

N° d'ordre :

École Doctorale Mathématiques, Sciences de  
l'Information et de l'Ingénieur

---

UdS – INSA – ENGEES

## THÈSE

présentée pour obtenir le grade de

**Docteur de l'Université de Strasbourg**  
**Discipline : Science pour l'ingénieur**  
**Spécialité : Mécanique des fluides**

par

**Abdelhakim Benslimane**

**Rhéologie et écoulement de fluides chargés : Application  
aux réseaux d'assainissement urbains. Etude  
expérimentale et modélisation.**

Soutenue publiquement le 17/12/2012

### **Membres du jury**

<i>Rapporteur externe</i>	Albert MAGNIN, Pr, DR CNRS	LRP/UJF - Grenoble
<i>Rapporteur externe</i>	Cherif NOUAR, Pr, DR CNRS	LEMTA/ENSEM - Nancy
<i>Examineur</i>	Dominique DUPUIS, Pr,	ENSISA / LPMT/UHA- Mulhouse
<i>Directeur de thèse</i>	Karim BEKKOUR, MC HDR,	IMFS/UdS - Strasbourg



Et ainsi de suite, et ainsi de suite. Avant d'être oubliés, nous serons changés en kitsch. Le kitsch, c'est la station de correspondance entre l'être et l'oubli.

Milan Kundera - L'insoutenable légèreté de l'être

J'ignore la vérité absolue. Je suis humble devant mon ignorance. Là résident mon honneur et  
ma récompense.

Khalil Gibran – Le sable et l'écume

---

A mes parents

A mes sœurs et mon frère





# Remerciements

Ce travail de thèse a été effectué à l'Institut de Mécanique des Fluides et des Solides (IMFS) de Strasbourg sous la direction de Karim Bekkour, à qui j'adresse mes premiers remerciements. Merci d'avoir accepté de me proposer ce sujet, de m'avoir accordé votre confiance tout au long de cette thèse mais surtout de m'avoir communiqué votre rigueur scientifique. Je tiens tout particulièrement à remercier Pierre François, qui m'a permis de mettre les mains dans la 'boue'. Tout simplement merci, sans toi je n'aurais pas pu finaliser ce travail.

Mes remerciements s'adressent également à Monsieur Albert Magnin, Directeur de Recherche CNRS et à Monsieur Cherif Nouar, Directeur de Recherche CNRS, de m'avoir fait l'honneur d'expertiser mon travail en tant que rapporteurs, et à Madame Dominique Dupuis, Professeur à l'université de haute Alsace, d'avoir accepté de faire partie du jury et de l'avoir présidé.

Je tiens ensuite à remercier Monsieur Hocine Bechir, Professeur à l'université de Béjaia, d'avoir répondu favorablement à mon invitation, d'avoir assisté à ma soutenance de thèse ainsi que pour les nombreuses discussions scientifiques que j'ai pu partager avec lui.

Je tiens à remercier Yves Raymond et Robert Mose qui se sont succédés à la direction de l'IMFS, de m'avoir accueilli. Je remercie également l'ensemble du personnel que j'ai côtoyé durant ces années passées au laboratoire pour leur bonne humeur et leurs compétences.

J'adresse mes remerciements à José Vazquez et Matthieu Dufresne de m'avoir initié à la CFD et de m'avoir ouvert l'esprit vers le milieu industriel.

Ces années passées à l'IMFS m'ont apporté beaucoup sur le plan scientifique mais aussi énormément sur le plan humain et personnel. Je remercie toute l'équipe HU (Hydraulique Urbaine) d'avoir permis mon intégration, d'avoir fait de mon séjour en France une expérience exceptionnelle et surtout d'avoir été une seconde famille pour moi. Je pense d'abord à ceux qui ont partagé mon bureau : Vivien (merci pour tout l'ami), Quentin (nos discussions politico-philosophiques vont me manquer), Ilyes, et Florent, qui ont, malgré eux, supporté mes humeurs durant ces longues années, mais je pense aussi aux autres collègues : **Ma** pote Noël, Sandra, Marie, Charlotte, Daniel, Fabrice, Martin. Je ne trouverai pas les mots pour vous remercier.

Ces années passées à l'étranger étaient une expérience très enrichissante pour moi, pleine d'émotions, de hauts et de bas, d'excellents moments de partage, des années marquées par des gens, une équipe, des moments, une ville, un pays... J'envoie une pensée à tous ceux que mon chemin a croisé un jour ou l'autre durant cette période. Un clin d'œil à mes amis grecs les fêtards (Elina, Aggeliki, Fotini, Eleni, Thodwris, Elpis, Erato).

Je pense à mes amis proches qui m'ont aidé, encouragé et supporté pendant ces années et particulièrement à Asimina, qui m'a accompagné durant la dernière ligne droite.

Ainsi qu'à ceux dont les noms ne figurent pas sur cette liste et qui m'ont soutenu d'une manière ou d'une autre. Et finalement, je remercie tous ceux qui n'ont jamais cessé de croire en moi.

Cette thèse n'a pu être réalisée que grâce au soutien financier (bourse d'étude) accordé par le Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique de l'Algérie. Je remercie le personnel de la Direction de la Coopération et des Echanges Inter-Universitaire.

Abdelhakim Benslimane

Janvier 2013

# **SOMMAIRE**

# SOMMAIRE

<b>SOMMAIRE.....</b>	<b>i</b>
<b>INTRODUCTION GENERALE.....</b>	<b>1</b>
<b>CHAPITRE 1. THEORIE ET BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>11</b>
1.1 Introduction.....	15
1.2 Rhéologie .....	15
1.2.1 Comportement Newtonien .....	16
1.2.2 Comportement non-Newtonien.....	18
1.3 Ecoulement en conduite cylindrique d'un fluide de Herschel-Bulkley .....	28
1.3.1 Ecoulement laminaire.....	28
1.3.2 Transition laminaire-turbulent .....	28
1.3.3 Ecoulement turbulent .....	29
1.3.4 Nombre de Reynolds.....	29
1.3.5 Nombre d'Oldroyd.....	30
1.3.6 Distribution des vitesses.....	30
1.3.7 Coefficient de frottement .....	33
1.4 Conclusion .....	36
1.5 Références .....	37
<b>CHAPITRE 2. PHYSICO-CHIMIE DES BOUES DE STEP.....</b>	<b>39</b>
2.1 Introduction.....	43
2.2 Boues biologiques de stations d'épuration.....	43
2.2.1 Le traitement des eaux usées.....	43
2.2.2 La physique des boues .....	44
2.2.3 Comportement rhéologique des boues biologiques .....	45

2.2.4	Relation entre le comportement rhéologique des boues et les propriétés physico-chimiques .....	50
2.2.5	Fluides modèles pour les boues biologiques .....	50
2.3	Conclusion .....	51
2.4	Références .....	52
<b>CHAPITRE 3.</b>	<b>MATERIELS ET METHODES .....</b>	<b>55</b>
3.1	Introduction .....	59
3.2	Techniques de mesure en écoulement .....	59
3.2.1	Boucle Hydraulique .....	59
3.2.2	Pompe PCM MOINEAU .....	65
3.2.3	La chaîne de mesure des vitesses .....	65
3.2.4	La chaîne de mesure des pressions .....	73
3.2.5	Contrôleur de pression .....	76
3.3	Technique de mesure rhéologique .....	76
3.3.1	La géométrie de mesure .....	77
3.3.2	Evaporation des échantillons .....	77
3.4	Fluides de travail .....	78
3.4.1	Bentonite .....	78
3.4.2	Carboxymethyl cellulose (CMC) .....	81
3.4.3	Préparation .....	82
3.5	Conclusion .....	82
3.6	Références .....	84
<b>CHAPITRE 4.</b>	<b>ECOULEMENT DE SUSPENSION DE BENTONITE .....</b>	<b>87</b>
4.1	Introduction .....	91
4.2	Etat de l'art .....	91
4.2.1	Rhéologie des systèmes eau-argile .....	91
4.2.2	Glissement à la paroi .....	92
4.2.3	Phénomène de couche cisailée dans la masse .....	92
4.2.4	Ecoulement de suspensions de bentonite en conduite .....	93
4.3	Mesures rhéologiques .....	95
4.3.1	Vieillissement des suspensions .....	96
4.3.2	Etat de référence .....	97

4.3.3	Mesures en écoulement .....	97
4.3.4	Mesures en oscillations .....	98
4.3.5	Synthèse .....	101
4.4	Écoulement des suspensions de bentonite en conduite.....	102
4.4.1	Evolution des paramètres d'écoulement .....	102
4.4.2	Démarrage de l'écoulement .....	108
4.4.3	Prédictions en écoulement laminaire, transitoire et turbulent des boues.....	115
4.4.4	Coefficients de frottement.....	118
4.4.5	Profils de vitesses .....	121
4.4.6	Synthèse .....	131
4.5	Écoulement à travers des singularités .....	131
4.5.1	Divergent.....	132
4.5.2	Diaphragme .....	136
4.6	Conclusion .....	139
4.7	Références .....	141
<b>CHAPITRE 5. ETUDE EXPERIMENTALE DES COMPLEXES BENTONITE-POLYMER.....</b>		<b>147</b>
5.1	Introduction .....	151
5.2	Etat de l'art.....	151
5.2.1	Interaction argile-polymère.....	151
5.2.2	Rhéologie des suspensions bentonite-polymère anionique .....	152
5.2.3	Présence de polymère en écoulement .....	153
5.3	Rhéologie des mélanges bentonite-CMC.....	157
5.3.1	Reproductibilité des résultats.....	157
5.3.2	Propriétés rhéologiques des différents fluides utilisés.....	159
5.4	Comportement en écoulement.....	162
5.4.1	Comportement non-newtonien des fluides .....	162
5.4.2	Coefficient de frottement .....	163
5.4.3	Profils de vitesse .....	165
5.5	Conclusion .....	170
5.6	Références .....	171
<b>CHAPITRE 6. EFFET DE LA TEMPERATURE SUR LES COMPLEXES ARGILE-POLYMER.....</b>		<b>177</b>

6.1	Introduction.....	181
6.2	Etat de l'art.....	181
6.3	Résultats et discussions.....	183
6.3.1	Mesures en écoulement pour les solutions de CMC.....	183
6.3.2	Mesures en écoulement pour des mélanges bentonite/CMC.....	189
6.3.3	Balayage en température.....	190
6.4	L'effet de la température sur le comportement en écoulement.....	193
6.4.1	Comportement non-Newtonien des fluides.....	193
6.4.2	Coefficient de frottement.....	194
6.4.3	Profils de vitesse.....	196
6.5	Conclusion.....	200
6.6	Références.....	201
	<b>CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES.....</b>	<b>205</b>





## Résumé

Ce travail est une contribution expérimentale à l'étude rhéologique et en écoulement de fluides complexes (à seuil et thixotropes) transitant dans un circuit hydraulique. Il s'agit notamment de suspensions de bentonite ainsi que des complexes bentonite/polymère. L'étude porte sur l'évolution des pertes de charge et des champs de vitesse et se situe en régime laminaire, transitoire et turbulent. L'étude a été réalisée en mettant au profit un vélocimètre ultrasonore Doppler pulsé développé au laboratoire.

Dans la première partie expérimentale de la thèse, des mesures rhéologiques et en écoulement ont été effectuées pour des suspensions de bentonite pure (sans additif) à différentes concentrations. Les caractères rhéofluidifiant, viscoélastique et à seuil des suspensions ont été mis en évidence par des mesures rhéologiques. A partir des essais sur boucle hydraulique, l'évolution des différents paramètres au cours de l'écoulement ont été présentés en relation avec les protocoles de mesure mis en place. Une étude détaillée est présentée sur l'évolution des coefficients de frottement et des profils de vitesse pour les différents régimes d'écoulement. Les résultats expérimentaux ont été confrontés à des modèles empiriques et/ou analytiques.

Dans une seconde partie, une suspension de bentonite à une concentration massique de 5% et des mélanges de bentonite (5%) et carboxyméthyl cellulose (CMC) à différentes concentrations massiques ont été étudiées en termes de leur comportement rhéologique et hydrodynamique en écoulement en conduite. Les mesures rhéologiques ont révélé l'effet du polymère sur les propriétés rhéologiques de la suspension de bentonite. En ce qui concerne les mesures effectuées en boucle hydraulique, il a été montré que le polymère a des propriétés viscosifiantes en régime laminaire. Par contre, en régime turbulent, il agit comme un réducteur de frottement.

La dernière partie de la thèse fut consacrée à l'étude de l'influence de la température sur le comportement rhéologique des solutions de polymère et des mélanges argile/polymère. Les mesures rhéologiques à différents paliers de températures ainsi que les balayages en température ont mis en évidence le caractère thermodépendant des dispersions. Ce caractère se traduit par une diminution classique de la viscosité à mesure que la température augmente, jusqu'à atteindre une température critique à partir de laquelle une augmentation importante de la viscosité est observée.

Un schéma récapitulatif des différentes parties expérimentales réalisées dans le cadre de cette thèse a été présenté dans la Figure 1.

**Mots clés** boues biologiques, bentonite, polymère, non-Newtonien, vélocimétrie ultrasonore, écoulement en conduite, laminaire-turbulent, température.

# Mesures rhéologiques

	Mesures en écoulement	Mesures en Oscillation
Fluides testés	Suspension de bentonite Mélanges bentonite/polymère	Suspension de bentonite
Paramètres étudiés	Concentration Vieillissement Ajout de polymère Température	

## Mesures en écoulement dans une boocle d'essai

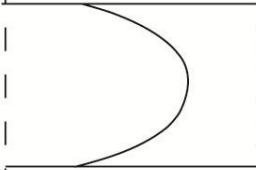
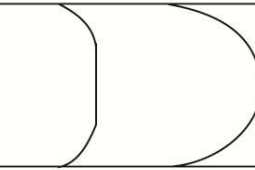
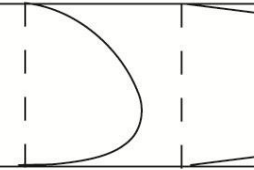
Paramètres de mesures utilisés	$f_e = 8 \text{ MHz}$ PRF= 20Hz		$f_e = 8 \text{ MHz}$ PRF= 16525- 25000 Hz	
				
Régimes d'écoulement	Phase de démarrage	Laminaire	Transitoire	Turbulent
Fluides testés	Suspension de bentonite (8%)	Suspension de bentonite (3.5, 5, 8%) bentonite/polymère 5%/0.1%-0.5%	Suspension de bentonite (3.5, 5%) bentonite /polymère 5%/0.1%-0.5%	Suspension de bentonite (3.5, 5%) bentonite /polymère 5%/0.1%
Paramètres étudiés	Vieillissement (âge de la suspension) Démarrage	Vieillissement Concentration Temps de repos Effet de l'ajout d'un polymère Température	Concentration Effet de l'ajout d'un polymère Température	

Figure 1. Schéma récapitulatif des différentes étapes expérimentales

# **INTRODUCTION GENERALE**

## INTRODUCTION

## 1. Contexte

Cette thèse constitue une suite des travaux initiés depuis plusieurs années à l'Institut de Mécanique des Fluides et des Solides de Strasbourg. De nombreuses thèses ont été menées dans les domaines de la caractérisation des propriétés rhéologiques de fluides complexes (Leyama (2001), Benchabane (2006), Ebagninin (2009), Ben Azouz-Ahmed (2010)) et du développement d'instrumentations permettant la mesure non intrusive du champ de vitesse des écoulements de fluides chargés et opaques (Fischer (2004), Jaafar (2006), Abda (2009)).

Les travaux présentés dans cette thèse portent principalement sur l'étude des propriétés rhéologiques et mécaniques de fluides complexes en écoulement dans un circuit hydraulique. Nous nous intéresserons à la compréhension et la modélisation du comportement mécanique en écoulement d'une catégorie particulière de fluides, à savoir : les boues biologiques. Ces recherches sont étroitement liées aux préoccupations des structures en charge de la gestion des réseaux d'assainissement urbains mais touchent également différentes autres problématiques dans divers domaines d'utilisation des fluides modèles utilisés (agroalimentaire, pétrolier, génie civil...).

La gestion des réseaux d'assainissement et des stations d'épuration est de plus en plus soumise à des enjeux réglementaires et environnementaux qui visent à diminuer les rejets dans le milieu naturel.

En France, c'est la Loi du 16 décembre 1964 relative au régime et à la répartition des eaux et à la lutte contre leur pollution qui crée à la fois le cadre juridique et les instances (agences financière de bassin) indispensables à la mise en œuvre d'une véritable politique de protection de la ressource. La promulgation de cette loi marque le point de départ d'une véritable course à l'épuration : en vingt ans, il ne se créera pas moins d'une dizaine de milliers de stations de traitement des eaux usées au niveau national. Or, il s'avère que les processus de traitement de ces eaux donnent lieu à la production d'un autre résidu : les boues issues de l'épuration dont il s'agit d'assurer l'évacuation. Jusqu'à très récemment, les produits résiduels de pollution étaient alors simplement mis en décharge. Une directive européenne du 26 avril 1999 a planifié la réduction progressive de la mise en décharge des déchets municipaux biodégradables (dont les boues d'épuration) jusqu'en 2015. Par ailleurs, une conséquence directe de la Directive Européenne sur l'assainissement des agglomérations est le doublement, au minimum, de la production de boues de station d'épuration dans les prochaines années : on devrait passer, pour l'Union Européenne, de 7.000.000 de tonnes de matières sèches, à 15 ou 20.000.000 de tonnes. Le problème de l'évacuation de ces sous-produits deviendra alors très préoccupant. En outre, pour une bonne gestion des stations d'épuration, les boues doivent être faciles d'utilisation, c'est-à-dire doivent pouvoir être stockées, reprises et transportées facilement. Par conséquent, cela passe par une bonne compréhension de leurs propriétés physico-chimiques.

## INTRODUCTION

Cette thèse est consacrée à l'étude des propriétés mécaniques des boues. Ces éléments polluants sont de nature très variée selon les modes de traitement pratiqués ; il y a pratiquement autant de boues que de stations d'épuration. Des travaux antérieurs ont montré que les boues résiduelles suffisamment épaisses ont un comportement non-Newtonien, à seuil et souvent thixotrope, ce qui a permis une certaine classification physique de ces produits. Dans cette optique et à partir de ces caractéristiques rhéologiques, il est alors fondamental d'étudier le comportement d'une boue en écoulement.

Nous souhaitons, par ce travail, apporter un supplément de connaissances quant au comportement mécanique des boues biologiques en écoulement, notamment en conduite cylindrique mais aussi lors de leurs passages à travers différentes singularités (divergent, diaphragme...). Pour des raisons évidentes d'hygiène et de reproductibilité des mesures, des fluides modèles ont été mis en œuvre. Il s'agit notamment de suspensions de bentonite ainsi que des mélanges bentonite/polymère. En effet, avec un comportement rhéofluidifiant, à seuil et thixotrope, ces fluides ont des caractéristiques mécaniques similaires à celles des boues biologiques. Ces propriétés particulières proviennent de la capacité des particules de bentonite à absorber plusieurs fois leur volume d'eau et à former des gels à certaines concentrations (concentration de gélification).

Lorsqu'il s'agit d'effectuer des mesures non intrusives de vitesse dans des écoulements de fluides opaques, la vélocimétrie ultrasonore s'avère être la technique la plus adaptée. Cette technique est utilisée à l'Institut de Mécanique des Fluides et des Solides (IMFS) de Strasbourg depuis plusieurs années. Un premier vélocimètre a été réalisé par Hurther (1995) sur les bases d'un système dédié à l'usage médical. Partant des connaissances acquises, une première version opérationnelle a été réalisée et a débouché sur un brevet [Fischer *et al.* (2002)].

Ce système a été validé par des mesures sur une boucle de laboratoire par comparaison avec des résultats obtenus par vélocimétrie laser. Cependant, Cette version était limitée par la mesure des vitesses, point par point. Le travail s'est poursuivi par la réalisation d'un système permettant l'acquisition d'un profil de vitesses instantané. Le travail a porté sur le système lui-même et les logiciels de commande et de traitement du signal.

L'objectif principal de l'axe de recherche est l'étude par la mesure des pertes de charge et des champs de vitesse dans des écoulements de fluides complexes grâce aux mesures de pression et de vitesse par vélocimétrie ultrasonore.

## 2. Rhéologie

(...) Les scientifiques qui apprécient les mathématiques aiment bien dire que les premiers travaux en rhéologie sont ceux des savants des XVII<sup>e</sup> et XIX<sup>e</sup> siècles qui ont largement précédé son identification, tels Newton et Hooke qui sont universellement célébrés pour leurs idées sur la viscosité et l'élasticité. Au XIX<sup>e</sup> siècle, des Français, Cauchy, Fourier, Navier et Poisson, et un Britannique Stokes, ont apporté des contributions essentielles à la théorie du champ. Poiseuille introduisit pour sa part un manomètre et publia ses travaux sur les écoulements capillaires. A la fin du siècle, Couette poursuivit les études de Poiseuille sur les capillaires et construisit la célèbre cellule de Couette. Mais de très nombreux autres savants ont joué un rôle majeur dans l'avancement de la connaissance des problèmes d'écoulements, y compris complexes et non linéaires, dans le champ et aux frontières, et ce dès le XIX<sup>e</sup> siècle. L'enseignement au XX<sup>e</sup> siècle a rapidement privilégié et isolé les formes mathématiques linéaires les plus simples, et évacué tout le reste, jusqu'à offrir parfois aux étudiants un déficit de sens physique.

Le temps joue un très grand rôle en rhéologie, comme l'atteste le nombre de Weissenberg. Or c'est aussi un thème éternel qui rend quelques dérives inévitables. On rencontre ainsi dans certains travaux des références aux textes sacrés et à des croyances variées bien étrangères à toute activité scientifique. Des détails techniques comme la proximité du r et du t sur les claviers, ou l'intervention intempestive de correcteurs typographiques qui veulent absolument remplacer rhéologie par théologie, ne font qu'accentuer le phénomène. Mais au-delà, toutes les sciences n'ont-elles pas été dans leur histoire soumises à l'épreuve des comportements humains : acharnements d'origine religieuse contre l'évolution des espèces ou la rotation de la Terre, interprétations hasardeuses des paraboles ambiguës énoncées par les philosophes anciens, voire autopersuasion des rayons N, de l'effet Jacq, ou de la mémoire de l'eau. La rhéologie ne peut faire exception.

Le troisième point de vue que je propose est relatif à la connaissance de la matière, au développement des arts et des techniques qui, le plus souvent, sont préalables aux développements scientifiques, et se sont poursuivis continûment depuis des époques si anciennes que l'on ne sait pas les identifier. Si je dis que « Lucie faisait déjà de la rhéologie en dégustant son yaourt aux fruits », l'anachronisme et le raccourci voulus attirent l'attention sur le fait que l'homme pratique (pas exclusivement) depuis toujours la rhéologie sans le savoir dans chacune de ses trois fonctions de nutrition, de relation et de reproduction.

Les astres, le globe terrestre, les métaux qui ont permis de classer les époques successives de la préhistoire, ont impliqué et impliquent des écoulements complexes, à comprendre encore aujourd'hui.

Les différentes fabrications de pâtes thixotropes fournissent une trame historique sur au moins cinq millénaires. Elles ont donné accès aux pains, modes de conservation des

## INTRODUCTION

céréales dans un emballage consommable, la croûte, et le geindre sentait tout à fait dans ses muscles les évolutions rhéométriques des pâtes qu'on le chargeait de pétrir. Ses plaintes étaient proportionnelles à la consistance.

Un second exemple de pâte édifiant est fourni par les argiles, utilisées depuis les temps les plus reculés pour des usages domestiques, pour la construction, ou pour l'ornement. Les briques sont probablement les premiers matériaux artificiels que l'homme ait fabriqués, et elles ont traversé tous les âges jusqu'à notre époque, aussi bien sous leur forme crue que cuites. La ville andine de Moquegua au sud du Pérou qui vient d'être gravement endommagée par un séisme était construite en adobes, briques simplement séchées au soleil. Pour fabriquer une brique, on doit franchir tout d'abord deux phases où la rhéologie est l'élément clé incontournable. On commence par l'apprêt, c'est-à-dire un pétrissage de l'argile avec dégraissage au sable ou engraissement à la chaux, et détrempe avec le moins d'eau possible, et puis c'est l'opération de moulage et découpe, avec contrôle des interactions de paroi, en particulier par saupoudrage de sable. Au pied et à la main, on sent bien les propriétés obtenues, et les produits peuvent être de qualité. Une production mécanisée est plus rentable, à condition de prendre garde aux défauts, et de traiter le problème de rhéologie associé à l'extrusion par exemple. En somme, la rhéologie est universelle, on la rencontre dans tous les domaines de l'activité humaine aussi bien que dans les phénomènes naturels. Ses applications vont de la mise en forme des produits industriels quel qu'en soit le matériau, aux comportements de la matière vivante, en passant par la tenue des pneumatiques ou la durabilité des constructions. Son impact économique est donc considérable.

Et de surcroît, la rhéologie est très vivante. Les rhéologues sont enthousiastes et ils aiment leur activité. Ils ont la satisfaction de contribuer à des travaux scientifiques significatifs, en prise sur des réalités. Pour tout dire en québécois, la rhéologie c'est le fun.

Jean-Michel PIAU

Grenoble, 9 juillet 2001

### **3. Mesures en écoulement**

Pourquoi les mesures en écoulement? Bien sûr, la réponse n'est pas unique. La mesure en écoulement est, depuis toujours, concernée par la question du « combien » - quantité produite ou quantité utilisée -

Au cours des 60 dernières années, l'importance de la mesure en écoulement, notamment du débit et des pertes de charge, a augmenté en raison de son utilisation à grande



## INTRODUCTION

échelle dans la gestion et la surveillance des réseaux de transport de fluides dans le but d'adhérer aux exigences en matière de santé et de sécurité.

Les industries impliquées dans la mesure et le contrôle en écoulement sont très nombreuses. Citons-en quelques-unes :

- Agroalimentaire,
- Cosmétique et pharmaceutique,
- Minière et métallurgique,
- Transport d'hydrocarbures,
- Pétrochimique,
- Production d'électricité,
- Pâtes et papiers,
- Réseaux d'assainissement et d'eau potable...

Les propriétés des fluides peuvent varier énormément d'une industrie à l'autre. Les fluides peuvent être toxiques, inflammables, abrasifs, radioactifs ou corrosifs, ils peuvent être monophasiques (gaz, eau, huile...) ou multiphasiques (suspension, vapeur humide...). Les conduites de transport ou canalisations peuvent varier de quelques millimètres à plusieurs mètres de diamètres. La température des fluides transportés peut varier d'un proche zéro absolu à plusieurs centaines de degrés Celsius. Quant à la pression, elle peut varier du vide à plusieurs milliers de bars.

En raison de ces variations dans les propriétés des fluides et des applications, la connaissance des champs de vitesse et donc du débit dans les écoulements et des interactions mécaniques du fluide reste un fondement de nombreuses disciplines de l'ingénieur. Cependant, les possibilités de mesure de ces phénomènes restent très limitées.

En effet, les méthodes classiques intrusives (anémométrie à fils chauds, sonde de pression) posent l'inconvénient de perturber l'écoulement. Le développement de la vélocimétrie à effet Doppler palie cet inconvénient et, par conséquent, permet la cartographie non intrusive des écoulements en temps réel. On distingue pour cette dernière technique : la vélocimétrie laser (LDV<sup>1</sup>, PTV<sup>2</sup> et PIV<sup>3</sup>) et la vélocimétrie ultrasonore. En ce qui concerne la vélocimétrie laser, les méthodes sont optiques et présentent l'inconvénient de nécessiter des parois et un fluide transparent. Tandis que la vélocimétrie à ultrasons permet une pénétration

---

<sup>1</sup> Laser Doppler Velocimetry

<sup>2</sup> Particle Tracking Velocimetry

<sup>3</sup> Particle Image Velocimetry

plus grande des faisceaux, ce qui la rend plus adaptée pour la mesure des champs de vitesse dans le cas des mélanges solide-liquide ou fluides opaques.

### 4. Plan du manuscrit

Dans le **premier chapitre** de la thèse, j'ai passé en revue les différents outils mathématiques et physiques nécessaires à la compréhension et l'étude des suspensions de fluides non-Newtoniens dans une conduite cylindrique.

Le **deuxième chapitre**, à travers une synthèse bibliographique des différents travaux antérieurs, a été consacré au résumé des propriétés physico-chimiques et du comportement rhéologique de ce type de boues. Le manque de travaux, notamment expérimentaux, de cette partie de la mécanique des fluides a été mis en évidence.

Dans le **troisième chapitre**, une description générale des différents matériels et méthodes utilisés a été faite, notamment, les fluides de travail, la boucle hydraulique développée à l'Institut de Mécanique des Fluides et des Solides de Strasbourg (IMFS). Les différentes techniques de mesure utilisées (vitesse, pression, rhéométrie) ont été aussi présentées dans cette partie.

L'étude expérimentale fait l'objet de trois chapitres. Le **chapitre quatre** est consacré à l'étude des propriétés rhéologiques et de l'écoulement en conduite de suspensions de bentonite (3.5, 5 et 8%). La caractérisation du comportement rhéologique des suspensions nous a permis de confirmer que ces boues peuvent constituer des fluides modèles pour l'étude des boues de station d'épuration. Ensuite, une étude du comportement général des différents paramètres physiques des suspensions lors de l'écoulement ainsi que leur évolution au cours du temps a été réalisée. L'effet de la microstructure étant très marqué pour ces fluides, une attention particulière a été portée à leur caractère thixotrope. Le problème de la reproductibilité des mesures a été abordé, en mettant l'accent sur la cinétique de déstructuration des fluides en conduite. Une étude détaillée est réalisée sur l'évolution des coefficients de frottement et des profils de vitesse pour les différents régimes d'écoulement avec notamment une comparaison des résultats expérimentaux avec des modèles empiriques et/ou analytiques.

Dans le **chapitre cinq**, nous avons étudié l'effet de l'ajout d'un polymère sur le comportement rhéologique et en écoulement des suspensions de bentonite. Il s'agit en l'occurrence d'un polymère anionique, le carboxyméthyl cellulose de sodium (CMC). Dans un premier temps, une suspension de bentonite (5%) et deux solutions de polymère (0.1 et 0.5%) ont été étudiées séparément, puis des mélanges bentonite-CMC (5%/0.1 et 0.5%) ont été préparés.

## INTRODUCTION

Enfin, le **sixième chapitre** est consacré à l'étude de l'influence de la température sur les différents fluides étudiés. Les mesures rhéologiques ont montré le caractère thermodépendant des matériaux.

Le mémoire se termine par une conclusion générale synthétisant les résultats établis au cours de ce travail de thèse. Des perspectives sont ouvertes et quelques pistes de travail sont proposées pour poursuivre cette étude.

## 5. Référence

- Abda, F. (2009). Conception et évaluation d'algorithmes pour la mesure des vitesses des liquides dans les conduites et les canaux à l'aide d'ondes ultrasonores pulsées., University of Strasbourg.
- Ben Azouz-Ahmed, K. (2010). Relations entre propriétés rhéologiques et structure microscopique de dispersions de particules d'argile dans des solutions de polymères.
- Benchabane, A. (2006). Etude du comportement rhéologique de mélanges argiles - polymères. Effets de l'ajout de polymères. Thèse, de doctorat de l'ULP de Strasbourg I.
- Ebagninin, K. W. (2009). Relations structure microscopique-comportement macroscopique de suspensions de bentonite en présence de polymères Thèse, de doctorat de de l'Université de Strasbourg.
- Fischer, S. (2004). Développement d'une instrumentation ultrasonore pour la mesure des vitesses des liquides au-delà de la limite de Nyquist par une approche spectrale, University of Strasbourg.
- Fischer, S., D. Hurther, P. Schmitt, B. Scwaller and Scrivner. O. (2002). Procédé et dispositif de mesure des vitesses de liquides dans des conduites et des canaux. O. E. d. Brevets. **brevet n° PCT/FR02/02187.**
- Hurther, D. (1995). Conception d'un vélocimètre à ultrasons pulsées. D.E.A, Université Louis Pasteur de Strasbourg.
- Jaafar, W. (2006). Etude des champs de vitesse dans les effluents des réseaux d'assainissement: Expérimentation et simulation numérique, University of Strasbourg.
- Leyama, M. (2001). Etude de l'écoulement des suspensions de bentonite Thèse, de doctorat de l'ULP.

# **CHAPITRE 1.**

## **THEORIE ET BIBLIOGRAPHIE**

## THEORIE ET BIBLIOGRAPHIE

# SOMMAIRE

CHAPITRE 1. THEORIE ET BIBLIOGRAPHIE.....	11
1.1 Introduction.....	15
1.2 Rhéologie .....	15
1.2.1 Comportement Newtonien .....	16
1.2.2 Comportement non-Newtonien.....	18
1.3 Ecoulement en conduite cylindrique d'un fluide de Herschel-Bulkley .....	28
1.3.1 Ecoulement laminaire.....	28
1.3.2 Transition laminaire-turbulent .....	28
1.3.3 Ecoulement turbulent .....	29
1.3.4 Nombre de Reynolds.....	29
1.3.5 Nombre d'Oldroyd .....	30
1.3.6 Distribution des vitesses.....	30
1.3.7 Coefficient de frottement .....	33
1.4 Conclusion .....	36
1.5 Références .....	37

## THEORIE ET BIBLIOGRAPHIE



## CHAPITRE I

### 1.1 Introduction

Dans le cas des corps déformables, les équations de champ à résoudre se résument aux bilans de masse, de quantité de mouvement et d'énergie. La théorie montre qu'en l'état le problème est mal posé et ainsi on met en évidence le problème de fermeture souvent présent en théorie physique. Les équations manquantes n'ont pas un caractère universel, elles revêtent une forme différente selon la nature physique de la matière ou du matériau étudié et prennent le nom de loi de comportement. L'étude des lois de comportement constitue la théorie des matériaux. L'une de ces disciplines est la rhéologie qui a pour but de définir les relations entre contraintes et vitesses de déformation.

Il n'existe pas de loi de comportement unique et intrinsèque au matériau mais plutôt toute une panoplie de lois qui peuvent être pertinentes pour le matériau selon les échelles de temps et d'espace considérées. Une même roche par exemple pourra être traitée comme un solide élastique pour un problème de génie civil et comme un fluide visqueux en tectonique... Comme il existe des comportements complexes de matériaux très répandus qui tiennent à la fois du fluide et du solide.

### 1.2 Rhéologie

La rhéologie est la science des déformations et écoulements de la matière, des contraintes qui en résultent et des efforts qu'il faut appliquer pour les obtenir. Cette science repose sur les bases de la mécanique des milieux continus, dont l'objet est de déterminer les contraintes et les déformations en chaque point d'un milieu continu. Elle consiste à déterminer la relation qui relie la contrainte de cisaillement au taux de déformation. Cette relation peut être linéaire ou non-linéaire dans le cas d'un fluide complexe. Ces fluides complexes dits aussi non-Newtoniens sont caractérisés différemment, soit parce que la viscosité évolue en fonction du cisaillement soit parce qu'il apparaît des termes diagonaux dans le tenseur des contraintes qui sont le signe d'effets élastiques (viscoélasticité).

Dans le cadre de la mécanique des milieux continus, la distribution des contraintes et des déformations est présentée sous forme tensorielle. Les relations entre ces champs sont appelées lois de comportement.

Le tenseur des contraintes  $\underline{\underline{\Sigma}}$  se décompose en deux termes : *i) la pression hydrostatique* qui ne conduit pas à la déformation du fluide. *ii) le déviateur des contraintes*  $\underline{\underline{\tau}}$ , qui se rapporte aux contraintes tendant à déformer le fluide:

$$\underline{\underline{\Sigma}} = -p \cdot \underline{\underline{I}} + \underline{\underline{\tau}} \quad 1.1$$

Avec  $p$  la pression et  $\underline{\underline{I}}$  le tenseur identité.

Au cours d'un écoulement, les éléments fluides peuvent se déplacer les uns par rapport aux autres, ce qui conduit à l'obtention de vitesses différentes d'un point à un autre. Le tenseur gradient de vitesse  $\underline{\underline{\nabla\vec{u}}}$  est conséquent non nul. Les termes de la diagonale caractérisent des efforts en traction ou en compression, alors que les autres représentent les efforts associés au cisaillement.

La loi de comportement, en général, relie le déviateur des contraintes  $\underline{\underline{\tau}}$  au tenseur des taux de déformation  $\underline{\underline{D}}$  défini comme la partie symétrique du tenseur gradient de vitesse:

$$\underline{\underline{D}} = \frac{1}{2} \left( \underline{\underline{\nabla\vec{u}}} + (\underline{\underline{\nabla\vec{u}}})^T \right) \quad 1.2$$

La forme tensorielle de la loi de comportement reste trop générale pour qu'elle puisse être caractérisée expérimentalement. C'est pourquoi, l'objectif de la rhéométrie est de réaliser des écoulements simples conduisant à une simplification de la forme des tenseurs. Dans le cas du cisaillement simple, on obtient la simplification suivante:

$$\underline{\underline{\tau}} = \begin{pmatrix} \tau_{xx} & \tau_{xy} & 0 \\ \tau_{xy} & \tau_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & \tau_{zz} \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \underline{\underline{D}} = \frac{\dot{\gamma}}{2} \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad 1.3$$

où  $\dot{\gamma}$  représente la vitesse (taux) de cisaillement ou le gradient de vitesse. la contrainte tangentielle de cisaillement est définie par  $\tau_{xy}$ , généralement notée  $\tau$ .

### 1.2.1 Comportement Newtonien

Considérons une couche fluide confinée entre deux plaques planes, parallèles et distantes d'une épaisseur  $e$ , (Figure 1.1) et d'aire  $A$ . Si maintenant, une force constante  $F$  est appliquée à la plaque supérieure, le fluide s'écoule en couches planes parallèles entre elles. On admet que les couches du fluide au contact des deux surfaces planes sont solidaires de ces dernières, ce qu'on appelle l'hypothèse de non glissement à la paroi. La figure 1 montre le profil de vitesse résultant en régime stationnaire.

Pour un fluide Newtonien, incompressible en écoulement laminaire, la contrainte de cisaillement est proportionnelle au taux de cisaillement :

## CHAPITRE I

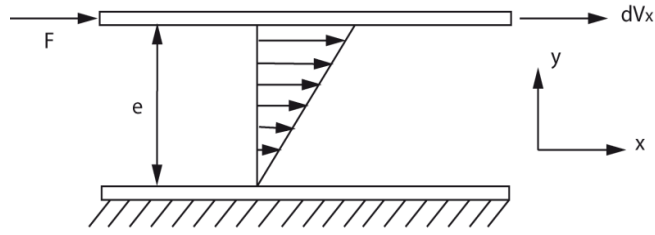


Figure 1.1 Schéma d'un écoulement à cisaillement simple

$$\frac{F}{A} = \tau_{yx} = \mu \left( -\frac{dV_x}{dy} \right) = \mu \dot{\gamma}_{yx} \quad 1.4$$

Deux grandeurs sont apparues qui vont nous permettre de caractériser quantitativement le cisaillement. La vitesse de cisaillement notée :  $\dot{\gamma}$ , qui caractérise la variation de la vitesse entre les couches fluides. La vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  ( $s^{-1}$ ) dépend non seulement de la vitesse de déplacement, mais aussi, de l'épaisseur  $e$  cisillée. Elle est définie par la relation :

$$\dot{\gamma} = \frac{dV_x}{dy} \quad 1.5$$

L'autre grandeur est la contrainte de cisaillement  $\tau$  (Pa) qui est définie comme étant la force de frottement tangentielle entre les différentes couches mobiles rapportée à l'unité de surface :

$$\tau = \frac{F}{A} \quad 1.6$$

La constante de proportionnalité  $\mu$  (Pa.s), appelée viscosité Newtonienne, est, par définition pour un fluide Newtonien, indépendante du taux de cisaillement et de la contrainte de cisaillement [Chhabra (2008)]. C'est une propriété intrinsèque du matériau qui ne dépend que de sa pression et de sa température.

Les courbes de la Figure 1.2 représentant la contrainte en fonction du taux de cisaillement sont communément appelées courbes d'écoulement. Dans le cas d'un fluide Newtonien, la courbe est donc une ligne droite de pente  $\mu$  et passant par l'origine.

La viscosité caractérise complètement le comportement de l'écoulement d'un fluide Newtonien à température et pression constantes. Très souvent, un grand nombre de fluides couramment utilisés ont un comportement en écoulement beaucoup plus complexe.

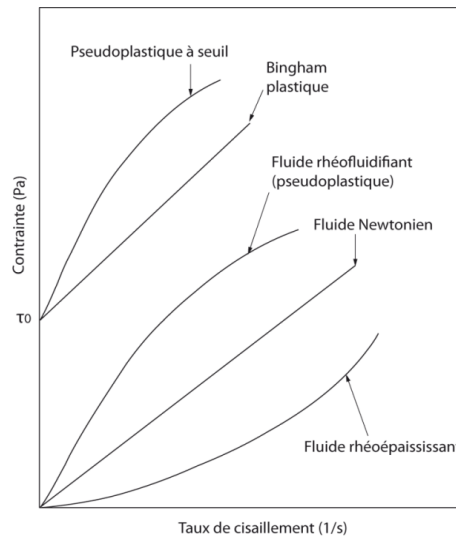


Figure 1.2 Lois de comportement rhéologique

En effet, lorsque la concentration en particules augmente, la probabilité d'interactions particules-particules et particules-paroi augmente. Les particules s'organisent en entités de plusieurs particules susceptibles de se déformer ou de s'orienter sous l'effet des forces hydrodynamiques.

## 1.2.2 Comportement non-Newtonien

On dit d'un fluide qu'il est non-Newtonien lorsque sa courbe d'écoulement est non linéaire, c'est-à-dire que la viscosité n'est plus constante mais dépend des conditions d'écoulement, du taux de cisaillement et parfois même de l'histoire de l'élément fluide. La caractérisation rhéologique d'un fluide consiste à établir la relation qui existe entre sa déformation et la contrainte qui lui est appliquée. En fonction de sa réponse, il sera dit dépendant du temps ou non :

- Fluides indépendants du temps : le comportement rhéologique est indépendant de l'histoire mécanique antérieure de l'échantillon.
- Fluides dépendant du temps : le comportement rhéologique dépend en outre de la durée de cisaillement et de l'histoire de l'échantillon.

### 1.2.2.1 Les fluides indépendants du temps

En cisaillement simple, le comportement de l'écoulement de cette classe de matériaux peut être décrit par des relations de la forme :

## CHAPITRE I

$$\tau = f(\dot{\gamma}) \quad 1.7$$

Le comportement rhéologique peut être décrit par plusieurs modèles mathématiques de complexité variable.

Avant de présenter les différents modèles utilisés pour décrire ces comportements fluides, il nous est apparu nécessaire de définir les comportements rhéologiques les plus usuels :

- i. Le type le plus commun et qui est de loin le plus fréquent est le comportement rhéofluidifiant, caractérisé par une diminution de la viscosité avec l'augmentation du taux de cisaillement : le fluide devient moins visqueux. Ce phénomène peut être dû à l'orientation des particules en suspension, à leur déformation ou leur réorganisation sous l'effet du cisaillement.
- ii. Le comportement rhéoépaississant (à l'opposé du précédent) est plus rarement observé. La viscosité augmente à mesure que le taux de cisaillement croît : le liquide devient plus visqueux et donc plus épais.

Dans le cadre de cette thèse, les essais rhéométriques menés ont pour but d'établir, entre autre, les courbes d'écoulement (relations entre les scalaires  $\tau$  et  $\dot{\gamma}$  pour les différents fluides étudiés).

### 1.2.2.2 Modèles rhéologiques

#### 1.2.2.2.1 *Modèle Loi de puissance*

Aussi appelés fluides d'Ostwald de Waele, leur comportement rhéologique est décrit par une loi de puissance du type :

$$\tau = k\dot{\gamma}^{n-1}\dot{\gamma} \quad 1.8$$

où  $\dot{\gamma}$  est le deuxième invariant du tenseur des taux de déformation et k et n sont respectivement l'indice de consistance et l'indice d'écoulement.

Selon les valeurs de l'indice d'écoulement, ces fluides peuvent présenter un comportement rhéofluidifiant ( $n < 1$ ), rhéoépaississant ( $n > 1$ ) ou Newtonien pour ( $n = 1$ ).

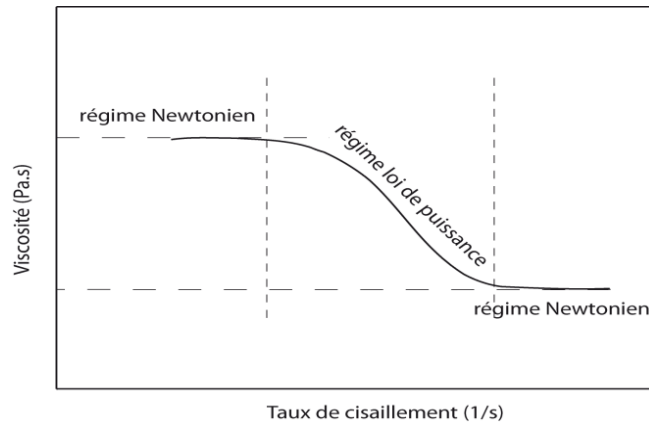


Figure 1.3 Représentation schématique d'un comportement rhéofluidifiant

Il est important de souligner l'existence, pour cette classe de fluides, d'un comportement Newtonien (viscosité constante aux faibles vitesses de cisaillement) se traduisant par un premier plateau dans la courbe viscosité-taux de cisaillement. Un second plateau apparaît aux cisaillements élevés (Figure 1.3). Le modèle d'Ostwald de Waelene ne tient pas compte de ces deux comportements.

#### 1.2.2.2.2 *Modèle de Cross*

Le modèle de Cross tient compte de la viscosité à cisaillement nul et infini. Il s'écrit :

$$\frac{\eta - \eta_{\infty}}{\eta_0 - \eta_{\infty}} = \frac{1}{1 + \lambda \cdot \dot{\gamma}^n} \quad 1.9$$

Où  $\lambda$  est un temps caractéristique de relaxation.  $\eta_0$  et  $\eta_{\infty}$  sont les viscosités à cisaillements nul et infini, respectivement.

Rappelons que certains fluides possèdent une structure suffisamment rigide leur permettant de résister à des valeurs élevées de la contrainte : ils se comportent comme des solides. Au-delà d'une valeur limite, appelée contrainte seuil, la structure rigide est détruite et le fluide s'écoule.

Les deux modèles cités ci-dessus décrivent des comportements sans contrainte seuil. Deux modèles sont fréquemment utilisés pour décrire des comportements à seuil de contrainte : le modèle de Bingham et le modèle de Herschel-Bulkley.

#### 1.2.2.2.3 *Modèle de Bingham*

Le modèle de Bingham reste la représentation la plus simple d'un fluide à seuil. Il s'écrit sous la forme :

## CHAPITRE I

$$\begin{cases} \boldsymbol{\tau} = \left( \frac{\tau_0}{\dot{\gamma}} + k \right) \dot{\boldsymbol{\gamma}} & \tau > \tau_0 \\ \dot{\boldsymbol{\gamma}} = 0 & \tau \leq \tau_0 \end{cases} \quad 1.10$$

où  $\tau$  est le deuxième invariant du déviateur du tenseur des contraintes.

### 1.2.2.2.4 *Modèle de Herschel-Bulkley*

Ce modèle découle d'une simple généralisation du modèle de Bingham. Il est décrit par la loi :

$$\begin{cases} \boldsymbol{\tau} = \left( \frac{\tau_0}{\dot{\gamma}} + k\dot{\gamma}^{n-1} \right) \dot{\boldsymbol{\gamma}} & \tau > \tau_0 \\ \dot{\boldsymbol{\gamma}} = 0 & \tau \leq \tau_0 \end{cases} \quad 1.11$$

Où  $k$  est la consistance du fluide,  $n$  son indice d'écoulement et  $\tau_0$  la contrainte seuil. On notera que le modèle de Herschel-Bulkley peut facilement être modifié pour décrire les modèles précédemment cités.

### 1.2.2.3 *Les fluids dépendant du temps*

Jusqu'à présent, les modèles présentés, supposaient que les comportements rhéologiques étaient indépendants du temps de cisaillement ainsi que de l'histoire antérieure du fluide.

Or, certains fluides font intervenir le temps comme paramètre supplémentaire dans leur loi d'écoulement. La viscosité apparente de tels fluides varie lorsqu'ils sont soumis à un cisaillement constant : si elle baisse le fluide est dit thixotrope ; au contraire si elle croît, le fluide est dit rhéopexe.

	<b>k</b>	<b>n</b>	<b><math>\tau_0</math></b>
Herschel-Bulkley	> 0	$0 < n < \infty$	> 0
Rhéofluidifiant	> 0	$0 < n < 1$	0
Rhéopaisissant	> 0	$1 < n < \infty$	0
Bingham	> 0	1	> 0
Newtonien	> 0	1	0

Table 1 Modèles de comportement Newtonien, de Bingham et à loi de puissance comme cas particuliers du modèle Herschel-Bulkley.

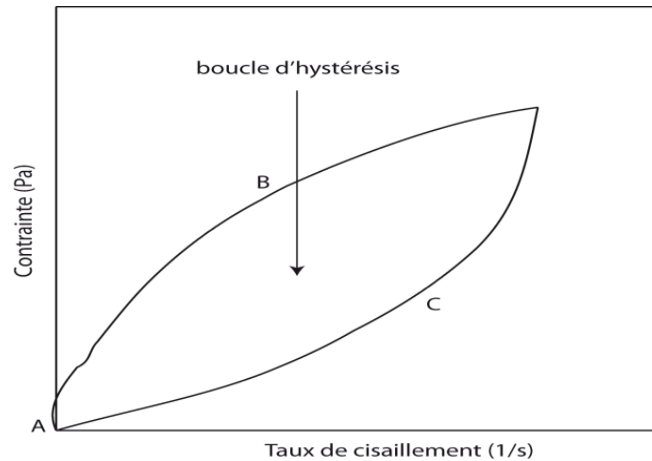


Figure 1.4 Boucle d'hystérésis obtenue pour les fluides thixotropes

Pour mettre en évidence la dépendance au temps d'un fluide, il suffit d'appliquer une montée-descente en contrainte. Le rhéogramme qui décrit ce cycle présente une hystérésis (Figure 1.4) : la courbe obtenue en rampe de montée ne se superpose pas avec la courbe obtenue en rampe de descente. À la même contrainte appliquée, correspondent deux cisaillements distincts, conséquence du changement structural qui s'opère au sein du fluide [Barnes (1997)]. Sa forme dépend du mode opératoire mis en œuvre.

#### 1.2.2.4 Thixotropie

La thixotropie a été définie comme étant la variation de la contrainte de cisaillement (taux de cisaillement) avec le temps lorsque le fluide est soumis à un taux de cisaillement (contrainte de cisaillement) constant [Mewis (1979), Barnes (1997)]. Ce phénomène est expliqué par une rupture progressive de la structure des particules sous cisaillement. Un comportement réversible est possible : une fois le cisaillement stoppé et après une période de repos, le fluide retrouve sa structure initiale (restructuration). Les liaisons qui forment ces réseaux physiques sont progressivement rompues aux taux de cisaillement croissants. Cette rupture provoque inévitablement une diminution progressive de la viscosité jusqu'à atteindre un niveau d'équilibre, fonction de la contrainte et/ou du taux de cisaillement imposé(e). Toutefois, en l'absence de cisaillement et progressivement au cours du temps, la reconstitution de ce réseau se fait sous l'action du mouvement brownien.

