and optical properties of polypropylène filled with synthetic silicates and calcium carbonate. *Journal of Polymer Research*, 8(3).

- Wang, J. (2008). *Etude rhéologique du comportement rhéo-épaississant d'un polymère amphiphile*. PhD thesis, Université du Maine – Le Mans.
- Ward, S. G. and Whitmorer, L. B. (1950). Studies of the viscosity and sedimentation of suspensions part 1. - the viscosity of settling suspensions of spherical particles. *J. Appl. Phys.*, 1 :286.
- Williams, P. S. (1953). *J. Appl. Chem.*, 3 :120.
- Zarraga, I. E., Hill, D. A., and Leighton, D. T. (2000). The characterization of the total stress of concentrated suspensions of non colloidal spheres in newtonian fluids. *Journal of Rheology*, 44(2) :185–220.
- Ziegel, K. D. (1970). The viscosity of suspensions of large, nonspherical particles in polymer fluids. *Journal of Colloid and Interface Science*, 34(2) :185–196.