##### 1.2.2.4.1 Modèles de thixotropie

Il existe plusieurs approches pour modéliser la thixotropie. Nous citons l'approche empirique et l'approche phénoménologique.



## CHAPITRE I

### 1.2.2.4.1.1 Approche empirique

L'approche empirique met en relation les techniques de régression avec les courbes expérimentales pour la détermination des boucles d'hystérésis. Les travaux menés par **Huang & co.** ont montré que le sang a les propriétés d'un fluide thixotrope. Considérant le sang comme un système en suspension, ces auteurs ont caractérisé le milieu sanguin par la forme générale suivante:

$$\tau = \tau_{Seuil} + \mu \cdot B^* \cdot \lambda_{\acute{e}quil} \cdot \dot{\gamma}^S \cdot e^{-B^* \int_0^t \dot{\gamma}^S \cdot dt} \quad 1.12$$

On trouve dans ce modèle:

$\tau_{Seuil}$  qui est la contrainte seuil du sang,  $\mu$  qui représente la contribution newtonienne à la viscosité,  $B^*$  comme une vitesse de déstructuration engendrée par le cisaillement des cellules agglomérées en rouleaux,  $\lambda_{\acute{e}quil}$  représentant le paramètre de structure à l'équilibre et précisant l'évolution du nombre de rouleaux dans le sang.  $S$  indique l'ordre de la déstructuration.

$$\tau = \tau_{Seuil} + \mu \cdot \dot{\gamma} + B^* \cdot \lambda_{\acute{e}quil} \cdot \dot{\gamma}^S \cdot e^{-B^* \cdot \dot{\gamma}^S \cdot t} \quad 1.13$$

$$\tau = \tau_{Seuil} + \mu \cdot \dot{\gamma} + B^* \cdot \lambda_{\acute{e}quil} \cdot \dot{\gamma}^S \cdot e^{\frac{-B^* \cdot \dot{\gamma}^{S+1}}{\xi^{(S+1)}}} \quad 1.14$$

A vitesse de cisaillement constante, les auteurs ont montré que l'évolution de la contrainte en fonction du temps est gouvernée par les relations 1.12, 1.13 et 1.14.

La relation 1.14 caractérisant la montée et celle 1.15, la descente pour un cycle d'hystérésis.

$$\tau = \tau_{Seuil} + \mu \cdot \dot{\gamma} + B^* \cdot \lambda_{\acute{e}quil} \cdot \dot{\gamma}^S \cdot e^{\frac{-B^* (2\dot{\gamma}^{S+1} \cdot t_1 - \dot{\gamma}^{S+1})}{\xi^{(S+1)}}} \quad 1.15$$

Dans la relation 1.15 le facteur  $t_1$  est le temps final de la montée. La vitesse de cisaillement étant linéaire dans le temps, le coefficient de proportionnalité est  $\zeta$ .

L'auteur *Weltman* s'est également basé sur la même approche phénoménologique et décrit la chute de contrainte dans le temps à partir d'une fonction logarithmique:

$$\tau = \tau_{max} - B^* \cdot \log(t) \quad 1.16$$

Dans cette expression,  $\tau_{max}$  représente la contrainte lorsque le fluide n'est pas déstructuré et  $B^*$  est la valeur de la vitesse de déstructuration.

## THEORIE ET BIBLIOGRAPHIE

Le travail original réalisé par les auteurs *Martinez-Padilla & coll.* se repose sur deux modèles. Le **premier modèle** tenant compte d'un paramètre de structure  $\lambda$  décrit la thixotropie de seuil et de consistance alors que le second, de caractère empirique, décrit uniquement une thixotropie de consistance. Le fluide modèle qui a été l'objet de leur étude est une sauce béchamel commerciale.

$$\tau = (\tau_{Seuil} + K \cdot \dot{\gamma}^n) \lambda \quad 1.17$$

$$\frac{d\lambda}{dt} = -C \cdot (\lambda - \lambda_{\text{équil.}})^2 \quad 1.18$$

Dans l'expression de la cinétique d'évolution de la structure (équation 1.18), le paramètre C est l'inverse du temps caractéristique de l'évolution de structure. Le fluide modèle étant cisailé à contrainte constante, les auteurs définissent la vitesse de cisaillement à partir de cette contrainte en tenant compte de la structure du fluide:

$$\dot{\gamma} = \frac{1}{\lambda} \left( \frac{\tau - \tau_{Seuil}}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \quad 1.19$$

Comme la viscosité apparente  $\mu_{app}$  est définie par le rapport contrainte sur vitesse de cisaillement, les auteurs relient la structure à cette viscosité par la relation:

$$\lambda = \mu_{app} \left[ \frac{1}{\tau} \left( \frac{\tau - \tau_{Seuil}}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \right] = \mu_{app} \cdot F \quad 1.20$$

F est alors dans cette expression une constante. Les auteurs obtiennent ainsi la variation de la structure (équation 1.21) dans le temps en fonction de la variation de la viscosité apparente par rapport au temps:

$$\frac{d\lambda}{dt} = F \cdot \frac{d\mu_{app}}{dt} \quad 1.21$$

Par identification avec la relation 1.19, l'évolution de la viscosité apparente dans le temps est enfin gouvernée par la relation 1.22:

$$\frac{1}{\mu_{app} - \mu_{app\text{équil}}} = \frac{1}{\mu_{app_0} - \mu_{app\text{équil}}} + H \cdot t \quad 1.22$$

où H n'est que le produit de C par F.

Le **second modèle** comme il apparaît dans l'expression (équation 1.23) ne décrit que la thixotropie de consistance.

$$\tau = \tau_{Seuil} + K \cdot \dot{\gamma}^n \cdot t^{-p} \quad 1.23$$

## CHAPITRE I

### 1.2.2.4.1.2 Approche phénoménologique

Basée sur une méthode différentielle mathématique, cette approche est la plus utilisée par de nombreux auteurs pour modéliser la déstructuration des fluides thixotropes. Cette approche phénoménologique est en réalité une approche de la cinétique d'évolution de la viscosité, dérivée des principes de la thermodynamique. Elle consiste à introduire un paramètre d'état  $\lambda$  caractérisant l'état structurel de la suspension et reliant la fraction volumique d'eau libre dans la suspension: le liquide piégé dans les flocculats est libéré lors de la rupture des liaisons [Coussot, Bertrand *et al.* (2001)]. Dans cette théorie de la thixotropie, le paramètre de structure  $\lambda$  admet deux valeurs limites:

$$\begin{aligned} \lambda = 1 &\Rightarrow \eta \rightarrow \eta_0 && \text{pour un fluide complètement structuré} \\ \lambda = 0 &\Rightarrow \eta \rightarrow \eta_\infty && \text{pour un fluide complètement déstructuré} \end{aligned}$$

En fonction du temps, le paramètre  $\lambda$  est donc défini comme suit:

$$\lambda(t) = \frac{\eta - \eta_\infty}{\eta_0 - \eta_\infty} \quad \text{pour } 0 < \lambda < 1 \quad 1.24$$

L'expression  $\frac{d\lambda}{dt}$  donne la variation du paramètre de structure  $\lambda$  en fonction du temps. On distingue ainsi quatre modèles classiques de thixotropie selon l'expression de  $\frac{d\lambda}{dt}$ . Les paramètres  $a$  et  $\kappa_a$  sont définis comme étant l'inverse du temps caractéristique de restructuration et le paramètre  $b$  comme étant l'inverse du temps caractéristique de déstructuration.

<b>Moore</b>	$\frac{d\lambda}{dt} = a(1 - \lambda) - b\lambda \dot{\gamma}$
<b>Cheng et Evans</b>	$\frac{d\lambda}{dt} = a(1 - \lambda)^c - b\lambda \dot{\gamma}$
<b>Généralisé</b>	$\frac{d\lambda}{dt} = a(1 - \lambda)^c - b\lambda \dot{\gamma}^d$
<b>Baravian et Quemada</b>	$\frac{d\lambda}{dt} = \kappa_a \left( 1 - \frac{\lambda}{\lambda_{eq}} \right)^2$

### 1.2.2.5 Viscoélasticité

Le caractère viscoélastique est un comportement fréquemment rencontré dans les fluides non-Newtoniens. Nombreuses sont les substances qui manifestent un comportement intermédiaire entre celui d'un solide parfaitement élastique et celui d'un liquide visqueux ; elles sont dénommées fluides viscoélastiques.

Dans le cas d'un fluide viscoélastique, le type de test qui permettra la détermination des propriétés viscoélastiques de ces fluides consiste à :

- imposer un cisaillement oscillatoire de pulsation donnée : évolution sinusoïdale de la contrainte et de la vitesse de cisaillement au cours du temps.
- imposer une contrainte (ou une déformation) de cisaillement constante et étudier la déformation qui en découle (ou la contrainte nécessaire pour maintenir la déformation constante).

Nous exposerons dans ce qui suit, d'une manière non-exhaustive, les différents tests qui permettent une caractérisation viscoélastique des matériaux.

#### 1.2.2.5.1 *Essai de fluage*

L'essai de fluage permet une meilleure compréhension des comportements rhéologiques des matériaux viscoélastiques en accédant à leurs propriétés dans des conditions proches de celles de l'état de repos. En effet, le test consiste à appliquer une contrainte constante inférieure au seuil d'écoulement du fluide puis de suivre l'évolution de la déformation engendrée au cours du temps. La relaxation du matériau s'opérant après la suppression de la contrainte correspond à la recouvrance. Cette dernière permet de récupérer tout ou partie de cette déformation.

Dans le cas d'un *solide élastique*, la déformation est proportionnelle à la contrainte. La déformation s'annule avec la suppression de la contrainte : la déformation élastique est totalement récupérable. Dans le cas d'un *fluide visqueux*, si on ramène la contrainte à zéro, la déformation demeure constante et égale à sa valeur à l'instant de la suppression de la contrainte. Un comportement *viscoélastique* se trouve à la frontière de ces deux cas limites. La Figure 1.5 présente ce type de comportement. Le suivi de la recouvrance permet le contrôle du niveau de relaxation du matériau. Les essais de fluage présentent aussi l'intérêt de permettre le calcul du seuil d'écoulement [Besq (2000)]. D'après l'auteur, le fait d'appliquer des essais de fluage successifs par valeur croissante de la contrainte permet de déterminer le seuil d'écoulement d'un matériau. En effet, pour des valeurs de contrainte inférieures au seuil d'écoulement, le matériau se comporte comme un solide élastique. Lorsque la contrainte appliquée passe au-delà du seuil d'écoulement, le matériau s'écoule.

## CHAPITRE I

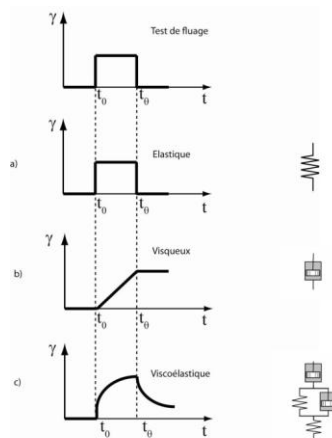


Figure 1.5 Essai de fluage suivi de recouvrance a) solide élastique, b) fluide visqueux, c) matériau viscoélastique. [Benchabane (2006)]

### 1.2.2.5.2 Essaidynamique

Ce test consiste à étudier le matériau de façon dynamique, en appliquant une contrainte (ou une déformation) sinusoïdale de fréquence connue. On étudie la réponse du matériau à la sollicitation périodique : analyse de la déformation (ou la contrainte) mesurée, elle-même sinusoïdale de même fréquence. L'amplitude de la contrainte imposée doit être inférieure à la contrainte seuil de manière à rester dans le domaine solide. L'expression de la contrainte de cisaillement est de la forme :

$$\tau = \tau_0 \cos(\omega t) \quad 1.25$$

$\tau_0$  est l'amplitude de la contrainte appliquée et  $\omega$  la fréquence d'oscillation. Les expériences étant effectuées dans le domaine d'élasticité linéaire, la linéarité des équations entraîne une réponse (déformation) périodique de même fréquence avec un déphasage exprimé dans la relation ci-dessous :

$$\gamma = \gamma_0 \cos(\omega t + \varphi) \quad 1.26$$

Selon la valeur du déphasage obtenu, on distingue :

- Les systèmes parfaitement élastiques pour lesquels le déphasage est nul,
- Les fluides purement visqueux de déphasage égal à  $\pi/2$ ,
- Les systèmes intermédiaires (viscoélastiques) pour lesquels  $0 < \varphi < \pi/2$ .

Lors de la sollicitation, une partie de l'énergie est conservée sous forme d'énergie récupérable et une autre est dissipée. Il s'agit respectivement de l'élément élastique de module  $G'$  et de l'élément visqueux de module  $G''$ . Ce qui laisse définir un module de rigidité complexe :

$$G^* = G' + iG'' \quad 1.27$$

Le rhéomètre donne directement accès aux valeurs de  $G'$  et  $G''$ .

### 1.3 Ecoulement en conduite cylindrique d'un fluide de Herschel-Bulkley

La nature d'un écoulement de fluide dépend de nombreux facteurs notamment:

- Les propriétés physiques du fluide et son débit d'écoulement
- La géométrie de la conduite d'écoulement

#### 1.3.1 Ecoulement laminaire

En régime laminaire, les couches de liquide s'écoulent concentriquement les unes sur les autres sans qu'il y ait de mélange : il n'existe pas de composante de vitesse normale à la direction de l'écoulement. L'écoulement d'un fluide à seuil dans une conduite cylindrique est caractérisé par la présence d'une zone isovitesse au centre de l'écoulement et d'une zone à gradient de vitesse au voisinage de la paroi. Le matériau est considéré comme un solide indéformable dans la première zone et un fluide cisailé dans la seconde.

#### 1.3.2 Transition laminaire-turbulent

Il est établi qu'en dessous d'une certaine vitesse d'écoulement, le régime est laminaire, alors qu'au-dessus d'une certaine vitesse, le régime d'écoulement est turbulent. La transition peut donc être située dans la région délimitée par ces deux vitesses critiques. Cependant, la transition entre les deux régimes est rapide et assez difficile à identifier. La détermination des conditions critiques et des mécanismes de transition pour des fluides à seuil ont été peu abordés dans la littérature [Peixinho (2004)].

Certains des critères utilisés pour déterminer la région de transition sont les suivant :

- Pour les fluides de Bingham, Hedström (1952); Hanks et Ricks (1975) ont proposé des méthodes basées sur la modification des nombres de Reynolds.

## CHAPITRE I

- Certains auteurs, Dodge et Metzner (1959);Kembłowski et Kolodziejski (1973);Hanks et Ricks (1975) ont proposé des méthodes pour les fluides pseudo-plastiques.
- Pour les fluides à seuil, Slatter (1994) a proposé un nombre de Reynolds basé sur les paramètres rhéologiques du fluide mais aussi sur la zone isovitesse non cisailée.
- Une méthode d'intersection utilisant les lignes du régime laminaire et turbulent comme point critique de transition a été proposée par Shook (1991).

Une analyse critique de ces différents critères existe en littérature, effectuée par Nouar et Frigaard (2001).

### 1.3.3 Ecoulement turbulent

*Le mouvement turbulent d'un fluide représente une condition irrégulière de l'écoulement, dans lequel les diverses grandeurs présentent des variations aléatoires dans l'espace et dans le temps, de telle sorte que des valeurs moyennes statistiquement distinctes puissent être évaluées.* Nous retiendrons cette définition pour un écoulement turbulent pleinement développé. Les phénomènes turbulents sont tridimensionnels, les trajectoires sont imprévisibles, des tourbillons de tailles très variées coexistent, la diffusivité des grandeurs physiques (masse, énergie) est très élevée et la turbulence est responsable de fortes dissipations.

### 1.3.4 Nombre de Reynolds

La turbulence, propriété de l'écoulement et non du fluide, est caractérisée par un nombre adimensionnel, le nombre de Reynolds, qui rend compte du rapport entre forces d'inertie et forces de viscosité.

$$\text{Re} = \frac{uL}{\nu} \quad 1.28$$

avec  $u$  la vitesse moyenne du fluide ( $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )

$L$  la dimension caractéristique de l'écoulement (m)

$\nu$  la viscosité cinématique du fluide ( $\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$ )

On définit généralement, pour un fluide Newtonien, un nombre de Reynolds critique (=2000) au-delà duquel l'écoulement est turbulent et ses caractéristiques fluctuent de manière non prédictible.

### 1.3.5 Nombre d'Oldroyd

Le nombre d'Oldroyd  $Od$  est le nombre adimensionnel traduisant le rapport des effets de seuil aux effets visqueux, défini par :

$$Od = \frac{\tau_0}{k \left( \frac{U}{R} \right)^n} \quad 1.29$$

### 1.3.6 Distribution des vitesses

#### 1.3.6.1 Régime laminaire

Il existe de nombreux modèles rhéologiques pour décrire le comportement non-Newtonien des fluides en écoulement. Le modèle de Herschel-Bulkley est largement utilisé pour reproduire le comportement et les pertes de charge en régime laminaire d'une large gamme de fluides à contrainte seuil.

Les fluides de Herschel-Bulkley ont la particularité, comme tous les fluides à contrainte seuil, de présenter un profil de vitesse décomposé en deux zones distinctes : une zone proche de la paroi où le fluide est cisailé et une zone centrale où le fluide non cisailé s'écoule en bloc sous la forme d'un piston isovitesse (Figure 1.6). Le rayon critique  $R_c$  délimite les deux zones.

Bien évidemment, il existe de multiples modèles rhéologiques plus récents et plus sophistiqués à plusieurs paramètres pour prédire l'allure des profils de vitesse. Toutefois, ils n'apportent pas un gain de précision notable par rapport à la loi de Herschel-Bulkley.

Le bilan de quantité de mouvement (cf. Annexe A) pour l'étude de l'écoulement permanent établi d'un fluide dans une conduite cylindrique s'écrit :

$$\frac{1}{r} \frac{\partial r \tau}{\partial r} = \frac{\partial P^*}{\partial x} = cte \quad 1.30$$

La loi rhéologique d'Herschel-Bulkley est donnée par :

$$\dot{\gamma} = 0 \quad si \quad \tau < \tau_0 \quad 1.31$$

$$\tau = \tau_0 + K \dot{\gamma}^n \quad si \quad \tau > \tau_0 \quad 1.32$$

$$\tau = \frac{r}{2} \frac{\partial p^*}{\partial x} + \frac{A}{r} \quad 1.33$$



## CHAPITRE I

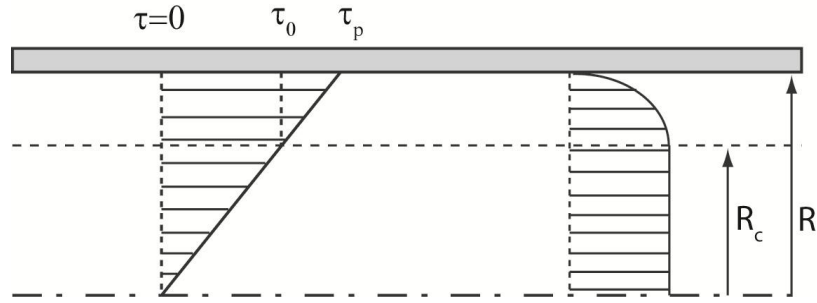


Figure 1.6 Configuration de l'écoulement d'un fluide d'Herschel-Bulkley en conduite cylindrique en régime laminaire.

Avec  $\dot{\gamma} = \frac{\partial U}{\partial r}$  la vitesse de cisaillement.

Pour  $r = 0$ ,  $\tau$  doit avoir une valeur finie, ce qui implique  $A = 0$  et  $\tau = 0$

$$\tau = \frac{r}{2} \frac{\partial p^*}{\partial x} = \tau_0 + k \dot{\gamma}^n \quad 1.34$$

$$\dot{\gamma} = \frac{\partial U}{\partial r} = \left( \frac{r}{2} \frac{\partial p^*}{\partial x} - \tau_0 \right)^{\frac{1}{n}} \quad 1.35$$

Après intégration, il vient (cf. Annexe A) :

$$u(r) = \frac{nR}{n+1} \left( \frac{\tau_p}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \left( \left( 1 - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^{\frac{n+1}{n}} - \left( \frac{r}{R} - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^{\frac{n+1}{n}} \right) \quad \text{si } \tau > \tau_0 \quad 1.36$$

$$u(r) = \frac{nR}{n+1} \left( \frac{\tau_p}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \left( 1 - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^{\frac{n+1}{n}} \quad \text{si } \tau < \tau_0 \quad 1.37$$

Le débit  $Q_v$  est donné par :

$$Q_v = \pi R^2 U_d = \int_0^R u(r) 2\pi r dr \quad 1.38$$

Avec  $U_d$  : vitesse débitante.

$$U_d = \left( \frac{R}{4} \right) \left( \frac{4n}{3n+1} \right) \left( \frac{\tau_p}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \left( 1 - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^{\frac{1}{n}} \left[ 1 - \frac{(\tau_0/\tau_p)}{2n+1} \left[ 1 + \frac{2n}{n+1} \left( \frac{\tau_0}{\tau_p} \right) \left( 1 + \frac{n\tau_0}{\tau_p} \right) \right] \right] \quad 1.39$$

L'expression (1.12), à la paroi, donne :

$$\tau_p = \frac{R \Delta p}{2 L} \quad 1.40$$

Avec  $\tau_p$  : contrainte pariétale.

### 1.3.6.2 Régime turbulent

Il existe une panoplie de modèles utilisés pour modéliser l'écoulement de fluides non-Newtoniens en régime turbulent. Ils sont basés pour une grande partie d'entre eux sur les méthodes analytiques adoptées pour les fluides Newtoniens en écoulement turbulent.

Parmi les modèles les plus utilisés, nous pouvons citer par exemple : Dodge et Metzner (1959), Torrance (1963), Wilson (1985) et Slatter (2000). Tous ces modèles dépendent des caractéristiques rhéologiques du fluide qui peuvent être obtenues en utilisant l'un des modèles rhéologiques en écoulement laminaire. Torrance (1963) a proposé un modèle pour les fluides non-Newtoniens en conduite lisse basé sur un modèle rhéologique à seuil pseudo-plastique s'écrivant comme suit :

$$\frac{U}{U_*} = \frac{3.8}{n} + \frac{2.78}{n} \cdot \ln\left(1 - \frac{\tau_0}{\tau_p}\right) + \frac{2.78}{n} \cdot \ln\left(\frac{U_*^{2-n} \cdot \rho \cdot R^n}{k}\right) - 4.17 \quad 1.41$$

Avec :  $U_* = \sqrt{\tau_w / \rho}$

Slatter (2000) a développé une théorie alternative pour les boues, basée sur le concept de la rugosité des particules, l'effet de la turbulence et l'approche classique des fluides Newtoniens.

L'auteur a défini un nombre de Reynolds basé sur la taille représentative d'une particule ( $d_{85}$ ) et les paramètres rhéologiques du modèle Herschel-Bulkley.

$$\text{Re}_r = \frac{8 \cdot \rho \cdot U_*^2}{\tau_0 + k \left[ \frac{8U_*}{d_{85}} \right]^n} \quad 1.42$$

Si  $\text{Re}_r < 3.32$ , alors nous sommes en présence d'un écoulement turbulent lisse et la distribution de vitesses est donnée par :

## CHAPITRE I

$$\frac{U}{U_*} = 2.5 \ln \left( \frac{R}{d_{85}} \right) + 2.5 \ln(\text{Re}_r) + 1.75 \quad 1.43$$

Si  $\text{Re}_r > 3.32$ , alors nous sommes en présence d'un écoulement turbulent rugueux et la distribution de vitesses est donnée par :

$$\frac{U}{U_*} = 2.5 \ln \left( \frac{R}{d_{85}} \right) + 4.75 \quad 1.44$$

L'effet de la contrainte seuil en écoulement turbulent a été considérablement étudié. Une défloculation significative des suspensions peut se produire en écoulement turbulent sous l'effet des contraintes turbulentes [Thomas (1964)]. D'après le même auteur, la défloculation est plus importante en région proche paroi.

Hanks (1978) a proposé un modèle pour prédire les pertes de charges d'un fluide à contrainte seuil. Le modèle est aussi capable de prédire la vitesse de transition entre les deux régimes laminaire et turbulent.

### 1.3.7 Coefficient de frottement

Le coefficient de frottement (ou Fanning factor) s'exprime par la relation :

$$f = \frac{2 \cdot \tau_p}{\rho \cdot U_d^2} \quad 1.45$$

où  $\tau_p$  représente la contrainte pariétale du fluide dans la conduite.

En plus des diagrammes de la contrainte pariétale en fonction de la vitesse (débit), on utilise souvent une représentation illustrant l'évolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de Reynolds.

#### 1.3.7.1 Régime laminaire

A faibles nombres de Reynolds pour lesquels le régime est laminaire, le coefficient de frottement, aussi bien pour les fluides Newtoniens que pour les fluides non-Newtoniens, est donné par la relation (le nombre de Reynolds utilisé et celui de Metzner et Reed):

$$f = \frac{16}{\text{Re}'} \quad 1.46$$

### 1.3.7.2 Régime turbulent

Comme pour la distribution de vitesses, plusieurs modèles existent dans la littérature scientifique pour décrire l'évolution du coefficient de frottement dans le cas des fluides non-Newtoniens. Ce sont en général des modèles empiriques ou semi-empiriques obtenus à partir de corrélations de données expérimentales s'appuyant sur des bases théoriques. Citons-en quelques-uns :Kemblowski et Kolodziejski (1973)et Wilson (1985)ont proposé des modèles théoriques avec une solide base analytique, alors que le modèle de Dodge et Metzner (1959)aune approche plus empirique. La grande majorité de ces modèles a pour base un modèle à loi de puissance modifiée pour intégrer les paramètres du modèle Herschel-Bulkley. Certains modèles, moins nombreux [Hanks (1978), Torrance (1963)], ont été spécifiquement développés pour être utilisés avec le modèle Herschel-Bulkley. Tous ces modèles supposent un écoulement en conduite lisse.

Nous exposons dans ce qui suit les modèles que nous avons utilisés dans le cadre de ce travail de thèse.

- Modèle de Dodge et Metzner (1959)

Le modèle deDodge et Metzner (1959) pour les fluides non-Newtoniens en écoulement turbulent est probablement le plus cité et le plus utilisé en raison de sa simplicité et de son applicabilité à un large éventail de fluides non-Newtoniens Thorvaldsen (1996). Le modèle a été développé à partir des travaux effectués en régime laminaire de Metzner et Reed (1955)dans lesquels seize différents fluides non-Newtoniens ont été étudiés. Metzner et Reed (1955) et Dodge et Metzner (1959) ont conclu que la procédure standard utilisée dans le cas des fluides Newtoniens pouvait aussi être utilisée pour la prévision des écoulements turbulent de fluides non-Newtoniens. En régime turbulent, on considère que la zone isovitesse est négligeable.

La relation suivante est établie et validée par Dodge et Metzner pour les fluides d'Ostwald :

$$\frac{1}{\sqrt{f}} = \frac{4}{(n')^{0.75}} \log \left( \text{Re}' \cdot f^{\left(1-\frac{n'}{2}\right)} \right) - \frac{0.4}{(n')^{1.2}} \quad 1.47$$

Où  $\text{Re}'$  est le nombre de Reynolds généralisé proposé par Metzner et Reed (1955):

$$\text{Re}' = \frac{D^{n'} \cdot U^{2-n'} \cdot \rho}{K' \cdot 8^{n'-1}} \quad 1.48$$

L'indice de consistance  $k'$  et l'indice d'écoulement  $n'$  sont liés aux paramètres de la loi de puissance  $k$  et  $n$  par les relations [Kozicki, Chou *et al.* (1966)]:

## CHAPITRE I

$$n' = n \quad 1.49$$

$$K' = K \left( \frac{3n+1}{4n} \right)^n \quad 1.50$$

- Modèle de Hanks et Ricks (1975)

Le modèle de Hanks et Ricks (1975) a été proposé comme alternative au modèle de Dodge et Metzner (1959) depuis que certaines réserves ont été émises quant à l'utilisation de ce dernier pour décrire les fluides purement visqueux, en particulier les fluides à seuil.

$$f = \frac{0.0682}{n^{0.5}} Re'^{\frac{1}{(1.87+2.39n)}} \quad 1.51$$

Cependant, pour des fluides non-Newtoniens rhéofluidifiants obéissant à une loi de comportement de type loi de puissance, le modèle de Hanks et la méthode de Dodge-Metzner-Reed fournissent des résultats similaires et sont en bonne concordance avec les données expérimentales.

- Modèle de Torrance (1963)

Le modèle de Torrance (1963), basé sur l'écoulement d'un fluide à seuil, est exprimé par l'équation suivante :

$$\frac{1}{\sqrt{f}} = \left( 0.45 - \frac{2.75}{n} \right) + \frac{1.97}{n} \ln(1-x) + \frac{1.97}{n} \ln \left( Re'_{PLC} \cdot f^{1-\frac{n}{2}} \right) \quad 1.52$$

$$x = \frac{\tau_0}{\tau_p} \quad Re'_{PLC} = \frac{D^n U^{2-n} \rho}{k 8^{n-1}}$$

Il existe deux moyens de modifier les corrélations basées sur le modèle à loi de puissance pour être utilisées avec le modèle de Herschel-Bulkley :

- La contrainte seuil dans un écoulement turbulent est supposée être négligeable en raison des taux de cisaillement élevés et de l'écoulement tourbillonnaire qui a tendance à déstructurer le fluide et à faire disparaître tout seuil d'écoulement. Les paramètres  $k$  et  $n$  du modèle de Herschel-Bulkley sont utilisés de façon directe dans les équations du coefficient de frottement.
- L'approche de Metzner-Reed : la contrainte seuil est prise en compte indirectement en utilisant des valeurs de  $k'$  et  $n'$  correspondant à la contrainte pariétale locale en écoulement turbulent.

## **1.4 Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons tenté de cerner, certains outils mathématiques et physiques à même de faciliter la compréhension et l'étude des suspensions de fluides non-Newtoniens dans une conduite cylindrique.

Dans le chapitre suivant, nous passerons en revue les différentes propriétés physico-chimiques des boues de station d'épuration.

## CHAPITRE I

### 1.5 Références

- Barnes, H. A. (1997). Thixotropy - A review. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 70(1-2): 1-33.
- Benchabane, A. (2006). Etude du comportement rhéologique de mélanges argiles - polymères. Effets de l'ajout de polymères. Thèse, de doctorat de l'ULP de Strasbourg I.
- Besq, A. (2000). Ecoulements laminaires de suspensions de bentonite industrielles. Caractérisation rhéométrique - Ecoulements en conduites axisymétriques. Applications aux activités du Génie Civil Thèse, de doctorat de l'Université de Poitiers.
- Chhabra, R. P., Richardson, J. F (2008). *Non-Newtonian flow and applied rheology: Engineering Applications*.
- Coussot, P., F. Bertrand, J. S. Raynaud et P. Moucheron (2001). Détermination directe par IRM du comportement thixotrope de suspensions colloïdales. 36ème colloque du Groupe Français de Rhéologie.
- Dodge, D. W. et A. B. Metzner (1959). Turbulent flow of non-Newtonian systems. *AIChE Journal* 5: 189–204.
- Hanks, R. W. (1978). Low Reynolds number turbulent pipeline flow of pseudohomogeneous slurries. *Proc. Hydrotransport 5 Conf., BHRA, Cranfield, UK*.
- Hanks, W. R. et B. L. Ricks (1975). Transitional and turbulent pipeflow of pseudoplastic fluids. *Journal of Hydraulics* 9(1): 39–44.
- Hedström, B. O. A. (1952). Flow of plastics materials in pipes. *Industrial & Engineering Chemistry* 44(3): 651-656.
- Kemblowski, Z. et J. Kolodziejcki (1973). Flow resistances of non-Newtonians fluids in transitional and turbulent flow. *Int. Chem. Eng.* 13(2): 265-279.
- Kozicki, W., C. H. Chou et C. Tiu (1966). Non-Newtonian flow in ducts of arbitrary cross-sectional shape. *Chemical Engineering Science* 21: 665-679.
- Metzner, A. B. et J. C. Reed (1955). Flow of non-newtonian fluids—correlation of the laminar, transition, and turbulent-flow regions. *AIChE Journal*(1): 434–440.
- Mewis, J. (1979). Thixotropy - a general review. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 6(1): 1-20.
- Nouar, C. et I. A. Frigaard (2001). Nonlinear stability of poiseuille flow of a Bingham fluid: theoretical results and comparaison with phenomenological criteria. *J. Non-Newtonian Fluid Mech* 100: 127-149.

## THEORIE ET BIBLIOGRAPHIE

- Peixinho, J. (2004). Transition laminaire-turbulent et analyse des écoulements turbulents en conduite cylindrique et annulaire pour un fluide à seuil, Henri Poincaré-Nancy 1.
- Shook, C. A., Roco, M.C. (1991). Slurry flow: principles and practice.
- Slatter, P. (2000). The Role of Rheology in the Pipelining of Mineral Slurries. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review* 20: 281-300.
- Slatter, P. T. (1994). Transitional and turbulent flow of non-Newtonian slurries in pipes. Ph.D. Thesis, University of Cape Town.
- Thomas, D. G. (1964). Turbulent disruption of flocs in small particle size suspensions. *AIChE Journal* 10(4): 517-523.
- Thorvaldsen, G. S. (1996). The effect of the particle size distribution on non-Newtonian turbulent slurry flow in pipes. M Tech Cape Peninsula University of Technology.
- Torrance, B. M. (1963). Friction factors for turbulent non-Newtonian fluid flow in circular pipes. *S. Afr. Mech. Eng* 13.
- Wilson, K. C., Thomas, A.D. (1985). A New Analysis of the Turbulent Flow of Non-Newtonian Fluids. *The Canadian Journal of Chemical Engineering* 63: 539-546.



# **CHAPITRE 2.**

## **PHYSICO-CHIMIE DES BOUES DE STEP**

## CHAPITRE 2

# SOMMAIRE

CHAPITRE 2. PHYSICO-CHIMIE DES BOUES DE STEP .....	39
2.1 Introduction .....	43
2.2 Boues biologiques de stations d'épuration .....	43
2.2.1 Le traitement des eaux usées .....	43
2.2.2 La physique des boues .....	44
2.2.3 Comportement rhéologique des boues biologiques.....	45
2.2.4 Relation entre le comportement rhéologique des boues et les propriétés physico-chimiques .....	50
2.2.5 Fluides modèles pour les boues biologiques .....	50
2.3 Conclusion.....	51
2.4 Références .....	52

## CHAPITRE 2

## 2.1 Introduction

De nombreux travaux de thèse ont été conduits sur les comportements rhéologiques des boues biologiques [Chavarría (1980)) ; Sutapa (1996)) ; Dollet (2000)) ; Baudez (2001)) ; Tixier (2003)], en raison de l'intérêt qu'ils suscitent aussi bien au plan industriel que scientifique. Seyssiecq et *al.* (2003) ont publié une synthèse bibliographique sur les différents travaux effectués sur différentes boues de station d'épuration en termes de caractérisation rhéologique. Dans cette partie, à travers une synthèse des différents travaux antérieurs, nous allons décrire les propriétés physico-chimiques et le comportement rhéologique de ce type de fluides.

## 2.2 Boues biologiques de stations d'épuration

### 2.2.1 Le traitement des eaux usées

Le traitement des eaux usées a pour but de produire une eau propre, apte à être rejetée dans le milieu naturel après extraction des éléments polluants. Le résidu de ce processus d'élimination des matières polluantes dans l'eau usée génère un produit final qui est dénommé boue. Ces éléments polluants sont de nature très variées selon les modes de traitement pratiqués. Nous retiendrons la définition de Baudez (1998) des boues d'épuration : " *C'est un mélange très actif de bactéries, de matières colloïdales et non colloïdales, organiques et minérales, variable dans le temps et dans ses proportions d'un échantillon à l'autre, plongé dans un fluide interstitiel lui-même constitué d'un mélange d'eau et de polymère.*"

Les boues résiduelles à la sortie de la filière eau sont constituées de 99% d'eau, ce qui engendre d'énormes volumes de stockage et nécessite un traitement spécifique, dont nous nous proposons de passer en revue les différentes étapes (Figure 2.1) :

- i)* *L'épaississement* est la première étape du processus de traitement qui consiste à éliminer l'eau libre et réduire les volumes à traiter.
- ii)* *La stabilisation* consiste, à partir de processus microbiens, de réduire la quantité de matières organiques pour limiter les risques de fermentation.
- iii)* *Le conditionnement et la déshydratation* : le conditionnement consiste à permettre aux composants organiques et minéraux de s'agréger en ajoutant des adjuvants chimiques (floculats, coagulants). Une fois son volume réduit, la boue est déshydratée puis stockée.

## CHAPITRE 2

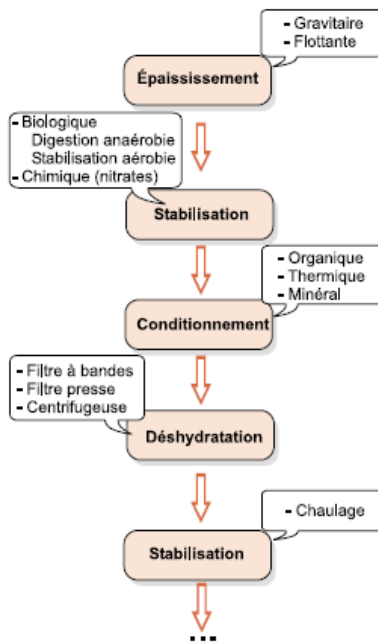


Figure 2.1 Principe d'une filière de boue [Baudez (1998)]

### 2.2.2 La physique des boues

Les boues d'épuration sont considérées comme un mélange de polymères, colloïdes organiques et minéraux dans une phase continue [Baudez (2001)]. En effet, la matière organique, essentiellement constituée de polymères, de colloïdes et de fibres, ajoutée à de la matière minérale et à des composés complexes tels les complexes argilo-humiques, engendre une structure hétérogène constituée de floccs, colloïdes, fibres, chaînes polymériques et micro-organismes. L'interaction de ces composants entre eux génère des comportements mécaniques particulièrement complexes.

#### 2.2.2.1 Floccs et floculation

Le flocc résulte de l'agrégation de différents composants présents dans la phase dispersante, entre autres des micro-organismes, essentiellement des bactéries, mais aussi des particules inorganiques et des polymères exocellulaires. La grande hétérogénéité du matériau et l'irrégularité des floccs rend difficile la caractérisation précise de la structure des floccs et par suite, la caractérisation des boues d'un point de vue granulométrique, ce qui pose problème dans la détermination des propriétés physique des boues. Un flocc de boue est considéré comme étant un agrégat de particules hautement poreux possédant des propriétés fractales

[Wu (2002)] cité par Tixier (2003). Les mêmes auteurs distinguent plusieurs niveaux de dimensions fractales pour décrire la constitution des floccs : (i) les particules primaires qui ont une porosité moindre et sont résistantes au cisaillement, (ii) les micro-floccs qui ont une taille de l'ordre de 10 $\mu$ m, (iii) les floccs formés par l'agrégation de micro-floccs, qui présentent une structure plus poreuse. La flocculation serait due à des interactions chimiques par formation de liaisons chimiques entre groupes. Des interactions physiques, enchevêtrement, contribuent aussi à la formation du flocc [Baudez (2001)].

## **2.2.3 Comportement rhéologique des boues biologiques**

### **2.2.3.1 Intérêt de ce volet de connaissance**

La caractérisation rhéologique des boues issues du traitement biologique des eaux usées fait l'objet de recherches visant à une meilleure connaissance de ces matériaux à diverses étapes de la filière de traitement des eaux usées. Dentel (1997) a résumé l'importance de la connaissance des paramètres rhéologiques des boues dans la gestion des stations d'épuration. En effet, la détermination des différents paramètres rhéologiques est d'une importance capitale dans la gestion des boues de stations d'épuration. La rhéologie fournit aussi un outil appréciable pour le dimensionnement des systèmes de pompage, de transport, de stockage et d'épandage.

L'un des facteurs déterminants à prendre en considération dans le dimensionnement des pompes qui permettent le transport des boues est la perte de charge. Proff et Lohmann (1997) ont développé une méthode de calcul de pertes de charge liées aux frottements visqueux dans les canalisations. Cette méthode prend en compte le caractère non-Newtonien des boues et nécessite la détermination de paramètres rhéologiques comme la viscosité, en particulier. Sozanski *et al.* (1997) ont utilisé les paramètres rhéologiques des boues pour définir les paramètres du transport hydraulique de boues en se basant sur le nombre de Reynolds.

L'optimisation des propriétés physiques des boues peut aussi se révéler utile pour réduire au minimum leur coût de transport [Tixier (2003)]. Le choix de matériel adapté pour le stockage et les conditions de reprise des boues est conditionné par la connaissance de leur état physique [Baudez (2002)]. La reprise et l'épandage des boues nécessitent une bonne connaissance ainsi qu'une bonne maîtrise de leur consistance, notamment afin de réussir à homogénéiser l'épandage [Baudez (1998)].

Dans le cas des fluides chargés, deux sortes de mesures complémentaires sont utiles pour caractériser leur comportement rhéologique. D'une part, les mesures en écoulement permettent de caractériser la structure des suspensions en écoulement laminaire, à savoir les propriétés visqueuses et plastiques. D'autre part, des mesures dynamiques caractérisent les

## CHAPITRE 2

propriétés viscoélastiques du matériau en soumettant ce dernier à des déformations sinusoïdales. Les mesures dynamiques permettent aussi de déterminer la limite entre le comportement viscoélastique et plastique c'est-à-dire la valeur de la contrainte seuil.

### 2.2.3.2 Propriétés rhéologiques des boues

#### 2.2.3.2.1 Comportement rhéofluidifiant

Une synthèse bibliographique des travaux effectués pour caractériser le comportement rhéologique des suspensions concentrées ainsi que les modèles rhéologiques utilisés est donnée dans le Tableau 1.

De nombreux travaux traitant de la rhéologie des suspensions concentrées utilisent des modèles rhéofluidifiants pour représenter l'équation d'état rhéologique des boues biologiques. Certains auteurs [Behn (1962)) ; Ducla (1983)) ; Moeller (1997)] ont choisi le modèle d'Oswald à loi de puissance pour modéliser le comportement rhéofluidifiant des suspensions. Tandis que d'autres Sutapa (1996)) ; Pagny (1997) ont travaillé sur une gamme plus large de taux de cisaillement et ont ainsi observé un plateau de viscosité constante dans la région à taux de cisaillement élevés. Pour cette raison, les auteurs ont utilisé le modèle Sisko pour représenter les propriétés rhéologiques des boues activées. D'autres auteurs encore, comme Chavarria (1980), ont proposé leur propre modèle pour la caractérisation des boues biologiques. Récemment, Baudez *et al.* (2011) ont montré que les boues digérées peuvent être modélisées par une loi à seuil, en l'occurrence le modèle de Herschel Bulkley.

#### 2.2.3.2.2 Seuil d'écoulement des boues

La nature de la boue et plus particulièrement son état de floculation peuvent aussi favoriser l'apparition d'un seuil d'écoulement à des valeurs de MES variables [Dentel (2000)]. En effet, il est communément admis que les boues sont des fluides à seuil [Seysiecq (2003)]. Les modèles cités précédemment caractérisent assez bien le comportement rhéofluidifiant des boues pour des valeurs de taux de cisaillement suffisamment élevées mais ne tiennent pas compte de la contrainte seuil. Pour caractériser ces fluides dans un champ de taux de cisaillement faible en tenant compte du seuil d'écoulement, Baudez (2001) et Tixier (2003) ont utilisé le modèle Herschel-Bulkley qui paraît être le plus approprié. Néanmoins, il semblait intéressant pour certains auteurs d'étudier l'évolution du seuil d'écoulement avec les propriétés physico-chimiques. Ainsi Baudez *et al.* (2011) décrivent une évolution en loi de puissance du seuil d'écoulement en fonction de la concentration. Dans certains papiers, des auteurs tels Lotito (1997)) ; Sozanski *et al.* (1997)) ; Dollet (2000)) ; Baudez (2001) rapportent l'influence de la concentration sur la rhéologie des boues de STEP et d'autres, tels Manoliadis (1984)) ; Sozanski *et al.* (1997), celle de la température.



PHYSICO-CHEMIE DES BOUES DE STEP

ref.	Suspensions étudiées	Model proposé
Behn (1962)	Boues digérées 10 à 147 g/L T= 16-20-25-32°C	Ostwald
Ducla (1986)	Suspensions de microorganismes $\Phi_p = 0.102$ à 0.2	Ostwald
Grant (1990)	Suspensions de trois différents microorganismes 3 à 15.5 g/L	Ostwald <b>ou</b> Bingham <b>ou</b> Casson
Sutapa (1996)	Boues activées domestiques et industrielles ou boues de laboratoire 5 à 110 g/L	Sisko
Moeller (1997)	Boues digérées anaérobiques et aérobiques 12 à 57 g/L	Ostwald
Battistoni (1997)	Boues activées 8 à 350 g/L T= 5 à 50°C	Bingham
Slatter (1997)	Boues digérées 32 à 66 g/L	Herschel-Bulkley
Baudez (2001)	Boues pâteuses destinées à l'épandage agricole.	Herschel-Bulkley
Chavarria (1980)	Boues primaires 7.7 à 37 g/L	-
Dollet (2000)	Boues activées 0 à 22 g/L	Bingham

Tableau 1 Principaux modèles utilisés pour les suspensions denses, notamment les boues de stations d'épuration [Seysiecq (2003)].

## CHAPITRE 2

### **2.2.3.2.3 Comportement thixotropique**

Outre les caractéristiques non-Newtoniennes déjà citées, les boues biologiques sont des fluides fortement thixotropes [Behn (1962)) ; Battistoni (1997)) ; Yen (2002)]. Pour montrer les propriétés thixotropes des boues, Behn (1962) a utilisé un viscosimètre capillaire avec des tubes de même diamètre mais de longueurs différentes. Très peu d'auteurs ont tenté de modéliser le caractère thixotrope des boues de station d'épuration. Battistoni (1997) a quantifié ce phénomène par la surface d'hystérèse résultant de l'application d'une montée-descente linéaire en vitesse de cisaillement. Il a montré dans ces travaux que cette surface d'hystérésis due à la thixotropie varie de manière exponentielle avec la concentration en matière solide.

### **2.2.3.2.4 Comportement viscoélastique**

Les boues comme beaucoup d'autres fluides chargés sont viscoélastiques [Seysiecq (2003)], une propriété qui peut être mise en évidence à l'aide de mesures rhéologiques en régime dynamique. Ces dernières sont utilisées dans la plupart des travaux pour compléter les informations tirées des mesures en écoulement de cisaillement.

Sutapa (1996) et Pagny (1997) ont utilisé le mode dynamique pour obtenir des valeurs de la contrainte seuil plus précises que celles obtenues en extrapolant le rhéogramme à taux de cisaillement nul. Baudez (2001) a utilisé les mesures en régime dynamique pour compléter et confirmer les mesures obtenues en écoulement pour des boues pâteuses. Il indique que la boue ne devient pas de plus en plus fluide aux déformations élevées, mais devient plutôt de moins en moins élastique. Toda (1998) ont utilisé uniquement les mesures dynamiques pour la caractérisation des propriétés rhéologiques de suspensions microbiologiques concentrées. Baudez *et al.* (2011) ont conclu dans leur étude sur une boue digérée à différentes concentrations qu'au-dessous de la contrainte seuil (à faible taux de cisaillement), les boues se comportent comme un solide élastique. A des taux de cisaillement plus élevés, les boues se comportent en fluide à seuil et peuvent être modélisées avec les modèles de Herschel-Bulkley ou de Bingham.

### **2.2.3.3 Appareils de mesure utilisés**

#### **2.2.3.3.1 Rhéomètre capillaire**

Parmi les différents appareils et géométries de mesure utilisés pour la caractérisation rhéologique des boues, le rhéomètre capillaire est le plus simple. Il est en effet assez sensible aux faibles viscosités (boues diluées) et d'un faible coût. Slatter (1997) a utilisé ce type de rhéomètre qu'il a modifié. Il justifie son choix par le fait qu'il propose d'étudier la relation existant entre les propriétés rhéologiques des boues et le fonctionnement du processus de

pompage de ces dernières. Behn (1962), quant à lui, s'est servi d'un rhéomètre capillaire commercial. Moeller (1997) a travaillé sur la caractérisation des boues primaires et secondaires après traitements aérobie et anaérobie en utilisant un rhéomètre Brookfield.

#### **2.2.3.3.2 Rhéomètre rotationnel**

Il s'agit là de l'appareillage dont l'emploi est le plus fréquent pour étudier le comportement rhéologique des boues. Le rhéomètre est composé de deux cylindres coaxiaux en rotation l'un par rapport à l'autre. Slatter (1997) a résumé les avantages et inconvénients dans l'utilisation de cet appareil. Abu-Or (1999) ont utilisé un rhéomètre rotationnel pour travailler sur l'influence du mélange dans les réservoirs de stockage sur les propriétés rhéologiques des boues ayant subi des traitements physico-chimiques. Lotito (1997) a également utilisé ce type de rhéomètre muni de deux cylindres coaxiaux pour montrer l'influence des différents traitements (stabilisation, épaissement) sur le comportement rhéologique des boues de station d'épuration. Dans le papier de Grant (1990), les auteurs ont comparé différents rhéomètres pour pouvoir déterminer le comportement des microorganismes filamenteux. Il est à noter que certains auteurs ont choisi d'équiper leurs rhéomètres rotatifs avec d'autres géométries de mesure que les cylindres coaxiaux. Sutapa (1996) et Pagny (1997) ont travaillé sur des boues activées faiblement concentrées ( $<42 \text{ g.l}^{-1}$ ). Dans le cas des suspensions de sulfate de calcium [Louis-Tisserand (1995)] des boues d'épandage [Baudez (2001)] ou des suspensions pâteuses [Chavarria (1980)], des géométries planes sont généralement utilisées.

#### **2.2.3.3.3 Rhéoréacteur**

Cette catégorie de rhéomètres est également utilisée pour l'étude expérimentale des propriétés rhéologiques des boues, notamment dans le cas des suspensions de boues concentrées (dans le cas des suspensions faiblement concentrées, les problèmes liés à la sédimentation de l'échantillon dans le réacteur empêchent leur utilisation) [Tixier (2003)]. Il est délicat d'évaluer avec de tels systèmes le caractère thixotrope de la boue du fait que celui-ci dépend essentiellement du régime turbulent appliqué à l'échantillon [Seysiecq (2003) ; Tixier (2003)].

### **2.2.4 Relation entre le comportement rhéologique des boues et les propriétés physico-chimiques**

#### **2.2.4.1 Charge de surface et structure des floccs**

Forster [Forster (1981) ; Forster (1983)] a mis en évidence la relation existant entre la composition de surface des particules de boue activée et leur comportement rhéologique. Dans le premier travail, en 1981, il conclut que le comportement non-Newtonien de telles suspensions est probablement lié aux charges de surfaces des particules. Par la suite, en 1983, sur la base d'une série de traitements enzymatiques sur des boues activées et digérées, il montre clairement que leurs caractéristiques rhéologiques sont dépendantes de la charge de surface portée par les particules constitutives de ces boues. Il conclut que les protéines et les polysaccharides sont les constituants biochimiques les plus importants dans la détermination de la viscosité de la boue et, dans le cas des boues digérées, ce sont les lipopolysaccharides et les protéines qui jouent un rôle primordial dans la détermination des propriétés de surface des floccs et donc de la viscosité.

Le même auteur dans des travaux plus récents [Forster (2002)] sur des boues issues d'un digesteur anaérobie, montre le lien existant entre la contrainte de cisaillement et la charge de surface portée par les particules de boues

Dollet (2000) a étudié la rhéologie des différents états de floculation d'une boue activée. Il a montré l'effet de la concentration en matière solide et du pH sur les paramètres du modèle Bingham : la contrainte seuil et la viscosité augmentent avec le pH jusqu'à 7, indiquant une meilleure cohésion des floccs et donc une floculation optimale pour un pH compris entre 6 et 7 [Mikkelsen (2001)].

Il apparait clairement, d'après ces travaux, que la charge de surface a une forte influence sur le comportement rhéologique de la boue. Ainsi, une modification de la charge de surface par des traitements physico-chimiques entraîne des modifications structurelles considérables, lesquelles ont une incidence directe sur le comportement de la boue.

### **2.2.5 Fluides modèles pour les boues biologiques**

En raison du manque de reproductibilité des caractéristiques rhéologiques des boues, Abu-Or (1999) a jugé que l'utilisation d'une suspension avec des caractéristiques reproductibles est souhaitable pour faciliter une évaluation des paramètres rhéologiques. L'utilisation de fluides modèles doit reproduire assez bien les aspects physiques et chimiques des boues, être dans la même famille de fluides non-Newtoniens, c'est-à-dire avoir le même comportement rhéologique que celles-ci, tout en étant reproductible.

Plusieurs travaux ont été effectués en utilisant différents types de fluides modèles pour simuler les caractéristiques physiques et chimiques des boues biologiques [Tiller (1990) ; Sanin et Vesilind (1996)]. Tiller (1990) ont utilisé une suspension de kaolin pour étudier l'aspiration capillaire. Sanin et Vesilind (1996) ont utilisé un mélange de particules de polystyrène, alginate et d'ions de calcium pour simuler la filtrabilité des boues biologiques et la réponse aux additifs cationiques. Abu-Or (1999) ont considéré qu'une suspension de cellulose chargée en polymère pouvait constituer un bon fluide modèle pour l'étude des eaux usées (fluides chargés). En effet, les suspensions qu'ils ont utilisées montrent des charges de surface négatives, similaires à celles des boues activées et des boues digérées par traitement anaérobie [Griskowitz (1993)]. Les valeurs CST de la suspension de cellulose utilisée par Abu-Orf (1997) sont proches de celles observées sur des boues digérées. Récemment, dans une étude réalisée pour identifier des fluides de laboratoire pouvant modéliser le comportement rhéologique des boues, Eshtiaghi (2012) ont conclu que le comportement rhéologique des boues pouvait être modélisé à l'aide de CMC lors d'un écoulement permanent à des taux de cisaillement élevés, de gel de Carbopol pour reproduire les processus d'écoulement de courte durée et de suspensions d'argile (laponite) pour représenter le caractère chrono-dépendant dominant des boues.

## **2.3 Conclusion**

Dans ce chapitre, une revue bibliographique consacrée à la caractérisation rhéologique des boues de station d'épuration a été rapportée. Les principaux modèles rhéologiques utilisés pour reproduire le caractère non-Newtonien des boues sont également présentés. Tous ces travaux montrent la complexité du comportement mécanique des boues de stations d'épuration.

## 2.4 Références

- Abu-Or, M. M., Dentel, S.K. (1999). Rheology as tool for polymer dose assessment and control. *Journal of Environmental Engineering* **125**(12): 1133–1141.
- Abu-Orf, M. M., Dentel, S.K. (1997). Polymer dose assessment using the streaming current detector. *Water Environment Research* **69**(6): 1075-1085.
- Battistoni, P. (1997). Pre-treatment, measurement execution procedure and waste characteristics in the rheology of sewage sludges and the digested organic fraction of municipal solid wastes. *Water Sci. Technol.* **36**(11): 33-41.
- Baudez, J.-C. (2002). Rhéologie et physico-chimie des boues résiduaires pâteuses pour l'étude du stockage et de l'épandage. *La Houille Blanche*(6-7): 98-103.
- Baudez, J. C. (2001). Rhéologie et physico-chimie des boues résiduaires pâteuses pour l'étude du stockage et de l'épandage. Ph.D. thesis, Ecole nationale du génie rural, des eaux et des forêts.
- Baudez, J. C., Coussot, P., Thirion, F. (1998). Rhéologie des boues de stations d'épuration : études préliminaires pour la maîtrise des stockages et épandages. *Ingénieries EAT*,. **15**.
- Baudez, J. C., F. Markis, N. Eshtiaghi et P. Slatter (2011). The rheological behaviour of anaerobic digested sludge. *Water Research* **45**(17): 5675-5680.
- Behn, V. C. (1962). Experimental determination of sludge-flow parameters. *J. Sanitary Eng. Div. SA3*: 39–54.
- Chavarria, F. E. (1980). Etude rhéologique des suspensions de floccs biologiques, Université du Languedoc. Ph.D. thesis, Université du Languedoc.
- Dentel, S. K. (1997). Evaluation and role of rheological properties in sludge management. *Water Science and Technology* **36**(11): 1-8.
- Dentel, S. K., Abu-Orf, M.M., Walker, C.A. (2000). Optimization of slurry flocculation and dewatering based on electrokinetic and rheological phenomena. *Chemical Engineering Journal* **80**(1-3): 65-72.
- Dollet, P. (2000). Rheological application to the characterization of the bioflocculation of activated sludge. Ph.D. thesis, Université de Limoges, Limoges, FRANCE.
- Ducla, J. M., Desplanches, H., Chevalier, J. L. (1983). Effective viscosity of non-Newtonian fluids in a mechanically stirred tank. *Chemical Engineering Communications* **21**(1-3): 29-36.
- Ducla, J. M., Desplanches, H., Chevalier, J.L. (1986). Effective viscosity of non-Newtonian fluids in a mechanically stirred tank. *Chem. Eng. Commun* **21**: 29-36.

- Eshtiaghi, N., Yap, S.D., Markis, F., Baudez, J-C., Slatter, P. (2012). Clear model fluids to emulate the rheological properties of thickened digested sludge. *Water Research* **46**(9): 3014-3022.
- Forster, C. F. (1981). Preliminary studies on the relationship between sewage sludge viscosities and the nature of the surfaces of the component particles. *Biotechnology Letters* **3**(12): 707-712.
- Forster, C. F. (1983). Bound water in sewage sludges and its relationship to sludge surfaces and sludge viscosities. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology. Biotechnology* **33**(1): 76-84.
- Forster, C. F. (2002). The rheological and physico-chemical characteristics of sewage sludges. *Enzyme and Microbial Technology* **30**: 340–345.
- Grant, A. D., Robinson, C.W., (1990). Measurement of rheological properties of filamentous fermentation broths. *Chemical Engineering Science* **45**(1): 37-48.
- Griskowitz, N. J. (1993). Cationic polyelectrolyte fate and effect in dewatering of cellulose sludge, University of Delaware.
- Lotito, V., Spinosa, L., Mininni, G., Antonacci, R. (1997). The rheology of sewage sludge at different steps of treatment. *Water Science and Technology* **36**(11): 79-85.
- Louis-Tisserand, B. (1995). Rhéologie des suspensions de sulfate de calcium (gypse, plâtre et anhydrite). Analyse de l'influence de la forme et des caractéristiques morphostructurales des particules, Université de Dijon, Dijon, FRANCE.
- Manoliadis, O., Bishop, P.L. (1984). Temperature Effect on Rheology of Sludges. *J. Environ. Eng.* **110**(1): 286–290.
- Mikkelsen, L. H. (2001). The shear sensitivity of activated sludge: Relations to filterability, rheology and surface chemistry. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* **182**(1-3): 1-14.
- Moeller, G., Torres, L.G., (1997). Rheological characterization of primary and secondary sludges treated by both aerobic and anaerobic digestion. *Bioresource Technology* **61**: 207-211.
- Pagny, C. (1997). Etude rhéologique des suspensions de boues activées, Ecole Nationale Supérieure des Industries Chimiques. rapport de DEA, Ecole Nationale Supérieure des Industries Chimiques, INPL, Nancy.
- Proff, E. A. et J. H. Lohmann (1997). Calculation of pressure drop in the tube flow of sewage sludges with the aid of flow curves. *Water Science and Technology* **36**(11): 27-32.
- Sanin, F. D. et P. A. Vesilind (1996). Synthetic Sludge: A Physical/Chemical Model in Understanding Bioflocculation. *Water Environment Research* **68**(5): 927-933

## CHAPITRE 2

- Seyssiecq, I., Ferrasse, J-H., Roche, N., (2003). State-of-the-art: rheological characterisation of wastewater treatment sludge. *Biochemical Engineering Journal* **16**: 41–56.
- Slatter, P. (1997). The rheological characterisation of sludges. *Water Sci. Technol.* **36**(11): 9-18.
- Sozanski, M. M., E. S. Kempa, K. Grocholski et J. Bien (1997). The rheological experiment in sludge properties research. *Water Science and Technology* **36**(11): 69-78.
- Sutapa, I. D. A. (1996). Propriétés physico-chimiques et décantabilité des boues activées en relation avec le transfert d'oxygène et la biofloculation. Ph.D. thesis, Institut national polytechnique de Lorraine, Vandoeuvre-lès-Nancy, FRANCE.
- Tiller, F. M., Shen, Y.L., Adin, A. (1990). Capillary Suction Theory for Rectangular Cells. *Research Journal of the Water Pollution Control Federation* **62**(2): 130-136.
- Tixier, N. (2003). Approche des propriétés rhéologiques de suspensions biologiques floculées. Ph.D. thesis, Université de Limoges.
- Tixier, N., Guibaud, G., Baudu, M. (2003). Determination of some rheological parameters for the characterization of activated sludge. *Bioresource Technology* **90**(2): 215-220.
- Toda, K., Furuse, H., Amari, T., Wei, X., (1998). Cell concentration dependence of dynamic viscoelasticity of *Escherichia coli* culture suspensions. *Journal of Fermentation and Bioengineering* **85**(4): 410-415.
- Wu, R. M., Lee, D.J., Waite, T.D., Guan, J. (2002). Multilevel structure of sludge flocs. *J. Colloid Interface Sci.* **252**: 383-392.
- Yen, P. S., Chen, L.C., Chien, C.Y., Wu, R.M., Lee, D.J. (2002). Network strength and dewaterability of flocculated activated sludge. *Water Research* **36**(3): 539-550.



# **CHAPITRE 3.**

## **MATERIELS ET METHODES**

## CHAPITRE 3

# SOMMAIRE

CHAPITRE 3. MATERIELS ET METHODES .....	55
3.1 Introduction.....	59
3.2 Techniques de mesure en écoulement.....	59
3.2.1 Boucle Hydraulique .....	59
3.2.2 Pompe PCM MOINEAU .....	65
3.2.3 La chaîne de mesure des vitesses .....	65
3.2.4 La chaîne de mesure des pressions.....	73
3.2.5 Contrôleur de pression .....	76
3.3 Technique de mesure rhéologique .....	76
3.3.1 La géométrie de mesure .....	77
3.3.2 Evaporation des échantillons.....	77
3.4 Fluides de travail.....	78
3.4.1 Bentonite .....	78
3.4.2 Carboxymethyl cellulose (CMC).....	81
3.4.3 Préparation .....	82
3.5 Conclusion .....	82
3.6 Références.....	84

## CHAPITRE 3

## 3.1 Introduction

Dans le chapitre précédent, nous avons résumé, à travers des travaux antérieurs, les principales propriétés rhéologiques des boues de stations d'épuration. Cependant, la connaissance des propriétés rhéologiques est loin d'être suffisante pour l'optimisation de la gestion de ces produits polluants. Une connaissance approfondie des propriétés dynamiques en écoulement est aussi nécessaire. L'étude des écoulements de ces matériaux nécessite la mise en place de méthodes d'investigation particulières.

Dans ce qui suit, nous présentons, dans une première partie, la boucle hydraulique conçue à l'Institut de Mécanique des Fluides et des Solides de Strasbourg (IMFS) ainsi que les deux chaînes de mesure de pression et de vitesse et les différentes techniques de mesure utilisées. Puis nous décrivons les différentes mesures rhéologiques effectuées. Enfin, nous terminons ce chapitre avec la présentation des fluides utilisés lors de nos travaux, à savoir : la bentonite comme argile et le carboxyméthylcellulose comme polymère.

## 3.2 Techniques de mesure en écoulement

### 3.2.1 Boucle Hydraulique

L'installation expérimentale utilisée pour l'étude des différents fluides en écoulement est une boucle hydraulique conçue et réalisée au sein de l'IMFS, schématisée dans la Figure 3.1. Elle comporte une longueur utile de 14 mètres de conduite en Plexiglas<sup>®</sup> de diamètre intérieur 20 mm. Cette boucle horizontale sert en même temps de zone de mesure de pression et de profils de vitesse, par exemple. Un modèle de flasques universel a été développé en atelier afin d'assurer la modularité complète et rapide du système. On peut ainsi interchanger les différents tronçons afin de cibler une zone de l'écoulement en y mesurant à la fois les pressions et les profils de vitesses. L'écoulement est assuré au moyen d'une pompe PCM MOINEAU (2) générant des débits pouvant atteindre 9 m<sup>3</sup>/h (2.5 l/s), volumétrique à rotor excentré, pilotable en débit. Cette pompe est alimentée par un réservoir d'une capacité de plus de 50 l (1). La boucle hydraulique est équipée de plusieurs capteurs de pression surfaciques (5) qui fournissent des points de pression absolue. Sauf indication contraire, les deux prises de pression, notées (5), situées à 9.22 et 11.97 m de l'entrée de la boucle de mesure, sont utilisées pour la détermination des pertes de charge. Les capteurs de pression sont fixés à des cavités usinées sur la conduite avec un diamètre égal à celui du capteur. Un débitmètre électromagnétique (3) (DS41F, du constructeur ABB) permet la mesure du débit en temps réel. Les profils de vitesse sont obtenus à l'aide d'un vélocimètre ultrasonore pulsé à effet Doppler (UPDV) (6) installé à la fin du circuit hydraulique, donnant ainsi une longueur suffisante pour l'établissement du régime d'écoulement.

### CHAPITRE 3

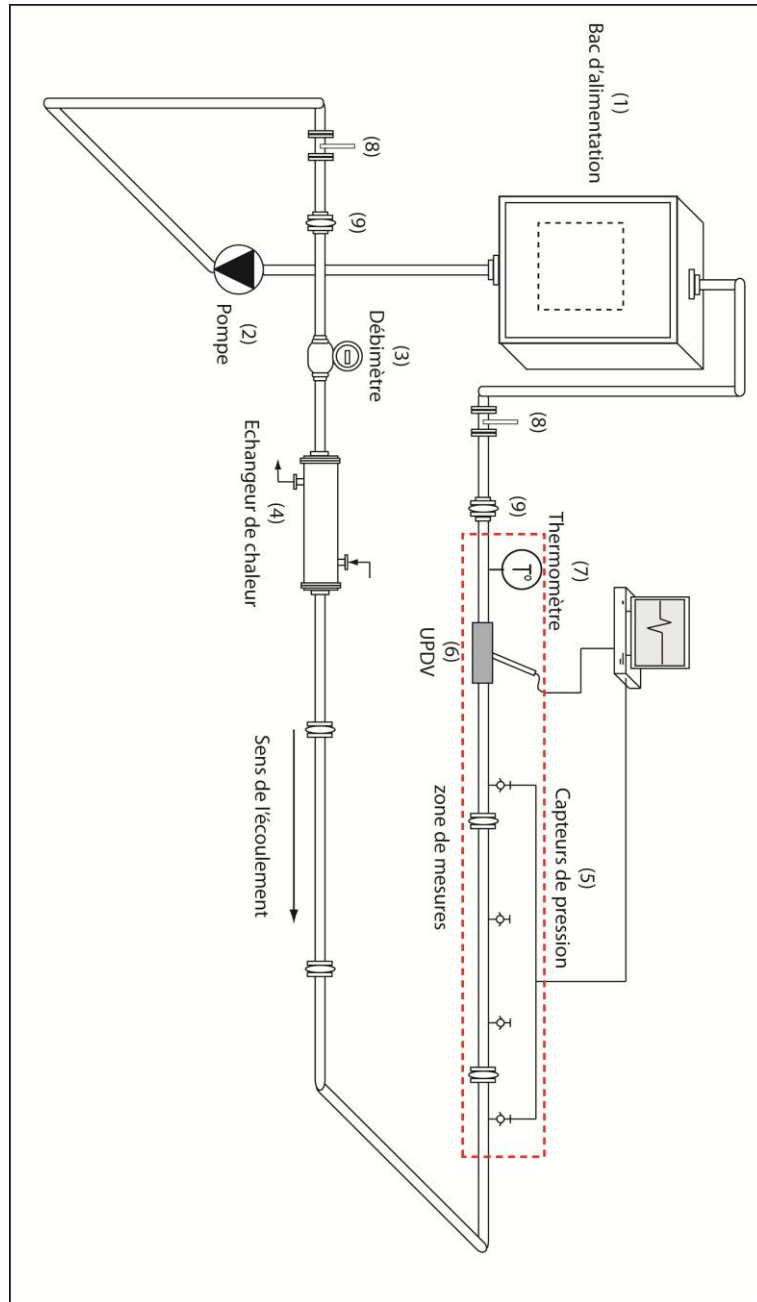


Figure 3.1 Schématisation de la boucle hydraulique.

## MATERIELS ET METHODES

Les essais effectués à différentes températures ont été contrôlés à l'aide d'un échangeur de chaleur (4) et d'un thermomètre (7), monté en aval de la section de mesure, pour la mesure de la température du fluide. Les essais en température ont été effectués en utilisant un échangeur de chaleur coaxial à contre-courant et durant ces essais la boucle hydraulique a été calorifugée.

Notons que cette boucle a l'avantage de comporter plusieurs types de géométries singulières. Les différentes vannes, de par leur configuration intérieure, sont des organes dont l'importance dans les différents circuits hydrauliques est primordiale. Une telle boucle a également l'avantage d'offrir la possibilité de choix de circuits d'écoulement pour une étude éventuelle du degré de déstructuration d'une suspension transitant ou non à travers la pompe. En effet, la présence de vannes (8) sur le circuit hydraulique permet d'avoir plusieurs configurations d'écoulements. On entend par configuration la possibilité de maîtriser "l'histoire" du fluide entrant dans la boucle plane. Ainsi on peut, soit faire circuler du fluide déstructuré, c'est à dire du fluide qui sort directement de la pompe où il a subi des cisaillements importants (Figure 3.2), soit le faire circuler en écoulement gravitaire, du réservoir vers la boucle plane sans passer par la pompe. L'avantage d'une telle configuration est de conserver l'état structurel acquis par le fluide dans le réservoir, donc avoir dans la boucle plane un fluide très structuré ou très faiblement déstructuré lors de son transit dans la boucle.

Deux manchons antivibrations (9) sont placés de manière à permettre la limitation de la transmission des vibrations de la pompe au circuit hydraulique. L'ensemble de la conduite repose sur un châssis en aluminium profilé en U, qui assure l'alignement des différents éléments. Un boîtier de commande permet de programmer précisément tous les protocoles d'écoulement, tels les rampes de montée, de descente et les plateaux de débits.

Dans ce travail, seul le dernier tronçon horizontal (3 m) de la boucle a été utilisé. Il suit immédiatement un coude de 90°.

Pour les fluides à seuil considérés, dont le comportement est décrit par le modèle Herschel-Bulkley, la longueur d'établissement,  $L$ , de l'écoulement est d'après Froishteter et Vinogradov, cité par Peixinho (2004), donnée par :

$$\frac{L}{R Re_g} = \frac{0.23}{n^{0.31}} - 0.4\alpha \quad Re_g = \frac{\rho U^{2-n} R^n}{k} \quad 3.1$$

Où  $\rho$  est la masse volumique,  $U$  la vitesse débitante et  $\alpha$  le rapport de la contrainte seuil à la contrainte pariétale. Les mesures ont été effectuées à 2.5 m du coude. D'après la relation 3.1, la distance est suffisante pour assurer l'établissement de l'écoulement<sup>1</sup>.

---

<sup>1</sup> Exemple : pour un fluide ( $\tau_0=3 Pa$ ,  $K=0.63 Pa.s^{-n}$  et  $n=0.6$ ) et pour ( $U=1 m.s^{-1}$ ,  $Re_g=106$ ,  $\alpha=0.15$ ), d'après (1.1) :  $L=22R < 250R$ .

## CHAPITRE 3

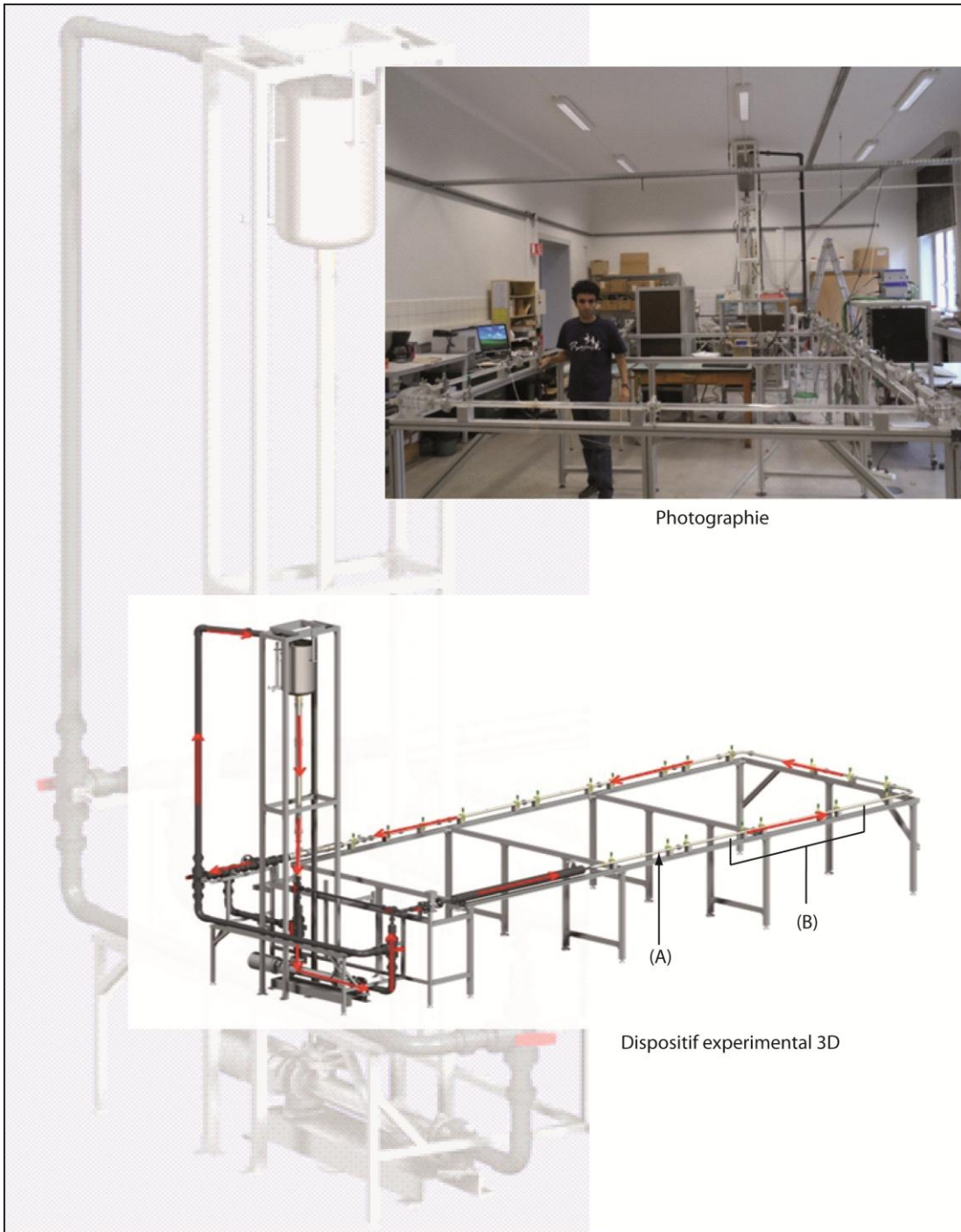


Figure 3.2 Dispositif expérimental (circuit d'écoulement)



## MATERIELS ET METHODES

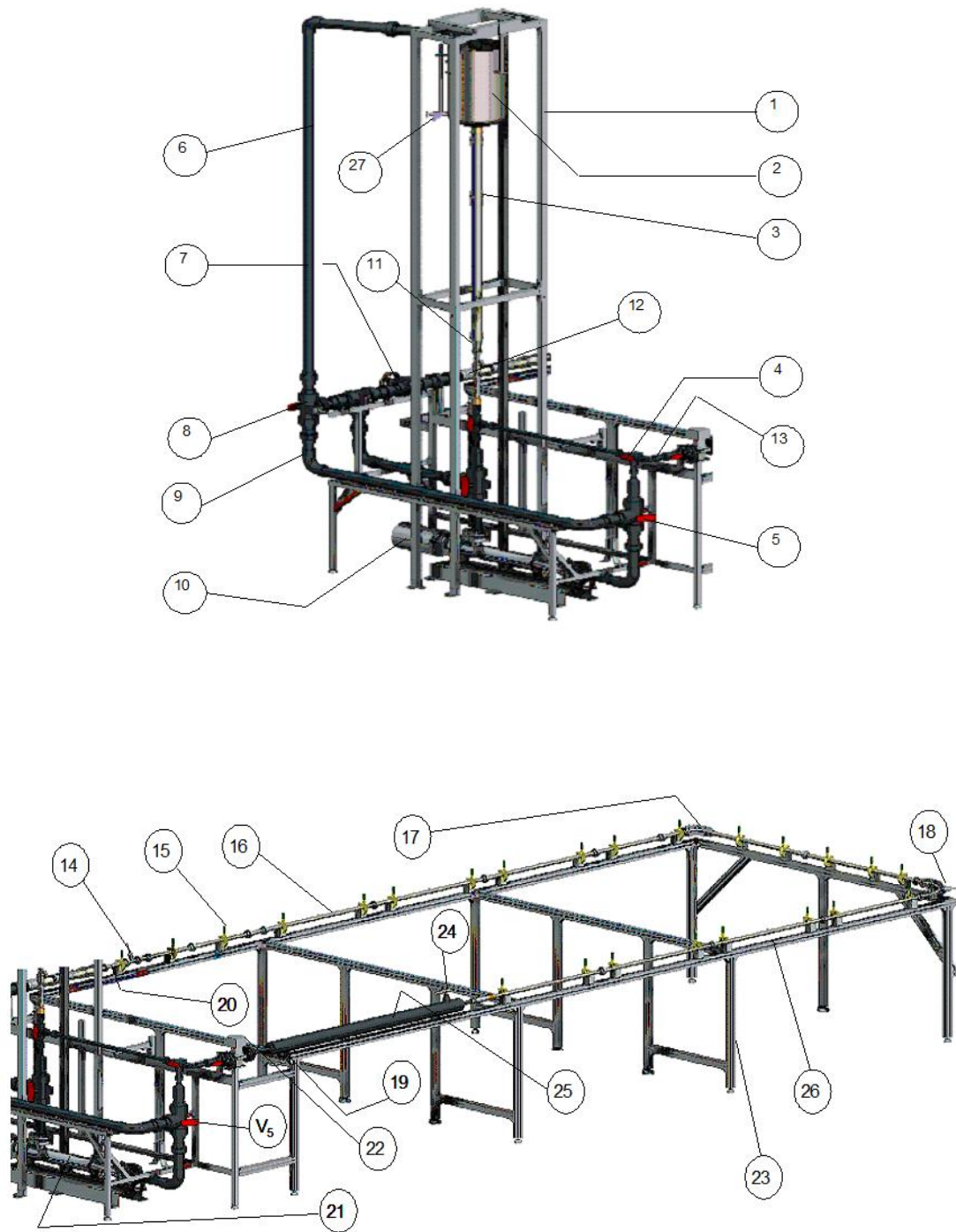


Figure 3.3 Différents composants de la boucle hydraulique

### CHAPITRE 3

27	Robinet de niveau du réservoir
26	Cache en morceau -Alu(Longueur 7m)
25	Echangeur de chaleur
24	Entrée eau (refroidissement/ chauffage)
23	Cache en morceau -Alu
22	Débitmètre électromagnétique
21	Moto-pompe volumétrique avec variateur
20	Cône pente 10% - $\Phi_{int}$ 20 vers $\Phi_{int}$ 50
19	Sortie eau (refroidissement/ chauffage)
18	Coude 90°- $\Phi_{int}$ 20 -Rayon de courbure 200
17	Coude 90°- $\Phi_{int}$ 20 -Rayon de courbure 50
16	Tronçon tube Altuglas $\Phi_{int}$ 20 réversible
15	Sauterelles de maintien de tubes
14	Sonde de mesure par ultrasons (angle de tir = 75°)
13	Manomètre de pression (non dessiné)
12	Manchon $\Phi_{int}$ 50 extensible
11	Cône pente 10% $\Phi_{int}$ 50 vers $\Phi_{int}$ 20
10	Moteur-LEROY-Type: cb2101-1,5kW-1500 tr/min
9	Coude 90°
8	Vanne PVC 3 voies( $V_8$ )
7	Vanne PVC ( $V_6$ )
6	Tube $\Phi_{int}$ 50
5	Vanne PVC 3 voies( $V_5$ )
4	Vanne PVC 3 voies( $V_3$ )
3	Tube $\Phi_{int}$ 50 (moins long en réalité)
2	Réservoir inox (50 litres)
1	Support du réservoir



Figure 3.4 Schématisation du fonctionnement d'une pompe volumétrique

### 3.2.2 Pompe PCM MOINEAU

La pompe Moineau utilisée est constituée d'un rotor tournant à l'intérieur d'un stator, tous les deux de géométrie hélicoïdale. La géométrie et les dimensions de ces pièces sont telles que, lorsque le rotor est inséré dans le stator, une double chaîne de cavités étanches (alvéoles) est constituée.

Lorsque le rotor se met à tourner, les alvéoles progressent le long de l'axe de la pompe en décrivant une spirale sans changer de forme ni de volume, ce qui transfère le fluide depuis l'aspiration de la pompe vers son refoulement (Figure 3.4). En sortie de pompe, le fluide aspiré du réservoir de stockage est refoulé dans le circuit hydraulique.

### 3.2.3 La chaîne de mesure des vitesses

#### 3.2.3.1 Introduction

Afin d'étudier les profils de vitesse en régime stationnaire et leur évolution au cours du temps, un vélocimètre ultrasonore pulsé à effet Doppler (UPDV<sup>2</sup>) a été mis en œuvre au sein de l'IMFS. Cette méthode présente plusieurs avantages : elle est non intrusive et ne perturbe pas l'écoulement, elle est applicable dans les liquides opaques (contrairement aux méthodes optiques) et ne nécessite pas un étalonnage ni une implantation particulière.

<sup>2</sup> Ultrasound Pulsed Doppler Velocimetry

## CHAPITRE 3

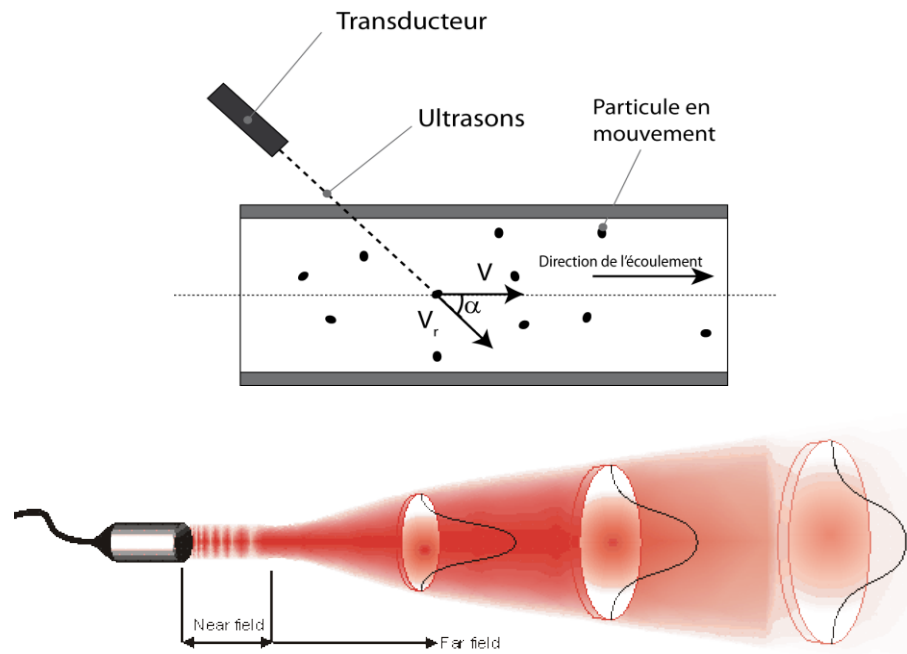


Figure 3.5 haut : Principe de mesure ultrasonore à effet Doppler. bas : Faisceau ultrasonore.

Elle a été initialement développée dans l'ingénierie médicale pour mesurer les flux sanguins au moyen d'échographie Doppler au cours des années soixante [Baker (1970)]. Plus récemment, d'autres auteurs se sont intéressés à cette méthode. La technique de la UPDV est de nos jours utilisée pour des applications en mécanique des fluides et pour des mesures en écoulement de fluides chargés [Takeda (1986) ; Takeda (1995) ; Antoine (1998) ; Murai (2006)]. Dans cette partie nous exposerons les principes de base d'un système ultrasonore pulsé, à savoir : l'Effet Doppler et son principe de fonctionnement

### 3.2.3.2 Rappel de l'effet Doppler

Le principe utilise l'effet Doppler pulsé : une particule se déplaçant avec le fluide et recevant un train d'ondes ultrasonores de fréquence connue, renvoie vers la source de l'émission un écho à une fréquence décalée par l'effet Doppler. La mesure de la différence de fréquence fournit ainsi une mesure de la vitesse de la particule, assimilée à celle du fluide. Si à cette mesure de la différence de fréquence on ajoute celle du temps de parcours (aller-retour) du train d'onde et de l'écho, on connaît la position de la particule le long du chemin de l'onde sonore. Soit une onde sonore incidente de fréquence  $f_E$  émise dans un milieu ; lorsqu'elle rencontre une particule en mouvement, cette dernière perçoit le faisceau avec un effet Doppler, donc avec une fréquence  $f_D$  (Figure 3.5). Le faisceau de fréquence  $f_D$  est

## MATERIELS ET METHODES

réfléchi par la particule ; il est alors perçu par la sonde, qui dans ce cas joue le rôle de récepteur, avec un effet Doppler donc avec une fréquence  $f_r$ .

$$f_D = f_E + f_E \cdot \frac{V_r}{c} = f_E \left(1 + \frac{V_r}{c}\right) \quad 3.2$$

Le faisceau de fréquence est tel que :

$$f_r = f_D + f_D \cdot \frac{V_r}{c} = f_D \left(1 + \frac{V_r}{c}\right) \quad 3.3$$

Ce qui donne :

$$f_r = f_E \left(1 + \frac{V_r}{c}\right)^2 \quad 3.4$$

La vitesse de l'écoulement du fluide étant petite devant la célérité des ultrasons dans le milieu, la relation précédente devient :

$$f_r \approx f_E \left(1 + \frac{2V_r}{c}\right) \quad 3.5$$

La différence de fréquence entre l'onde émise et celle reçue ou fréquence Doppler est alors :

$$f_D = f_r - f_E = \frac{2f_E V_r}{c} \quad 3.6$$

L'expression (3.6) valable sur l'axe de la sonde est modifiée lors de sa projection dans l'axe de la conduite et se ramène à :

$$f_D = \frac{2}{C} \cdot f_E \cdot V \cdot \cos \alpha \quad 3.7$$

où :  $\vec{V}_r$  est la vitesse radiale,  $V$  la composante axiale de la vitesse,  $c$  la vitesse de propagation du son dans le milieu et  $\alpha$  l'angle formé par l'axe du transducteur et l'axe de la conduite.

### 3.2.3.3 Principe de fonctionnement du vélocimètre

Il existe actuellement deux modes d'utilisation des techniques ultrasonores, employées de manières différentes selon leur usage :

- Les appareils à émission continue (les plus simples).
- Les systèmes à émission pulsée.

## CHAPITRE 3

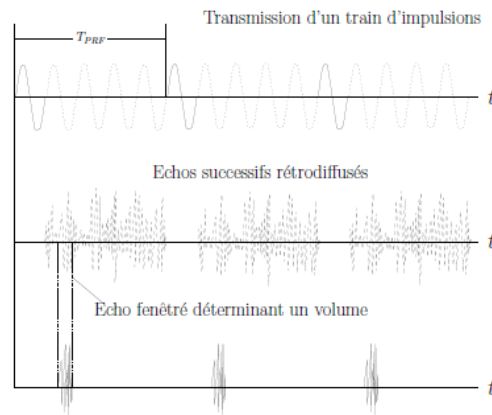


Figure 3.6 Procédure d'émission et de réception des ondes ultrasonores [Abda (2009)].

Le transducteur vélocimétrique est l'organe émetteur-récepteur de l'onde ultrasonore. Il émet des pulses (trains d'ondes ultrasonores de durée  $\Delta t_{\text{émis}}$ ) de fréquence  $f_{\text{Pulsation}}$  et une période de répétition  $T_{PRF} = 1/PRF$ ,  $PRF$  étant la fréquence d'échantillonnage ou la fréquence de répétition des cycles émission-réception (Figure 3.6). Le transducteur émet pendant ce temps  $\Delta t_{\text{émis}}$  et, le reste du temps, reçoit les échos.

Les principales données permettant de calculer la position des points de mesure et la vitesse sont :

- La fréquence propre de l'onde ultrasonore  $f_0$  (8 MHz)
- La fréquence de pulsation PRF
- La célérité de l'onde dans le milieu considéré  $c$

La position maximale du dernier point de mesure  $X_{\text{max}}$  ainsi que la vitesse maximale  $u_{\text{max}}^*$  mesurable par le dispositif peuvent être calculées :

$$X_{\text{max}} = \frac{c}{2f_{\text{Pulsation}}} \quad 3.8$$

$$u_{\text{max}}^* = \frac{c \cdot f_{\text{Pulsation}}}{4 \cdot f_0} \quad 3.9$$

$$u_{\text{max}}^* \cdot X_{\text{max}} = \frac{c^2}{8 \cdot f_0} \quad 3.10$$

Le critère d'échantillonnage de Nyquist impose une limite d'utilisation de l'appareil : le produit vitesse maximale par position maximale doit être constant.

## MATÉRIELS ET MÉTHODES

$f_{Pulsation}$	<i>Hz</i>	31250	15625	7812	3906
$X_{max}$	<i>mm</i>	23.68	47.36	94.72	189.45
$\Delta t_{max}$	<i><math>\mu s</math></i>	0.5	1	2	4
$\Delta x$	<i>mm</i>	0.74	1.48	2.96	5.92
$u_{max}^*$	<i><math>mm.s^{-1}</math></i>	5781	2890	1445	722

Table 1 Exemple de calcul

Le tableau 1 regroupe les différents paramètres (position maximale, intervalle de mesure, vitesse maximale) calculés avec la célérité de l'onde ultrasonore dans l'eau. La valeur de la vitesse de  $c$  est :  $c = 1480 \text{ m.s}^{-1}$ . Le nombre de volumes de mesure (points) par profil est fixé à 32 pour le calcul des paramètres. L'intervalle de temps maximal entre deux points successifs  $\Delta t_{max}$  est défini par la relation :

$$\Delta t_{max} = \frac{1}{32 \cdot 2 \cdot f_{pulsation}} \quad 3.11$$

La durée d'échantillonnage  $\Delta t$  définit la grandeur de l'intervalle de mesure  $\Delta x$  par la relation :

$$\Delta X = \frac{c}{\Delta t} \quad 3.12$$

Le temps de vol total (aller-retour) pour le  $n^{\text{ième}}$  point est donné par la relation :

$$t_{vol} = 2 \cdot n \cdot \Delta t \quad 3.13$$

La position du  $n^{\text{ième}}$  point de mesure est par conséquent :

$$x = \frac{c \cdot t_{vol}}{2} = n \cdot c \cdot \Delta t \quad 3.14$$

### 3.2.3.3.1 Vélocimètre du laboratoire

Le vélocimètre utilisé est à émission pulsée et muni d'un système hautement paramétrable entièrement conçu et développé au sein du laboratoire par Fisher au cours de sa thèse [Fischer (2004)]. Les paramètres tels que la fréquence de l'onde porteuse (8MHz), la durée (0,5, 1 ou 2  $\mu s$ ) et la fréquence de répétition des trains d'ondes (31,25, 15,6 ou 7,8 kHz) ainsi que la distance entre volumes de mesure sont réglables manuellement sur la façade du vélocimètre. Sauf indication contraire, le vélocimètre à ultrasons du laboratoire a été utilisé avec une fréquence d'émission de 8 Mhz et une fréquence de répétition de 15625 Hz, comme l'indique le tableau (Table 2).

## CHAPITRE 3

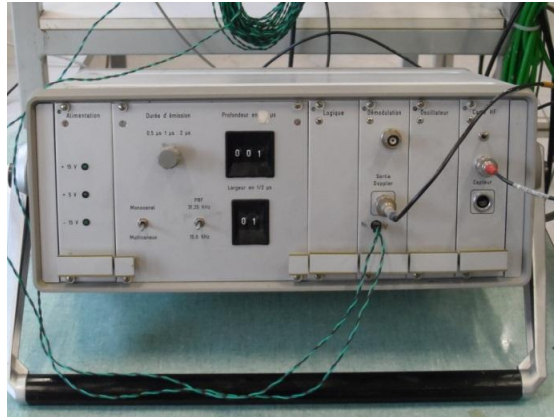


Figure 3.7 Le vélocimètre de l'IMFS.

Les paramètres utilisés ont permis d'avoir une erreur d'estimation de la moyenne négligeable. La UPDV utilisée lors de la présente étude est le même dispositif utilisé lors de travaux antérieurs [Jaafar (2009)]. Les résultats ont montré une bonne correspondance entre les données théoriques, paramétrées par le débitmètre électromagnétique et les données expérimentales. La forme des profils mesurés ainsi que les valeurs des vitesses sont en adéquation avec la théorie.

Fréquence d'émission (MHz)	8
Pulse repetition frequency PRF (Hz)	15625
Angle Doppler	75°
Vitesse maximum mesurable ( $m.s^{-1}$ )	2.8
Nombre de volume mesurés	32

Table 2 Les paramètres utilisés dans la présente étude

### 3.2.3.3.2 *Transducteur et Porte sonde*

Le transducteur vélocimétrique (5 mm de diamètre) utilisé ici est l'organe émetteur-récepteur de l'onde ultrasonore. Un porte-sonde a été spécialement conçu pour assurer la stabilité et le positionnement du transducteur. Ce dernier a été monté suivant un angle de 75° avec la conduite, émettant dans la même direction de l'écoulement. Le porte-sonde comprend une cavité d'un diamètre égal au diamètre du transducteur.



## MATERIELS ET METHODES

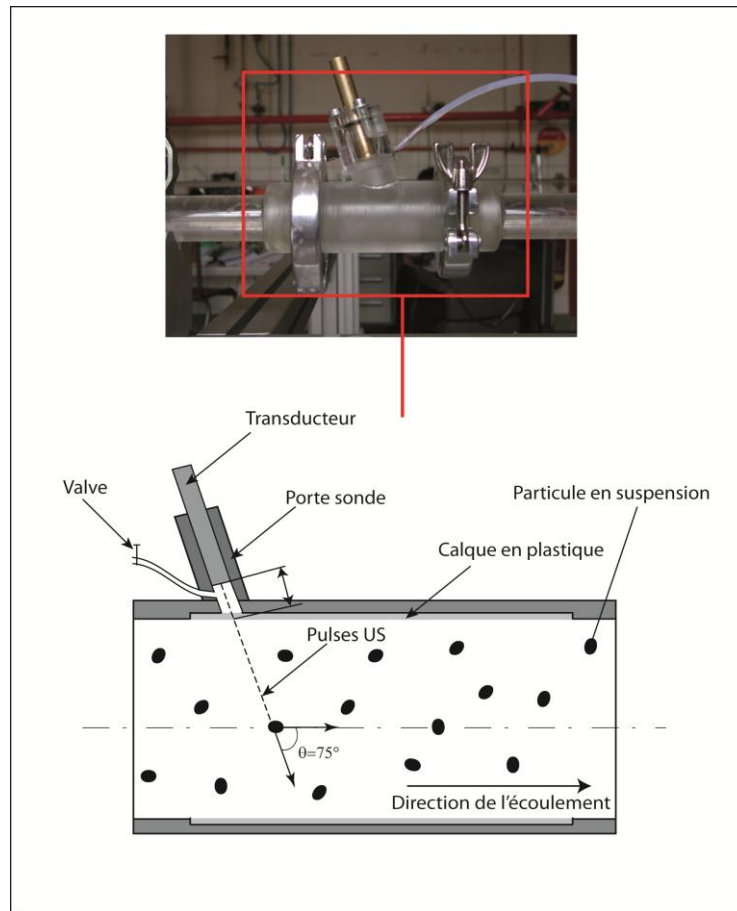


Figure 3.8 Porte-sonde

Afin d'éviter les mesures où l'onde ultrasonique est irrégulière, le transducteur a été retiré vers l'arrière créant une cavité égale à la distance de l'établissement de l'onde ultrasonore (15~20 mm), entre la surface du transducteur et l'interface de la paroi de la conduite. Le porte-sonde contient un orifice permettant de se débarrasser de l'air et des impuretés. Un mince calque en plastique transparent a été placé avec soin afin de reproduire la surface du tuyau.

### 3.2.3.4 Mesure de la turbulence

Le mot turbulence est relativement récent ; il a été introduit par Taylor et Von Karman au 20<sup>e</sup> siècle. Ils le définissent comme un mouvement irrégulier apparaissant dans les fluides, gazeux ou liquides, lorsque ceux-ci rencontrent des surfaces solides ou même lorsque des courants du même fluide se rencontrent. En raison de cette irrégularité, même s'il n'est

## CHAPITRE 3

pas possible de décrire le mouvement turbulent en fonction du temps et de l'espace dans le détail, la turbulence peut néanmoins être décrite par les lois statistiques.

La vitesse moyenne temporelle  $\bar{u}$  peut être définie comme suit :

$$\bar{u} = \frac{1}{N_e} \sum_{i=1}^{N_e} u_i \quad 3.15$$

Les fluctuations de vitesse  $u'$  et sa valeur *rms* sont calculées au moyen des équations :

$$u' = u_i - \bar{u} \quad 3.16$$

$$u_{rms} = \sqrt{\frac{1}{N_e} \left( \sum_{i=1}^{N_e} u'^2 \right)} \quad 3.17$$

L'intensité de turbulence est définie comme étant le rapport entre la valeur efficace et la valeur moyenne :

$$I_T = \frac{\sqrt{u'^2}}{\bar{u}} \quad 3.18$$

La vitesse moyenne temporelle des fluctuations de vitesse est calculée à partir de l'équation suivante :

$$\bar{u}' = \frac{1}{N_e} \sum_{i=1}^{N_e} u'_i \quad 3.19$$

Jaafar (2006) dans les travaux de sa thèse à l'IMFS a analysé les performances du UPDV en termes de capacité à accéder aux différentes grandeurs de la turbulence et de mesure de la vitesse instantanée.

Un enregistrement de fluctuations de vitesse a été représenté dans la Figure 3.9 ainsi que sa distribution associée. On remarque que la distribution de vitesse se rapproche globalement d'une gaussienne comme le montre le modèle gaussien superposé aux données expérimentales [Jaafar (2009)]. Ce résultat permet de conclure, en première approximation, que le vélocimètre ultrasonore doppler pulsé est capable de retrouver une propriété majeure de la turbulence. En effet, l'auteur a trouvé que la moyenne des fluctuations est égale à zéro ( $\bar{u}' \approx 0$ ), confirmant ainsi les hypothèses théoriques des écoulements turbulents (distribution aléatoire des fluctuations de vitesse autour d'une valeur moyenne).

## MATERIELS ET METHODES

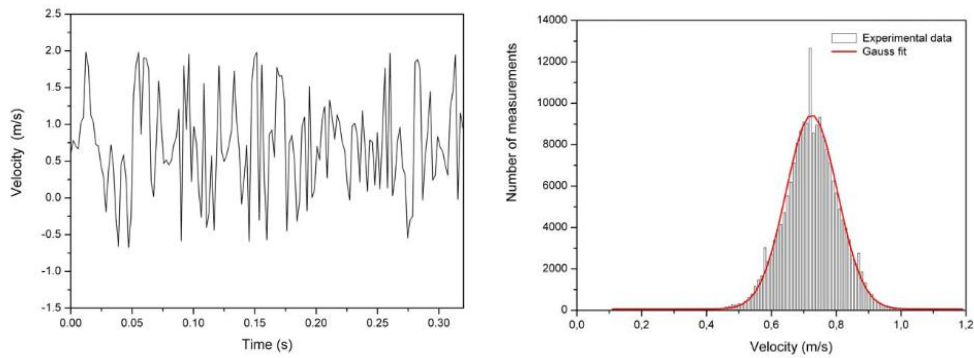


Figure 3.9 Représentation des fluctuations de vitesse au centre de la conduite et histogramme des vitesses [Jaafar (2006)].

Entre autre on a pu retrouver expérimentalement quelques propriétés statistiques de la turbulence homogène et isotrope, notamment la distribution gaussienne de la vitesse et la cascade d'énergie prédite par la théorie de Kolmogrov (1941a).

### 3.2.3.5 Synthèse

Il est établi que la vélocimétrie ultrasonore pulsée a de nombreux avantages et ses applications dans la recherche fondamentale comme dans des applications industrielles sont nombreuses et variées. Les actes de l'International Symposium on Ultrasonic Doppler Methods for Fluid Mechanics and Fluid Engineering (ISUD) en donnent un exposé très intéressant. Dans nos travaux de recherche, la technique UPDV a été utilisée en combinaison avec les mesures de pression, que l'on explicitera plus bas, pour obtenir les paramètres rhéologiques des suspensions étudiées.

### 3.2.4 La chaîne de mesure des pressions

Une chaîne comprend le capteur, son conditionneur et sa voie d'entrée sur la DAC<sup>3</sup> qui vont permettre les mesures de pression et l'évaluation des pertes de charge.

#### 3.2.4.1 Principe

Les transducteurs de pression sont des capteurs de jauge en pont complet. A chaque capteur correspond un module de conditionnement ou conditionneur.

---

<sup>3</sup> Data Acquisition Card : Carte d'Acquisition.

## CHAPITRE 3

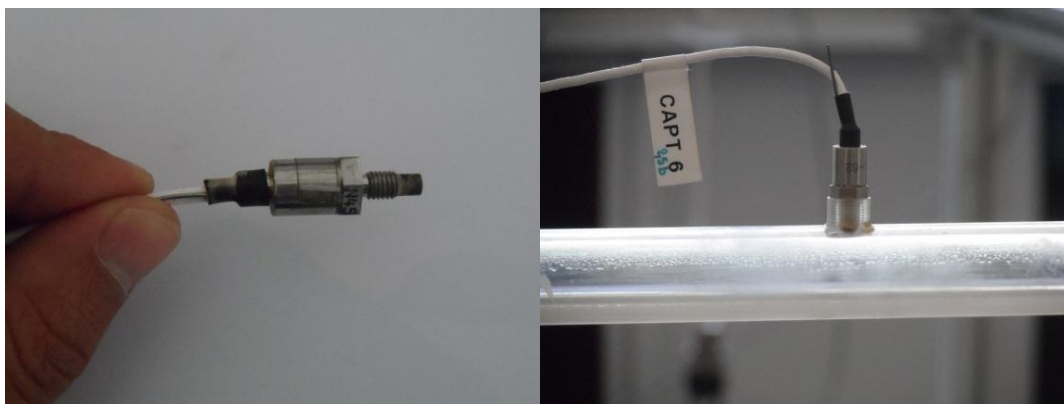


Figure 3.10 Capteur de pression surfacique

Le conditionneur alimente électriquement le capteur et amplifie son signal retour de quelques dizaines de *mV* en un signal variant entre  $\pm 5$  volts qui part en entrée de la carte d'acquisition. Cette dernière numérise le signal électrique. Le traitement de signal implanté sur le PC permet de visualiser les signaux de pression et de procéder à leur analyse. La Figure 3.11 présente le schéma de principe de la chaîne de mesure des pressions.

### 3.2.4.2 Capteurs de pression

Les capteurs GS Sensors sont d'un modèle XPM5-2G, certains d'entre eux offrent une étendue de mesure de 2.5 bars, d'autres de 2 bars. Leur plage d'utilisation en température est comprise entre  $-40^{\circ}\text{C}$  à  $+120^{\circ}\text{C}$  avec une plage de compensation en température de  $0^{\circ}\text{C}$  à  $+60^{\circ}\text{C}$ .

### 3.2.4.3 Le conditionneur (DAQN-Bridge Module)

A chaque capteur correspond un module de conditionnement. La fonction du conditionneur est d'alimenter les capteurs en courant et de réceptionner leur signal (quantifié en *mV*) afin de l'amplifier en Volt avant de l'envoyer à la carte d'acquisition.

### 3.2.4.4 La carte acquisition

Le tableau ci-dessus (Tableau 1) donne les caractéristiques de la carte d'acquisition. Il s'agit d'une carte de type PCI-MIO16 de NATIONAL INSTRUMENTS.

## MATERIELS ET METHODES

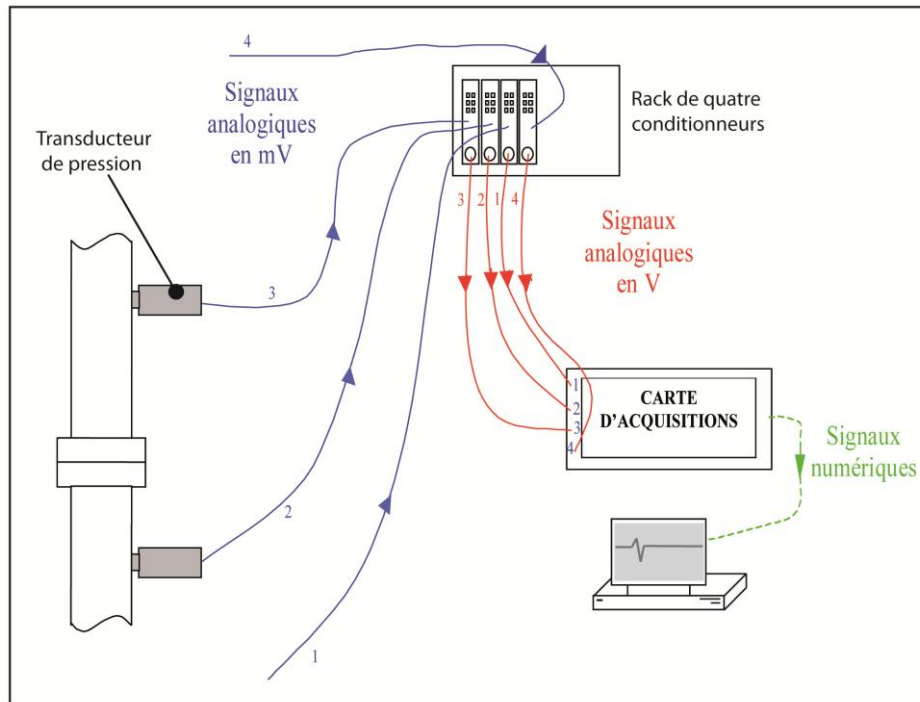


Figure 3.11 Schéma de principe de la chaîne de mesure des pressions

Signal d'entrée:	Fixation possible par jumper	$\pm 5V$ ou $\pm 10V$	
Nombre de voies unipolaires	16 de disponibles	Les 4 capteurs	4 voies
		Le moteur	1 voie
		La sonde ultrasonore	1 voie
Echantillonnage du signal	8 bits	Pleine échelle	$2^8$
	12 bits	Pleine échelle	$2^{12}$
	16 bits	Pleine échelle	$2^{16}$
Période d'acquisition minimale T	$5\mu s$ par voie		
Fréquence d'échantillonnage maximale	128 MHz par voie	42,6 MHz pour 3 voies	

Tableau 1 Caractéristiques de la carte d'acquisition

## CHAPITRE 3

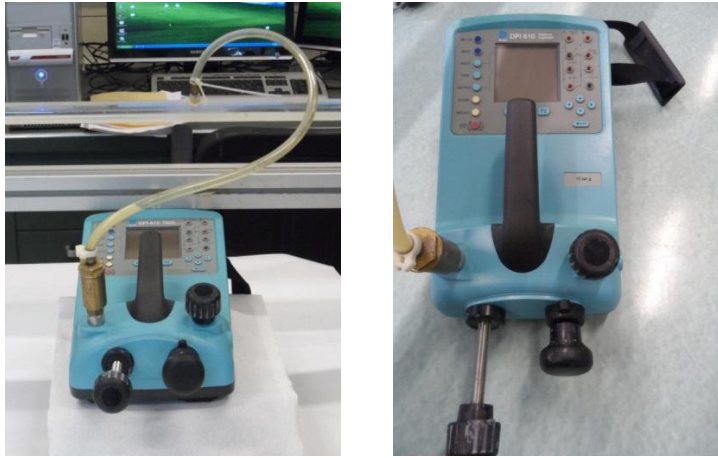


Figure 3.12 Contrôleur de pression

### 3.2.5 Contrôleur de pression

Afin d'étudier les petits déplacements ainsi que le début de l'écoulement dans la conduite, un contrôleur de mesure hydraulique a été utilisé (DPI 610) (Figure 3.12). L'instrument permet de générer manuellement des pressions hydrauliques. Il comprend une presse à vis avec une pompe d'amorçage et une soupape d'isolement. L'appareil est raccordé à la conduite de mesure par un tuyau assez rigide. Il mesure et affiche la pression hydraulique appliquée. La mesure de pression peut être absolue ou relative pour des plages de pressions allant de 2.5 mbar à 700 bars.

### 3.3 Technique de mesure rhéologique

La caractérisation rhéologique des fluides étudiés a été réalisée à l'aide d'un rhéomètre rotatif à contrainte de cisaillement imposé AR2000 (TA Instrument, France). Dans ce type d'appareil, le couple de cisaillement est imposé à l'outil de mesure et transmis à l'échantillon qui répond en s'écoulant tandis que le plateau demeure fixe (Figure 3.13). Dans ce cas, lorsque l'angle de l'entrefer est petit ( $<4^\circ$ ), les relations entre la vitesse angulaire de rotation  $\omega$  et le gradient de vitesse  $\dot{\gamma}$  d'une part et entre le couple  $M$  et la contrainte  $\tau$ , d'autre part, sont donnés par les expressions :

$$\dot{\gamma} = \frac{1}{g} \omega \quad 3.20$$

$$\tau = \frac{3}{2 \cdot \pi \cdot R^3} M \quad 3.21$$

où :  $\theta$  est l'angle du cône,  $R$  son rayon et  $\omega$  sa vitesse de rotation.

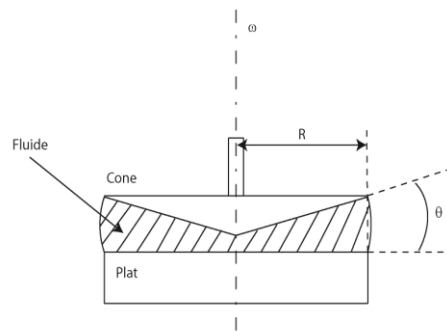


Figure 3.13 Géométrie de mesure utilisée.

### 3.3.1 La géométrie de mesure

Une géométrie cône-plan (diamètre du cône : 6 cm, angle :  $2^\circ$  et entrefer à la troncature :  $59\mu\text{m}$ ) a été choisie pour équiper le rhéomètre. Il n'existe pas de règles précises pour le choix de la géométrie de mesure. Il est néanmoins évident que ce choix est guidé par la nature du matériau à étudier et les propriétés rhéologiques à mesurer [Benchabane (2006), Ebagninin (2009), Ben Azouz-Ahmed (2010)]. L'expérience montre que l'entrefer doit être supérieur à au moins dix fois la taille des plus grosses particules en suspension. Dans le cas de nos suspensions, la taille moyenne des particules reste inférieure à  $10\mu\text{m}$ .

### 3.3.2 Evaporation des échantillons

Le problème de l'évaporation des échantillons est un phénomène qui doit retenir toute l'attention de l'expérimentateur. En effet, au regard des faibles volumes des échantillons en place dans la géométrie de mesure, une évaporation de la phase aqueuse, si faible puisse-t-elle être, engendre une diminution de la quantité d'eau dans l'échantillon et par conséquent, une augmentation relative de la concentration massique de la phase dispersée, qui se traduit en général par une augmentation de la viscosité apparente mesurée. Pour pallier ce problème et minimiser les erreurs de mesure, les solutions les plus fréquemment utilisées consistent soit à travailler sous atmosphère saturée [Benchabane (2006) ; Ebagninin (2009)], soit à mettre un film liquide autour des surfaces libre [Ortiz (1994) ; Briscoe *et al.* (1998)].

Nous avons opté pour la mise en place de notre dispositif de mesure dans une ambiance saturée en vapeur d'eau au cours de toutes les manipulations (Figure 3.14).

## CHAPITRE 3

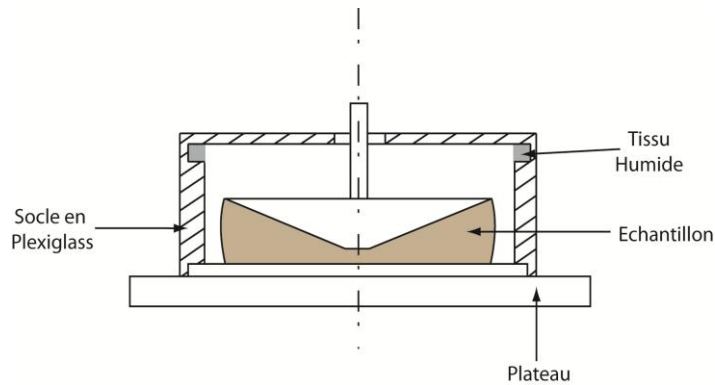


Figure 3.14 Géométrie de mesure

### 3.4 Fluides de travail

Les matériaux utilisés dans cette étude ont été sélectionnés pour représenter un large éventail de propriétés rhéologiques et approcher au mieux le comportement des boues biologiques. Comme fluide modèle de base, l'argile sélectionnée est la bentonite en raison de ses propriétés de rhéofluidification, de thixotropie et de seuil d'écoulement. Le Carboxyméthylcellulose (CMC), généralement considéré comme une « bonne » solution pour les expériences de laboratoire, a été sélectionné comme modèle de fluide à loi de puissance. Des mélanges de ces deux fluides ont été également étudiés pour mettre en évidence l'effet du polymère sur les propriétés rhéologiques des suspensions d'argile et leur écoulement. Notons que ces fluides ont été largement utilisés au sein du laboratoire à travers différentes thèses et travaux de recherche [Moreira (2007), Ben Azouz-Ahmed (2010), Benchabane (2006)].

#### 3.4.1 Bentonite

Les bentonites sont des argiles naturelles très diversifiées, issues de l'altération des roches volcaniques. En raison de ses propriétés mécaniques, rhéologiques et physico-chimiques, ce matériau est très largement utilisé dans diverses branches de l'industrie (pétrolière, pharmaceutique, cosmétologique, agroalimentaire, génie civil, ingénierie environnementale comme barrière d'étanchéité contre les déchets industriels, ménagers et radioactifs, etc.), comme fluide modèle dans diverses applications et dans la vie courante. La bentonite est utilisée à l'état brut, sous forme pâteuse, ou en poudre.

La bentonite utilisée dans ce travail (VWR Prolabo France) est constituée principalement de montmorillonite de calcium (famille des smectites). L'une des principales propriétés de l'argile est la formation d'une structure de gel à faibles concentrations



[Luckham et Rossi (1999)]. En effet, ces matériaux sont très sensibles à l'eau (hydrophile). La pénétration des molécules d'eau entre les feuillets d'argile provoque le gonflement des particules et, par conséquent, induit des modifications de leurs caractéristiques rhéologiques [Luckham et Rossi (1999) ; Besq *et al.* (2003) ; Suzuki (2005)].

Ces suspensions ont la caractéristique d'être des fluides rhéofluidifiants, thixotropes et présentent un seuil d'écoulement [Bekkour *et al.* (2005) ; Coussot (1993) ; Magnin et Piau (1990)]. Leur comportement rhéologique est généralement décrit par le modèle de Herschel-Bulkley [Bekkour *et al.* (2005) ; Kelessidis (2007)].

### 3.4.1.1 Microstructure

La compréhension des propriétés mécaniques de la bentonite passe par une meilleure connaissance de sa microstructure. En effet, tous les comportements à l'échelle macroscopiques (rhéologie, écoulement) mis en évidence au cours de ce travail trouvent des interprétations dans l'analyse des mécanismes de structuration-déstructuration à l'échelle microscopique. Le principal composant de notre bentonite est la montmorillonite même si d'autres composants sont présents dans sa composition, tels que la smectite et l'illite et/ou la kaolinite en proportions certes moins importantes. Nous présentons dans ce paragraphe une revue bibliographique des travaux portant sur la structure multi-échelle des montmorillonites. Paumier (2007) et Benchabane (2006) ont présenté une synthèse des différents modes d'organisation microstructurale de l'argile que nous résumons très schématiquement ci-dessous.

#### 3.4.1.1.1 *Le feuillet*

Les minéraux argileux appartiennent à la famille des phyllosilicates. Ce sont des minéraux en feuillets. Ces derniers sont les unités structurales de base d'une argile. Ils sont formés par un empilement de couches de silice et d'hydroxydes, couches tétraédriques<sup>4</sup> et octaédriques<sup>5</sup>, respectivement. L'ordre d'empilement et le nombre de couches octaédriques et tétraédriques déterminent la structure et l'épaisseur du feuillet, à savoir : *i*) Un empilement d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique forme un feuillet 1 : 1. *ii*) Un empilement de deux couches tétraédriques entourant une couche octaédrique constitue un feuillet 2 : 1.

Un ensemble de feuillets constitue une particule primaire, comme nous le verrons dans le paragraphe suivant. L'espace entre deux feuillets parallèles est dénommé espace interfoliaire. Des molécules d'eau sont susceptibles d'occuper cet espace interfoliaire et son degré d'hydratation dépend de la force des liens unissant les feuillets.

---

<sup>4</sup> Une couche tétraédrique est formée de tétraèdre  $\text{Si}^{4+}$  entouré de quatre anions  $\text{O}^{2-}$  aux sommets.

<sup>5</sup> Une couche octaédrique est constituée par  $\text{Al}^{3+}$  ou  $\text{Mg}^{2+}$  entourés de six groupes hydroxyle  $\text{OH}^-$ .

## CHAPITRE 3

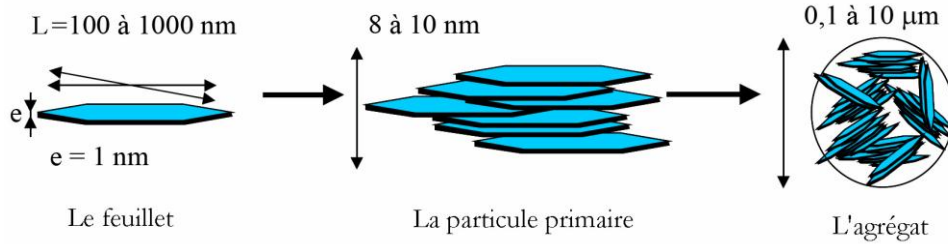


Figure 3.15 Structure multi-échelle de la montmorillonite [Le Pluart (2004)].

Concernant les smectites, la faible liaison entre feuillets leur permet une bonne hydratation. Néanmoins, l'hydratation peut être telle que l'argile voit son volume multiplié par vingt, ce qui conduit à désigner ces argiles par le terme "*d'argiles gonflantes*".

On parle de substitution isomorphe lorsqu'un ion est remplacé par un autre de valence plus faible, ce qui engendre un déficit de charge à la surface des feuillets. Cette charge négative est à l'origine du gonflement de l'argile en présence de l'eau. L'électroneutralité est rétablie par adsorption de cations compensateurs ( $\text{K}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ...) à la surface des feuillets et provenant du fluide.

Dans la famille des smectites, nous sommes dans une configuration 2 : 1, avec deux couches tétraédriques encadrant une couche octaédrique. La charge d'un feuillet est comprise entre 0.2 et 0.6. Selon la nature du cation compensateur, le plus souvent  $\text{Na}^+$  ou  $\text{Ca}^{2+}$ , les montmorillonites sont dites sodiques ( $\text{Na}^+$ ) ou calciques ( $\text{Ca}^{2+}$ ).

Du type des feuillets et de leur charge vont dépendre la nature minéralogique, les propriétés physico-chimiques et macroscopiques de l'argile et leur classification.

### 3.4.1.1.2 La particule

Les particules sont constituées de plusieurs feuillets identiques empilés parallèlement à leur plan de base. Elles sont des unités structurelles élémentaires qui constituent le premier niveau d'organisation d'une argile. Le type d'empilement des feuillets caractérise la structure de la particule et se classifie en trois grands types : *i) Empilement ordonné* où les feuillets sont parfaitement ordonnés dans leur empilement les uns sur les autres. *ii) Empilement semi-ordonné* appelé aussi désordre translationnel. Dans ce cas, les feuillets sont séparés par une très fine couche de molécules d'eau qui donne aux feuillets un degré de liberté, ce qui laisse les feuillets successifs présenter des translations "semi-définies". *iii) Empilement désordonné* ou désordre turbostratique. Dans cette configuration, le film d'eau présent entre les feuillets permet à ceux-ci une libre translation et/ou des rotations.

La dernière configuration caractérise les particules de montmorillonite, l'empilement global des feuillets est turbostatique. Dans le cas des bentonites, on trouve aussi un

empilement hétérogène de minéraux d'où le nom bentonite interstratifiée. Les particules de cette dernière se caractérisent par un empilement soit de feuillets de nature différente, soit d'un remplissage inter-feuillet différent.

### 3.4.1.1.3 L'agrégat

L'agrégat est un ensemble de particules orientées aléatoirement dont l'arrangement dépend des forces interactives entre particules. L'assemblage des agrégats dépend inévitablement de la texture et de la concentration en particules dans le milieu dispersant (généralement de l'eau). Leur organisation est plus ou moins variée suivant la quantité d'eau présente et la nature de l'argile considérée.

## 3.4.2 Carboxyméthyl cellulose (CMC)

Le CMC est un produit dérivé de la cellulose ; cette dernière est une ressource naturelle (bois, coton, maïs...) très abondante. Il constitue le squelette (Figure 3.16) de la cellulose qui est elle-même constituée d'un enchainement de glucose. C'est un polymère bien présent dans de nombreuses formulations industrielles. Dans l'*industrie pétrolière*, le CMC reste l'un des polymères les plus utilisés, comme additif aux boues de forage, en raison de son fort pouvoir de rétention d'eau et de stabilisation. On le retrouve dans divers autres domaines d'application. Dans l'*industrie agroalimentaire*, le CMC est ajouté comme épaississant ou comme stabilisateur d'émulsion à certains produits. Il est aussi utilisé comme additif pour prolonger la date de péremption des produits alimentaires. Dans les *industries cosmétique et pharmaceutique*, il est utilisé pour ses propriétés viscosifiantes.

En plus de l'étude de l'effet qu'engendre l'ajout d'un polymère à une boue pour comprendre et contrôler leurs propriétés physiques, deux autres critères ont motivé l'utilisation du CMC comme additif :

- En effet, Forster [Forster (1981) ; Forster (1983)], sur la base d'une série de traitements enzymatiques, a montré que les constituants les plus importants des boues activées sont les polysaccharides.

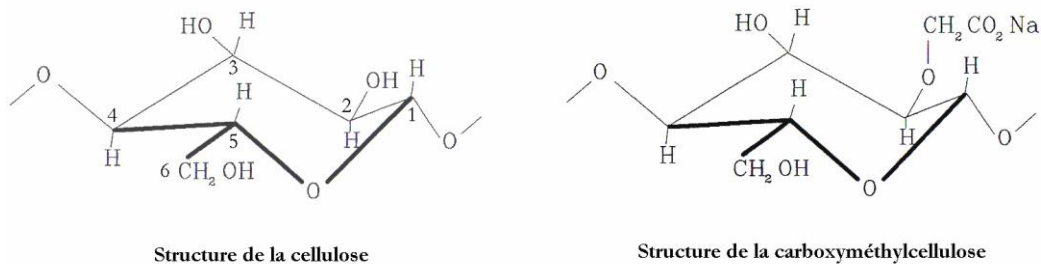


Figure 3.16 Structure de la cellulose et de la carboxyméthyle de sodium [Feret (1992)]

## CHAPITRE 3

Baudez (2001) explique que la forte teneur en cellulose des boues humides est due au fait qu'elle est synthétisée au cours des périodes de stockage.

- D'autre part, les polymères présents dans les boues ayant des masses molaires élevées, supérieures à  $[100,000 \text{ g.mol}^{-1}]$  [Baudez (2001)], ce qui participe activement à la formation des floes en s'adsorbant à la surface des particules, la disponibilité de CMC grande viscosité  $[700,000 \text{ g.mol}^{-1}]$ , donc aussi de grande masse molaire, a été un autre critère pour le choix de ce polymère.

Le polymère utilisé dans cette thèse est commercialisé par VWR Prolabo France, et notre choix s'est porté sur l'utilisation de CMC haute viscosité  $[700,000 \text{ g.mol}^{-1}]$

### 3.4.3 Préparation

Les fluides utilisés sont très sensibles à l'histoire mécanique qu'ils subissent. Par conséquent, le protocole de préparation a un grand effet sur l'état final des fluides. Nous avons donc adopté deux protocoles de préparation des fluides permettant d'obtenir des résultats reproductibles. L'un des protocoles préparatoires permet d'obtenir des suspensions de bentonite, alors que le second a été défini pour les mélanges bentonite/polymère. Les fluides de travail sont préparés dans un bac. Il est à noter que pour un fonctionnement optimal de l'installation expérimentale, il est nécessaire de préparer 70 litres de fluide.

- La poudre de bentonite est dispersée progressivement dans le bac ou un vortex a été créé par un agitateur à pales. Afin d'obtenir une bonne homogénéisation, l'agitation se poursuit pendant 4 heures. La suspension obtenue est laissée au repos pendant 16 heures avant d'être introduite dans la boucle hydraulique où elle restera en place durant toute la durée des essais.
- La préparation des mélanges argile/polymère demande plus d'attention. Afin d'éviter les problèmes d'hétérogénéité de la suspension avec notamment l'apparition de blocs d'argile et d'agglomérats lors de la préparation d'importantes quantités de fluide, la suspension de bentonite et la solution de polymère sont préparées et agitées (4 heures et 24 heures respectivement) séparément. Ensuite les deux solutions sont mélangées puis introduites dans la boucle de mesure.

## 3.5 Conclusion

Dans ce chapitre, une description générale des différents matériels et méthodes utilisés a été faite, notamment la boucle hydraulique développée à l'IMFS, ainsi que les deux

## MATERIELS ET METHODES

chaînes de mesure de pression et de vitesse et les différentes techniques de mesure utilisées. Les différents fluides de travail ainsi que les différentes techniques de mesure rhéologiques ont été aussi présentées dans cette partie.

Il est intéressant de noter que le système de mesure de vitesse (software) a subi un développement au courant de la thèse. Le premier système utilisé avait comme limite la vitesse maximale mesurable. Or nous avons été rapidement confrontés à cette contrainte. En effet, les mesures effectuées sur les suspensions concentrées étaient essentiellement mesurables en régime laminaire car le système de mesure ne permettait pas la mesure au-delà.

Vers la fin de ce travail de thèse, un nouveau système nous permettait de mesurer des vitesses beaucoup plus importantes, ce qui nous a permis d'explorer l'écoulement à des nombres de Reynolds plus importants.

### 3.6 Références

- Abda, F. (2009). Conception et évaluation d'algorithmes pour la mesure des vitesses des liquides dans les conduites et les canaux à l'aide d'ondes ultrasonores pulsées., University of Strasbourg.
- Antoine, Y., Lebouché, M. (1998). Détermination des vitesses de glissement lors de l'écoulement d'une suspension non newtonienne par utilisation de la vélocimétrie ultrasonore à effet Doppler. C. R. Acad. Sci. Paris: 367-372.
- Baker, D. W. (1970). Pulsed Ultrasonic Doppler Blood-Flow Sensing. *Sonics and Ultrasonics*, IEEE Transactions on **17**(3): 170-184.
- Baudez, J. C. (2001). Rhéologie et physico-chimie des boues résiduelles pâteuses pour l'étude du stockage et de l'épandage Thèse, de doctorat de l'ENGREF.
- Bekkour, K., M. Leyama, A. Benchabane et O. Scrivener (2005). Time-dependent rheological behavior of bentonite suspensions: An experimental study. *Journal of Rheology* **49**(6): 1329-1345.
- Ben Azouz-Ahmed, K. (2010). Relations entre propriétés rhéologiques et structure microscopique de dispersions de particules d'argile dans des solutions de polymères.
- Benchabane, A. (2006). Etude du comportement rhéologique de mélanges argiles - polymères. Effets de l'ajout de polymères. Thèse, de doctorat de l'ULP de Strasbourg I.
- Benchabane, A. (2006). PhD thesis, Rheological behavior study of a clay-polymer mixture: Effects of the polymer addition Doctorate Thesis (in French), Université Louis Pasteur, Strasbourg, France.
- Besq, A., C. Malfoy, A. Pantet, P. Monnet et D. Righi (2003). Physicochemical characterisation and flow properties of some bentonite muds. *Applied Clay Science* **23**(5-6): 275-286.
- Briscoe, B., P. Luckham et S. Zhu (1998). Rheological properties of poly(ethylene oxide) aqueous solutions. *Journal of Applied Polymer Science* **70**(3): 419-429.
- Coussot, P., Leonov, A.I., Piau, J.M. (1993). Rheology of concentrated dispersed systems in a low molecular weight matrix. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **46**(2-3): 179-217.

## MATERIELS ET METHODES

- Ebagninin, K. W. (2009). Relations structure microscopique-comportement macroscopique de suspensions de bentonite en présence de polymères Thèse, de doctorat de de l'Université de Strasbourg.
- Feret, B. (1992). Interactions dans les systèmes montmorillonite/Carboxyméthylcellulose : application aux fluides de forage Thèse, de doctorat de l'Université Pierre et Marie Curie.
- Fischer, S. (2004). Développement d'une instrumentation ultrasonore pour la mesure des vitesses des liquides au-delà de la limite de Nyquist par une approche spectrale, University of Strasbourg.
- Forster, C. F. (1981). Preliminary studies on the relationship between sewage sludge viscosities and the nature of the surfaces of the component particles. *Biotechnology Letters* **3**(12): 707-712.
- Forster, C. F. (1983). Bound water in sewage sludges and its relationship to sludge surfaces and sludge viscosities. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*. *Biotechnology* **33**(1): 76-84.
- Jaafar, W. (2006). Etude des champs de vitesse dans les effluents des réseaux d'assainissement: Expérimentation et simulation numérique, University of Strasbourg.
- Jaafar, W., Fischer, S., Bekkour, K. (2009). Velocity and turbulence measurements by ultrasound pulse Doppler velocimetry. *Measurement* **42**: 175–182.
- Kelessidis, V. C., Christidis, G., Makri, P., Hadjistamou, V., Tsamantaki, C., Mihalakis, A., Papanicolaou, C., Foscolos, A. (2007). Gelation of water–bentonite suspensions at high temperatures and rheological control with lignite addition. *Applied Clay Science* **36**(4): 221-231.
- Kolmogorov, A. (1941a). The local structure of turbulence in incompressible viscous fluid for very large reynolds numbers. *Dokl. Akad. Nauk SSSR* **31**: 9-13.
- Le Pluart, L., Duchet, J., Sautereau, H., Halley, P., Gerard, J. -F. (2004). Rheological properties of organoclay suspensions in epoxy network precursors. *Applied Clay Science* **25**(3-4): 207-219.
- Luckham, P. F. et S. Rossi (1999). Colloidal and rheological properties of bentonite suspensions. *Advances in Colloid and Interface Science* **82**(1): 43-92.
- Magnin, A. et J. M. Piau (1990). Cone-and-plate rheometry of yield stress fluids. Study of an aqueous gel. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **36**: 85-108.

### CHAPITRE 3

- Moreira, E. (2007). Etude du comportement thixotrope de suspensions de Bentonite en conduite. Ph.D. Thesis, University of Strasbourg.
- Murai, Y., Fujii, H., Tasaka, Y., Takeda, Y. (2006). Turbulent bubbly channel flow investigated by ultrasound velocity profiler. *Journal of Fluid Science and Technology* **1**(1): 12-23.
- Ortiz, M., De Kee, D., Carreau, P. J. (1994). Rheology of concentrated poly(ethylene oxide) solutions. *Journal of Rheology* **38**(3): 519-539.
- Paumier, S. (2007). Facteurs determinant l'organisation et la rhéologie du système Argile-Eau pour des suspensions de smectites, Ecole Supérieure d'Ingénieurs de Poitiers.
- Peixinho, J. (2004). Transition laminaire-turbulent et analyse des écoulements turbulents en conduite cylindrique et annulaire pour un fluide à seuil, Henri Poincaré-Nancy 1.
- Suzuki, S., Prayongphan, S., Ichikawa, Y., Chae, B.-G. (2005). In situ observations of the swelling of bentonite aggregates in NaCl solution. *Applied Clay Science* **29**(2): 89-98.
- Takeda, Y. (1986). Velocity profile measurement by ultrasound Doppler shift method. *International Journal of Heat and Fluid Flow* **7**(4): 313-318.
- Takeda, Y. (1995). Velocity Profile Measurement by Ultrasonic Doppler Method. *Experimental Thermal and Fluid Science* **10**: 444-453.



# **CHAPITRE 4.**

## **ECOULEMENT DE SUSPENSION DE BENTONITE**

## CHAPITRE 4

# SOMMAIRE

CHAPITRE 4. ÉCOULEMENT DE SUSPENSION DE BENTONITE.....	87
4.1 Introduction.....	91
4.2 Etat de l'art.....	91
4.2.1 Rhéologie des systèmes eau-argile.....	91
4.2.2 Glissement à la paroi.....	92
4.2.3 Phénomène de couche cisailée dans la masse.....	92
4.2.4 Ecoulement de suspensions de bentonite en conduite.....	93
4.3 Mesures rhéologiques.....	95
4.3.1 Vieillissement des suspensions.....	96
4.3.2 Etat de référence.....	97
4.3.3 Mesures en écoulement.....	97
4.3.4 Mesures en oscillations.....	98
4.3.5 Synthèse.....	101
4.4 Ecoulement des suspensions de bentonite en conduite.....	102
4.4.1 Evolution des paramètres d'écoulement.....	102
4.4.2 Démarrage de l'écoulement.....	108
4.4.3 Prédications en écoulement laminaire, transitoire et turbulent des boues	
115	

## CHAPITRE 4

4.4.4	Coefficients de frottement .....	118
4.4.5	Profils de vitesses .....	121
4.4.6	Synthèse.....	131
4.5	Ecoulement à travers des singularités.....	131
4.5.1	Divergent .....	132
4.5.2	Diaphragme .....	136
4.6	Conclusion.....	139
4.7	Références .....	141

## 4.1 Introduction

Après avoir détaillé les différentes techniques de mesure dans le chapitre précédent, le présent chapitre est consacré à la discussion des différents résultats expérimentaux obtenus avec des systèmes eau-bentonite (argile) en écoulement dans une conduite cylindrique. L'objectif est de comprendre comment se comporte une boue en écoulement dans un circuit hydraulique.

Le chapitre s'articule autour de deux parties. La première partie porte sur la caractérisation rhéologique des suspensions de bentonite. Même si le comportement rhéologique de ces suspensions a été abondamment étudié dans le laboratoire [Leyama (2001) ; Benchabane (2006) ; Ben Azouz-Ahmed (2010)], cette étude permet de confirmer que ces matériaux, en raison de leurs propriétés rhéologiques, constituent de bons fluides modèles pour l'étude des boues de station d'épuration.

La seconde partie est consacrée à l'étude du comportement général des différents paramètres physiques des suspensions lors de l'écoulement en conduite cylindrique, ainsi que leur évolution au cours du temps. On aborde le problème de la reproductibilité des mesures en mettant l'accent sur la cinétique de déstructuration en conduite. Une étude détaillée de l'évolution des coefficients de frottement et des profils de vitesse dans les différents régimes d'écoulement est exposée.

## 4.2 Etat de l'art

### 4.2.1 Rhéologie des systèmes eau-argile

De nombreuses recherches ont été consacrées à l'étude des propriétés colloïdales et/ou rhéologiques de suspensions de bentonite [Mollet (1996), Luckham (1999), Besq (2000), Corvisier (2001), Leyama (2001), Benchabane (2006), Ben Azouz-Ahmed (2010), Paumier (2007)]. Tous ces travaux montrent la complexité du comportement rhéologique de ces fluides.

La concentration est l'un des paramètres influençant le plus fortement le comportement rhéologique des suspensions de bentonite. En effet, il est établi que, le nombre de particules augmentant avec la concentration, les interactions inter-particules augmentent aussi, avec comme résultat une accentuation du caractère non-Newtonien des suspensions.

Lorsque la concentration est faible (suspension *dispersée*), les interactions entre les particules diminuent. Le comportement rhéologique de la suspension est alors proche de celui du milieu dispersant et peut facilement être décrit par une loi de puissance. Lorsque la

## CHAPITRE 4

concentration augmente (suspension *concentrée*), une structure tridimensionnelle de type gel se forme [Duran (2000)]. Une suspension présentant une telle structure doit être déstructurée pour qu'elle s'écoule. Elle est qualifiée de suspension à "seuil".

Dans la littérature, on représente fréquemment ce type de comportement par le modèle de Bingham ou celui de Herschel-Bulkley. Bekkour (2005) ont montré que le comportement rhéologique des suspensions de bentonite est reproduit de manière satisfaisante par le modèle de Herschel-Bulkley qui permet d'évaluer la contrainte seuil et le caractère rhéofluidifiant du fluide.

Par ailleurs, Bekkour (2002) ont confirmé le comportement viscoélastique des suspensions de bentonite à des concentrations massiques allant de 6 à 10%. Nous soulignons que nos résultats expérimentaux (essais de fluage et en écoulement) ont confirmé le même comportement rhéologique, le plus souvent à une concentration de 5%.

### 4.2.2 Glissement à la paroi

Le phénomène de glissement à la paroi apparaît dans les écoulements de nombreux fluides multiphasiques tels que les suspensions, les émulsions ou les polymères hydrosolubles. Une revue complète de la littérature consacrée à ces phénomènes, réalisée par Barnes (1999), montre que le glissement à la paroi peut être attribué à une diminution de concentration de la phase dispersée à proximité des parois en raison de la migration des particules vers le centre de la conduite. L'utilisation de parois rugueuses suffit en général, sinon à supprimer complètement les effets de glissement, au moins les réduire considérablement.

### 4.2.3 Phénomène de couche cisailée dans la masse

Lors d'une étude sur des suspensions de laponite, suspensions colloïdales thixotropiques (Figure 4.1), Pignon *et al.* (1996) se sont affranchis du glissement à la paroi par l'utilisation de surfaces rugueuses. Les suspensions étant transparentes, ils ont ainsi pu visualiser les déformations suivant une verticale dans l'entrefer d'un viscosimètre en géométrie cône-plan.

Il est apparu que, au-delà d'une déformation critique élastique correspondant à un maximum de contrainte, l'échantillon se fracturait en son milieu initiant une zone de localisation du cisaillement et une diminution brutale de contrainte. Par la suite toute augmentation du taux de cisaillement apparent se traduit par une augmentation de l'épaisseur de cette zone cisailée et donc à une diminution de l'épaisseur des zones gélifiées de paroi.

## ÉCOULEMENT DE SUSPENSION DE BENTONITE

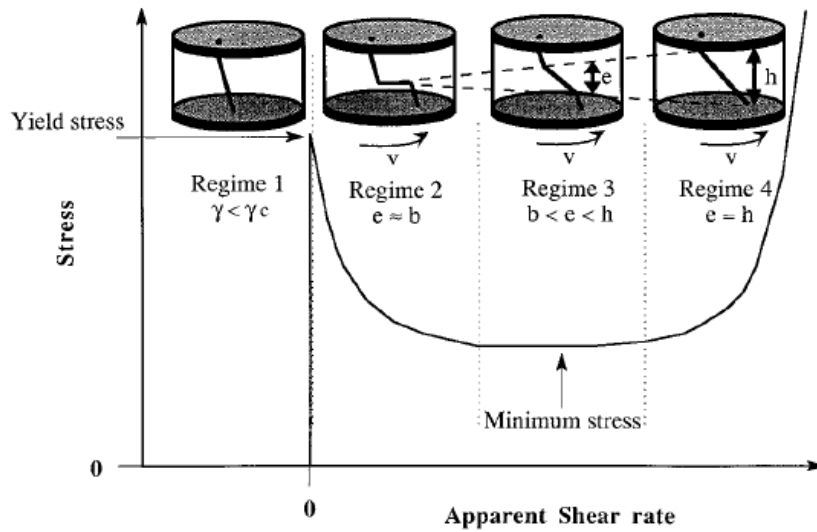


Figure 4.1 Courbe d'écoulement type d'une suspension de laponite [Pignon *et al.* (1996)]

Cette phase se déroule à contrainte constante correspondant à un minimum. La thixotropie apparente résulte alors de l'élargissement de la zone cisailée. Au-delà d'un taux de cisaillement apparent donné la totalité de l'échantillon est cisailée et la contrainte redevient croissante avec le taux de cisaillement.

### 4.2.4 Écoulement de suspensions de bentonite en conduite

L'étude des mécanismes qui gouvernent les écoulements de fluides non-Newtoniens fait l'objet, depuis longtemps, d'un grand nombre de travaux. Les écoulements de fluides visqueux à seuil ou thixotrope à seuil sont traités aussi bien d'un point de vue expérimental que numérique.

D'un point de vue numérique, plusieurs travaux ont été menés pour la simulation numérique des écoulements de fluides non-Newtoniens. Ce sont les écoulements en conduite cylindrique de fluides visqueux à seuil qui sont essentiellement étudiés. Les études intégrant des lois structurelles permettant de considérer les effets de la thixotropie sont beaucoup moins répandues [Corvisier (2001), Billingham (1993)].

Billingham (1993) a utilisé un modèle rhéologique qui caractérise le comportement en terme d'un seul paramètre de structure, dans le but d'analyser l'écoulement unidirectionnel et laminaire d'un fluide thixotrope (bentonite). Récemment, Rudman *et al.*

## CHAPITRE 4

[Rudman (2004) et Rudman (2006)] ont utilisé une méthode spectrale pour la DNS<sup>1</sup> pour l'analyse et la compréhension des écoulements transitoire et turbulent de fluides non-Newtoniens. Le principal avantage d'utiliser une technique DNS est que, une fois validée, elle peut être utilisée de manière fiable pour modéliser le comportement en écoulement et de fournir une image détaillée des structures de la turbulence. Une telle observation est difficile à obtenir expérimentalement dans les fluides transparents de laboratoire, et presque impossible à obtenir dans les fluides opaques. Malin (1997) a considéré un écoulement turbulent d'un fluide à comportement à loi de puissance en utilisant une approche moyennée de Reynolds et un modèle k- $\epsilon$  modifié. Ces comparaisons avec les résultats expérimentaux étaient satisfaisantes. Ammar et co-auteurs [Ammar (2006), Ammar (2007)] ont introduit la PGD<sup>2</sup> dans le contexte de la simulation des comportements rhéologiques et, depuis, cette technique a été développée et utilisée pour différentes applications [Chinestra (2011)]. Beaucoup de travaux concernant le calcul des conditions critiques d'instabilité montrent un retard à la transition dû au caractère rhéofluidifiant [Rama Govindarajan *et al.* (2003), Nouar (2007)].

D'un point de vue expérimental, Park (1989) ont présenté des mesures en écoulement laminaire-turbulent, en utilisant la LDA<sup>3</sup>, pour des fluides à seuil. Pour les fluides utilisés (rhéofluidifiants et à seuil), la mesure des champs de vitesse dans une conduite cylindrique fait apparaître une asymétrie inattendue lors de la transition, tandis que les profils de vitesse en régimes laminaire et turbulent sont parfaitement axisymétriques. Cette asymétrie a été observée pour la première fois par Escudier (1996) pour une suspension de laponite en écoulement dans une conduite cylindrique. Les auteurs avaient attribué cette asymétrie à un défaut mineur dans le dispositif expérimental: "*It is speculated that the asymmetry is either associated with instability or that the plug is sucked towards the pipe wall at a circumferential location fixed by a minor geometrical imperfection in the flow loop*". Dans une étude indépendante de celle citée ci-dessus, Peixinho *et al.* (2005) observent aussi, pour une solution de Carbopol à 0.2% en masse, une asymétrie croissante avec le nombre de Reynolds  $Re$  lors de la transition vers la turbulence. Dans les deux cas, il s'agissait de fluides rhéofluidifiants avec une contrainte seuil. Cette observation a été également rapportée par d'autres auteurs avec d'autres fluides rhéofluidifiants et viscoélastiques (avec ou sans contrainte seuil). Ces expérimentations ont été réalisées dans trois laboratoires de recherche indépendants : en France, en Australie et en Grande Bretagne [Escudier (2005)]. L'hypothèse un moment avancée quant à la présence d'artefacts de mesure a été finalement écartée. Il est maintenant admis qu'un mécanisme physique est très probablement à l'origine de cette asymétrie. L'effet de l'accélération Coriolis due à la rotation de la terre a été aussi exclu dans une étude réalisée par Draad (1998). En outre, cette structure de l'écoulement ne semble pas être affectée par les conditions d'entrée ou de sortie [Escudier (2005)].

---

<sup>1</sup> Direct Numerical Simulation

<sup>2</sup> Proper Generalized Decomposition

<sup>3</sup> Laser Doppler Anemometry



Récemment, Guzel *et al.* [Guzel (2009) et Güzel *et al.* (2009)] sont arrivés aux mêmes conclusions, avec des fluides également rhéofluidifiants, à savoir que l'asymétrie est due à un mécanisme physique. Dans le cas des fluides Newtoniens, aucune asymétrie n'a été observée.

Les travaux de Peixinho (2004), au LEMTA de Nancy, se sont poursuivis dans le cadre de deux autres thèses. L'une était plutôt orientée vers l'étude expérimentale de ces phénomènes [Esmael (2008)] alors que la seconde portait sur la modélisation de la structure de l'écoulement (Roland (2010)), essentiellement sur les fluides à seuil. Leurs travaux ont permis d'aboutir à une description précise et fine de cette asymétrie et ainsi d'en avoir une meilleure compréhension. En effet, Esmael et Nouar (2008) ont suggéré l'existence de deux rouleaux longitudinaux contrarotatifs qui transportent les particules fluides au voisinage de la paroi, respectivement vers la zone à faible vitesse et la zone à vitesse élevée.

Il a été récemment montré par Escudier (2009) et Esmael et Nouar (2008) que le nombre de Reynolds critique pour lequel l'asymétrie apparaît, noté  $Re_{c1}$ , correspondrait également à un début d'augmentation de l'intensité turbulente (rapport du taux de fluctuations à la vitesse débitante). Les mêmes auteurs ont introduit un deuxième nombre de Reynolds  $Re_{c2}$ , à partir duquel une augmentation brutale de l'intensité turbulente est observée. Dès lors, l'asymétrie décroît et le profil redevient axisymétrique pour une valeur d'intensité turbulente maximale correspondant là aussi à un troisième nombre de Reynolds  $Re_{c3}$ . Puis, à partir de là, l'intensité turbulente commence à diminuer et le profil de vitesse axiale prend la forme d'un profil de vitesse turbulent.

### 4.3 Mesures rhéologiques

Les propriétés rhéologiques des suspensions de bentonite ont été étudiées en petites et grandes déformations. Dans le cas des grandes déformations ou mesures en écoulement, le principe de mesure a consisté à appliquer des rampes de montées linéaires avec un taux de contrainte constant de  $0.033 \text{ Pa.s}^{-1}$  au cours desquelles les suspensions passent d'un état de gel à un état fluide.

Dans le cas des petites déformations, les propriétés viscoélastiques des suspensions ont été étudiées dans le domaine de viscoélasticité linéaire en état de pré-seuil, en régime dynamique (balayage en fréquence) et en fluage (application d'une contrainte constante). Il est important de mettre l'accent sur le problème de reproductibilité des mesures. En effet, durant les premiers jours qui suivent la préparation des suspensions, certains paramètres tels que le repos, l'histoire mécanique de l'échantillon et le gonflement de l'argile dans l'eau ont une influence directe sur la reproductibilité des mesures [Benchabane (2006) ; Ben Azouz-Ahmed (2010)]. Ceci nécessite une attention toute particulière à la surveillance et la maîtrise de ces paramètres.

## CHAPITRE 4

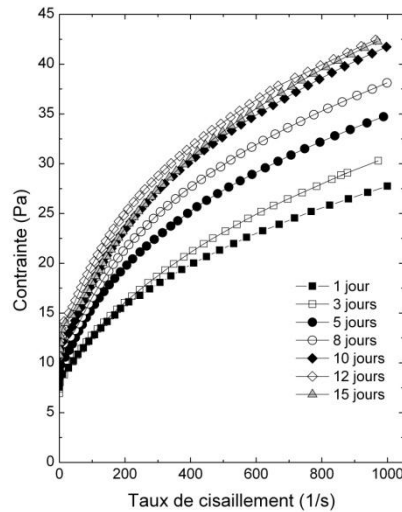


Figure 4.2 Rhéogrammes de la suspension de bentonite en 8% âgée de 1 à 15 jours.

### 4.3.1 Vieillessement des suspensions

Benchabane (2006) ; Ben Azouz-Ahmed (2010) ont montré qu'il faut entre dix et une quinzaine de jours pour que les suspensions de bentonite atteignent leur état d'équilibre et ainsi s'assurer d'obtenir une bonne reproductibilité des mesures expérimentales. Les résultats expérimentaux obtenus avec une suspension de bentonite d'une concentration massique de 8% sont présentés (Figure 4.2).

L'échantillon est agité en continu à l'aide d'un agitateur magnétique durant 48 heures pour permettre une bonne homogénéisation puis, après une période de repos de 24 heures, soumis à une agitation quotidienne pendant 1h. Un rhéogramme est systématiquement tracé tout de suite après ces 60 minutes d'agitation quotidienne. Les courbes d'écoulement obtenues sont représentées sur la Figure 4.2. On observe une augmentation de la contrainte seuil et de la viscosité apparente avec l'âge de la suspension.

Nous considérons que l'équilibre est atteint lorsque les propriétés rhéologiques de la suspension ne varient plus. Ceci se traduit dans la figure par la superposition des rhéogrammes correspondant aux derniers jours de vieillissement. La même observation a été faite avec les mesures obtenues en boucle hydraulique. Il faut en effet attendre un minimum d'une dizaine de jours après la préparation des suspensions avant que les évolutions à l'échelle de la journée ne deviennent négligeables.

En conséquence et sauf indication contraire, tous les résultats présentés dans le manuscrit concernant les mesures rhéologiques seront ceux d'une suspension âgée de dix jours et les résultats concernant les mesures en écoulement dans une conduite seront ceux obtenus à partir du dixième jour.

### 4.3.2 Etat de référence

Lors de la mise en place des échantillons dans la géométrie de mesure, l'état structural de ces derniers est inconnu. Pour assurer une reproductibilité des mesures, il faut que les échantillons soient dans le même état initial, dit "état de référence". Pour ce faire, les essais sont impérativement précédés d'un pré-cisaillement de  $100s^{-1}$  suivi de 2 mn de repos.

### 4.3.3 Mesures en écoulement

La Figure 4.3a montre l'évolution de la contrainte en fonction du taux de cisaillement pour trois concentrations massiques de bentonite : 3,5%, 5% et 8%. Les rampes de contrainte peuvent toutes être modélisées par des lois rhéologiques de type Herschel-Bulkley, présentées également sur la même figure.

Pour les deux concentrations les plus faibles (3.5 et 5%), la contrainte seuil est négligeable. On parle d'un état dispersé, les suspensions présentant un comportement rhéologique proche de celui du milieu dispersant [Luckham (1999)]. Par contre, lorsque la concentration en bentonite est portée à 8% (suspension concentrée), la suspension présente une contrainte seuil élevée. La Figure 4.3b montre une augmentation significative de la viscosité avec la concentration en bentonite des suspensions ainsi que leur comportement rhéofluidifiant (diminution de la viscosité avec l'augmentation du taux de cisaillement).

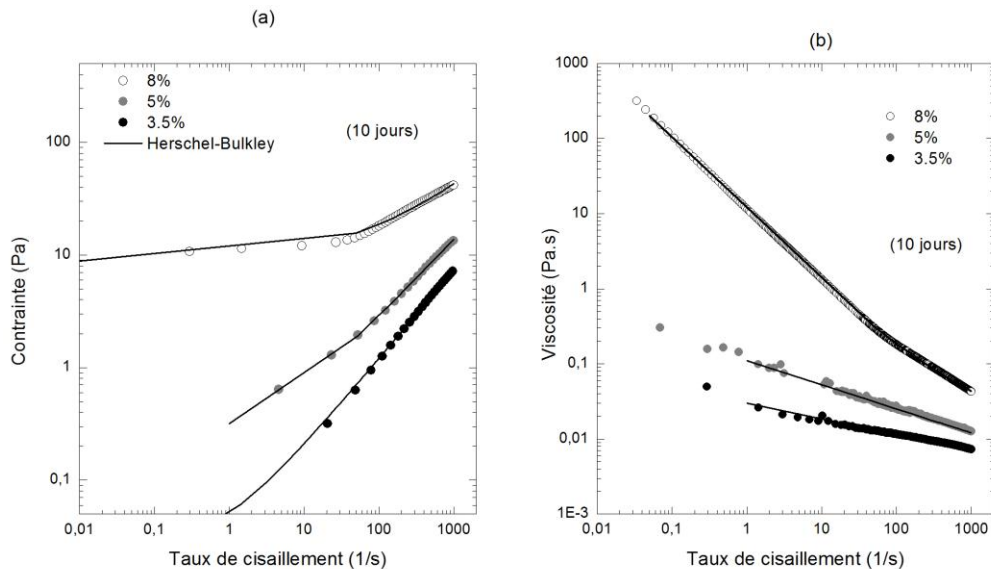


Figure 4.3 Rhéogrammes des suspensions de bentonite (3.5, 5 et 8%) à l'équilibre.

## CHAPITRE 4

Herschel - Bulkley	Bentonite 3.5%	Bentonite 5%	Bentonite 8%
$\tau_0$	0.02	0.03	10.53
n	0.79	0.68	0.59
k	0.03	0.11	0.57

Tableau 1 Paramètres du modèle de Herschel-Bulkley des différentes suspensions.

Les paramètres du modèle de Herschel-Bulkley sont présentés dans le Tableau 1 pour les trois concentrations étudiées (âgées de 10 jours). Le seuil d'écoulement et la consistance  $k$  augmentent avec la concentration d'argile alors que l'indice d'écoulement  $n$  diminue, indiquant un écart progressif au comportement Newtonien ( $n = 1$ , indice de l'eau, milieu dispersant) ou une accentuation du caractère non-Newtonien lorsque la concentration en bentonite augmente.

### 4.3.4 Mesures en oscillations

Dans ce qui suit, nous présentons les résultats des mesures en oscillation effectuées sur une suspension de bentonite (5%) en état d'équilibre après 10 jours de vieillissement. Contrairement aux mesures en écoulement où les suspensions sont soumises à un cisaillement prolongé, ces essais permettent de caractériser les propriétés des suspensions dans un état structuré, proche de l'état de repos.

#### 4.3.4.1 Balayage en contrainte

Dans les mesures de viscoélasticité, il est primordial de travailler dans le domaine de viscoélasticité linéaire afin d'étudier le matériau dans un état structuré, proche de l'état de repos. Le matériau est ainsi simplement déformé, mais sa structure interne reste intacte, les contraintes appliquées étant suffisamment faibles pour ne pas entraîner une rupture des liaisons interparticulaires.

Pour s'en assurer, des tests préliminaires sont nécessaires pour définir les plages de contraintes à appliquer et les déformations correspondantes pour des fréquences données. La Figure 4.4 illustre des mesures permettant de déterminer le domaine de viscoélasticité linéaire des échantillons. On effectue des balayages en contrainte (entre 0.01 et 10 Pa, généralement en dessous de la contrainte seuil) en fixant la fréquence (0.1, 1 et 10 Hz) et on mesure les déformations qui en découlent. Le domaine linéaire, c'est-à-dire la plage de contrainte pour laquelle on a une réponse linéaire de  $G'$  et  $G''$  est ainsi déterminée.

## ÉCOULEMENT DE SUSPENSION DE BENTONITE

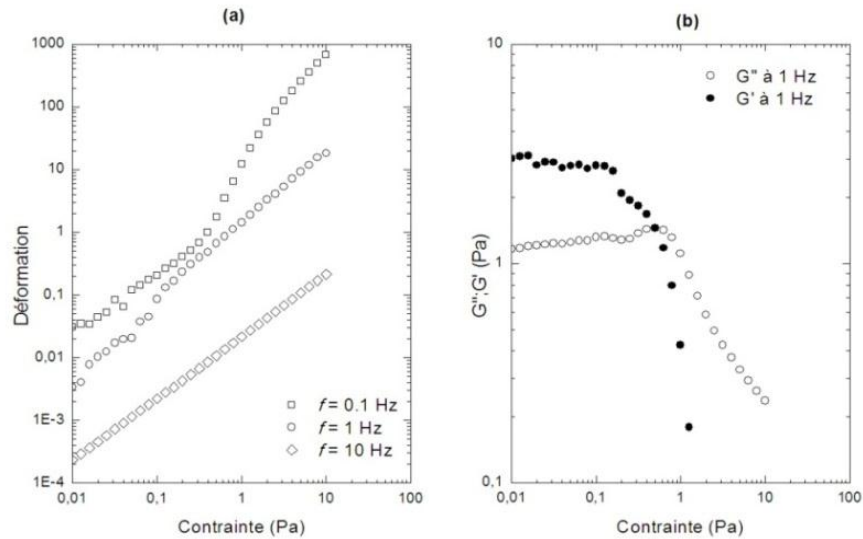


Figure 4.4 a) Déformation en fonction de la contrainte b) Modules d'élasticité et visqueux en fonction de la contrainte (bentonite 5%, âge : 10jours)

Les courbes de déformation en fonction de la contrainte pour les trois fréquences appliquées (Figure 4.4a) mettent en évidence le domaine linéaire recherché. La partie linéaire correspond au domaine élastique tandis que la partie non linéaire correspond au domaine visqueux. Ceci est bien apparent pour la courbe de déformation à 0.1Hz de fréquence qui montre bien une rupture de linéarité pour une contrainte d'environ 1Pa.

Ces observations sont confirmées par les courbes représentées sur la Figure 4.4b. On voit un plateau des modules élastiques  $G'$  et visqueux  $G''$  dans le domaine linéaire, avec des valeurs de  $G'$  supérieures à  $G''$ . A cette même contrainte de transition au domaine visqueux s'opère, un croisement des modules, le module élastique  $G'$  devient alors inférieur au module visqueux  $G''$ .

### 4.3.4.2 Balayage en fréquence

Le domaine linéaire ainsi défini, les modules d'élasticité  $G'$  et visqueux  $G''$  sont mesurés en appliquant à l'échantillon une contrainte fixe de 0.017 Pa, bien en deçà de la valeur critique pour laquelle la transition au domaine non-linéaire s'opère, avec une rampe de fréquences croissantes, de  $10^{-3}$  à 10 Hz.

La figure qui suit (Figure 4.5) montre l'évolution des modules  $G'$  et  $G''$  en fonction de la fréquence pour la suspension de bentonite à 5%. Le module élastique est supérieur au module visqueux sur toute la gamme de fréquences explorées.

## CHAPITRE 4

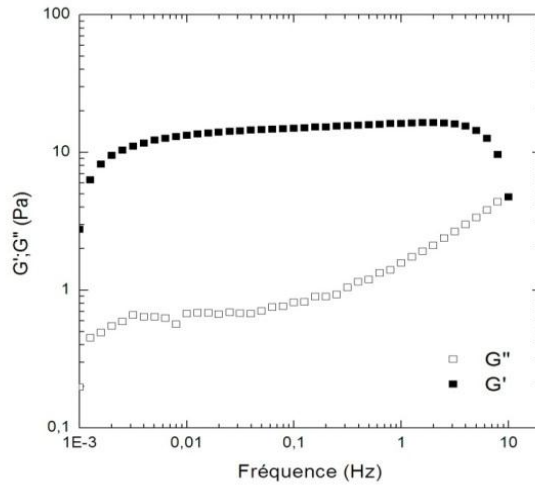


Figure 4.5 Modules d'élasticité  $G'$  et visqueux  $G''$  en balayage de fréquence, d'une suspension de bentonite 5% à l'équilibre.

Ce résultat est caractéristique d'un matériau dont les propriétés élastiques sont prépondérantes par rapport aux propriétés visqueuses. Par ailleurs, le profil « plat » du module élastique (indépendant de la fréquence) indique que la suspension a un comportement de type gel. Les résultats obtenus avec les autres concentrations de bentonite montrent que ce comportement s'accroît en augmentant la concentration de bentonite mais diminue, voire disparaît, pour les plus faibles concentrations [Benchabane (2006), Paumier (2007)].

### 4.3.4.3 Fluage-recouvrance

Le protocole expérimental pour les essais de fluage se résume comme suit : application d'une contrainte constante  $\tau = 0.012 \text{ Pa}$  pendant un temps  $T = 180 \text{ s}$  et mesure de la déformation qui en découle (ou la complaisance élastique  $\equiv$  déformation par unité de contrainte). La recouvrance est la déformation mesurée après la suppression instantanée de la contrainte à  $t = T$ .

La Figure 4.6 montre les résultats d'un essai fluage-recouvrance effectué sur une suspension de bentonite à 5%. Ce résultat est typique d'un comportement de fluide viscoélastique : après la suppression de la contrainte, le matériau récupère une partie de la déformation subie lors de l'application de la contrainte.

## ÉCOULEMENT DE SUSPENSION DE BENTONITE

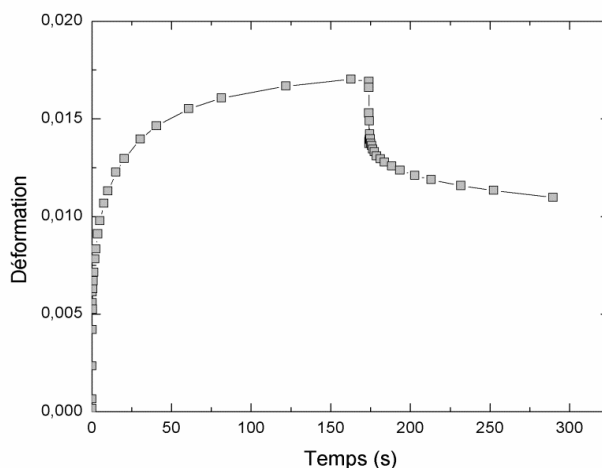


Figure 4.6 Essai de fluage-recouvrance réalisé pour la suspension de bentonite 5%.

Par ailleurs, il est à signaler que Besq (2000) a utilisé ce type de mesure pour déterminer la contrainte seuil des fluides testés. En effet, en réalisant des essais de fluage consécutifs pour différentes valeurs croissantes de la contrainte, il est possible de déterminer le seuil d'écoulement du fluide. Il est à noter qu'au cours de la phase de fluage, pour des valeurs supérieures à la contrainte seuil, s'effectue une déformation irréversible traduisant l'écoulement du fluide [Besq (2000)].

### 4.3.5 Synthèse

L'étude expérimentale des propriétés rhéologiques de suspensions de bentonite à des concentrations massiques de 3,5, 5 et 8% a permis d'accéder à certaines des caractéristiques intrinsèques de l'argile.

Dans un premier temps, le comportement visqueux en écoulement de cisaillement des suspensions, relativement déstructurées après l'application d'un pré-cisaillement, a été étudié en fonction du temps de vieillissement. Ces essais ont permis d'établir qu'un état d'équilibre des suspensions, assurant une bonne reproductibilité des mesures, était atteint au bout d'une dizaine de jours. Le modèle de Herschel-Bulkley a été utilisé pour corrélérer le comportement des suspensions de bentonite. Dans un second temps, des mesures en régime dynamique sur la suspension de bentonite à 5% ont montré que cette suspension avait un comportement viscoélastique. Le comportement thixotrope de ces suspensions n'a pas été étudié dans ce travail. Benchabane (2006), dans son travail de thèse, a exploré dans le détail les propriétés thixotropiques des suspensions de bentonite en utilisant différentes procédures expérimentales.

## 4.4 Écoulement des suspensions de bentonite en conduite

### 4.4.1 Evolution des paramètres d'écoulement

#### 4.4.1.1 Phase d'homogénéisation

Chaque essai en conduite présenté dans ce qui suit est immédiatement suivi d'une phase d'homogénéisation de la suspension. Celle-ci consiste en une rampe de vitesse débitante de 30 s, un palier de 5 mn à vitesse débitante de 0.5 à 1  $m.s^{-1}$  suivi d'une rampe linéaire décroissante de 30 s. Au cours de cette phase, la suspension réalise en moyenne trois rotations complètes dans la boucle. Le temps de palier a été choisi de façon à ce que les paramètres d'écoulement, les profils de vitesse et la contrainte pariétale soient stabilisés. Un exemple d'enregistrement des paramètres d'écoulement en phase d'homogénéisation est présenté dans la Figure 4.7.

L'objectif de cette phase d'homogénéisation est double:

- d'une part, assurer des conditions de structuration identiques en tout point de la boucle d'essai dès le début de la phase de repos précédant l'essai suivant.
- d'autre part, déterminer une loi de comportement de la suspension déstructurée (dans son état limite de déstructuration pouvant être obtenu de par les capacités de fonctionnement du dispositif expérimental).

#### 4.4.1.2 Comportement général des suspensions en écoulement

La Figure 4.7 illustre l'évolution temporelle, en description Eulérienne, des différents paramètres mesurés en fonction de la distance parcourue par le fluide lors d'un écoulement à une vitesse débitante  $U = 0.5 m.s^{-1}$  pour une suspension de bentonite de 8% (état initial correspondant à 54 h de repos). Il est à noter que le même type d'évolution des paramètres a été observé pour les suspensions de faibles concentrations (3.5 et 5%), avec un caractère moins prononcé (Ces résultats ne sont pas rapportés ici pour ne pas encombrer le manuscrit).

Evolution de la contrainte pariétale : Un pic de l'ordre de la seconde est observé au démarrage, lié probablement au fort taux de cisaillement au niveau de la zone proche paroi. Celui-ci est suivi d'une décroissance rapide au cours des premières secondes de la mise en mouvement du fluide, puis d'une légère croissance durant la rampe montante de vitesse. Enfin une décroissance lente est observée en phase de palier de vitesse qui s'accompagne d'une augmentation du rapport vitesse centrale sur vitesse débitante ( $u_c/U$ ), traduisant une diminution de la zone bouchon des profils de vitesse.



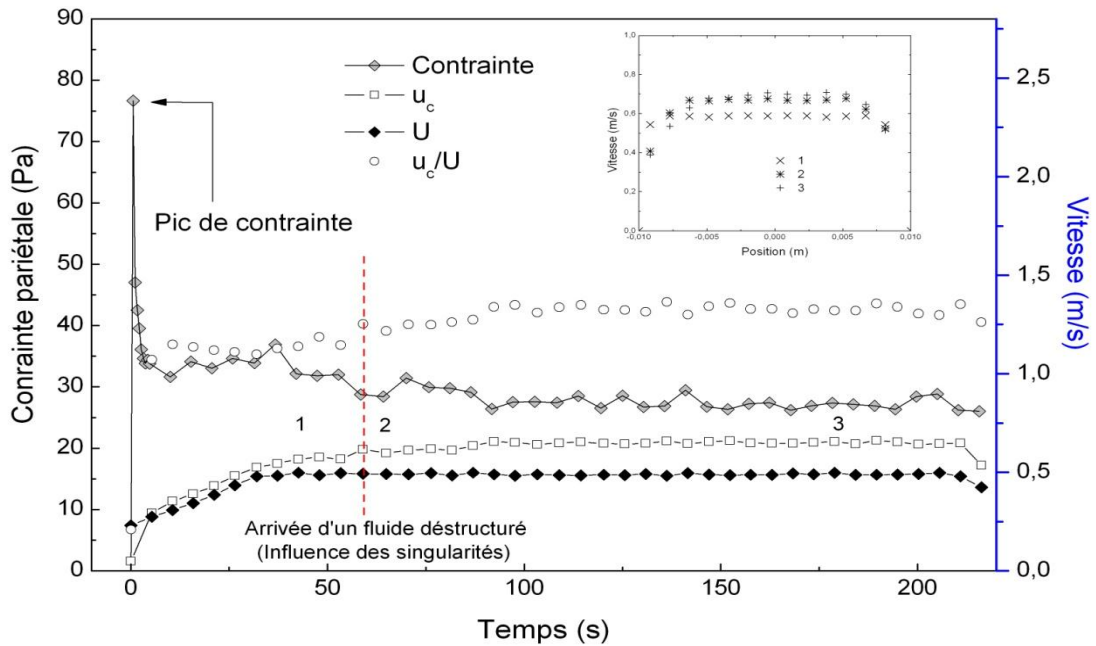


Figure 4.7 Comportement général des différents paramètres en écoulement ( $C_m=8\%$ ,  $U = 0.5 \text{ m.s}^{-1}$ , repos 54 h)

Le temps utile de l'écoulement a été défini comme étant le temps nécessaire au fluide pour parcourir la distance entre son entrée en boucle hydraulique et son arrivée à la zone de mesure. A la fin de ce temps utile, une augmentation brutale de la vitesse au centre de l'écoulement  $u_c$  est observée. Cette augmentation est due à l'arrivée dans la zone de mesure d'un fluide préalablement déstructuré par les singularités amont de la boucle (pompe, vanne,...). En effet, dans la situation d'un écoulement en phase de démarrage, le fluide présent dans la conduite est poussé par un fluide entrant qui ne possède pas forcément la même histoire mécanique. Ses propriétés rhéologiques sont donc différentes. La circulation de fluide ayant des propriétés rhéologiques différentes a été mise en évidence par des mesures de pression [Mollet (1996), Besq (2000)].

Cette déstructuration du fluide peut être aussi observée sur l'évolution des profils de vitesse (Figure 4.7 fenêtre). En effet, au démarrage les profils de vitesse sont comparables à ceux des fluides à seuil, avec une zone bouchon qui occupe presque toute la section de la conduite, indiquant l'état très structuré du fluide (écoulement bouchon). En phase de palier de vitesse débitante, les profils de vitesse continuent d'évoluer. La zone cisailée augmente alors que la zone bouchon diminue. Nous observons ainsi une déstructuration du fluide qui se traduit par une augmentation de la vitesse centrale de l'écoulement.

## CHAPITRE 4

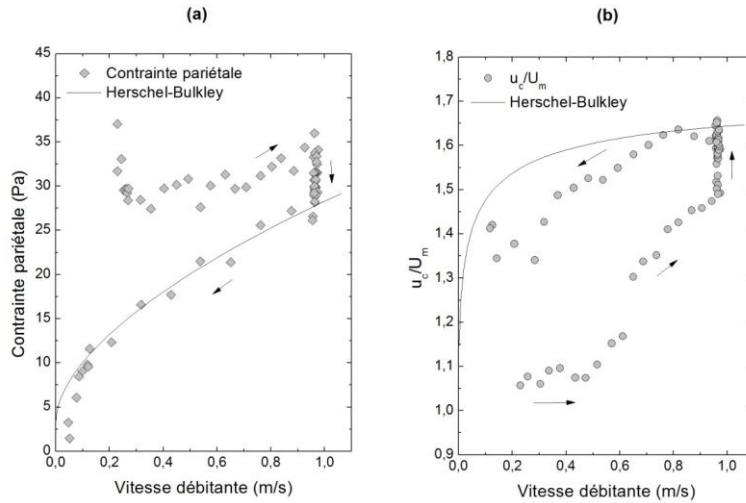


Figure 4.8 a) Contrainte pariétale en fonction de la vitesse débitante. b) Rapport vitesse centrale sur vitesse débitante en fonction de la vitesse débitante. (Bentonite 8%,  $U = 0 - 1$  m/s, repos = 18 h)

### 4.4.1.3 La thixotropie en conduite

Pour un débit imposé, nous avons représenté sur la Figure 4.8 : (a) l'évolution de la contrainte à la paroi et (b) le rapport vitesse centrale sur vitesse débitante en fonction de la vitesse débitante.

Le protocole expérimental adopté consiste à appliquer une rampe de montée, un palier puis une descente en vitesse. Les rampes de montée et de descente sont fixées à une accélération de  $0.2 \text{ m.s}^{-2}$ . Le palier est maintenu durant 5 mn à  $U = 1 \text{ m.s}^{-1}$ . Le fluide est laissé au repos pendant 18h. Il est à noter qu'un manque de données fait défaut durant la partie linéaire de la contrainte correspondant à la partie élastique de l'écoulement.

La contrainte pariétale atteint un pic au début de la rampe de montée en vitesse à  $U = 0.2 \text{ m.s}^{-1}$  (Figure 4.8a). Pour cette même vitesse, le premier point de la vitesse centrale est enregistré (Figure 4.8b), ce qui traduit le début de l'écoulement de la suspension dans la conduite. Ainsi, pour ces paramètres d'écoulement, le pic de contrainte correspond bien à la contrainte critique pour laquelle le fluide commence à s'écouler. Une fois le fluide mis en écoulement, il se déplace avec un rapport vitesse centrale sur vitesse débitante constant : c'est l'écoulement "bouchon". Autrement dit, la zone isovitesse occupe la quasi-totalité de la section de la conduite et le fluide se déplace tel un piston.

Paradoxalement, durant cette même période, une chute rapide de perte de charge est observée après la mise en route de la suspension, indiquant une cinétique de déstructuration assez forte au début de l'écoulement, ce qui nous permet de situer la

déstructuration essentiellement à la zone cisailée proche paroi et qui est *a priori* sans conséquence sur la zone centrale gélifiée, du moins pour cette phase d'écoulement.

Ensuite, l'accroissement de la vitesse débitante entraîne une augmentation de la contrainte pariétale. Alors que la cinétique de déstructuration se poursuit, la zone cisailée du profil de vitesse augmente et la zone bouchon se contracte se traduisant par une allure des profils de vitesse plus arrondie. On observe une augmentation du rapport vitesse centrale sur vitesse débitante.

Lors du palier de vitesse débitante à  $1 \text{ m.s}^{-1}$ , la contrainte pariétale continue à diminuer et le rapport  $u_c/U$  à augmenter alors que la vitesse reste constante. Les suspensions de bentonite continuant à se déstructurer, la viscosité évolue encore.

En réalisant une rampe linéaire de vitesse descendante de  $1$  à  $0 \text{ m.s}^{-1}$  en  $30 \text{ s}$ , la contrainte diminue. Une diminution du rapport des vitesses est observée, ce qui se traduit par un aplatissement des profils de vitesse, donc une restructuration du fluide à des faibles vitesses. Les courbes correspondant aux rampes de montée et de descente ne se superposent pas. La courbe de la contrainte pariétale en phase de descente se trouve en-dessous de celle de la rampe de montée, mettant en évidence la thixotropie du fluide par la présence d'une hystérésis. Cette dernière est d'autant plus prononcée que le de temps de repos augmente.

Nous rappelons que, dans le cas des suspensions de bentonite, la thixotropie est le résultat d'une rupture progressive de la structure préalablement formée au repos par les particules de bentonite.

La rampe de descente décrit le comportement d'un fluide déstructuré. Le modèle rhéologique décrivant le mieux ce comportement pseudo-plastique est celui de Herschel-Bulkley.

#### 4.4.1.4 Reproductibilité des mesures en boucle hydraulique

La maîtrise de l'état de référence est indispensable pour pouvoir obtenir des essais reproductibles et comparables entre eux. Mollet (1996) a montré que le temps de repos imposé au fluide, après la phase de remplissage de la boucle ou entre deux essais, peut avoir une influence considérable sur l'évolution de la perte de charge dans la conduite.

Les contraintes pariétales ont été déduites à partir des mesures des pertes de charge linéaires sur un tronçon de la boucle de diamètre  $20 \text{ mm}$  pour une suspension de bentonite  $8\%$ . La Figure 4.9 montre l'évolution temporelle de la contrainte pariétale lors de deux essais réalisés avec la même suspension, après un même temps de repos de  $2 \text{ h}$  (même état structurel initial) et avec le même protocole d'essai pour un palier de vitesse débitante  $U = 0.3 \text{ m.s}^{-1}$ . Pour ces deux essais les courbes obtenues montrent une erreur relative inférieure à  $1.5\%$ . On en conclut que les essais montrent une bonne reproductibilité des mesures.

## CHAPITRE 4

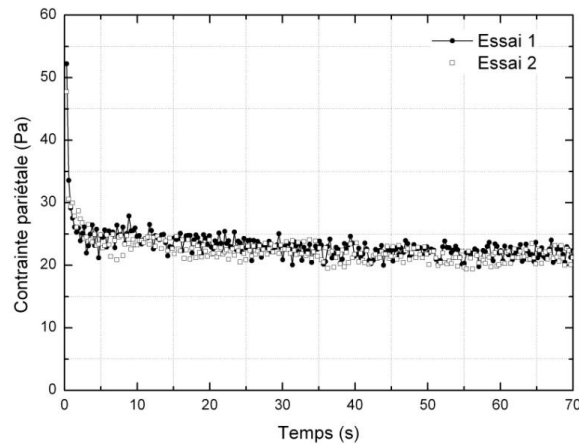


Figure 4.9 Reproductibilité des mesures ( $C_m=8\%$ ,  $U = 0.3 \text{ m/s}$ , repos = 2 h)

### 4.4.1.5 Etat de référence

La Figure 4.10 montre l'effet du temps de repos imposé au fluide sur sa cinétique de déstructuration. Cette figure représente l'évolution temporelle de la contrainte obtenue lors d'un écoulement pour une vitesse débitante  $U = 0.3 \text{ m.s}^{-1}$  d'une suspension de bentonite à 8%. Des temps de repos préalable de 1 mn, 2 h et 54 h, ont été imposés.

On observe une déstructuration d'autant plus lente que le temps de repos est long et, donc, que le fluide a pu se restructurer plus longtemps. A l'équilibre, la contrainte est quasiment la même, la variation du temps de repos ne semblant pas avoir une influence sur la contrainte pariétale à l'équilibre. Par conséquent, en augmentant le temps de repos imposé au fluide, la restructuration de la suspension de bentonite s'accroît. La contrainte nécessaire pour faire s'écouler le fluide est donc plus élevée, ce qui explique le pic de contrainte plus élevé. Le pic de contrainte observé au tout début de l'écoulement croît avec le temps de repos. Il peut traduire ainsi l'état de restructuration du fluide.

Pour des écoulements de fluides très structurés, nous n'avons pas pu reproduire ces évolutions de contrainte sur le rhéomètre. Une contrainte critique d'écoulement inférieure à celle mesurée en boucle hydraulique est obtenue. Plusieurs paramètres peuvent influencer les mesures, à savoir, la différence d'échelle et de géométrie ainsi que la sensibilité de ces fluides à l'histoire mécanique qu'ils ont subie.

Que mesure-t-on au juste lors de la première seconde d'écoulement en conduite? Lors de campagnes de mesures antérieures effectuées au laboratoire, Moreira (2007) a comparé, pour un même fluide, des mesures de l'évolution des contraintes à débit imposé (rampe de vitesse) à celles obtenues en écoulement à pression imposée, c'est-à-dire en écoulement gravitaire sous une charge constante de 2.5 m de colonne de liquide.

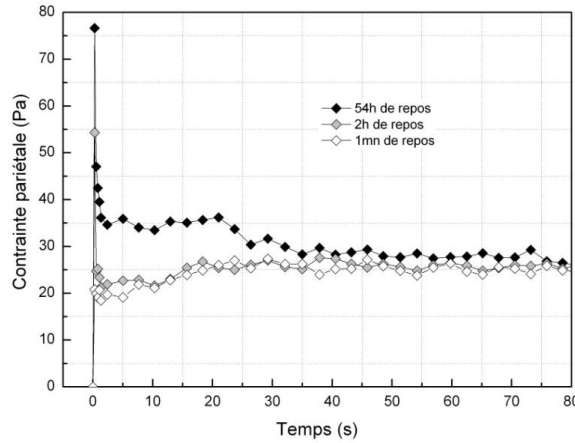


Figure 4.10 Evolution de la contrainte pariétale pour différents temps de repos

Alors que dans le premier essai, le pic de contrainte enregistré était de  $67 Pa$ , dans le deuxième essai, l'écoulement s'est déclenché pour des contraintes beaucoup plus faibles, de l'ordre de  $10 Pa$ . Des mesures ont aussi été effectuées en faisant varier l'accélération au démarrage. Il a été observé que l'augmentation de l'accélération initiale se traduit par une augmentation du pic de contrainte. L'une des questions qui découle directement de ces observations est la suivante : le pic de contrainte est-il un seuil d'écoulement tel que défini dans la littérature des fluides à seuil ? Ou tout simplement un artéfact de mesure ?

#### 4.4.1.6 Synthèse

Dans cette partie, nous avons présenté l'évolution des différents paramètres d'écoulement (contrainte pariétale, vitesse au centre...) pour le protocole de mesure mis en place (rampe de montée – plateau – rampe de descente). Nous avons présenté uniquement les résultats relatifs à la suspension de bentonite à concentration élevée (8%). Il faut souligner que le caractère non-Newtonien des suspensions est d'autant plus prononcé que la concentration est élevée, ce qui rend les phénomènes liés au comportement non-Newtonien d'autant plus importants. Les premiers résultats des essais conduits montrent que la boucle de mesure est un outil adapté pour la caractérisation du fluide et pour poursuivre ses évolutions structurelles. Les essais reposent sur les mesures de pression et de vitesse. Mais comme le laissait prévoir la littérature, nous nous sommes rapidement heurtés à la complexité de ces suspensions, non seulement du point de vue de leur comportement rhéologique, mais aussi (surtout ?) de l'évolution des différents paramètres en fonction du temps, du cisaillement, de la concentration, de la température, de la géométrie et bien d'autres variables.

## CHAPITRE 4

L'analyse des premiers résultats obtenus nous a permis de montrer que les paramètres caractérisant le comportement des suspensions évoluent en fonction de l'âge et de la concentration. Nous avons aussi mis en évidence le caractère fortement thixotrope des suspensions. En régime établi, les mesures expérimentales sont comparables à celles modélisées à partir de la loi d'Herschel-Bulkley, dont l'identification des paramètres est basée sur les mesures sur rhéomètre d'un fluide prélevé en conduite.

Par contre, en régime transitoire relatif aux phases de démarrage, après des temps de repos suffisamment longs, le comportement est beaucoup plus complexe. Les difficultés résultent du caractère fortement non linéaire du comportement rhéologique du matériau et des instabilités qui en découlent, lors de leur mise en écoulement.

Par ailleurs, les expériences en rampe et plateau à fort débit commandées par une pompe, ne permettent pas de répondre à un certain nombre d'interrogations fondamentales sur le comportement des suspensions. En effet, l'accélération initiale est trop importante pour déterminer un seuil d'écoulement et, d'une manière générale, étudier le comportement des suspensions dans les premiers instants de l'écoulement.

- En raison du couple de démarrage du moteur électrique d'entraînement de la pompe, le démarrage effectif de l'écoulement est différé par rapport à la consigne de démarrage. Le rattrapage de ce retard conduit à une accélération plus rapide que l'accélération de consigne au tout début de l'écoulement.
- Comme nous l'avons vu précédemment, le pic de contrainte pariétale durant la première seconde d'écoulement dans la conduite équivaut à un pic de pression de l'ordre de 3~4 bars. Il s'ensuit une déformation élastique des conduites de la boucle d'alimentation induisant un écart entre le débit imposé par la pompe et le débit entrant dans la boucle de mesure.
- Pour répondre à ces différentes questions, nous avons procédé à des types d'écoulements différents. Une analyse des écoulements à faible vitesse a été menée pour étudier le comportement en phase de démarrage.

### 4.4.2 Démarrage de l'écoulement

L'écoulement a été réalisé par le mouvement contrôlé manuellement du piston du contrôleur de pression hydraulique déjà présenté dans le chapitre précédent (cf. chapitre 3). En se servant d'une prise de pression, le déplacement est imposé dans A (cf. Figure 3.2 chapitre 3). Les mesures de contrainte ont été obtenues à partir de la variation de la pression en B, juste à l'aval du contrôleur de pression. Les mesures de profils de vitesse ont été réalisées dans des conditions identiques à celles utilisées dans les mesures précédentes avec un nouveau jeu de paramètres (Tableau 2). Les résultats présentés dans les sections suivantes correspondent, sauf indication contraire, à des temps de repos de 24 heures.

Fréquence d'émission (MHz)	8
Pulse repetition frequency PRF (Hz)	20
Angle Doppler	75°
Nombre de volume mesurés	200

Tableau 2 Les paramètres de mesure utilisés dans la présente partie

#### 4.4.2.1 Etude de la relation contrainte tangentielle-déplacement

Dans le cas d'une déformation élastique linéaire, la déformation s'écrit (cf. Annexe B):

$$\gamma = \frac{r\tau_p}{RG} \quad 4.1$$

Avec R, le rayon de la conduite et G, le module de cisaillement.

Il s'ensuit un déplacement d, fonction de la position radiale :

$$d(r) = \frac{\tau_p R}{2G} \left( 1 - \left( \frac{r}{R} \right)^2 \right) = 2d_m \left( 1 - \left( \frac{r}{R} \right)^2 \right) \quad 4.2$$

Avec  $d_m$ , le déplacement moyen.

La déformation à la paroi est ainsi donnée par l'expression :

$$\gamma_p = 4 \frac{d_m}{R} \quad 4.3$$

Ce qui signifie que cette estimation n'est exacte que dans la zone de linéarité de la relation contrainte-déformation.

La Figure 4.11 présente les évolutions dans le temps de la contrainte et du déplacement pour une suspension âgée de 12 *jours*. L'allure des évolutions temporelles des contraintes et déplacements dans la zone d'essai est toujours similaire. Après une phase linéaire de croissance correspondant à la phase élastique, la rupture d'adhérence à la paroi se traduit par une chute brutale de contrainte associée à une accélération du déplacement. Ce phénomène est d'autant plus marqué que la contrainte de rupture est élevée.

La contrainte pariétale est représentée en fonction de la déformation de paroi, estimée à partir de la relation 1.3, sur la Figure 4.12. On notera qu'une déformation de paroi de 1 équivaut à un déplacement moyen de 2.5 mm. L'évolution de la contrainte pariétale est suivie au cours de l'âge de la suspension.

## CHAPITRE 4

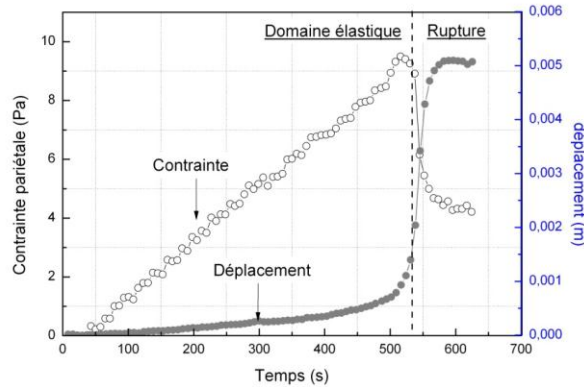


Figure 4.11 Evolution des contraintes et déplacement au démarrage (âge de la suspension : 12 jours, repos 24 heures)

Après un vieillissement de la suspension d'une semaine, nous obtenons une contrainte maximale de 17 Pa au cours de l'essai, puis cette contrainte décroît pour se stabiliser vers 4 Pa au bout de 13 jours. Au-delà de la contrainte maximale, l'écoulement va rapidement montrer un comportement de type visqueux. Pour tous les temps de vieillissement de la suspension, le module de cisaillement à l'origine est comparable, de l'ordre de 60 Pa. Ce résultat est en complète contradiction avec les essais réalisés sous rhéomètre, donnant systématiquement une accentuation des propriétés rhéologiques, notamment des contraintes seuil. Outre les différences d'échelle et de géométrie, les deux types d'essais diffèrent principalement par l'histoire mécanique que subit le fluide : alternance de phases de repos, de cisaillement intense et non homogène dans les écoulements en conduite, pré-cisaillement à contrainte uniforme et constante pour les essais sur rhéomètre. Il est ainsi possible que la différence de comportement observée résulte de cette différence d'histoire.

La diminution du seuil d'écoulement peut résulter d'une diminution locale de la concentration en particules dans le film pariétal ou d'un déficit de structuration à concentration constante ou d'une combinaison de ces deux facteurs. Il apparaît ainsi l'existence à proximité de la paroi d'un film fluide et ce, avant même le début de l'écoulement, qui produit un phénomène de glissement.

### 4.4.2.2 Profils de déformation

En ce qui concerne les essais effectués après une semaine de vieillissement, les profils de déplacement sont symétriques jusqu'au maximum de contrainte mesurée (Figure 4.13a). Les profils de déplacement peuvent tous être simulés par une loi contrainte-déformation non linéaire :

$$\tau = 60\gamma - 50\gamma^2$$

4.4



## ÉCOULEMENT DE SUSPENSION DE BENTONITE

Au-delà de la contrainte maximale, l'accélération brutale du déplacement ne permet plus de suivre le profil de déplacement. Dans ces conditions, la rupture à la paroi peut s'interpréter comme une rupture mécanique dans la masse de la suspension et aucun glissement n'est apparent. Lors de l'essai effectué cinq jours plus tard, les profils obtenus sont comparables jusqu'à une contrainte de  $7 Pa$  puis un glissement à la paroi apparaît, d'abord symétrique jusqu'à  $9 Pa$ , correspondant au maximum de contrainte, puis asymétrique avec une accélération du glissement sur la partie haute de la conduite induisant ainsi un écoulement instable (Figure 4.13b).

Pour les essais ultérieurs, l'évolution est toujours sensiblement identique : dans un premier temps, les profils sont paraboliques du début de l'essai jusqu'à  $3-4 Pa$ , puis survient un démarrage symétrique du glissement, suivi d'une phase de glissement asymétrique pour des déplacements entre  $0.2$  et  $1 mm$  et enfin retour au profil symétrique pour la suite. Cependant, la phase asymétrique, cette fois-ci, se situe sur la partie basse de la conduite. Durant nos mesures expérimentales, l'asymétrie, si elle existe, se situe toujours dans la zone proche paroi mais la position exacte reste aléatoire (Figure 4.13b et c). Nous supposons que cela est dû à une fracture du matériau à son état gélifié. En effet, cette observation vient confirmer notre hypothèse de l'existence d'un film pariétal avec des propriétés mécaniques différentes du reste de la masse. Une localisation du cisaillement dans cette couche de faible épaisseur, déclenchera l'écoulement et accentuera le glissement aux premiers instants. Ce phénomène a déjà été abordé en rhéométrie. Coussot (1993) avante l'hypothèse d'une structure de type sandwich, c'est à dire localisation du cisaillement pour les bas gradients de vitesse, associés à la partie décroissante de la courbe d'écoulement classique émise par Pignon *et al.* (1996).

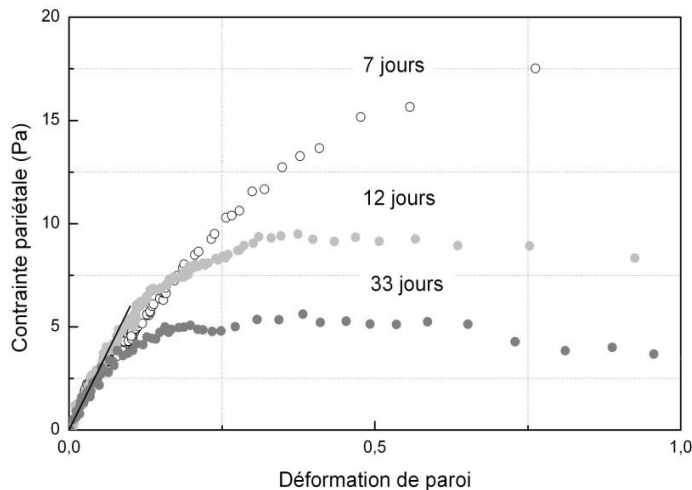


Figure 4.12 Evolution des contraintes en fonction de la déformation à la paroi au cours du temps.

## CHAPITRE 4

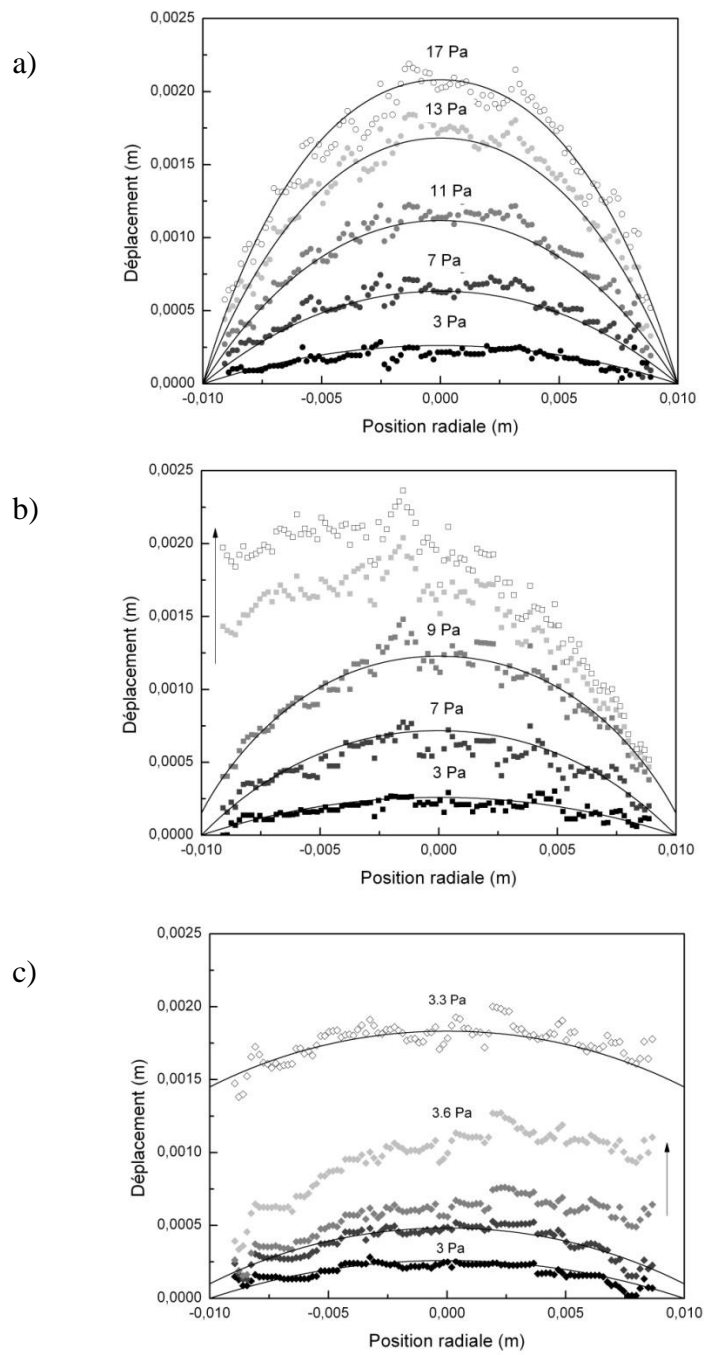


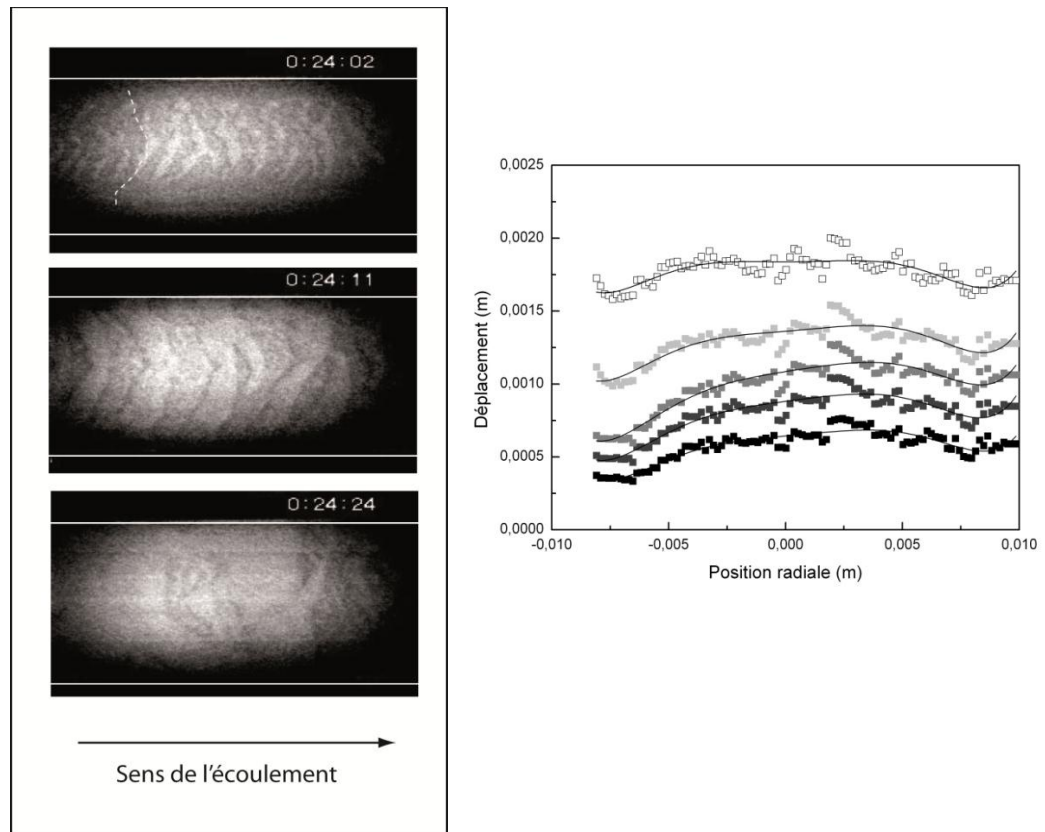
Figure 4.13 Profils de déplacement à la mise en écoulement (bentonite 7%, repos 24 h) ; âge des suspensions : a) 7 jours, b) 12 jours, c) 33 jours

## ÉCOULEMENT DE SUSPENSION DE BENTONITE

En observant de plus près les profils de déplacement en cette phase instable (Figure 4.14b) de l'écoulement, un fait marquant attire l'attention. Il s'agit de la forme ondulée que présentent les profils. Cette phase se traduit par une organisation singulière de l'écoulement qui rappelle les observations faites par Besq (2000) sur les écoulements de bentonite en conduite annulaire (Figure 4.14a).

L'auteur a observé la naissance d'une série "d'anneaux", quelques secondes après la mise en écoulement, rectiligne et perpendiculaire à la direction de l'écoulement. Il semble aussi que l'épaisseur et la longueur d'onde de ces anneaux augmentent dans le temps. Les observations faites nous laissent croire que ce phénomène pourrait avoir comme causes :

- D'une part, la non-homogénéité du cisaillement induit une variation spatiale et temporelle des propriétés mécaniques du fluide. La différence de consistance entre zone pariétale (déstructuré) et la zone centrale de la conduite (structuré) conduit à des instabilités.



## CHAPITRE 4

- D'autre part, Les instabilités dynamiques peuvent aussi jouer un rôle non négligeable dans l'apparition du phénomène. Si on remonte au scénario de la mise en écoulement présenté à travers l'évolution de contrainte, on en conclut qu'une fois le maximum de la partie linéaire de croissance, correspondant à la phase élastique, atteint, l'écoulement se déclenche et montre une forte accélération du déplacement. Mais celui-ci est rapidement freiné par les forces de frictions, notamment au centre de l'écoulement.

Il est important de garder en mémoire que l'écoulement se déclenche dans la zone pariétale. Or, la zone centrale est dans son état encore étiré (caractère élastique du fluide). On peut voir cela comme un élastique étiré qu'on coupe. Ce qui peut engendrer ces instabilités.

### 4.4.2.3 Synthèse

Dans cette partie, nous nous sommes focalisés sur les premiers instants de l'écoulement d'une suspension concentrée (bentonite 7%) après un long temps de repos (24 *h*). Un protocole expérimental, encore différent du premier, nous a permis d'accéder à des informations relatives au régime transitoire du démarrage de l'écoulement.

Les suspensions de bentonite s'avèrent posséder un des comportements les plus complexes de cette catégorie de fluides. Ces suspensions présentent notamment une multiplicité de seuils de contrainte et d'échelles de temps. Deux seuils de contrainte ont été mis en évidence jusqu'à présent :

- Un seuil d'écoulement au sens premier du terme (la contrainte de rupture du réseau structurel).
- Un seuil d'adhérence à la paroi ou seuil d'écoulement dans la zone de paroi. Ce dernier, contrairement aux mesures rhéologiques, diminue avec l'âge de la suspension. Ce qui montre l'existence d'un film pariétal ayant des caractéristique mécaniques différentes de celles du reste de la masse.

Les échelles de temps s'étalent quant à elle de la seconde au mois :

- Vieillessement de la suspension : semaine – mois.
- Restructuration du fluide : heure – jours.
- Evolution structurelle sous cisaillement : seconde – heure.

### 4.4.3 Prédications en écoulement laminaire, transitoire et turbulent des boues

L'évolution de la contrainte pariétale en fonction du pseudo gradient de cisaillement ( $8*U/D$ ) à la paroi est présentée sur la Figure 4.15. Les mesures de contrainte sont celles relatives à des descentes en vitesse en conduite. Ce diagramme est assez commun et souvent utilisé dans le transport des boues. La figure présente la courbe caractéristique d'une suspension de bentonite à trois concentrations massiques différentes (3.5%, 5% et 8%). L'allure de la courbe est représentative du comportement de la majorité des boues biologiques [Anderson et Playford (2008)]. Les deux régimes d'écoulement, laminaire et turbulent, peuvent facilement être identifiés par le changement brusque de pente de la courbe contrainte-pseudo gradient de cisaillement à une valeur critique marquant la transition du régime laminaire à un régime turbulent. Des observations similaires ont été rapportées par d'autres auteurs pour une variété de boues brutes [Carthew (1983)] et de suspensions de kaolin [Vocadlo (1974) ; Bartosik (2010)].

Notons que la transition entre le régime laminaire et le régime turbulent est localisée dans une plage de vitesses de cisaillement, délimitée par une valeur inférieure et une valeur supérieure, plutôt que par une valeur unique.

On remarque que les courbes des deux suspensions de faibles concentrations, à savoir 3.5% et 5%, sont décomposées en trois zones distinctes :

La première zone se situe en-dessous de la valeur critique inférieure de la zone de transition. Le régime est laminaire et la suspension a un comportement de fluide pseudo-plastique. Dans ce régime d'écoulement, l'évolution de la contrainte pariétale en fonction du pseudo gradient de cisaillement bien décrite par le modèle de Herschel-Bulkley. L'allure de la courbe dépend de la concentration massique de la suspension.

La seconde zone apparait avec une pente moins prononcée où la vitesse de cisaillement varie alors que la contrainte atteint une valeur limite et tend vers la courbe de l'eau. Après quoi, la contrainte augmente brusquement. Augmentation accompagnée d'instabilités et de fluctuations de la pression : c'est le régime transitoire de l'écoulement laminaire au turbulent. On peut également observer que la vitesse à laquelle s'opère la transition augmente avec la concentration massique des suspensions. Ceci est d'autant plus vrai que pour la suspension de plus forte concentration (8%), le régime turbulent n'est pas atteint.

Au-dessus de la vitesse critique supérieure de la plage de transition, la pente de la courbe devient beaucoup plus importante, le régime d'écoulement passe alors au turbulent. Bien que l'effet de la concentration soit relativement important en régime laminaire, il est relativement faible en écoulement turbulent.

## CHAPITRE 4

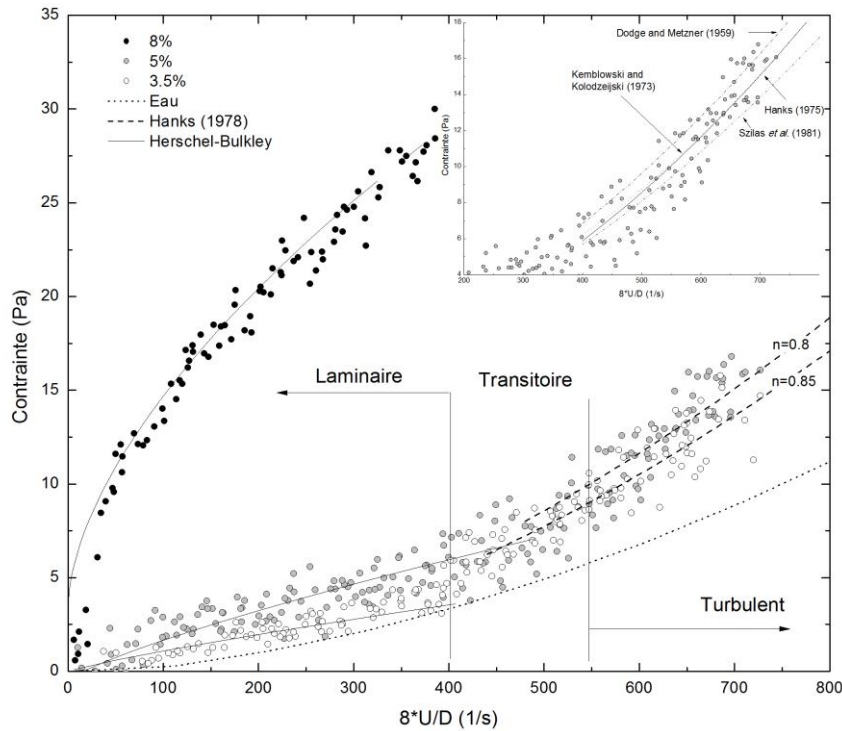


Figure 4.15 Rhéogrammes (contrainte pariétale/pseudo gradient de cisaillement).

Toutefois, en régime turbulent, on note que la taille des particules [Kaushal *et al.* (2005)] et le diamètre de la conduite [Vocadlo (1974)] sont deux paramètres supplémentaires importants.

Dans la fenêtre de la Figure 4.15, le comportement en écoulement turbulent de la suspension de bentonite (5%) est présenté. La courbe a été corrélée par des modèles dont il est généralement admis qu'ils représentent au mieux le comportement de la suspension (représentés sur la figure par des lignes continues). Les modèles utilisés fournissent des résultats pratiquement similaires et tous en bonne concordance avec les données expérimentales. Les mesures expérimentales présentées ci-dessus concernent des fluides préalablement déstructurés, en l'absence, donc, de toute thixotropie.

Pour pouvoir étudier la thixotropie des fluides, nous devons enregistrer les données relatives au test pour tout le cycle de vitesse appliqué. Pour ce faire, nous appliquons à une suspension de bentonite (3.5%) un cycle de cisaillement continu dans la conduite, le fluide ayant été laissé au repos pendant un temps relativement long (5 jours). Le protocole expérimental consiste en une montée, un palier, puis une descente en vitesse débitante. Contrairement au protocole du paragraphe ci-dessous où la montée et la descente sont linéaires avec une accélération constante, dans ce qui suit, les rampes de montée et de descente se font en "escalier" (par palier), en appliquant des plateaux successifs de vitesse croissante.

ÉCOULEMENT DE SUSPENSION DE BENTONITE

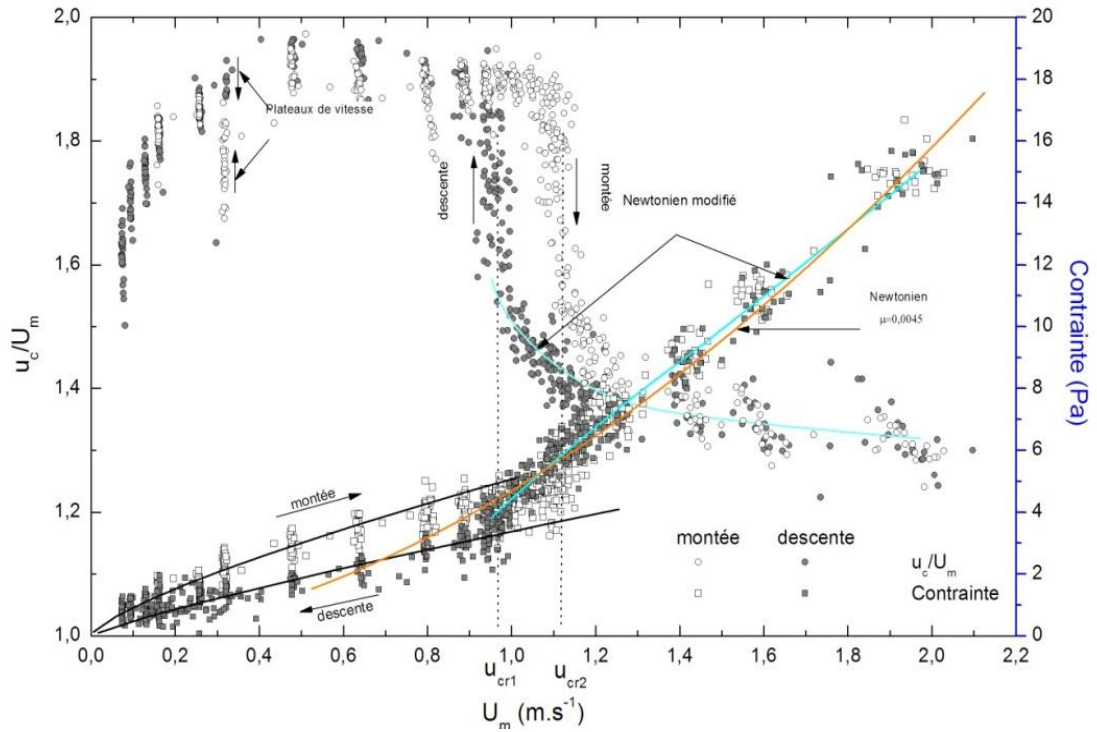


Figure 4.16 Evolution des contraintes pariétales et de la vitesse axiale adimensionnelle pour un cycle de vitesse (montée – plateau – descente) pour une suspension d’argile à 3.5%, laissée au repos durant cinq jours.

Sur la Figure 4.16 sont tracés les évolutions des contraintes pariétales et du rapport  $u_c/U$  en fonction de la vitesse débitante. Dans un premier temps, en régime laminaire, une hystérésis délimitée par les rampes de montée et de descente peut être observée. En écoulement turbulent, sur la plage de vitesses étudiée, les deux courbes se superposent. Le comportement rhéologique de la suspension de bentonite se rapproche de celui d’un fluide newtonien, avec une viscosité de l’ordre de  $0.0045 \text{ Pa.s}$ , supérieure à celle du milieu dispersant, en accord avec les observations d’autres auteurs [Vocadlo (1974), Carthew (1983), Escudier (1996)] qui ont montré qu’en régime turbulent, le caractère non-Newtonien des fluides avait un effet très faible, voire inexistant, sur la nature de l’écoulement. Ainsi, la viscosité apparente est plus faible et les liaisons détruites n’ont plus le temps de se rétablir. Autrement dit, la turbulence brise la structure de la suspension en de toutes petites structures jusqu’à atteindre une structure d’équilibre – donc une viscosité d’équilibre – qui n’évolue pas ou peu après la transition à la turbulence. La déstructuration du fluide qui s’opère pendant la transition engendre une superposition des courbes de montée et de descente. Toutefois, on peut constater un retard au passage à la turbulence en rampe de montée en vitesse. L’évolution de la vitesse adimensionnelle sur l’axe, représentée par des symboles circulaires, le montre de manière plus explicite.

## CHAPITRE 4

Pour la suspension à 3% de bentonite, les observations font apparaître une vitesse de transition en rampe de montée égale à  $u_{cr1}=0.9 \text{ m.s}^{-1}$ , alors que cette transition se produit à une vitesse égale à  $u_{cr2}=1.1 \text{ m.s}^{-1}$  en rampe de descente. Il est à noter que dans tous les essais effectués, on a  $u_{cr1}>u_{cr2}$ , du fait que le comportement macroscopique des suspensions de bentonite change en fonction de son état structurel.

En ce qui concerne la variation du rapport  $u_c/U$  en fonction de la vitesse débitante, on peut faire des observations similaires à ce qui précède, c'est à dire que le comportement en écoulement de la suspension se décompose en différentes étapes. Aux basses vitesses, la vitesse adimensionnelle augmente sur l'axe. Au cours de la transition, le rapport décroît légèrement lorsque la vitesse augmente. Puis s'ensuit une chute significative du rapport. Enfin, la décroissance devient plus faible, pour atteindre des valeurs proches de celle d'un fluide newtonien, en accord avec les résultats rapportés dans la littérature scientifique [Pinho et Whitelaw (1990)].

### 4.4.4 Coefficients de frottement

L'évolution du coefficient de frottement  $f$  en fonction du nombre de Reynolds, basé sur la viscosité à la paroi est présentée sur la Figure 4.17.

#### 4.4.4.1 Régime laminaire

La loi de Hagen-Poiseuille ( $f \text{ Re}=16$ ) est présentée par un trait continu. Les résultats expérimentaux sont en très bon accord avec cette relation pour les trois concentrations étudiées.

#### 4.4.4.2 Régime turbulent

Une revue de la littérature montre que le modèle de Dodge et Metzner est le plus utilisé et est celui qui donne les meilleurs résultats de prédiction des données expérimentales pour une large gamme de fluides non-Newtoniens. L'équation de Dodge et Metzner (1959) est généralement représentée en fonction du nombre de Reynolds généralisé  $\text{Re}_{MR}$ , lequel a été initialement défini sur la base de considérations en écoulement laminaire. Une autre représentation peut être utilisée. Elle consiste à transformer le nombre de Reynolds généralisé en un nombre de Reynolds à la paroi :

$$\frac{1}{\sqrt{f}} = 1.737n^{0.25} \ln\left(\frac{4n}{3n+1} \text{Re}_w \sqrt{f}\right) + \frac{4.8164}{n^{0.75}} (1-n) - \frac{0.4}{n^{1.2}} \quad 4.5$$



## ÉCOULEMENT DE SUSPENSION DE BENTONITE

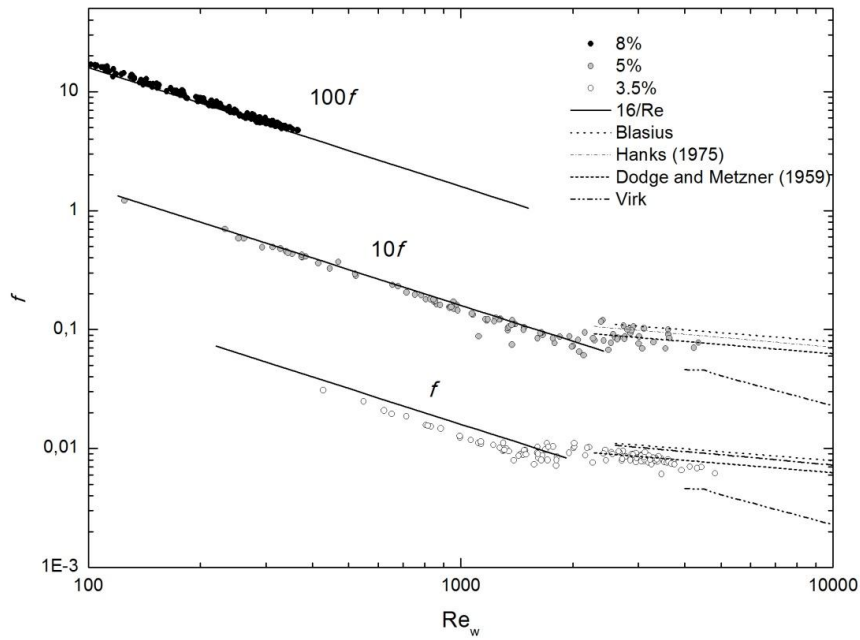


Figure 4.17 Evolution des coefficients de frottement des différentes suspensions.

Ce nombre de Reynolds s'écrit :

$$\text{Re}_w = \frac{\rho U D}{\eta_w} \quad 4.6$$

où  $\eta_w = \frac{\tau_w}{\dot{\gamma}_w}$  est la viscosité à la paroi calculée à partir de :  $\tau_w$  et  $\dot{\gamma}_w = -\frac{\partial u}{\partial r}$

respectivement contrainte de cisaillement et vitesse de cisaillement à la paroi.

Il est en effet évident que l'utilisation d'un nombre de Reynolds calculé à partir d'une viscosité pariétale est plus adéquate pour les écoulements en régime turbulent car les effets visqueux jouent un rôle dominant dans la région proche paroi.

Concernant les deux suspensions dont l'écoulement en régime turbulent a pu être atteint lors des mesures expérimentales (suspensions à 3.5% et 5%), l'évolution du coefficient de perte de charge est pratiquement identique. Ceci s'explique par le fait que pour ces deux suspensions, les indices d'écoulement sont très proches dans la gamme de vitesses de cisaillement pariétales explorées. Les résultats expérimentaux sont en accord avec la corrélation de Hanks et légèrement surestimés par la corrélation de Dodge et Metzner.

## CHAPITRE 4

L'étude de l'évolution du coefficient de frottement montre que le comportement réofluidifiant des suspensions est responsable de la réduction de frottement. L'existence d'agrégats ayant un volume hydrodynamique important pourrait empêcher la formation de tourbillons à petite échelle et réduire l'intensité de la turbulence. Ainsi, la réduction de frottement aurait pour cause l'interaction entre les agrégats et la structure hydrodynamique [Herzhaft (2000)]. Cependant, pour le même index d'écoulement et le même nombre de Reynolds, la variation de  $f$  due au caractère rhéofluidifiant est moindre en utilisant le nombre de Reynolds à la paroi plutôt que le nombre de Reynolds généralisé de Dodge et Metzner [Pereira et Pinho (2002)].

A titre indicatif et pour comparaison, les lois de Virk et de Blasius, données respectivement par les équations (4.6 et 4.7), sont également représentées sur la figure.

$$\frac{1}{\sqrt{f}} = 19.0 \log(\text{Re} \sqrt{f}) - 32.4 \quad 4.7$$

$$f = 0.078 \text{Re}^{-0.25} \quad 4.8$$

A partir de ces considérations, on définit les coefficients de réduction de frottement DR<sup>4</sup>:

$$DR(\%) \equiv \frac{f_N - f}{f_N} \times 100 \quad DR_R(\%) \equiv \frac{f_N - f_R}{f_N} \times 100 \quad 4.9$$

Tous les termes sont obtenus pour un même nombre de Reynolds à la paroi :  $f$  représente la valeur du coefficient de frottement mesuré pour une suspension donnée et  $f_N$  le coefficient de frottement d'un fluide Newtonien pour le même nombre de Reynolds à la paroi. Notons que  $f_N$  est calculé à partir de l'équation de Blasius. Ainsi, pour tout fluide, la réduction de frottement totale DR peut se décomposer en une réduction de frottement purement visqueuse due à la rhéofluidification du fluide ( $DR_R$ ) et un terme  $DR_E$  qui est donné par la différence  $DR_E = DR - DR_R$  correspondant à la réduction de frottement due à l'élasticité, calculée aussi à partir de l'équation (4.8).  $f_R$  est le coefficient de frottement pour un fluide rhéofluidifiant donné par Dodge et Metzner. Insistons sur le fait que  $f$  et  $f_R$  sont obtenus pour un nombre de Reynolds à la paroi donné.

La réduction de frottement est  $\approx 20\%$  pour la suspension de bentonite à 5% et atteint un maximum de 25~30% pour la suspension de plus faible concentration (3.5%).

---

<sup>4</sup> Drag Reduction

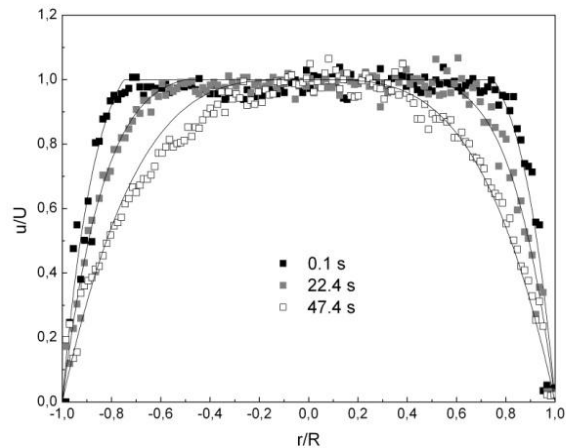


Figure 4.18 Profils de vitesse adimensionnels pour un fluide structuré (3h de repos).

## 4.4.5 Profils de vitesses

### 4.4.5.1 Régime laminaire

Les observations faites sur l'évolution de la contrainte pariétale ont montré que l'écoulement évoluait au cours du temps. Dans ce qui suit, l'évolution des profils de vitesse dans le temps, dans une section donnée, sera analysée grâce à la chaîne de mesure de vitesse.

Dans un premier temps, après des temps de repos suffisamment longs pour permettre aux suspensions de bentonite de se restructurer avant leur mise en écoulement, le mécanisme de déstructuration des suspensions est examiné à travers les informations obtenues de l'analyse de l'évolution temporelle des profils de vitesse.

Pour les faibles débits, le profil de vitesse présente une zone non cisailée ayant un rayon critique important. L'augmentation de la vitesse débitante génère un accroissement des forces de frottement qui contribuent à réduire le rayon critique du bouchon. Jusqu'à une certaine valeur de la vitesse débitante, les profils de vitesse obtenus présentent clairement un rayon critique  $R_c$ . Au-delà de cette vitesse critique, le profil bouchon n'apparaît plus aussi nettement : le profil de vitesse présente, en effet, une forme arrondie proche des profils caractéristiques des fluides à loi de puissance. On peut avancer l'hypothèse que la contrainte seuil n'existe plus. La Figure 4.18 présente quelques profils de vitesses correspondant à certains instants significatifs de l'écoulement pour une suspension d'argile à 3.5%.

#### (i) *Écoulement d'un fluide fortement structuré*

Lors des premières secondes de l'écoulement, les profils de vitesse sont typiques de ceux d'un fluide à seuil de type Herschel-Bulkley. En effet, au démarrage, le profil de vitesse présente une zone iso-vitesse importante qui occupe la quasi-totalité de la section de la

## CHAPITRE 4

conduite. Cette zone iso-vitesse traduit le niveau du seuil d'écoulement de l'argile à l'issue des 3 h de repos (Figure 4.18). Notons que les profils ont été modélisés en considérant un raccordement de deuxième ordre au profil bouchon (cf. Annexe C)

Cet écoulement "bouchon" dans lequel le fluide se déplace tel un piston ne dure que quelques secondes, le temps que le fluide très structuré parcoure la zone utile de la conduite. Après ce court trajet, le fluide, déstructuré par les singularités amont (pompe, vanne...), arrive dans la zone de mesure.

### (ii) *Écoulement d'un fluide préalablement déstructuré*

Les effets du cisaillement du fluide par les singularités amont se traduisent par une modification de l'allure des profils de vitesse. On observe une diminution progressive de la zone bouchon et un arrondissement progressif des profils, conséquence de la cinétique de déstructuration du fluide au cours de l'écoulement dans la conduite. Cette déstructuration, due au fort gradient de vitesse pariétal, se produit très rapidement, ce qui se traduit par un accroissement brusque (saut) de la vitesse au centre (cf. 4.4.1.2). Comme pour les fluides structurés, les profils de vitesse expérimentaux ont été modélisés en considérant un raccordement de deuxième ordre au profil bouchon.

### (iii) *Vers l'équilibre*

L'effet du cisaillement le long de la conduite d'essai, après un premier passage à travers les singularités, est moins important. Dans la partie près des parois de la conduite où le cisaillement est fort, la déstructuration est prépondérante et la zone cisailée continue à augmenter par effet d'érosion, jusqu'à atteindre un profil d'équilibre. Ce profil n'évoluera plus par la suite, contrairement à la contrainte pariétale qui continue à décroître d'une manière monotone. Dans un second temps, les suspensions à différentes concentrations de bentonite sont étudiées en régime établi. Les profils de vitesse axiale sont présentés sur la Figure 4.19.

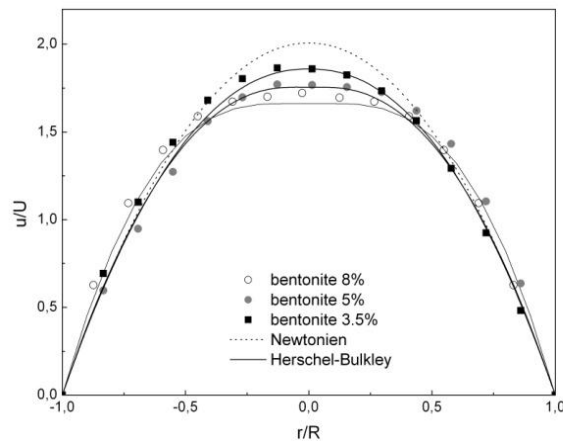


Figure 4.19 Profils en régime laminaire établis pour les trois suspensions de bentonite (3.5, 5 et 8%)

## ÉCOULEMENT DE SUSPENSION DE BENTONITE

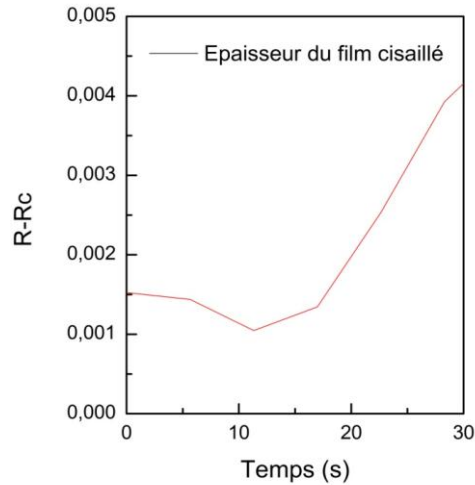


Figure 4.20 Evolution de l'épaisseur du film cisailé pour une suspension de bentonite à 8%, âgée de 15 jours.

Les fluides sont restés en écoulement pendant des temps suffisamment longs pour s'assurer d'avoir des profils de vitesse à l'équilibre en écoulement laminaire permanent. L'allure parabolique des profils de vitesse obtenus confirme le régime laminaire de l'écoulement. Les mesures expérimentales sont en bon accord avec les résultats théoriques obtenus à partir du modèle rhéologique de Herschel-Bulkley, représenté sur la figure en trait continu. L'erreur estimée entre les deux données est inférieure à 3%.

Il faut noter que pour le calcul des vitesses débitantes à partir des profils de vitesse, les extrémités du profil mesuré sont exclues et remplacées par une évolution linéaire jusqu'au raccordement pariétal.

La zone bouchon est apparente pour la suspension à plus forte concentration et elle l'est moins pour les deux autres concentrations. Il est difficile de délimiter cette zone à partir des profils expérimentaux.

Effectivement, nous observons à l'interface qui sépare la zone isovitesse gélifiée et la zone cisailée, une zone à faible gradient de vitesse qui traduit l'existence d'un fluide avec une structure intermédiaire, d'une forte viscosité. Nous avons tenté d'estimer la taille de la zone cisailée, non mesurable expérimentalement, en considérant un raccordement de deuxième ordre au profil bouchon (cf. Annexe B).

Dans ce cas, nous avons bien :

$$\frac{R_c}{R} = -1 \pm \sqrt{6 \frac{U_d}{U_c} - 2} \quad 4.10$$

## CHAPITRE 4

L'évolution de l'épaisseur de la zone cisailée a été représentée sur la Figure 4.20. Il a été observé que la zone cisailée s'élargit lentement d'une façon linéaire avec le temps. L'exception est faite pour les premières secondes de l'écoulement où l'épaisseur du film cisailé est inférieure au millimètre, ce qui rend sa mesure non possible.

### 4.4.5.2 Transition

La Figure 4.21 présente l'évolution du profil de vitesse du régime laminaire (a) jusqu'au régime turbulent (d) pour les deux suspensions d'argile à 3.5 et 5%. En régimes laminaire et turbulent, les profils de la vitesse axiale sont axisymétriques. En augmentant le nombre de Reynolds, le profil de vitesse mesuré se décale du profil laminaire moyen correspondant. Ainsi, nous observons en régime transitoire un profil de vitesse expérimental présentant une asymétrie : à partir d'une certaine valeur du nombre de Reynolds, les profils de vitesse axiale présentent une asymétrie stable et croissante avec  $Re$ , tandis qu'en régime laminaire et turbulent les profils de vitesse sont parfaitement symétriques. Le profil de vitesse présente une région où la vitesse est supérieure au profil moyen (profil symétrique) et une région où l'écoulement s'effectue à une vitesse plus faible que le profil symétrique.

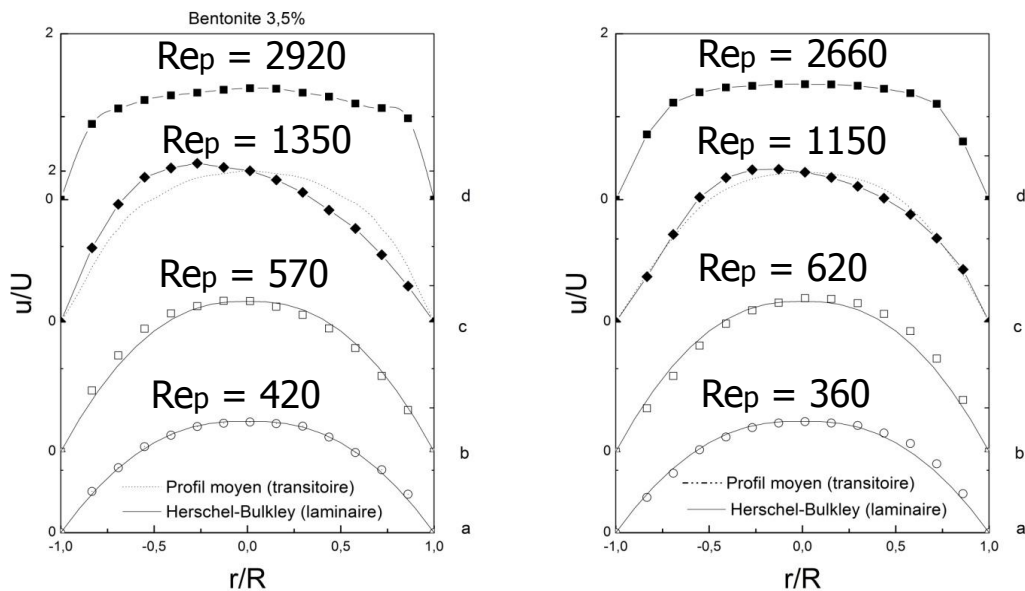


Figure 4.21 Evolution des profils de vitesse avec le nombre de Reynolds pour des suspensions de bentonite à 3.5 et 5%.

ÉCOULEMENT DE SUSPENSION DE BENTONITE

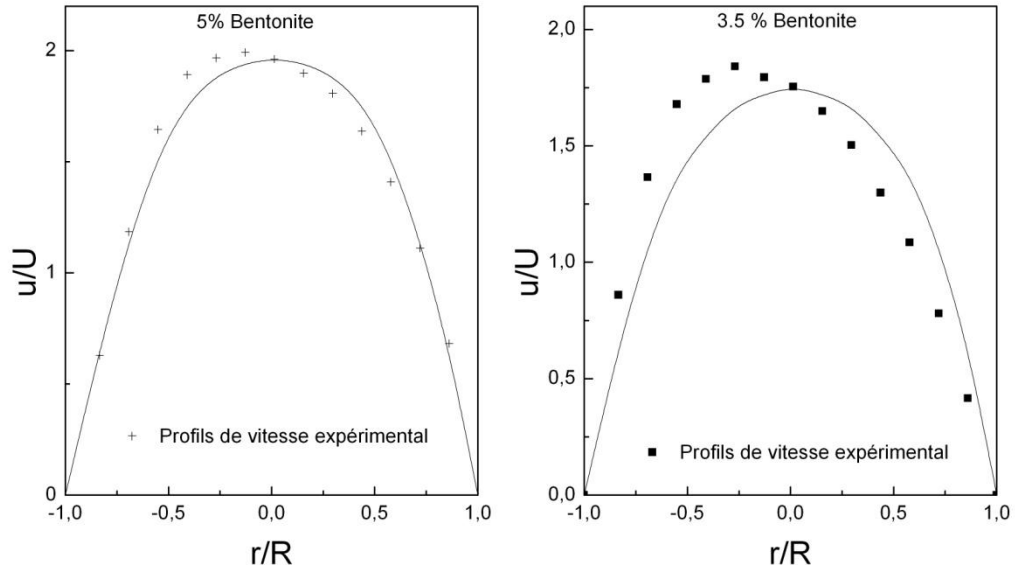


Figure 4.22 Profils de vitesse en régime transitoire pour les deux suspensions de bentonite (3.5 et 5%)

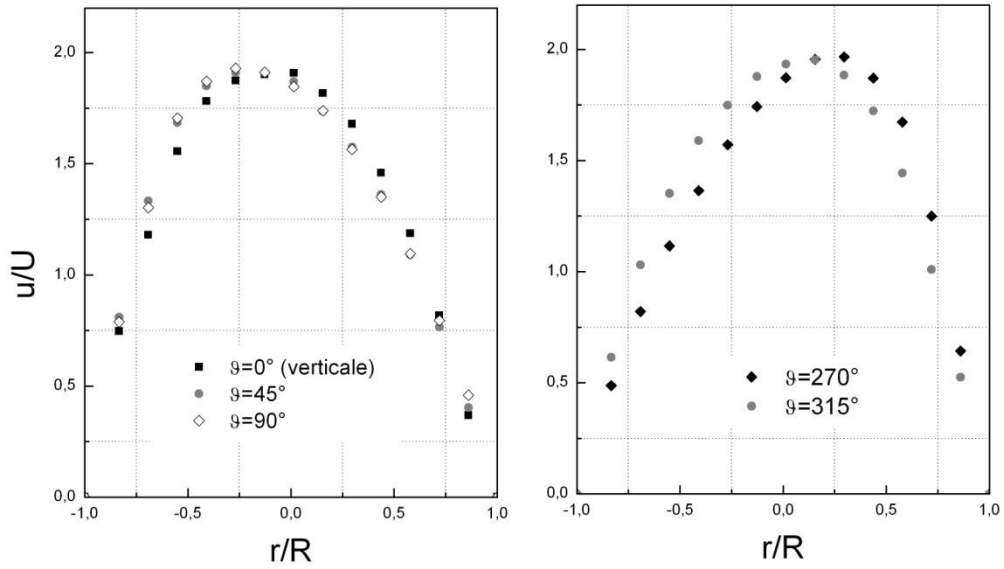


Figure 4.23 Profils de vitesse en régime transitoire à différentes positions azimutales. Suspension de bentonite à 3.5%.

## CHAPITRE 4

Toutefois, il est à noter que l'asymétrie observée est stable et se reproduit pour chaque essai expérimental effectué (Figure 4.22). Elle apparaît à partir d'une certaine valeur critique du nombre de Reynolds, notée dans la littérature par  $Re_{c1}$ , au-delà de laquelle elle croît jusqu'à ce que le régime passe complètement en turbulent. Dans le cas des suspensions de bentonite, on assiste à un début d'asymétrie pour un  $Re_{c1}=1300$ .

Afin de mieux positionner l'asymétrie dans la conduite d'écoulement, nous avons mesuré les profils de vitesse pour différentes positions azimutales  $\varphi_s$  (coordonnées cylindriques repérant la position de la sonde de mesure sur la périphérie de la conduite). La situation  $\varphi=0^\circ$  correspond à la sonde placée sur une position de mesure verticale. La Figure 4.23 présente les profils de vitesse, adimensionnés, mesurés pour cinq valeurs d'angle (0, 45, 90, 270 et 315°). On observe la présence de l'asymétrie pour les différents profils de vitesse. Il est, cependant, intéressant de voir que cette asymétrie a une direction privilégiée. En effet, l'asymétrie a été observée pendant toute la période des expérimentations qui, notons-le, pouvait durer deux mois, avec un maximum de vitesse mesuré dans la direction radiale avec un angle de 45°.

Pour bien faire apparaître cette direction privilégiée, nous avons tracé le contour des vitesses (Figure 4.24) sur une section transversale de la conduite, là où nous pouvons voir la configuration des vitesses et où l'asymétrie se positionne. Rappelons que la configuration de vitesse se conserve durant toute la durée de l'expérimentation (plus d'un mois), durée pendant laquelle la suspension reste continuellement dans la boucle de mesure expérimentale.

Sur la Figure 4.25 sont tracés les contours  $(u - \bar{U})/U$ , la différence  $(u - \bar{U})$  représente l'écart de la vitesse axiale entre le profil expérimental asymétrique et le profil symétrique qui est construit comme une moyenne arithmétique à partir du profil expérimental. La partie de couleur rouge indique la région où l'écoulement du fluide est plus rapide que le profil moyen (profil symétrique). La couleur bleue indique la région où l'écoulement s'effectue à une vitesse plus faible que le profil symétrique. Esmael et Nouar (2008) suggèrent l'existence de deux rouleaux longitudinaux contrarotatifs qui transportent les particules fluides au voisinage de la paroi, respectivement vers la zone à faible vitesse et la zone à vitesse élevée.

Nos résultats sont confrontés aux résultats obtenus précédemment par Esmael (2008) (Figure 4.25). Les comparaisons faites sont qualitativement similaires. On retrouve la structure cohérente observée par Esmael et Nouar (2008) et Esmael (2009). Cette configuration est stable et reproductible.

Cependant, l'orientation de la configuration de haute et basse vitesse dans une section de la conduite, obtenue dans le cas d'une suspension de bentonite, est différente de celle rapportée auparavant par les auteurs. Cela est probablement dû à des imperfections géométriques [Esmael (2008)]. En effet, l'asymétrie existe mais, comme nous allons le voir dans le chapitre suivant, son orientation reste aléatoire.



ÉCOULEMENT DE SUSPENSION DE BENTONITE

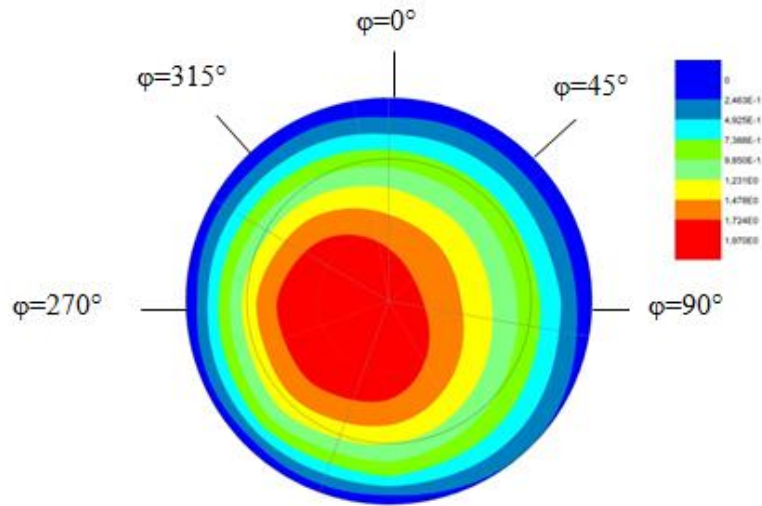


Figure 4.24 Contours d'iso valeurs de la vitesse dans un conduit cylindrique.

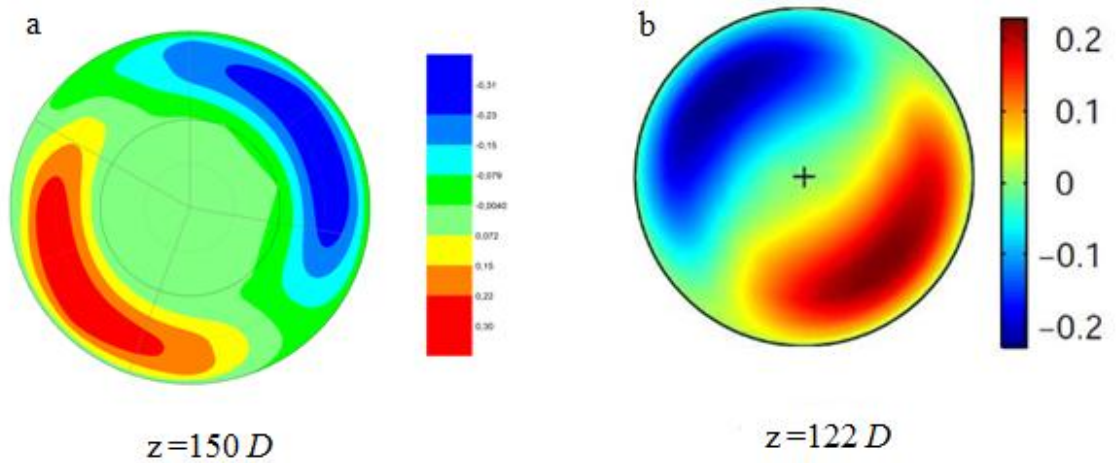


Figure 4.25 Contours d'iso-valeurs de  $(u - \bar{U})/U$ . a) Présent travail pour une suspension de bentonite à 3.5% pour une position axiale  $z = 150$  et un nombre de Reynolds  $Re_p = 2443$ . b) Résultats extraits de Esmael (2008) pour une position axiale  $z = 122$  et un nombre de Reynolds  $Re_p = 2420$ . L'écoulement est rapide dans la zone rouge et lent dans la zone bleue.

## CHAPITRE 4

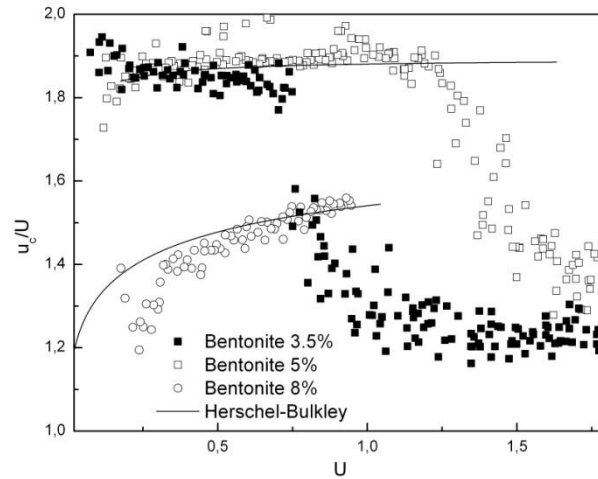


Figure 4.26 Rapport  $u_c/U$  en fonction de  $U$ .

La Figure 4.26 montre l'évolution de la vitesse sur l'axe pour les trois fluides testés. Les lignes pleines représentent les reproductions théoriques utilisant le modèle de Herschel-Bulkley. Il faut noter que les résultats rapportés sont relatifs à ceux de suspensions présentant une structure initialement soumise à un cisaillement dans la boucle de mesure. Les suspensions sont âgées d'une dizaine de jours.

Pour les suspensions de faible concentration (3.5 et 5%), une évolution classique est observable. Une légère augmentation du rapport aux faibles vitesses (régime laminaire), puis s'ensuit une brusque diminution du rapport. Cette dernière phase est caractéristique d'un passage au régime turbulent. Il est aussi intéressant de voir que la vitesse de transition augmente avec la concentration des suspensions. Mais aussi, que la transition est beaucoup plus brutale pour la suspension de bentonite à 3.5%, ce qui n'est pas le cas de la suspension de bentonite à 5%, pour laquelle la phase de transition est relativement plus large.

La diminution brutale du rapport de la vitesse au centre de la conduite à la vitesse débitante se produit pour des nombres de Reynolds estimés compris entre 2000 et 3000. Une fois que le régime est turbulent, la décroissance de la vitesse adimensionnelle devient faible et elle tend vers une valeur limite proche de celle que nous pouvons trouver dans la littérature.

Concernant la suspension de concentration élevée (8%), la transition au régime turbulent n'est pas apparente. En l'occurrence, aucune mesure n'a été effectuée en régime transitoire ou turbulent. Les points expérimentaux mesurés sont relatifs au régime laminaire.

### 4.4.5.3 Régime turbulent

Des lois semi-empiriques sont souvent utilisées pour décrire les profils de vitesse pour un écoulement turbulent développé en présence d'une paroi. Les lois de puissance ne sont pas représentatives de la distribution réelle des vitesses, surtout au centre de la conduite où les effets de la viscosité ne sont pas maîtrisés.

Pour caractériser l'écoulement près des parois supposées lisses, on définit :

$$\text{La vitesse de frottement } u_\tau \text{ (m.s}^{-1}\text{)} : u_\tau = \left( \frac{\tau_w}{\rho} \right)^{\frac{1}{2}} \quad 4.11$$

$$\text{La vitesse adimensionnelle du fluide : } u^+ = \frac{u}{u_\tau} \quad 4.12$$

$$\text{La distance adimensionnelle de la paroi : } y^+ = \frac{yu_\tau}{\nu} \quad 4.13$$

Avec  $y$  (m) la distance à la paroi. La relation  $u^+ = f(y^+)$  définit la loi de paroi. L'écoulement en charge dans le régime turbulent se décompose en deux zones, une zone interne où les termes visqueux dominent et une zone externe où les contraintes turbulentes dominent. Dans ce qui suit, on se place dans la zone interne où seules la sous-couche laminaire visqueuse et la sous couche-turbulente sont considérées :

$$\text{Sous-couche laminaire : } 0 \leq y^+ \leq y_t^+ \quad u^+ = y^+ \quad 4.14$$

$$\text{Sous- couche turbulente : } y_b^+ \leq y^+ \leq y_t^+ \quad u^+ = A_t \cdot \ln y^+ + B_t \quad 4.15$$

Les constantes A et B sont déterminées expérimentalement. Le profil de vitesse est représenté sur la Figure 4.27. La loi logarithmique qui décrit correctement les mesures de vitesse des fluides Newtoniens est  $u^+ = A \ln y^+ + B$  avec  $A=2.5$  et  $B=5.5$ . Les mesures expérimentales des deux suspensions de bentonite représentées montrent que les profils de vitesse normalisés coïncident lorsque  $0 < y^+ < 5$  et sont en accord avec la relation linéaire  $u^+ = y^+$ . Cependant, ils sont décalés de la loi logarithmique mise en œuvre pour les fluides Newtoniens. Ceci est en accord avec la réduction de frottement mise en évidence lors de l'étude effectuée sur les coefficients de frottement.

## CHAPITRE 4

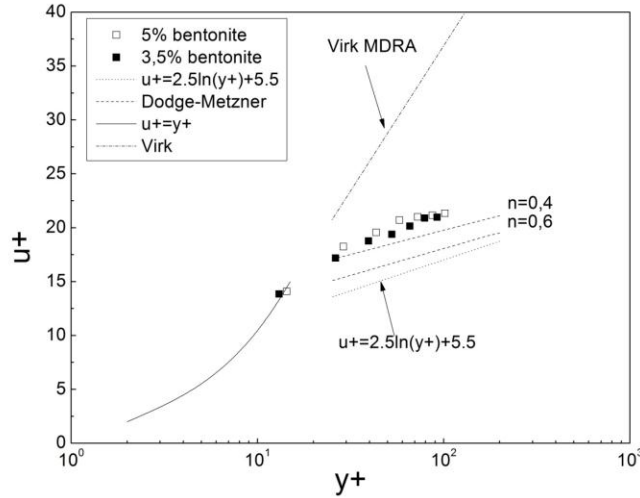


Figure 4.27 Profils de vitesse en régime turbulent.

Lors de la transition, le seuil d'écoulement et la thixotropie, qui caractérisent l'écoulement d'un fluide à seuil en écoulement laminaire, tendent à disparaître à cause des forts taux de cisaillement auxquels le fluide est soumis. Le comportement du fluide en régime turbulent ne dépend que de son caractère élastique et rhéofluidifiant. En ce qui concerne ce dernier effet sur les profils de vitesse, Dodge et Metzner ont obtenu expérimentalement le profil de vitesse suivant :

$$u^+ = 5.657n^{0.25} \log y^+ - \frac{0.566}{n^{1.2}} + \frac{3.475}{n^{0.75}} \left[ 1.96 + 0.816n - 1.628n \log \left( 3 + \frac{1}{n} \right) \right] \quad 4.16$$

L'écart observé entre cette dernière relation et les profils de vitesse mesurés s'explique par le fait que nos mesures ont été effectuées dans un régime d'écoulement turbulent à faible nombre de Reynolds. Or, Dodge et Metzner ont supposé, pour obtenir ce profil, que la sous-couche laminaire est suffisamment fine, une hypothèse qui ne peut être utilisée que pour les grands nombres de Reynolds. A titre d'indication, l'asymptote de Virk est représentée sur la figure :

$$u^+ = 11.7 \ln y^+ - 17.0 \quad 4.17$$

#### 4.4.6 Synthèse

Cette partie concerne le régime établi pour les trois suspensions de bentonite (3.5, 5 et 8%) dans une conduite cylindrique, en dehors des phases de démarrage. Les mesures concernent des écoulements laminaires, transitoires et turbulents à faibles nombres de Reynolds.

En régime laminaire, un bon accord est observé entre relations théoriques basées sur le modèle de Herschel-Bulkley et les mesures expérimentales. Ce qui a permis entre autre de valider l'installation et les méthodes expérimentales utilisées.

Les mesures de pression et de vitesse permettent d'obtenir des rhéogrammes dans la conduite d'étude dans un diagramme ( $\tau_p, \gamma_{app} = 8U/D$ ). Puis une étude détaillée est présentée sur l'évolution des coefficients de frottement et des profils de vitesse pour les différents régimes d'écoulement avec notamment une comparaison des résultats expérimentaux avec des modèles empiriques et/ou analytiques.

### 4.5 Écoulement à travers des singularités

La littérature montre un manque de travaux expérimentaux et numériques traitant des écoulements de fluides non-Newtoniens dans toute autre situation que celle d'un écoulement pleinement développé dans une conduite cylindrique. Or, l'écoulement à travers des géométries complexes telles que les coudes, la diminution/augmentation brusque ou progressive des conduites sont des problèmes importants dans la dynamique des fluides, car ils font partie intégrante des installations industrielles et des systèmes de canalisations. Afin de concevoir d'une manière efficace un circuit de conduites, la compréhension des mécanismes de perte d'énergie dans les géométries complexes est une condition préalable.

Dans la littérature existante, les pertes de charge singulières provoquées par des géométries complexes ont été analysées à l'aide de modèles empiriques [Edward *et al.* (1985), Podolsak *et al.* (1997) ; Pal (1999)] ainsi que l'utilisation des techniques de mesure des champs de vitesse, tels que l'Anémométrie Laser Doppler (LDA) et la Vélocimétrie par Images de Particules (PIV) [Rothstein (2001) ; Mitsoulis et Huilgol (2004) ; Dales (2005)]. Citons par exemple les travaux de Pereira (2001) qui ont étudié une série de fluides non-Newtoniens dans un écoulement à travers un élargissement axisymétrique brusque où les profils de vitesse sont pleinement développés. Pereira et Pinho ont conclu que l'écoulement moyen et la structure de l'écoulement turbulent d'une solution de 1% de Laponite, fluide thixotrope, était peu différente de celle d'un fluide Newtonien (eau). Une étude expérimentale a été rapportée par Poole (2004), pour un écoulement turbulent axisymétrique à travers un élargissement brusque et pour trois concentrations de polyacrylamide (PAA). L'écoulement

## CHAPITRE 4

était axisymétrique pour l'eau et les deux plus faibles concentrations de PAA et fortement asymétrique pour la concentration la plus élevée.

D'un point de vue numérique, des écoulements à travers des contractions et élargissements pour différents fluides non-Newtoniens ont été étudiés à l'aide de relations théoriques mais aussi de simulations numériques avec des codes de calcul (CFD) [Alves (2007) ; Oliveira (2007) ; Poole *et al.* (2007)]. En dépit des efforts considérables déployés ces dernières années pour résoudre les difficultés liées à la simulation de problèmes d'écoulement complexes, certaines questions restent en suspens en raison du manque d'observations expérimentales détaillées des champs de vitesse et de pression.

Parmi les différentes géométries complexes (coudes, convergent, divergent, diaphragmes, vannes) que comporte la boucle de mesure du laboratoire, nous avons retenu l'étude de deux géométries, à savoir : l'écoulement à travers un divergent et un diaphragme. Nous utiliserons la UPDV pour la mesure des profils de vitesse. Cette méthode a déjà été utilisée pour mesurer les champs de vitesse d'écoulements de fluide non-Newtoniens à travers des géométries complexes (vanne à membrane, contraction hyperbolique) [Kotze (2011)], pour lesquelles les auteurs ont obtenu des résultats satisfaisants.

### 4.5.1 Divergent

#### 4.5.1.1 Géométrie

La boucle hydraulique du laboratoire est équipée d'un convergent/divergent. Le sens de l'écoulement détermine l'appellation de la géométrie singulière matérialisée par la Figure 4.28. Le cône prend le nom hydraulique de convergent lorsque l'écoulement va du grand diamètre (ici  $\varphi=50$ ) vers le petit diamètre (ici  $\varphi=20$ ). Le modèle reçoit dans le cas contraire le nom de divergent. Dans ce qui suit, nous présenterons uniquement les résultats liés à un écoulement à travers un divergent, c'est-à-dire que le fluide s'écoule du plus petit diamètre au plus grand. L'angle du divergent est de  $\alpha = 10^\circ$ .

Sur la Figure 4.29, nous proposons une schématisation du dispositif conçu au laboratoire afin d'en extraire le maximum d'informations concernant notre étude. Dans le but de garder un bon positionnement des transducteurs, deux porte-sondes ont été fixés juste à la sortie du divergent. Ils sont montés suivant un angle de  $75^\circ$  et dirigés suivant deux directions opposées. L'une, dans le même sens de l'écoulement du fluide et l'autre, dans le sens opposé. Les mesures obtenues dans les deux directions de tirs sont pratiquement les mêmes. L'intérêt d'utiliser deux transducteurs pour collecter les informations dans deux directions à l'aval d'une singularité sera justifié dans la partie suivante.

## ÉCOULEMENT DE SUSPENSION DE BENTONITE

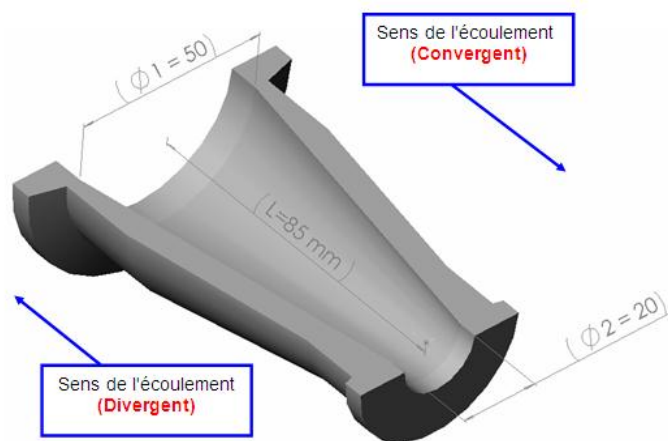


Figure 4.28 Représentation en 3D du cône tenant lieu de convergent/divergent

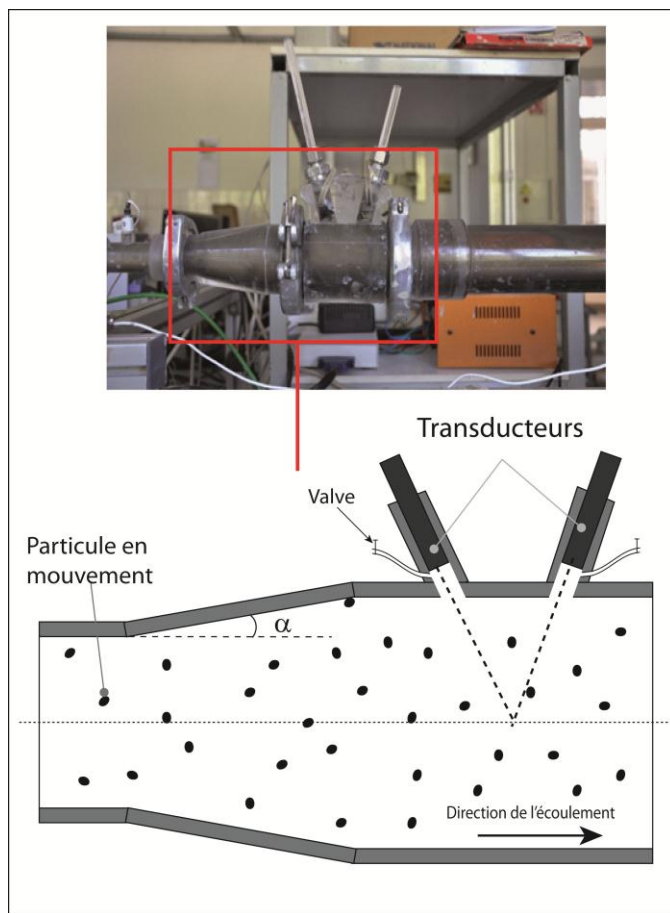


Figure 4.29 Schéma de la géométrie (divergent)

## CHAPITRE 4

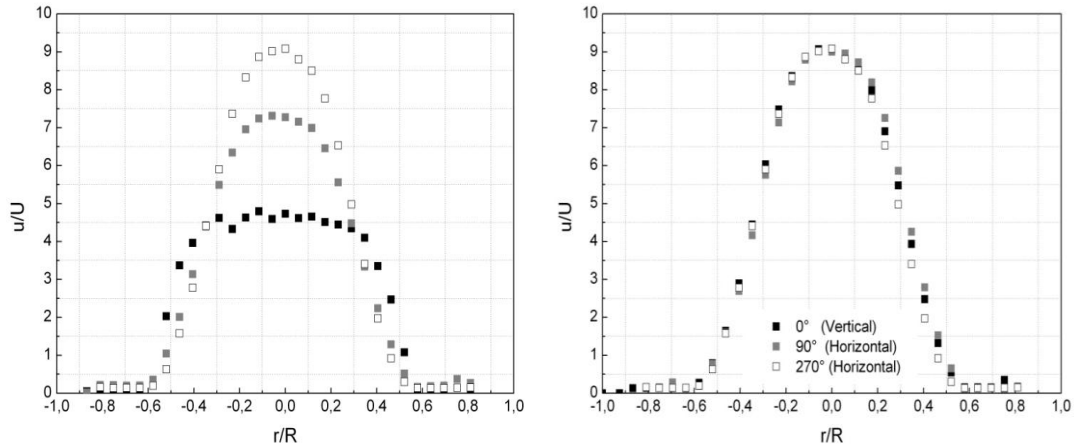


Figure 4.30 Profils de vitesse à travers un élargissement brusque. a) A gauche : Evolution de profils de vitesse en fonction de la vitesse débitante. b) A droite : Profils de vitesse pour une même vitesse débitante à différents angles de tirs.

### 4.5.1.2 Résultats et discussion

Dans cette partie, nous discutons les résultats obtenus pour deux suspensions de bentonite à des concentrations de 5 et 8% en masse en écoulement à travers un élargissement progressif. La Figure 4.30a montre l'évolution des profils de vitesse d'une suspension de bentonite à 8% pour différentes vitesses débitantes. Comme il peut être observé sur la figure, les profils de vitesse sont symétriques et n'occupent qu'une partie de la section totale de la conduite.

Dans l'autre partie (la zone au voisinage de la paroi), la vitesse mesurée est pratiquement nulle. Cette région occupe environ 20% du diamètre de la conduite. C'est une région où le fluide ne s'écoule pas ou, du moins, les vitesses sont très réduites pour être mesurées. C'est en quelque sorte une zone morte.

Sur la Figure 4.30b ont été présentés des profils de vitesse mesurés à différentes positions azimutales ( $0, 90, 279^\circ$ ). Il est clair que les profils mesurés en lignes horizontale et verticale se superposent. Ce qui renseigne sur l'axisymétrie de l'écoulement.

Cette configuration de l'écoulement est due à la présence du divergent. En effet, selon Lelievre et Faille (2002), les valeurs locales de la contrainte pariétale sont influencées par la configuration du réseau hydraulique. Les auteurs ont obtenu les valeurs locales des contraintes pariétales à partir de mesures électrochimiques à l'aval d'un élargissement progressif et d'un élargissement brusque. Il a été montré que la contrainte pariétale en aval d'un élargissement progressif est deux fois plus faible qu'en aval d'un élargissement brusque.



## ÉCOULEMENT DE SUSPENSION DE BENTONITE

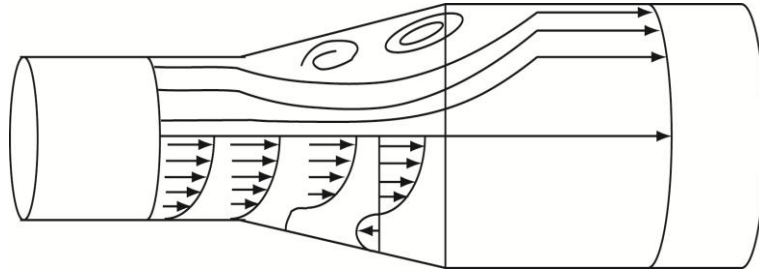


Figure 4.31 Schéma d'un écoulement à travers un élargissement [inspiré de Idelcik (1960)].

Ce comportement pourrait s'expliquer par la configuration de l'écoulement dans cette géométrie où les gradients de vitesse sont très faibles dans la zone morte. En effet, selon [Idelcik (1960)], si l'angle d'ouverture du divergent est supérieur à  $7^\circ$ , la couche limite peut être détachée de la paroi (Figure 4.31). Par conséquent, une zone de recirculation se forme et l'écoulement se voit affecter à l'amont et à l'aval par la géométrie. Les mêmes constatations ont été faites pour la suspension de bentonite à 5%. Sur la Figure 4.32 a été rapporté le profil de vitesse d'une suspension de bentonite à 5% comparé à celui d'une suspension de bentonite à 8%, pour un même débit d'écoulement.

Le fait que la contrainte pariétale soit faible dans ces régions (et être exceptionnellement inférieure à la contrainte seuil) peut avoir pour conséquence une modification de la structure du fluide qui présentera alors une configuration structurale différente de celle du même fluide circulant dans une conduite circulaire simple.

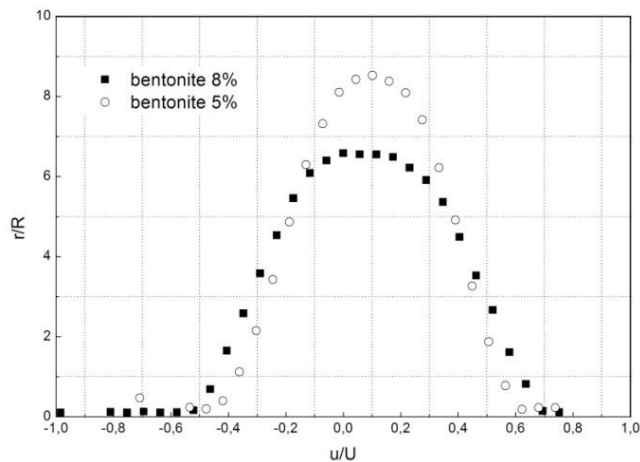


Figure 4.32 Profils de vitesse à travers un élargissement brusque pour deux suspensions de bentonite à 5 et 8%.

## 4.5.2 Diaphragme

### 4.5.2.1 Géométrie

La Figure 4.34 est une représentation 3D isométrique du diaphragme (orifice) monté sur le manchon du tronçon en plexiglas. Rappelons que le diamètre intérieur du tuyau est de 20 mm. Comme nous pouvons le voir sur la Figure 4.34, le rapport des diamètres est  $\varphi_1/\varphi_2 = 1/2$ . Le montage de l'ensemble dans la zone de mesure est relativement facile du fait que chaque tronçon est interchangeable. Les mesures de champs de vitesse ont été effectuées à l'aide de deux sondes ultrasonores fixées suivant un angle de tir de  $75^\circ$ . Les deux sondes émettent suivant deux directions opposées : la première, notée Voie1, émet dans la même direction que l'écoulement et la deuxième, notée Voie2, émet dans la direction opposée (Figure 4.35).

### 4.5.2.2 Résultats et discussion

La Figure 4.33 montre l'évolution des profils de vitesse en fonction du débit pour une suspension de bentonite concentrée à 8% laissée au repos pendant 15 heures. Les deux figures présentent l'allure des profils de vitesse mesurés par la voie1 (V1) et la voie2 (V2), respectivement. Le fait marquant de ces mesures est la présence d'une forte asymétrie, observée pour les deux voies de mesures au centre de la conduite.

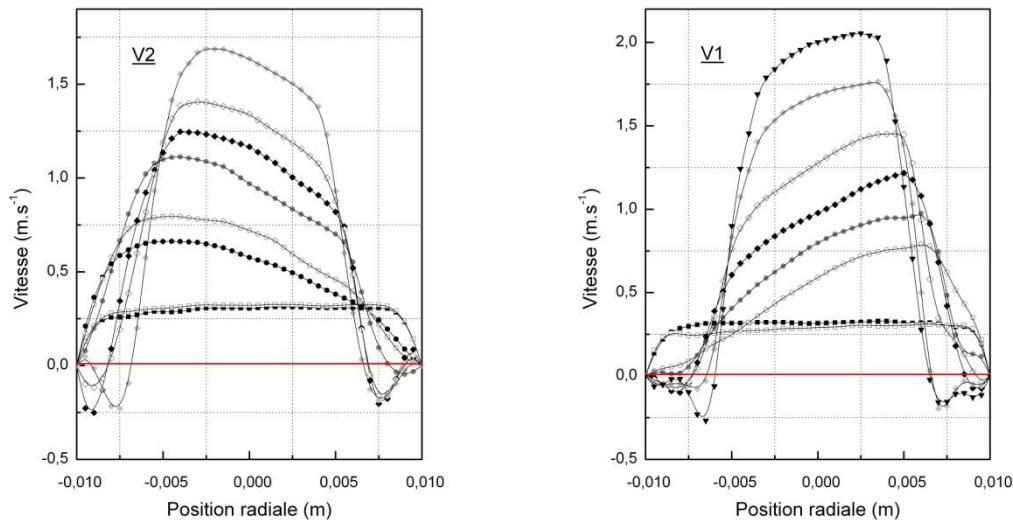


Figure 4.33 Evolution des profils de vitesse mesurés à l'aval d'un écoulement à travers un diaphragme.

# ÉCOULEMENT DE SUSPENSION DE BENTONITE

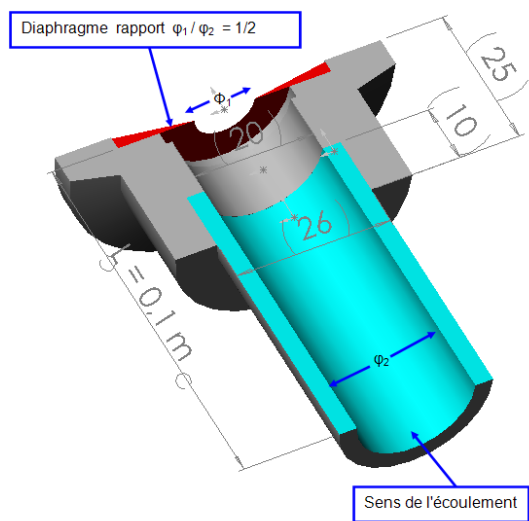


Figure 4.34 Représentation 3D de la géométrie étudiée

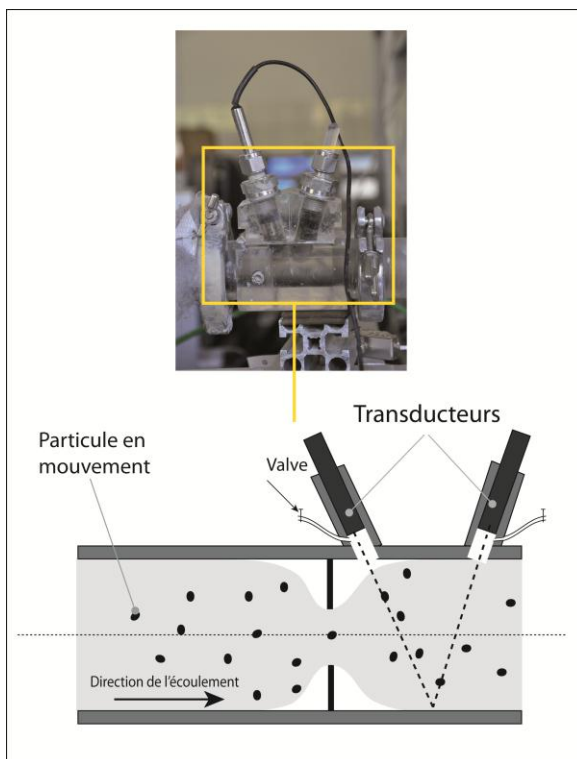


Figure 4.35 Schéma de la géométrie

## CHAPITRE 4

L'asymétrie du profil observée est due au positionnement de la sonde de mesure qui se trouve en amont du point de recollement du jet à la paroi. A l'aval d'un orifice, une zone tourbillonnaire existe et sa taille dépend du débit d'écoulement. A faibles débits mesurés, le profil de vitesse est parfaitement symétrique. L'augmentation du débit entraîne une amplification de la zone de recirculation, le point de recollement du jet à la paroi s'éloigne vers l'aval de l'orifice et la longueur d'établissement de l'écoulement augmente. Ceci dit, les profils de vitesse asymétriques proviennent de mesures de la vitesse axiale, ou les volumes de mesure sont situés sur un tronçon suivant une direction traversant l'intérieur du cône du jet d'écoulement et suivant un axe faisant un angle de  $75^\circ$  par rapport au sens des lignes de courant. Il faut noter que l'écoulement dans le jet est fortement accéléré.

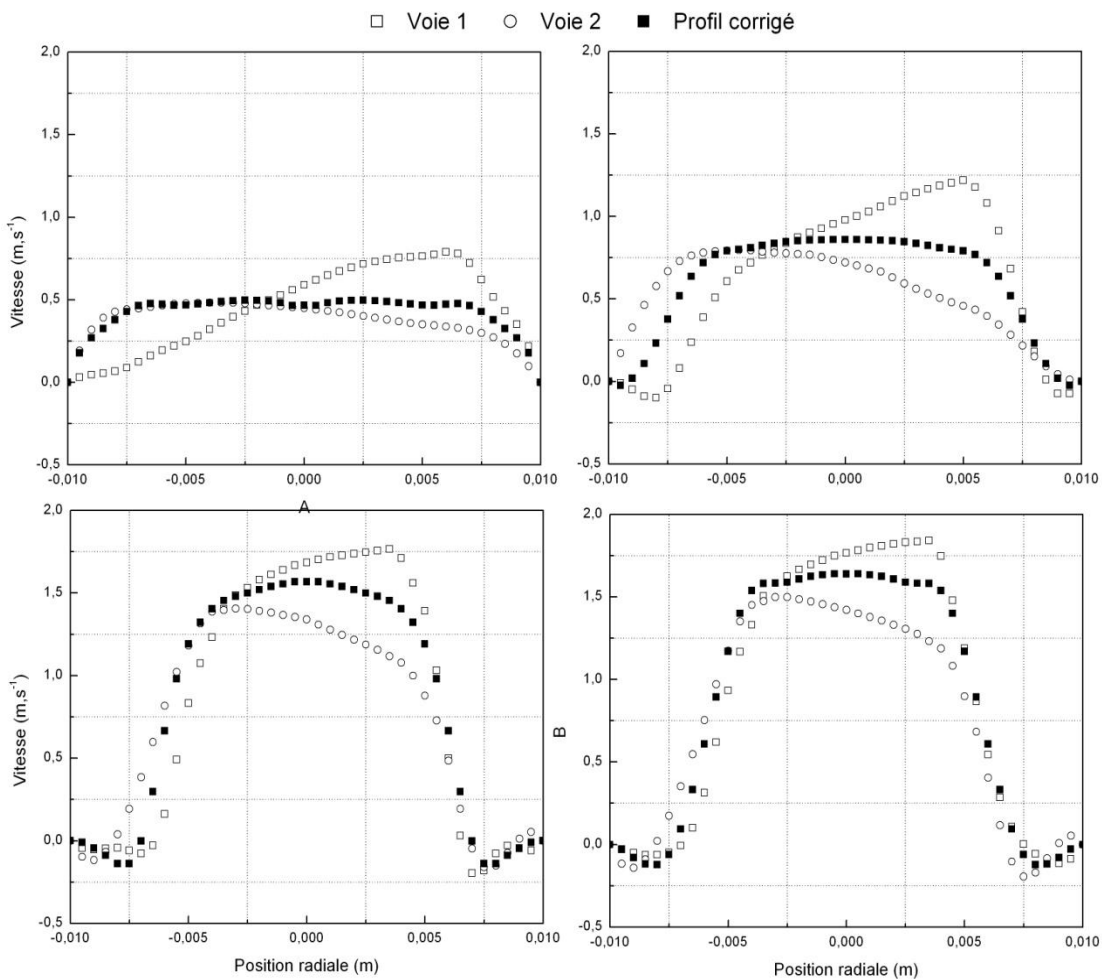


Figure 4.36 correction à apporter aux profils mesurés afin d'obtenir des profils de vitesse axiale dans une direction transversale à l'écoulement.

## ÉCOULEMENT DE SUSPENSION DE BENTONITE

L'intérêt d'avoir deux sondes de mesure nous a permis d'apporter une correction géométrique aux profils mesurés dans le but d'obtenir un profil corrigé, c'est à dire dans la direction transversale à l'écoulement (Figure 4.37a, Figure 4.36).

En faisant l'hypothèse que les profils de vitesse à l'aval de l'orifice sont symétriques, nous obtenons l'évolution des champs de vitesse présentés sur la Figure 4.37a.

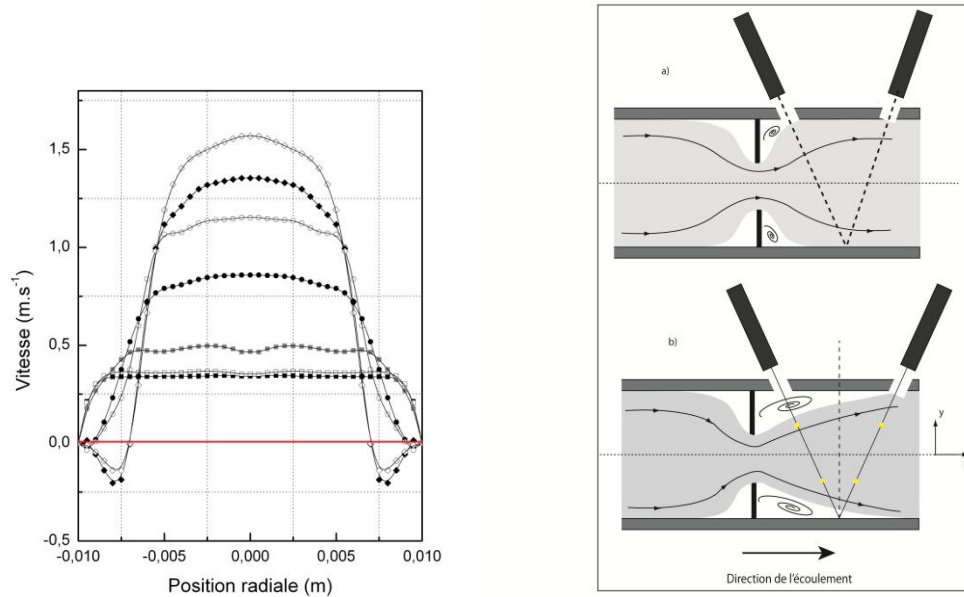


Figure 4.37 a) à gauche: Evolution des profils de vitesse à l'aval d'un diaphragme. b) à droite : Schéma d'un écoulement à travers la même géométrie.

## 4.6 Conclusion

En ce qui concerne la rhéométrie, nous avons cherché à caractériser le comportement rhéologique des suspensions de bentonite qui seront utilisées par la suite pour l'étude des écoulements. Les tests les plus couramment utilisés pour caractériser les propriétés rhéologiques des matériaux semi-solides sont :

- Etude de l'écoulement de matériaux non-Newtoniens (pour déterminer le seuil d'écoulement, le comportement rhéofluidifiant ou le comportement thixotrope).
- Balayage en déformation (pour déterminer le domaine de viscoélasticité linéaire).

## CHAPITRE 4

- Fluage/recouvrance (pour déterminer les temps de relaxation, la viscosité à cisaillement nul et les propriétés viscoélastiques des fluides).

Il a été observé que ces suspensions étaient caractérisées par un comportement non-Newtonien dépendant du temps avec un caractère thixotropique marqué.

En plus de la concentration et de l'âge de la bentonite, l'intensité et la durée du cisaillement, le temps de repos précédant la mesure influencent toutes les caractéristiques rhéologiques.

Dans les conditions expérimentales rencontrées en rhéométrie et écoulement dans une conduite cylindrique, il a été considéré que la loi rhéologique caractérisant au mieux les suspensions de bentonite pour les trois concentrations étudiées est un modèle de Herschel-Bulkley, dont les paramètres dépendent de la concentration. Ainsi, lorsque la concentration augmente, la contrainte seuil et l'indice de consistance augmentent également, tandis que l'indice d'écoulement diminue et s'éloigne de l'unité, traduisant une accentuation du caractère non-Newtonien.

D'autre part, nous avons étudié, grâce aux essais sur boucle hydraulique, le comportement des suspensions de bentonite dans une conduite cylindrique horizontale. Dès les premières mesures, de nombreux phénomènes inattendus, entre autres des pics de contrainte, sont apparus... Un protocole expérimental a été défini, ce qui nous a permis d'accéder à des informations relatives au régime transitoire du démarrage de l'écoulement d'un fluide restructuré. Il s'est avéré que ces suspensions présentent plusieurs seuils de contrainte et d'échelles de temps.

Concernant le régime établi, des mesures expérimentales ont été réalisées en écoulements laminaire, transitoire et turbulent à faible nombre de Reynolds pour différentes suspensions. Les mesures de pression et de vitesse permettent d'obtenir des rhéogrammes dans la conduite d'étude dans un diagramme  $(\tau_p, \gamma_{app} = 8U/D)$ , ce qui a permis des observations relatives au comportement non-Newtonien des suspensions d'argile mais aussi de voir l'effet de la concentration sur le comportement du fluide en écoulement. Une étude détaillée de l'évolution des coefficients de frottement et des profils de vitesse pour les différents régimes d'écoulement, avec notamment une comparaison des résultats expérimentaux avec des modèles empiriques et/ou analytiques, a été présentée.

Enfin, des mesures des champs de vitesse à l'aval de deux géométries complexes (un divergent avec  $\alpha=10^\circ$  et un diaphragme avec  $\varphi_1/\varphi_2=1/2$ ), ont été effectuées. Les résultats sont donnés sous forme d'évolution des profils de vitesse de l'écoulement à travers les deux géométries.

## 4.7 Références

- Alves, M. A., Poole, R. J. (2007). Divergent flow in contractions. *J. Non-Newtonian Fluid Mech* **144**: 140-148.
- Ammar, A., Mokdad, B., Chinestra, F., Keunings, R., (2007). A new family of solvers for some classes of multidimensional partial differential equations encountered in kinetic theory modeling of complex fluids. Part II: transient simulation using space-time separated representations. *J. of Non Newtonian Fluid Mechanics* **144**: 98-121.
- Ammar, A., Mokdad, B., Chinestra, F., Keunings, R., (2006). A new family of solvers for some classes of multidimensional partial differential equations encountered in kinetic theory modeling of complex fluids. *J. of Non Newtonian Fluid Mechanics* **139**: 153-176.
- Anderson, C. N., Hanna, D.J., Brotherton, R.H., Brower, G.R., Carthew, G.A., Mulbarger, M.C., et W. C. Playford (2008). Chapter 19 - System Design for Sludge Pumping. *Pumping Station Design (Third Edition)*. M. J. Garr, Pe, L. S. Robert et al. Burlington, Butterworth-Heinemann: 19.11-19.29.
- Barnes, H. A. (1999). The yield stress--a review or 'παντα ρει'--everything flows? *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **81**(1-2): 133-178.
- Bartosik, A. (2010). Application of Rheological Models in Prediction of Turbulent Slurry Flow. *Flow, Turbulence and Combustion* **84**(2): 277-293.
- Bekkour, K., Kherfella, N., (2002). Linear viscoelastic behavior of bentonite-water suspensions. *Appl. Rheol.* **12**(5): 234-240.
- Bekkour, K., Leyama, M., Benchabane, A., Scrivener, O. (2005). Time-dependent rheological behavior of bentonite suspensions: An experimental study. *Journal of Rheology* **49**(6): 1329-1345.
- Ben Azouz-Ahmed, K. (2010). Relations entre propriétés rhéologiques et structure microscopique de dispersions de particules d'argile dans des solutions de polymères.
- Benchabane, A. (2006). Etude du comportement rhéologique de mélanges argiles - polymères. Effets de l'ajout de polymères. Thèse, de doctorat de l'ULP de Strasbourg I.
- Benchabane, A. (2006). PhD thesis, Rheological behavior study of a clay-polymer mixture: Effects of the polymer addition Doctorate Thesis (in French), Université Louis Pasteur, Strasbourg, France.

## CHAPITRE 4

- Besq, A. (2000). Ecoulements laminaires de suspensions de bentonite industrielles. Caractérisation rhéométrique - Ecoulements en conduites axisymétriques. Applications aux activités du Génie Civil Thèse, de doctorat de l'Université de Poitiers.
- Billingham, J., Ferguson, J.W.J. (1993). Laminar, unidirectional flow of a thixotropic fluid in a circular pipe. *Journal of Non Newtonian Fluid Mech.* **47**: 21-55.
- Carthew, G. A., Goehring, C. A., van Teylingen, J. E. (1983). Development of Dynamic Head Loss Criteria for Raw Sludge Pumping. *Water Pollution Control Federation* **55**(5): 472-483.
- Chinestra, F., Ammar, A., Leygue, A., Keunings, R., (2011). An overview of the generalized decomposition with applications in computational rheology. *J. of Non Newtonian Fluid Mechanics* **166**: 578-592.
- Corvisier, P. (2001). Ecoulement de fluides thixotropes dans des conduites droites ou présentant des singularités Thèse, de doctorat de l'Université Henri Poincaré.
- Coussot, P., Leonov, A.I., Piau, J.M. (1993). Rheology of concentrated dispersed systems in a low molecular weight matrix. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **46**(2-3): 179-217.
- Dales, C., Escudier, M.P., Poole, R.J. (2005). Asymmetry in the turbulent flow of a viscoelastic liquid through an axisymmetric sudden expansion. *J. of Non-Newtonian Fluid Mech.* **125**: 61–70.
- Dodge, D. W. et A. B. Metzner (1959). Turbulent flow of non-Newtonian systems. *AIChE Journal* **5**: 189–204.
- Draad, A. A., Nieuwstadt, F.T.M., (1998). The Earth's rotation and laminar pipe flow. *J. Fluid Mech.* **361**: 297{308.
- Duran, J. D. G., Ramos-Tejada, M.M., Arroyo, F.J., Gonzalez-Caballero, F. (2000). Rheological and electrokinetic properties of sodium montmorillonite suspensions. *Journal of Colloid and Interface Science* **229**(1): 107-117.
- Edward, M. F., M. S. M. Jadallah et R. Smith (1985). Head losses in pipe fittings at low Reynolds number. *Chem. Eng. Res. Des.* **63**: 43-50.
- Escudier, M. P., Poole, R.J., Presti, F., Dales, C., Nouar, C., Desaubry, C., Graham, L., Pullum, L. (2005). Observations of asymmetrical flow behaviour in transitional pipe flow of yield-stress and other shear-thinning liquids. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **127**: 143–155.



- Escudier, M. P., Presti, F. (1996). Pipe flow of a thixotropic liquid. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **62**: 291-306.
- Escudier, M. P., Rosa, S., Poole, R.J. (2009). Asymmetry in transitional pipe flow of drag-reducing polymer solutions. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **161**: 19-29.
- Esmael, A. (2008). Transition vers la turbulence pour un fluide à seuil en écoulement dans une conduite cylindrique, Nancy.
- Esmael, A. et C. Nouar (2008). Transitional flow of a yield-stress fluid in a pipe: Evidence of a robust coherent structure. *Physical Review* **77**: 057302.
- Esmael, A., Nouar, C., Lefèvre, A., Bahrani, S. A. (2009). Transition vers la turbulence pour un fluide non Newtonien dans une conduite cylindrique. Mise en évidence expérimentale d'un écoulement chaotique induit par la stratification de la viscosité. Marseille.
- Güzel, B., T. Burghilea, I. A. Frigaard et D. M. Martinez (2009). Observation of laminar–turbulent transition of a yield stress fluid in Hagen–Poiseuille flow. *Journal of Fluid Mechanics* **627**: 97-128.
- Guzel, B., Frigaard, I., Martinez, D. M. (2009). Predicting laminar–turbulent transition in Poiseuille pipe flow for non-Newtonian fluids. *Chemical Engineering Science* **64**: 254-264.
- Herzhaft, B. (2000). Additifs réducteurs de perte de charge en écoulement. *Oil & Gas Science and Technology – Rev. IFP* **55**(5): 501-509.
- Kaushal, D. R., K. Sato, T. Toyota, K. Funatsu et Y. Tomita (2005). Effect of particle size distribution on pressure drop and concentration profile in pipeline flow of highly concentrated slurry. *International Journal of Multiphase Flow* **31**(7): 809-823.
- Kotze, R., Wiklundb, J., Haldenwanga, R., Fester, F., (2011). Measurement and analysis of flow behaviour in complex geometries using the Ultrasonic Velocity Profiling (UVP) technique. *Flow Measurement and Instrumentation* **22**: 110-119.
- Lelievre, C., Legentilhomme, P., Gaucher, C., Legrand, J., et C. Faille, Benezech (2002). Cleaning in place:effect of local wall shear stress variation on bacterial removal from stainless steel equipment. *Chemical Engineering Science* **57**: 1287 – 1297.
- Leyama, M. (2001). Etude de l'écoulement des suspensions de bentonite Thèse, de doctorat de l'ULP.

## CHAPITRE 4

- Luckham, P. F., Rossi, S. (1999). Colloidal and rheological properties of bentonite suspensions. *Advances in Colloid and Interface Science* **82**(1): 43-92.
- Malin, M. R. (1997). Turbulent pipe flow of power-law fluids. *International Communications in Heat and Mass Transfer* **24**(7): 977-988.
- Mitsoulis, E. et R. R. Huilgol (2004). Entry flows of Bingham plastics in expansions. *J. Non-Newtonian Fluid Mech* **122**: 45-54.
- Mollet, F. (1996). Contribution à l'étude de l'écoulement d'un fluide thixotrope Thèse, de doctorat de l'Université Henri Poincaré.
- Moreira, E. (2007). Etude du comportement thixotrope de suspensions de Bentonite en conduite. Ph.D. Thesis, University of Strasbourg.
- Nouar, C., Bottaro, A., Brancher, J.P. (2007). Delaying transition to turbulence in channel flow: revisiting the stability of shear-thinning fluids. *J. Fluid Mech.* **592**: 177–194.
- Oliveira, M. S. N., Oliveira, P.J., Pinho, F.T., Alves, M.A. (2007). Effect of contraction ratio upon viscoelastic flow in contractions : the axisymmetric case. *J. Non-Newtonian Fluid Mech* **147**: 92-108.
- Pal, R., Hwang, C.-Y.J. (1999). Loss coefficients for flow of surfactant-stabilised emulsions through pipe components. *Trans IChemE Part A* **77**: 685-691.
- Park, J. T., Mannheimer, T.T., Grimely, T.A., Morrow, T.B. (1989). Pipe flow measurements of a transparent non-Newtonian slurry. *ASME J. Fluids Eng.* **111**: 331-336.
- Paumier, S. (2007). Facteurs determinant l'organisation et la rhéologie du système Argile-Eau pour des suspensions de smectites, Ecole Supérieure d'Ingénieurs de Poitiers.
- Peixinho, J. (2004). Transition laminaire-turbulent et analyse des écoulements turbulents en conduite cylindrique et annulaire pour un fluide à seuil, Henri Poincaré-Nancy 1.
- Peixinho, J., C. Nouar, C. Desaubry et B. Théron (2005). Laminar transitional and turbulent flow of yield stress fluid in a pipe. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **128**: 172–184.
- Pereira, A. et F. Pinho (2002). Turbulent pipe flow of thixotropic fluids. *International Journal of Heat and Fluid Flow* **23**: 36–51.

- Pereira, A. S., Pinho, F.T. (2001). Recirculating turbulent flows of thixotropic fluids. *J. of Non-Newtonian Fluid Mech.* **99**: 183–201.
- Pignon, F., A. Magnin et J.-M. Piau (1996). Thixotropic colloidal suspensions and flow curves with minimum: Identification of flow regimes and rheometric consequences. *Journal of Rheology* **40**(4): 573-587.
- Pinho, F. et J. Whitelaw (1990). Flow of non-Newtonian fluids in a pipe. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **34**: 129-144.
- Podolsak, A. K., C. Tiu et T. N. Fang (1997). Flow of non-Newtonian fluids through tubes with abrupt expansions and contractions (square wave tube). *J. Non-Newtonian Fluid Mech* **71**: 25-39.
- Poole, R. J., M. A. Alves, P. J. Oliveira et F. T. Pinho (2007). Plane sudden expansion flows of viscoelastic liquids. *J. Non-Newtonian Fluid Mech* **146**: 79-91.
- Poole, R. J., Escudier, M.P. (2004). Turbulent flow of viscoelastic liquids through an axisymmetric sudden expansion. *J. Non-Newtonian Fluid Mech* **117**: 25–46.
- Rama Govindarajan, Victor S. L'vov, Itamar Procaccia et A. Sameen (2003). Stabilization of hydrodynamic flows by small viscosity variations. *PHYSICAL REVIEW* **67**: 026310
- Roland, N. (2010). Modélisation de la transition vers la turbulence d'écoulements en tuyau de fluides rhéofluidifiants par calcul numérique d'ondes non-linéaires.
- Rothstein, J. P., McKinley, G.H., (2001). The axisymmetric contraction–expansion: the role of extensional rheology on vortex growth dynamics and the enhanced pressure drop. *J. Non-Newtonian Fluid Mech* **98**: 33–63.
- Rudman, M., Blackburn, H.M., (2006). Direct numerical simulation of turbulent non-Newtonian flow using a spectral element method. *Applied Mathematical Modelling* **30**: 1229–1248.
- Rudman, M., Blackburn, H.M., Graham, L.J.W., Pullum, L., (2004). Turbulent pipe flow of shear-thinning fluids. *J. Non-Newtonian Fluid Mech* **118**: 33–48.
- Vocadlo, J. J., Wheatley, P. J., Charles, M. E., (1974). Turbulent flow of non-Newtonian substances. *Rheol. Acta* **13**: 877-882.

## CHAPITRE 4

# **CHAPITRE 5.**

## **ETUDE EXPERIMENTALE DES COMPLEXES BENTONITE-POLYMERE**

## CHAPITRE 5

# SOMMAIRE

CHAPITRE 5.	Etude experimentale des complexes bentonite-polymere .....	147
5.1	Introduction .....	151
5.2	Etat de l'art.....	151
5.2.1	Interaction argile-polymère.....	151
5.2.2	Rhéologie des suspensions bentonite-polymère anionique.....	152
5.2.3	Présence de polymère en écoulement .....	153
5.3	Rhéologie des mélanges bentonite-CMC.....	157
5.3.1	Reproductibilité des résultats .....	157
5.3.2	Propriétés rhéologiques des différents fluides utilisés .....	159
5.4	Comportement en écoulement.....	162
5.4.1	Comportement non-newtonien des fluides .....	162
5.4.2	Coefficient de frottement .....	163
5.4.3	Profils de vitesse .....	165
5.5	Conclusion .....	170
5.6	Références.....	171

## CHAPITRE 5



## 5.1 Introduction

Le but de ce chapitre est d'étudier expérimentalement l'effet de l'ajout d'additif anionique sur le comportement rhéologique et en écoulement en conduite cylindrique d'une suspension de bentonite pure. Nous avons présenté dans le chapitre précédent, dans un premier temps, une caractérisation rhéologique des suspensions de bentonite puis, leur comportement en écoulement. Ce chapitre complète le précédent puisque nous y présentons la caractérisation rhéologique de mélanges argile-polymère, suivie de l'étude en écoulement de ces mêmes systèmes.

La première partie de ce chapitre est consacrée à la caractérisation rhéologique des suspensions de bentonite, sans et avec polymère. La concentration d'argile est fixe tandis la concentration en CMC varie. L'objectif de ce travail est d'étudier l'effet du polymère sur les propriétés rhéologiques des suspensions de bentonite.

Dans la deuxième partie du chapitre, l'effet du CMC sur le comportement d'une suspension d'argile en écoulement en conduite cylindrique est étudié. L'étude des coefficients de frottement et l'évolution des profils de vitesse à différents régimes d'écoulement sont deux axes privilégiés de cette étude. Une partie du travail présenté dans ce chapitre a été présentée au XVI<sup>ème</sup> Congrès International de Rhéologie (05-10 août 2012, Lisbonne, Portugal).

## 5.2 Etat de l'art

### 5.2.1 Interaction argile-polymère

Benchabane (2006) ; Benchabane (2006), au cours de son travail de thèse, s'est penché sur la compréhension de l'effet de l'ajout de polymères anioniques (CMC faible et forte viscosité) sur le comportement rhéologique des suspensions de bentonite. Il a mis en évidence une relation entre la microstructure et le comportement rhéologique de ces complexes, en se basant sur différentes mesures expérimentales simultanées (rhéologiques, granulométriques, DRX<sup>1</sup> et visualisations microscopiques). Une des conclusions de ce travail est que les chaînes polymériques enrobent chaque particule d'argile libérée du floculat sous l'effet du cisaillement (Figure 5.1) et empêche la ré-agglomération de l'argile en se fixant sur la surface des particules par adsorption. Dans ces conditions, la déstructuration et la restructuration dépendrait fortement du polymère et de son état structurel. La fixation des chaînes polymères sur les surfaces d'argile se fait par adsorption.

---

<sup>1</sup> Diffraction par rayon X

## CHAPITRE 5

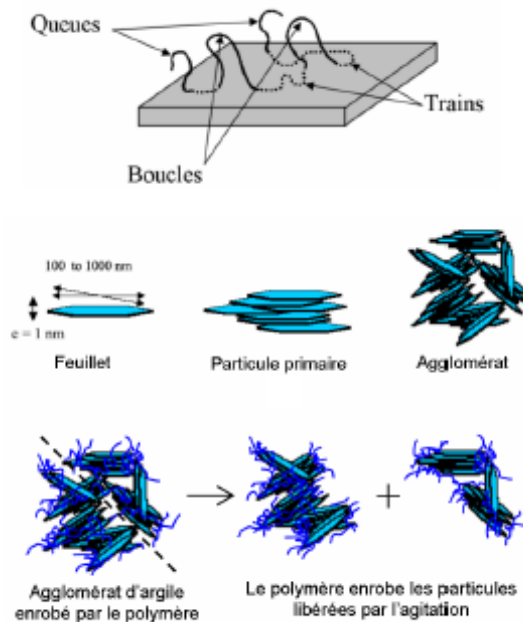


Figure 5.1 du haut au bas: i) schéma des différentes séquence d'un polymère adsorbé sur une surface d'argile [Benchabane (2004)] ii) Représentation schématique de l'organisation multi-échelle de la montmorillonite [Le Pluart (2004)] iii) Schéma représentatif des particules de bentonite enrobées par le CMC [Benchabane (2006)].

Les macromolécules s'adsorbent par segments de chaînes appelés trains. Ces macromolécules forment une boucle entre deux trains consécutifs. Le segment de chaîne, restant libre, situé avant le premier train ou après le dernier est appelé queue [Mongondry (2003)] (Figure 5.1).

### 5.2.2 Rhéologie des suspensions bentonite-polymère anionique

La présence d'un polymère dans une suspension d'argile a un effet direct sur le comportement rhéologique du système [Luckham (1999)]. En effet, les interactions entre particules d'argile et les chaînes polymériques déterminent d'une manière directe le comportement rhéologique de la suspension. Généralement, l'ajout de polymère anionique entraîne une nette augmentation de la viscosité des suspensions de bentonite [Feret (1992) ; Benchabane (2006) ; Ben Azzouz *et al.* (2010)].

De plus, ce type d'additif joue un rôle de dispersant des particules d'argile, entravant ainsi toute restructuration au repos. Cela a un effet direct sur le seuil d'écoulement des suspensions [Feret (1992) ; Benchabane (2006) ; Kelessidis *et al.* (2011)]. Les résultats

obtenus par les auteurs sont liés à la masse moléculaire du polymère et à sa concentration. Dans le cas où une faible concentration de polymère est adsorbée, le seuil d'écoulement a tendance à diminuer fortement, voire à disparaître. Par contre, lorsque la quantité de polymère adsorbée augmente, son influence sur les mélanges devient plus complexe, un seuil d'écoulement réapparaît et augmente rapidement.

### 5.2.3 Présence de polymère en écoulement

Selon l'effet découvert par Toms (1948), les solutions diluées de polymères présentent des coefficients de frottement  $f$  bien inférieurs aux coefficients de frottement du solvant pur. En effet, Toms a observé que l'ajout de polymère à longues chaînes polymériques (polyméthyl méthacrylate) dans du mono-chlorobenzène réduit considérablement (jusqu'à 80%) le coefficient de frottement en régime turbulent.

Ces additifs sont dits réducteurs de perte de charge. Les travaux le plus fréquemment cités sont ceux qui ont porté sur des solutions diluées de polymères [Ernst (1966) ; Interthal et Wilski (1985) ; Brostow *et al.* (1990) ; Elbing (2009) ; Gallego (2009)], même s'il existe d'autres types d'additifs, comme des particules solides (fibres) [Radin *et al.* (1975) ; Roy et Ronald (2005)] ou des tensioactifs [Bewersdorff et Ohlendorf (1988) ; Chara *et al.* (1993) ; Rózański (2011)]. Une concentration de quelques ppm est généralement suffisante pour réduire efficacement la perte de charge. En effet, ces additifs, en concentration infinitésimale, agissent en régime turbulent et peuvent réduire les pertes de charge jusqu'à 80% par rapport au solvant pur. Cette réduction de  $f$  en régime turbulent se manifeste sur une plage donnée de nombres de Reynolds. Au-delà de valeurs critiques, le coefficient de frottement  $f$  augmente de nouveau [Patterson *et al.* (1969)]. Il est admis que ces nombres de Reynolds critiques correspondent à une dégradation du polymère.

On peut dès lors comprendre l'intérêt industriel et économique majeur que présente cette réduction de frottement, par l'ajout de très faibles quantités de polymères, en termes de minimisation des pertes de charges. En effet, la réduction de frottement se traduit, entre autres, par une diminution des besoins en énergie, donc du nombre de stations de pompage nécessaires le long d'un pipeline, d'où une baisse substantielle du coût en énergie lors du transport des hydrocarbures. Le premier succès commercial est sans doute l'injection des polymères dans les pipelines Trans-Alaska dans les années 70 [Burger *et al.* (1982)] et Irak-Turquie. D'autres polymères ont été utilisés pour des applications Offshore tels que le Mumbai offshore [Nijs (1995)]. D'autres applications sont aussi concernées comme celles développées pour les milieux aqueux (lances à incendie, réseaux d'irrigation, hydraulique, navigation...). Depuis que cet effet de réduction de frottement a été mis en évidence à la fin des années 40, de nombreux travaux ont été consacrés à ce phénomène [Lumley (1969) ; Liaw *et al.* (1971) ; Virk (1975) ; Ptasinski (2001)] mais on retiendra en particulier les synthèses publiées plus récemment par White et Mungal (2008) et Wang *et al.* (2011).

## CHAPITRE 5

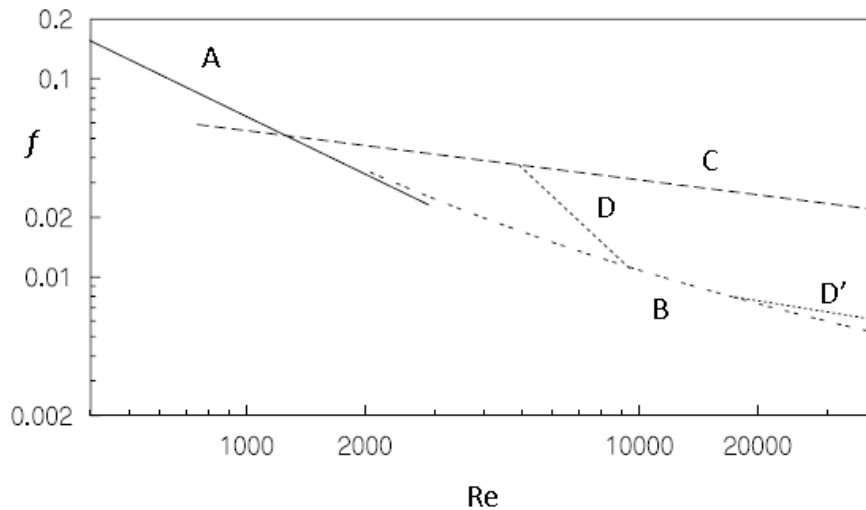


Figure 5.2 Coefficient de frottement en fonction du nombre de Reynolds dans une conduite cylindrique : les différentes étapes dans le processus de réduction de frottement.

Pourtant, à l'heure actuelle, il n'existe toujours pas de modèle universellement accepté pour expliquer ce mécanisme, même s'il est généralement bien admis que la structure et de la composition du polymère, la microstructure, les interactions polymères-solvant, la rigidité ou la flexibilité de la macromolécule... sont autant de paramètres qui interviennent dans le mécanisme de réduction de frottement. Il est évident que la complexité et le grand nombre de paramètres (et leurs interactions) intervenant dans ce processus rend très délicate sa compréhension et sa modélisation.

Wells et Spangler (1967) ont démontré, en injectant des quantités précises de solutions de polymère à différents endroits de la conduite, que les additifs agissent en modifiant le comportement à la paroi. En effet, une injection à la paroi entraîne une réduction de frottement immédiate, tandis qu'avec une injection au centre de l'écoulement, la réduction de frottement est retardée, le temps de permettre la diffusion de la solution jusqu'à la paroi. Les travaux de Virk [Virk (1971) ; Virk (1975)] sont parmi les plus détaillés sur ce phénomène de réduction de frottement. Concernant les mesures de perte de charge, l'auteur observa l'existence d'un maximum de réduction de frottement (MDRA<sup>2</sup>) représenté dans un diagramme  $f$  vs  $Re$  par la relation semi-empirique suivante :

$$\frac{1}{\sqrt{f}} = 19.0 \log(\text{Re} \sqrt{f}) - 32.4 \quad 5.1$$

D'après l'auteur, la MDRA donne le coefficient de frottement minimum que l'on peut atteindre à un nombre de Reynolds donné.

---

<sup>2</sup> Maximum Drag Reduction Asymptote

Dans la Figure 5.2, les différentes étapes dans le processus de réduction de frottement dans les solutions de polymère sont représentées suivants différents scénarios. La figure montre la loi de perte de charge en régime laminaire (A), la relation de Blasius en écoulement turbulent (C) et l'asymptote (MDRA) de Virk (B). Les lignes notées D et D' montrent l'évolution des coefficients de frottement de deux polymères spécifiques. En augmentant le nombre de Reynolds, les trajectoires suivantes sont possibles : A→C (i.e. Newtonien), A→C→D→B, A→B, A→B→D'. La position exacte des lignes D et D' dépend en plusieurs paramètres : la concentration en polymère, la nature du solvant, le type de polymère (flexibilité, poids moléculaire, composition chimique) et le diamètre de la conduite.

Par ailleurs, Virk a caractérisé expérimentalement le profil de vitesse dans la région proche paroi. Il subdivise l'écoulement en une sous-couche laminaire, un noyau turbulent classique et une couche intermédiaire élastique où la vitesse moyenne du fluide est supérieure à la vitesse du fluide dans la région newtonienne turbulente. Dans cette sous-couche viscoélastique et en dessous du maximum de réduction de frottement, Virk propose la relation empirique suivante pour corrélérer le profil de vitesse :

$$u^+ = 11.7 \ln y^+ - 17.0 \quad 5.2$$

Pour la grande majorité des solutions de polymère, les courbes de réduction de frottement (coefficient de frottement et profil de vitesse) se situent dans un domaine, délimité par la droite newtonienne et la courbe caractéristique de la MDRA, appelé *régime polymérique*. L'intensité de la réduction de frottement va dépendre du type d'additifs, de leur concentration et des caractéristiques de l'écoulement.

Virk (1975) émet l'hypothèse suivante : la réduction de frottement provient de l'interaction entre les macromolécules et la turbulence dans la couche voisine de la couche pariétale, dite zone élastique. Selon l'auteur, cette couche se situe à une certaine distance de la paroi et débute à  $y^+=15$ . Les macromolécules ont la capacité de s'allonger dans un écoulement élongationnel et de ce fait, interagissent avec l'écoulement turbulent, provoquant une réduction de traînée. En effet, James et Saringer (1980) ont observé la valeur très élevée de la viscosité élongationnelle de ces solutions diluées de polymères. D'autres hypothèses attribuent ce phénomène à la résistance du polymère à l'extension, ce qui inhibe les vortex caractéristiques de la turbulence. Les travaux de Achia (1977) viennent contester l'explication précédente de Virk. Leurs travaux portaient sur l'étude de la structure turbulente dans des écoulements de solutions d'additifs. Pour cela, ils utilisent une technique de visualisation par interférométrie. Ils mettent en évidence la forte modification causée par le réducteur de frottement sur la structure de l'écoulement à la paroi. Leurs résultats montrent que les additifs diminuent la fréquence d'éjection des 'bouffées' turbulentes et augmentent leur espacement dans l'écoulement. Les additifs réduisent donc l'intensité de la turbulence ou plutôt, réduisent la dissipation de l'énergie par la turbulence en stabilisant la couche pariétale.

## CHAPITRE 5

Il faut noter que pour un nombre de Reynolds donné, la réduction de frottement ( $DR^3$ ) augmente avec l'augmentation de la concentration du polymère jusqu'à une certaine concentration critique. Cette dernière est appelée la concentration de saturation, au-dessus de laquelle, la réduction de frottement tend à disparaître [Kenis (1971)]. L'augmentation initiale de la réduction de frottement avec la concentration est probablement due à l'augmentation du nombre de molécules de polymère interagissant avec le milieu (solution et paroi), provoquant ainsi une réduction de perte de charge. La diminution observée après la concentration de saturation est probablement causée par l'augmentation de viscosité et donc des forces de frottement qui s'opposent à l'écoulement. Enfin, si les polymères sont reconnus comme étant de bons réducteurs de frottement, ils présentent par contre l'inconvénient d'être peu résistants à la dégradation mécanique (turbulence, passage dans les pompes, singularités, etc.). Les chaînes de polymères soumises à de forts cisaillements sont brisées et elles perdent leur rôle et leur efficacité à la réduction de pertes de charge. Ce phénomène s'accélère avec l'augmentation de la température.

L'étude du phénomène de réduction de frottement par ajout de polymères peut être abordée de deux manières différentes :

(i) Etude expérimentale :

L'étude expérimentale, à l'origine de la découverte du phénomène, est restée durant des années la seule voie possible. Le principe est de développer des circuits et de provoquer des écoulements afin de quantifier la perte de charge [Escudier (1998), Al-Sarkhi (2010), Chara *et al.* (1993), Hadri *et al.* (2011), Ohlendorf *et al.* (1986), Rózański (2011), Interthal et Wilski (1985), Gallego (2009), Durst *et al.* (1982), Ptasinski (2001)].

(ii) Etude numérique :

Avec l'apparition de moyens de calcul plus avancés et plus rapides, de nombreux chercheurs optent pour les études numériques. Malgré le mécanisme très complexe du phénomène, plusieurs modèles ont été développés, surtout pour des solutions de polymères [Den Toonder *et al.* (1997) ; De Angelis *et al.* (2002)]. La simulation numérique basée sur la résolution des équations constitutives a été largement explorée.

La DNS<sup>4</sup> et le modèle FENE-P<sup>5</sup> sont souvent utilisés pour simuler les écoulements complexes [Hadri (2006)]. Ces simulations permettent d'atteindre les tensions de Reynolds, l'énergie cinétique, les fluctuations de vitesses, l'interaction polymère-turbulence, ainsi que la réduction de la traînée. Dans ce sens, plusieurs travaux ont été effectués avec, en général, des fluides possédant des effets extensionnels et viscoélastiques [Toonder *et al.* (1995), Den Toonder *et al.* (1997), Manhart (2003), Pinho (2003), De Angelis *et al.* (2002), Cruz *et al.* (2004)].

---

<sup>3</sup> Drag Reduction

<sup>4</sup> Direct Numeric Simulation

<sup>5</sup> Finitely Extensible Nonlinear Elastic with Peterlin approximation

## 5.3 Rhéologie des mélanges bentonite-CMC

### 5.3.1 Reproductibilité des résultats

Il est indispensable de maîtriser l'état du fluide avant et pendant les expériences rhéométriques pour pouvoir déterminer d'une manière fiable et reproductible ses propriétés rhéologiques. En effet, le comportement rhéologique des systèmes argile-polymère est très complexe et très sensible en même temps à l'âge des suspensions et à leur histoire mécanique.

Pour cela, nous nous sommes attachés à vérifier la reproductibilité des mesures rhéologiques avant chaque série de tests pour les différents systèmes de fluides étudiés.

Pour ce faire, nous avons appliqué la même procédure que celle précédemment décrite pour les suspensions de bentonite pures, à savoir :

- Un pré-cisaillement à vitesse de cisaillement constante de  $100\text{s}^{-1}$ , pendant 2mn, suivi d'un repos sous la géométrie de mesure de 2 mn.
- Une rampe de contrainte montante d'un pas de  $0.033\text{Pa}\cdot\text{s}^{-1}$ .

L'importance du choix d'un protocole expérimental rigoureux et surtout, son respect absolu dans toutes les campagnes de mesures, doit être soulignée. Ceci est une condition *sine qua non* pour la fiabilité des résultats. Ces précautions sont encore plus justifiées lorsque les conditions ioniques sont faibles et, par conséquent, l'adsorption du polymère par les particules d'argiles atteint rapidement une valeur limite [Benchabane (2006), Feret (1992)].

La première étape dans la préparation des mélanges bentonite/CMC [700 000g/mol] est la préparation d'une suspension de bentonite de base, à la concentration voulue (la concentration de bentonite est fixée à 5% pour tous les mélanges). L'homogénéisation est obtenue par agitation pendant une durée de 4h à l'aide d'un agitateur magnétique. La suspension ainsi obtenue est laissée au repos pendant 24h, après quoi le CMC en poudre est ajouté. Le mélange est mis sous agitation continue pendant 24h. Pendant le vieillissement, le fluide subit une agitation journalière pendant une heure. Un échantillon du mélange est alors prélevé pour les mesures rhéologiques. Pour rappel, l'équilibre est considéré comme atteint lorsque les propriétés rhéologiques du fluide n'évoluent plus, c'est à dire que deux ou plusieurs rhéogrammes correspondants à deux (ou plusieurs) jours consécutifs de vieillissement se superposent (ce qui se traduit par l'apparition d'un "bouquet" de rhéogrammes dans les graphes).

## CHAPITRE 5

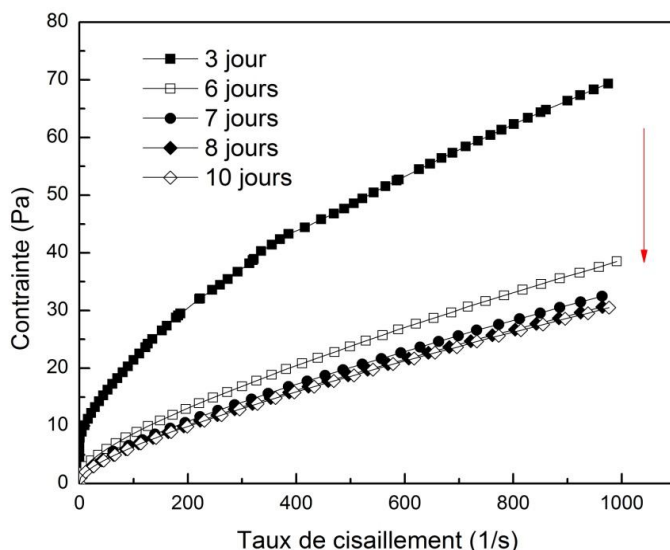


Figure 5.3 Vieillissement des systèmes argile-polymère.

La Figure 5.3 montre les résultats obtenus pour un échantillon de mélanges bentonite (5%)-CMC (0.5%) en fonction du vieillissement. Comme mentionné précédemment pour les suspensions de bentonite pures, nous observons une évolution remarquable des propriétés rhéologiques durant les premiers jours, après quoi l'écart entre les courbes d'écoulement tend à diminuer avec le temps et devient négligeable au bout d'une quinzaine de jours.

On observe l'existence d'une contrainte seuil dans les rhéogrammes des suspensions correspondant aux premiers jours de vieillissement. La contrainte seuil diminue avec l'âge de la suspension. Dans la partie son travail de thèse consacrée au vieillissement des complexes CMC-bentonite, Ben Azouz-Ahmed (2010) a rapporté que les suspensions jeunes, d'un âge inférieur à trois jours, auraient un comportement, aux faibles cisaillements, de type solide élastique correspondant à une structure gélifiée.

L'auteur a indiqué l'existence de plusieurs mécanismes de rupture. La destruction des jonctions élastiques permettrait l'écoulement du fluide. Il y aurait ensuite dissociation et orientation des agrégats de particules d'argile dans le sens de l'écoulement [Ben Azouz *et al.* (2010)].

Enfin, contrairement à ce qui a été observé pour les suspensions de bentonite simples (sans additif), il a été observé, dans le cas des mélanges, une diminution de viscosité avec le vieillissement.



### 5.3.2 Propriétés rhéologiques des différents fluides utilisés

Des mesures rhéologiques ont été effectuées sur une suspension de bentonite (5%), sans additif, deux solutions de CMC (0.1 et 0.5%) et des mélanges bentonite-CMC en état d'équilibre, préparés suivant le protocole décrit en (§5.3.1). Les mélanges ont été préparés avec une suspension de bentonite de base (5%) et deux concentrations de CMC (0.1, 0.5%)

Les Figure 5.4 et Figure 5.5 montrent le comportement rhéologique de différents systèmes : deux solutions de polymère (0.1 et 0.5%), la suspension de bentonite (5%) et les systèmes bentonite/CMC (5%/0.1-0.5%) en termes de viscosité et contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement, respectivement. L'effet de l'ajout du polymère est mis en évidence. Le modèle de Herschel-Bulkley reproduit correctement le comportement rhéologique des fluides étudiés. Ce modèle a été choisi en raison de sa simplicité et parce qu'il offre l'avantage de pouvoir décrire avec le même modèle les rhéogrammes de différents systèmes [bentonite (5%), CMC (0.1, 0.5%) et bentonite/CMC 5%/0.1-0.5%].

L'allure des courbes d'écoulement (Figure 5.5) des mélanges et des solutions de CMC sont similaires à celles établies dans des travaux antérieurs, au laboratoire [Benchabane (2006), Benchabane (2008) et Ben Azouz *et al.* (2010)]. Comme pour les suspensions de bentonite, nous observons que le comportement des solutions de CMC et des mélanges bentonite-CMC est rhéofluidifiant mais sans contrainte seuil apparente. Le Tableau 1 regroupe les paramètres du modèle Herschel-bulkley pour les différents fluides étudiés, âgés d'une dizaine de jours.

Herschel-Bulkley	Bentonite 5%	CMC 0.1%	Bentonite/CMC 5%/0.1%	CMC 0.5%	Bentonite/CMC 5%/0.5%
$\tau_0$	0.30	0.00	0.15	0.00	0.60
n	0.79	0.71	0.59	0.53	0.70
k	0.04	0.05	0.26	0.86	0.23

Tableau 1 Paramètres du modèle Herschel-Bulkley pour les différents fluides étudiés

*Comportement rhéologique des solutions de CMC* : Partant d'un comportement Newtonien à 0% de CMC, correspondant à de l'eau avec un indice d'écoulement  $n=1$ , Benchabane et Bekkour (2008) ont montré que l'augmentation de la concentration de polymère rend difficile le mouvement des chaînes polymériques, ce qui engendre un comportement rhéofluidifiant avec une décroissance de l'indice d'écoulement ( $n$ ) en fonction de la concentration en polymère.

## CHAPITRE 5

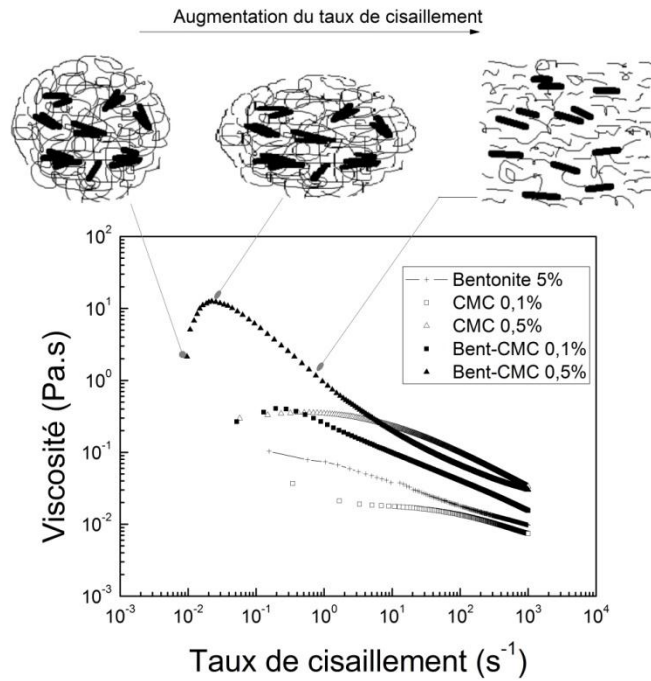


Figure 5.4 Viscosité en fonction du taux de cisaillement des différents fluides étudiés: bentonite 5%, CMC 0.1%, CMC 0.5%, bentonite/CMC 5%/0.1% et 5%/0.5%.

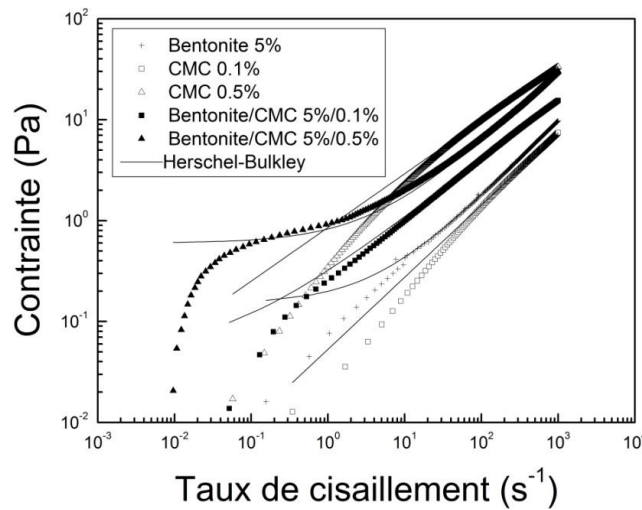


Figure 5.5 Rhéogrammes des différents fluides étudiés: bentonite 5%, CMC 0.1%, CMC 0.5%, bentonite/CMC 5%/0.1% et 5%/0.5%.

En effet, l'augmentation de la concentration renforce l'enchevêtrement des chaînes polymériques ralentit l'écoulement du fluide. En outre, l'auteur a mis en évidence deux concentrations critiques,  $c^* \sim 1\%$  qui délimite deux états de la solution semi-dilué non-enchevêtré et enchevêtré, et  $c^{**} \sim 3\%$  à partir de laquelle la solution devient concentrée.

Les solutions de CMC dont nous présentons dans ce chapitre les résultats de l'étude rhéologique ont été préparées avec des concentrations qui les placent dans le régime semi-dilué.

On observe que la concentration en polymère affecte considérablement le comportement rhéologique des solutions. Pour la solution à faible concentration (0.1%), deux comportements rhéofluidifiants sont observés, dans deux gammes de cisaillement différentes, séparées par un pseudo-plateau. Pour la concentration plus élevée (0.5%), une courbe de viscosité typique du polymère est observée, avec un plateau newtonien aux faibles taux de cisaillement suivi d'un comportement rhéofluidifiant pour des taux de cisaillement plus élevés. Comme en solution, l'augmentation de la concentration en CMC a le même effet viscosifiant sur la suspension de bentonite. En effet, on observe une nette augmentation de la viscosité de la suspension, qui se traduit par des courbes de viscosité des mélanges au-dessus de celle de la bentonite sans additifs.

Les courbes de la solution de CMC à 0.1% et de la suspension de bentonite pure sont assez proches. La courbe d'écoulement du mélange bentonite/CMC 5%/0.1% est située au-dessus de celles des deux composants (ce qui indique que la viscosité du mélange est supérieure à la viscosité de la solution de CMC 0.1% et de la suspension de bentonite dans toute la gamme des taux de cisaillement étudiés). Pour la concentration de polymère de 0.5%, la viscosité du système bentonite/CMC aux taux de cisaillement élevés ( $> \sim 10s^{-1}$ ) se trouve entre la viscosité des deux composants.

Cependant, pour les faibles taux de cisaillement, la viscosité du mélange est plus élevée que les viscosités de la solution de polymère et de la suspension de bentonite séparément.

Pour les deux mélanges, aux faibles taux de cisaillement, une augmentation de la viscosité apparente est observée avec la vitesse de cisaillement, suivi d'une phase de rhéofluidification à partir d'un taux de cisaillement critique qui diminue lorsque la concentration en CMC augmente. Ce phénomène a déjà été mis en évidence pour les solutions de CMC [Benchabane (2008)] et pourrait être dû à une anisotropie de la structure interne des mélanges. Au repos, les chaînes de polymères sont très enchevêtrées avec un aspect de "pelotes" sphériques, les particules d'argile étant emprisonnées dans ces dernières. Lorsqu'elles sont soumises à des taux de cisaillement suffisamment fort, les pelotes se déforment en des ellipsoïdes. Mais l'élasticité du polymère a tendance à ramener cet ellipsoïde vers sa forme initiale, ce qui confère à la solution une grande viscosité au repos ou aux faibles taux de cisaillement (rhéoépaississement).

## 5.4 Comportement en écoulement

### 5.4.1 Comportement non-newtonien des fluides

La Figure 5.6 présente l'évolution des contraintes pariétales en fonction du pseudo-cisaillement ( $4Q/\pi R^3 = 8U/D$ ) pour la suspension de bentonite 5%, des mélanges bentonite/CMC 5%/0.1% et bentonite/CMC 5%/0.5% dans les deux régimes d'écoulement, laminaire et turbulent. Les mesures expérimentales ont été comparées à des prédictions théoriques. La comparaison entre les mesures expérimentales extraites de la Figure 5.5 et de la Figure 5.6 montre que les mesures obtenues en utilisant le rhéomètre AR2000 sont du même ordre de grandeur que les mesures en écoulement dans une conduite cylindrique (boucle hydraulique), déduites des profils de vitesse. On peut aussi observer que les mesures expérimentales sont en bonne concordance avec le modèle Herschel-Bulkley en régime laminaire. Les courbes suivent la même allure que celle du milieu dispersant (eau) en régime turbulent ainsi que le profil obtenu avec l'équation de Dodge et Metzner. Cette dernière reproduit correctement l'écoulement de la suspension de bentonite 5%. Il est à noter que le modèle de Dodge et Metzner appliqué aux deux suspensions, bentonite/CMC 5%/0% et bentonite/CMC 5%/0.1% donne également de bons résultats. Même s'il n'est pas évident de localiser la transition du régime laminaire au régime turbulent, elle peut être estimée par le cisaillement correspondant au point d'inflexion de la courbe d'écoulement.

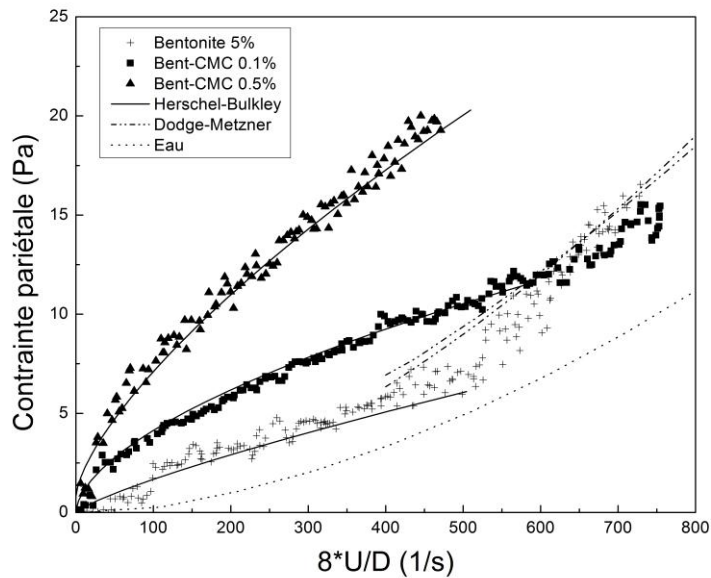


Figure 5.6 Contraintes pariétales vs. Pseudo-cisaillement pour des suspensions âgées de 10 jours.

Il est aussi intéressant de remarquer que les résultats obtenus montrent que les mesures expérimentales sont bien corrélés avec l'équation newtonienne de Blasius et la corrélation de Dodge et Metzner pour les fluides rhéofluidifiants, en régime turbulent mais qu'aux nombres de Reynolds élevés, la courbe d'écoulement des suspensions de bentonite n'est plus affectée par les propriétés rhéologiques.

Les mesures rhéologiques ont montré (Figure 5.4 et Figure 5.5) que l'ajout du polymère modifie considérablement les propriétés de la suspension de bentonite de base. Cela se traduit par une augmentation considérable de la viscosité, particulièrement en régime laminaire. Inversement, en régime turbulent, la courbe du mélange argile-polymère passe en-dessous de celle de l'argile sans additif. Ce résultat est en parfait accord avec les commentaires faits ci-dessus à propos de l'effet des polymères sur la réduction de frottement dans les écoulements en conduite de fluides non-Newtoniens. Ainsi, pour un même taux de cisaillement, la contrainte pariétale atteinte pour un système argile-polymère est inférieure à celle de la suspension d'argile. En effet, le polymère agit fortement sur la partie proche paroi, les macromolécules ont tendance à jouer un rôle de lubrifiant en diminuant les frottements dans cette région de la conduite. Une autre observation intéressante est le déplacement, avec l'ajout de polymère, de la transition à l'écoulement turbulent vers des valeurs plus élevées de taux de cisaillement. Dans le cas du mélange bentonite/CMC 5%/0.5%, la turbulence n'est pas observée dans la gamme des taux de cisaillement mesurés.

## 5.4.2 Coefficient de frottement

L'évolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de Reynolds pariétal  $Re_p$  est tracée sur la Figure 5.7, pour la suspension de bentonite et les mélanges bentonite polymère. On peut observer que les mesures expérimentales du coefficient de frottement sont en accord avec l'équation de Hagen-Poiseuille ( $f = 16/Re$ ) en régime laminaire. En régime turbulent, l'équation de Blasius et la corrélation de Dodge et Metzner ont été utilisées dans la représentation ( $f - Re_p$ ). Concernant la suspension de bentonite et le mélange bentonite/CMC 5%/0.1%, pour lesquelles le régime turbulent est atteint, la corrélation de Dodge et Metzner reproduit correctement les données expérimentales, tandis que l'équation de Blasius les surestime. Ce résultat était prévisible puisque cette équation est destinée à la modélisation de l'écoulement des fluides Newtoniens. Il faut noter que l'évolution du coefficient de pertes de charge pour la suspension de bentonite 5% est pratiquement identique à celle obtenue pour le système bentonite/CMC 5%/0.1%. Ceci s'explique par le fait que, pour ces deux fluides, les indices d'écoulement sont très proches dans la gamme de gradients pariétaux étudiés ( $2500 < Re_p < 4000$ ). Les résultats ont été aussi comparés à l'asymptote (MDRA) de Virk. Cependant, la réduction de frottement est estimée avec l'équation 4.8 (cf. 4.4.4.2). DR a une valeur maximale de 18% pour la suspension de bentonite à 5% et de 24% pour le mélange bentonite/CMC 5%/0.1%.

## CHAPITRE 5

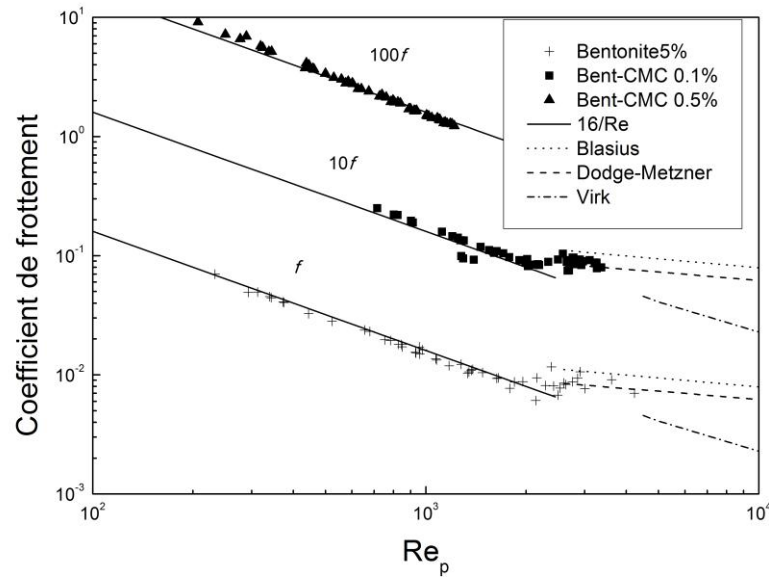


Figure 5.7 Evolution du facteur de frottement en fonction du nombre de Reynolds  $Re_p$

Les résultats montrent une amplification de la réduction de frottement due à l'ajout du polymère. Cela indique que le polymère confère à la suspension de bentonite des propriétés de réduction de frottement plus élevées. La réduction de frottement est associée aux propriétés viscoélastiques de la solution de CMC et l'interaction de la structure du CMC et de la structure de l'écoulement proche de la paroi joue un rôle important.

Dans la littérature, les travaux concernant le CMC s'intéressent généralement plus à ses propriétés viscosifiantes qu'à son rôle comme réducteur de frottement. On peut cependant trouver quelques articles portant sur sa capacité de réduire les coefficients de perte de charge en régime turbulent. Hirose (1971) a analysé l'effet réducteur de frottement du CMC en faisant varier la concentration, de 0.01 à 0.5%, et la masse moléculaire du polymère. Il en conclut que la réduction de frottement du CMC augmente avec la concentration. Il mesure un maximum de réduction de frottement pour la concentration la plus élevée (0.5%). La masse moléculaire a le même pouvoir d'augmentation de la réduction de frottement. Interthal et Wilski (1985) ont, quant à eux, établi que la réduction de frottement atteint approximativement 30%, pour une solution de CMC à 300 ppm en concentration.

Les polymères utilisés comme réducteurs de frottement ont un sérieux inconvénient. Ils se dégradent lorsqu'ils sont sujet à des taux de cisaillement élevés ou à de fortes extensions [Taeho *et al.* (1996), Nguyen et Kausch (1986), Brostow *et al.* (1990), Kalashnikov (2002), Lee *et al.* (2002), Wang *et al.* (2011)].

Les polymères à masse moléculaire élevée sont particulièrement sensibles à cette dégradation. En effet, Patterson et Abernathy (1970) ont montré que plus les chaînes

polymériques sont longues et plus le polymère est sujet à une dégradation par scission de la chaîne polymérique.

### 5.4.3 Profils de vitesse

#### 5.4.3.1 Régime laminaire

A l'extrémité des plateaux, les profils de vitesse sont assez proches des profils de fluides de type Herschel-Bulkley. L'allure parabolique des profils de vitesse obtenus confirme le régime laminaire de l'écoulement. Les profils de vitesse montrent une zone fluide à la paroi avec un gradient de vitesse et une zone centrale de gel, dite zone bouchon. Le rayon critique  $R_c$  détermine le rayon de transition entre ces deux zones.

La Figure 5.8 montre les différents profils de vitesse mesurés pour la solution de 0.5% CMC (*a*), la suspension de 5% bentonite (*b*), des mélanges bentonite/CMC *c*) et *d*), en régime laminaire. Le profil de vitesse Newtonien est présenté dans la figure comme référence. Les mesures expérimentales obtenues pour la solution de polymère sont en bon accord avec les résultats théoriques obtenus à partir du modèle rhéologique Herschel-Bulkley, représenté dans la figure par des traits continus.

Pour la suspension de bentonite, comme nous l'avons déjà observé au chapitre précédent, un changement significatif s'opère au niveau de la structure du matériau, induit par le cisaillement. De la même manière, la durée du cisaillement influe considérablement sur le comportement du fluide. La zone bouchon, qui occupe la quasi-totalité de la section lors des phases de démarrage, rétrécit lentement au cours du temps puis se contracte brutalement après que le bouchon ait parcouru la distance utile de la boucle. En effet, la Figure 5.8b présente deux profils de vitesse. Le premier a été mesuré après une durée de repos de 2h : le comportement de la suspension est très structuré et est loin de l'équilibre structurel de la suspension. Nous observons nettement la zone bouchon occupant la majeure partie de la section de l'écoulement, du fait que la suspension présente un seuil d'écoulement élevé ce qui augmente la zone isovitesse. Le deuxième profil de vitesse a été mesuré après un temps d'écoulement correspondant à une déstructuration de la suspension. La structure interne du fluide est déstructurée par la pompe et les différentes singularités de la boucle d'écoulement, ce qui engendre une diminution du seuil d'écoulement et par conséquent, une diminution de la zone gélifiée au centre de l'écoulement. Dans les deux cas, les mesures expérimentales sont reproduites correctement avec le modèle théorique. Le caractère thixotrope de ce type de fluide est très prononcé. Soulignons que l'écart entre les profils de vitesse mesurés et ceux calculés à partir du modèle de Heschel-Bulkley, ne dépasse pas les 3%. L'écart entre le débit d'écoulement calculé par intégration des profils de vitesse et le débit mesuré à partir du débitmètre électromagnétique est, lui aussi, inférieur à 3%.

## CHAPITRE 5

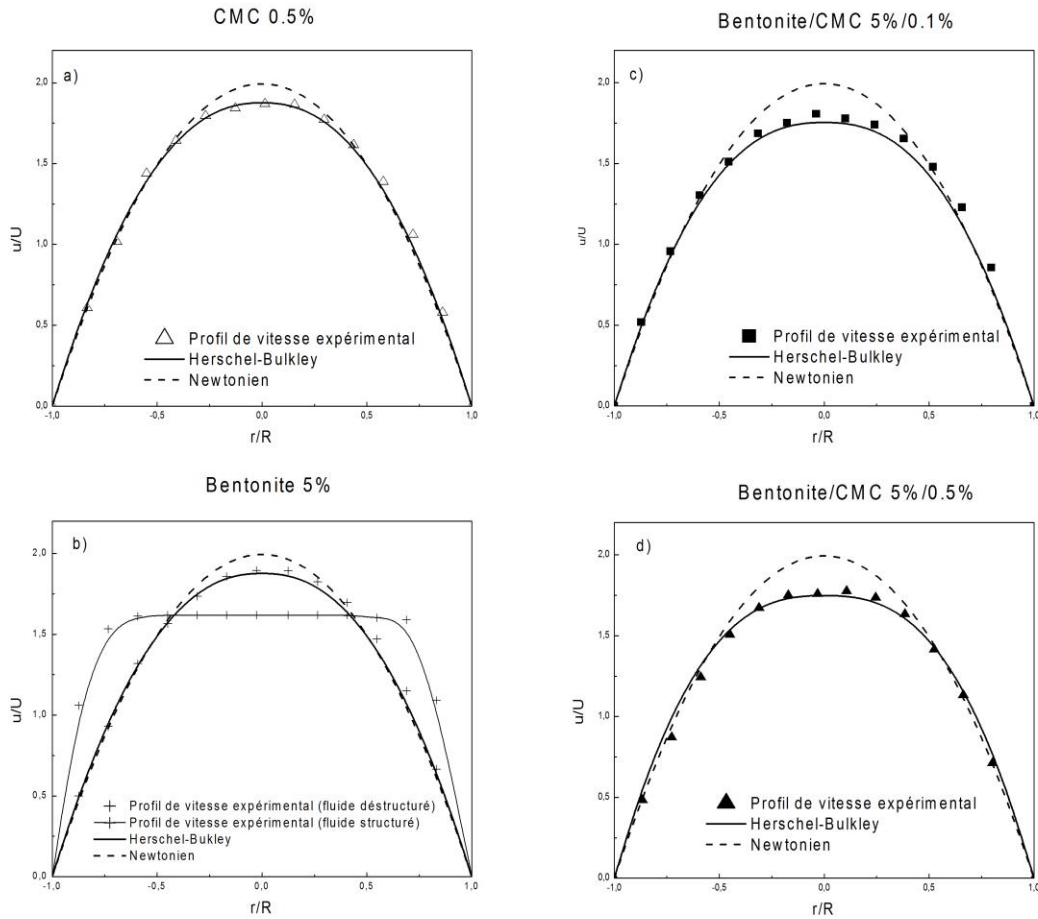


Figure 5.8 Profils de vitesse pour les différents fluides (bentonite 5%, CMC 0.5%, bentonite/CMC 5%/0.5% et bentonite/CMC 5%/0.1% en régime laminaire.



### 5.4.3.2 Régime transitoire

La Figure 5.9 illustre deux profils de vitesse en transition laminaire-turbulent, pour une suspension de bentonite 5% (a) et un mélange bentonite/CMC 5%/0.1% (b), représentés par des symboles et une comparaison avec le profil de vitesse moyen (ligne continue). Les profils de vitesse ont été mesurés dans la même direction (verticale) pour les deux suspensions.

Nous observons la présence d'une asymétrie pour les deux suspensions présentées. La présence de ce phénomène est maintenant incontournable pour les fluides rhéofluidifiants, viscoélastiques et à seuil. Le polymère n'influe pas sur la structure de l'asymétrie elle-même. On remarque que pour un même nombre de Reynolds, le degré de l'asymétrie est approximativement le même. Par contre, les stries de haute et faible vitesse change de configuration. En effet, pour la suspension de bentonite le maximum de la vitesse axiale se trouve dans la partie supérieure de la conduite. Or, le maximum de la vitesse axiale pour le mélange se trouve dans la partie inférieure. Pour chaque fluide, cette asymétrie reste stable et reproductible durant toute la durée de l'expérimentation, qui peut aller jusqu'à deux mois.

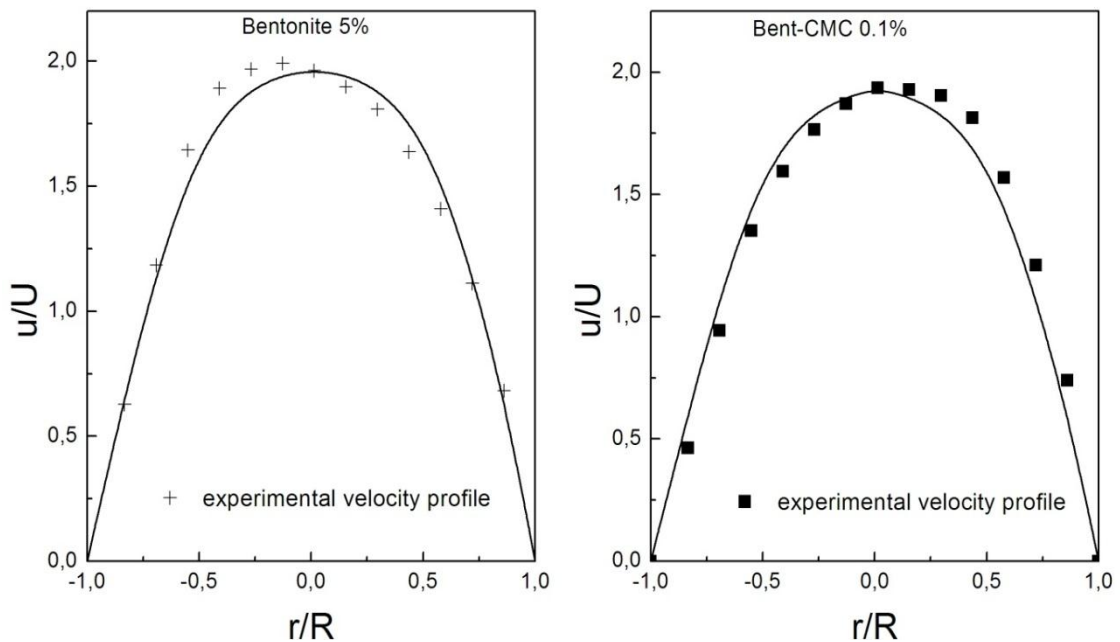


Figure 5.9 Profils de vitesse en régime transitoire

## CHAPITRE 5

Une particularité du mélange est que le polymère, sujet à de forts taux de cisaillement, se dégrade fortement pendant cette période. Cela n'a aucune incidence sur la présence de l'asymétrie ou son intensité. Cependant, le changement de configuration des stries observé ne peut être dû qu'à des imperfections géométriques lors du démontage de l'installation. Au tout début de l'écoulement, une imperfection peut initier cette asymétrie, cette dernière pouvant prendre une configuration qui restera privilégiée durant toute la période de mesure.

Concernant toujours la transition, la Figure 5.10 présente l'évolution du rapport adimensionnel de la vitesse sur l'axe de la conduite sur la vitesse débitante ( $u_c/U$ ) en fonction du nombre de Reynolds à la paroi pour la suspension de bentonite et des systèmes bentonite/polymère. Les lignes continues présentent les prédictions théoriques. Les mesures expérimentales sont en bon accord avec les solutions théoriques en régime laminaire. Différentes étapes peuvent être observées dans le cas de la suspension de bentonite et du mélange bentonite/CMC 5%/0.1% pour lesquels le régime turbulent est atteint. Une diminution significative et brutale de la vitesse adimensionnelle sur l'axe est observée pour  $2000 < Re_p < 3000$ . A partir d'un nombre de Reynolds  $Re_p > 3000$ , le rapport atteint une valeur limite. Pour la suspension de bentonite, le rapport atteint des valeurs similaires à celles données dans la littérature [Pinho et Whitelaw (1990) et Peixinho *et al.* (2005)] alors que pour le mélange, les valeurs atteintes sont légèrement supérieures.

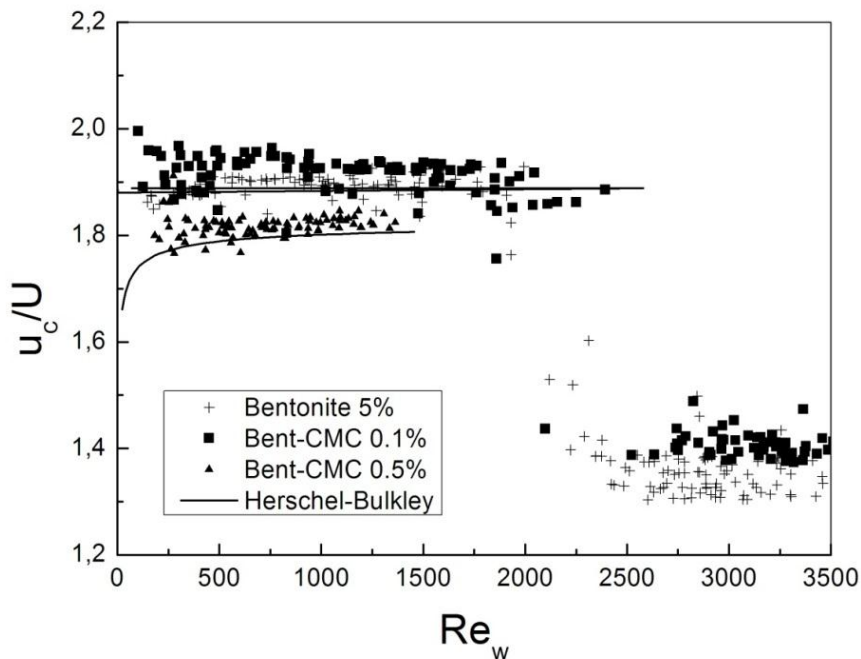


Figure 5.10  $u_c/U$  vs.  $Re_p$

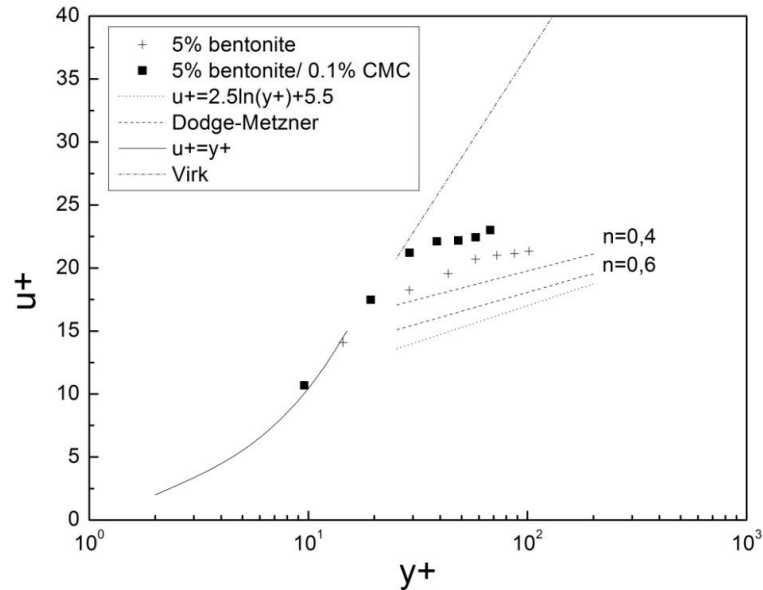


Figure 5.11 Profils adimensionnels, d'une suspension de bentonite pure et d'un mélange bentonite/CMC 5%/0.1%, en régime turbulent

### 5.4.3.3 Régime turbulent

La Figure 5.11 montre les profils de vitesse moyens tracés en coordonnées de paroi. Les mesures expérimentales des suspensions de bentonite 5% et du mélange bentonite/CMC 0.5%/0.1% y sont représentées, le trait continu représentant la sous couche laminaire visqueuse. Les deux traits discontinus sont issus du profil proposé par Dodge et Metzner pour les fluides rhéofluidifiants. Dans la sous-couche laminaire, les profils de vitesse normalisés sont en accord avec la relation linéaire  $u^+ = y^+$ . Dans cette zone, les profils de vitesse des deux fluides se superposent, la suspension de bentonite pure n'est pas affectée par l'ajout du polymère. Les résultats montrent que la zone tampon (la région  $5 < y^+ < 30$  pour les fluides Newtoniens) s'élargit, ce qui, en conséquence, compense la région logarithmique. Les profils logarithmiques sont décalés vers le haut, ce qui est en accord avec la réduction de frottement attendue. La plupart des expériences montrent que ce décalage des profils logarithmiques est parallèle quand les profils sont tracés en coordonnées semi-logarithmiques. Le décalage est plus important pour le système bentonite/CMC 5%/0.1%. En effet, dans cette zone de l'écoulement, l'effet du polymère est bien évident, l'interaction entre le fluide et l'écoulement se situant principalement dans la zone tampon. Dès lors, la structure de la turbulence est modifiée par ces interactions.

## 5.5 Conclusion

Dans ce chapitre, une étude détaillée en régimes laminaire, transitoire et turbulent a été menée pour une suspension de bentonite 5% et des mélanges bentonite/polymère (0.1 et 0.5% de CMC ajoutés à la suspension de bentonite 5% prise comme référence) en utilisant la technique UPDV.

D'un point de vue rhéologique, le modèle Herschel-Bulkley a été utilisé pour reproduire les courbes d'écoulement des différents fluides. Les mesures rhéologiques ont révélé l'effet substantiel du polymère sur la modification des propriétés rhéologiques de la suspension de bentonite.

Du point de vue de l'écoulement en conduite cylindrique, un bon accord est observé entre les relations théoriques issues du modèle utilisé (Herschel-Bulkley) et les mesures expérimentales de vitesse et de perte de charge.

En régime transitoire, les mélanges bentonite/polymère ont montré l'existence d'une asymétrie des profils de vitesse, prévisible puisque déjà observée dans le cas des suspensions d'argile pures.

En régime turbulent, des mesures de pression et de vitesse ont été présentées pour les différents fluides testés. Les pertes de charge et les profils de vitesse montrent une réduction de frottement pour tous les fluides. Cependant, dans le cas de la suspension de bentonite, probablement en raison de son caractère rhéofluidifiant, la réduction de frottement est moins prononcée que celle du mélange bentonite/polymère.

D'une manière générale, il a été montré que le polymère a des propriétés viscosifiantes en régime laminaire. Par contre, en régime turbulent, il son effet réducteur de frottement est prépondérant.

## 5.6 Références

- Achia, B. U., Thompson, D.W., (1977). Structure of the turbulent boundary in drag reducing pipe flow. *J. Fluid Mech.* **81**: 439-464.
- Al-Sarkhi, A. (2010). Drag reduction with polymers in gas-liquid/liquid-liquid flows in pipes: A literature review. *Journal of Natural Gas Science and Engineering* **2**(1): 41-48.
- Ben Azouz-Ahmed, K. (2010). Relations entre propriétés rhéologiques et structure microscopique de dispersions de particules d'argile dans des solutions de polymères.
- Ben Azouz, K., D. Dupuis et K. Bekkour (2010). Rheological Characterizations of Dispersions of Clay Particles in Viscoelastic Polymer Solutions. *Appl. Rheol.* **20**: 13041.
- Benchabane, A. (2006). Etude du comportement rhéologique de mélanges argiles - polymères. Effets de l'ajout de polymères. Thèse, de doctorat de l'ULP de Strasbourg I.
- Benchabane, A. et K. Bekkour (2008). Rheological properties of carboxymethyl cellulose (CMC) solutions. *K. of Colloid and Polymer Science* **286**(10): 1173-1180.
- Benchabane, A., Bekkour, K. (2004). Etude de l'Effet d'un polymère anionique sur le comportement rhéologique de suspension de bentonite. 39ème Colloque annuel du GFR, Mulhouse.
- Benchabane, A., Bekkour, K. (2006). Effects of anionic additives on the rheological behavior of aqueous calcium montmorillonite suspensions. *Rheologica Acta* **45**(4): 425-434.
- Benchabane, A., Bekkour, K. (2008). Rheological properties of Carboxymethylcellulose (CMC) solutions. *Colloid and Polymer Science* **286**(10): 1173-1180.
- Bewersdorff, H. W. et D. Ohlendorf (1988). The behaviour of drag-reducing cationic surfactant solutions. *Colloid & Polymer Science* **266**(10): 941-953.
- Brostow, W., H. Ertepinar et R. P. Singh (1990). Flow of dilute polymer solutions: chain conformations and degradation of drag reducers. *Macromolecules* **23**(24): 5109-5118.
- Burger, E. D., W. R. Munk et H. A. Wahl (1982). Flow increase in the Trans Alaska pipeline through use of a polymeric drag-reducing additive. *Journal of Petroleum Science and Engineering* **34**(2): 377-386.

## CHAPITRE 5

- Chara, Z., J. L. Zakin, M. Severa et J. Myska (1993). Turbulence measurements of drag reducing surfactant systems. *Experiments in Fluids* **16**(1): 36-41.
- Cruz, D. O. A., F. T. Pinho et P. R. Resende (2004). Modelling the new stress for improved drag reduction predictions of viscoelastic pipe flow. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **121**(2-3): 127-141.
- De Angelis, E., C. M. Casciola et R. Piva (2002). DNS of wall turbulence: dilute polymers and self-sustaining mechanisms. *Computers & Fluids* **31**(4-7): 495-507.
- Den Toonder, J. M. J., M. A. Hulsen, G. D. C. Kuiken et F. T. M. Nieuwstadt (1997). Drag reduction by polymer additives in a turbulent pipe flow: numerical and laboratory experiments. *J. Fluid Mech.* **337**: 193-231.
- Durst, F., R. Haas et W. Interthal (1982). Laminar and turbulent flows of dilute polymer solutions: A physical model. *Rheologica Acta* **21**(4): 572-577.
- Elbing, B. R., Winkel, E.S., Solomon, M.J., Cecci, S.L., (2009). Degradation of homogeneous polymer solutions in high shear turbulent pipe flow. *Exp Fluids* **47**: 1033-1044.
- Ernst, W. D. (1966). Investigation of the turbulent shear flow of dilute aqueous CMC solutions. *AIChE Journal* **12**(3): 581-586.
- Escudier, M. P., Presti, F., Smith, S. (1998). Drag reduction in the turbulent pipe flow of polymers. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **81**(3): 197-213.
- Feret, B. (1992). Interactions dans les systèmes montmorillonite/Carboxymethylcellulose : application aux fluides de forage Thèse, de doctorat de l'Université Pierre et Marie Curie.
- Gallego, F., Shah, S.N., (2009). Friction pressure correlations for turbulent flow of drag reducing polymer solutions in straight and coiled tubing. *Journal of Petroleum Science and Engineering* **65**: 147-161.
- Hadri, F. (2006). Contribution à l'étude de la réduction de la traînée en écoulement turbulent d'une solution de CTAC. Ph. D., Université de CAEN/Basse-Normandie.
- Hadri, F., A. Besq, S. Guillou et R. Makhlou (2011). Temperature and concentration influence on drag reduction of very low concentrated CTAC/NaSal aqueous solution in turbulent pipe flow. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mech.* **166**: 326-331.
- Hirose, K., Takuma, Oka, (1971). On the friction factor for the turbulent flow of dilute aqueous polymer solution. *Memoirs of the School of Engineering, Okayama University* **6**(1).
- Interthal, W. et H. Wilski (1985). Drag reduction experiments with very large pipes. *Colloid & Polymer Science* **263**(3): 217-229.

- James, D. F. et J. H. Saringer (1980). Extensional flow of dilute polymer solution. *J. Fluid Mech.* **97**: 655-671.
- Kalashnikov, V. N. (2002). Degradation accompanying turbulent drag reduction by polymer additives. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **103**(2-3): 105-121.
- Kelessidis, V. C., E. Poulakakis et V. Chatzistamou (2011). Use of Carbopol 980 and carboxymethyl cellulose polymers as rheology modifiers of sodium-bentonite water dispersions. *Applied Clay Science* **54**(1): 63-69.
- Kenis, P. R. (1971). Turbulent flow friction reduction effectiveness and hydrodynamic degradation of polysaccharides and synthetic polymers. *Journal of Applied Polymer Science* **15**(3): 607-618.
- Le Pluart, L., Duchet, J., Sautereau, H., Halley, P., Gerard, J. -F. (2004). Rheological properties of organoclay suspensions in epoxy network precursors. *Applied Clay Science* **25**(3-4): 207-219.
- Lee, K., C. Kim, S. Lim, D. Kwon, H. Choi et M. Jhon (2002). Mechanical degradation of polyisobutylene under turbulent flow. *Colloid & Polymer Science* **280**(8): 779-782.
- Liaw, G., J. L. Zakin et G. K. Patterson (1971). Effects of molecular characteristics of polymers on drag reduction. *AIChE Journal* **17**(2): 391-397.
- Luckham, P. F., Rossi, S. (1999). Colloidal and rheological properties of bentonite suspensions. *Advances in Colloid and Interface Science* **82**(1): 43-92.
- Lumley, J. L. (1969). Drag reduction by additives. *Annu. Rev. Fluid Mech.* **1**: 367-387.
- Manhart, M. (2003). Rheology of suspensions of rigid-rod like particles in turbulent channel flow. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **112**(2-3): 269-293.
- Mongondry, P. (2003). Structure et comportement rhéologique des suspensions aqueuses de Laponite en présence de plusieurs additifs, Université du Maine - Le Mans.
- Nguyen, T. Q. et H. H. Kausch (1986). Degradation of a polymer solution in transient elongational flow: effect of temperature *Colloid & Polymer Science* **264**: 764-772.
- Nijs, L. (1995). New generation drag reducer. 2nd International Pipeline Technology Conference, Ostend, Belgium.
- Ohlendorf, D., W. Interthal et H. Hoffmann (1986). Surfactant systems for drag reduction: Physico-chemical properties and rheological behaviour. *Rheologica Acta* **25**(5): 468-486.
- Patterson, G. K., J. L. Zakin et J. M. Rodriguez (1969). Drag reduction. *Industrial & Engineering Chemistry* **61**: 22-30.

## CHAPITRE 5

- Patterson, R. et F. Abernathy (1970). Turbulent flow drag reduction and degradation with dilute polymer solutions. *J. Fluid Mech.* **43**(4): 689-710.
- Peixinho, J., C. Nouar, C. Desaubry et B. Théron (2005). Laminar transitional and turbulent flow of yield stress fluid in a pipe. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **128**: 172–184.
- Pinho, F. et J. Whitelaw (1990). Flow of non-Newtonian fluids in a pipe. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **34**: 129-144.
- Pinho, F. T. (2003). A GNF framework for turbulent flow models of drag reducing fluids and proposal for a  $k$ - $\epsilon$  type closure. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **114**(2–3): 149-184.
- Ptasinski, P. K., Nieuwstadt, F. T. M., Van Den Brule, B. H. A. A., Hulsen, M. A. (2001). Experiments in Turbulent Pipe Flow with Polymer Additives at Maximum Drag Reduction. *Flow, Turbulence and Combustion* **66**: 159–182.
- Radin, I., J. L. Zakin et G. K. Patterson (1975). Drag reduction in solid-fluid systems. *AIChE Journal* **21**(2): 358-371.
- Roy, A. et G. L. Ronald (2005). A Mean Flow Model for Polymer and Fiber Turbulent Drag Reduction. *Appl. Rheol.* **15**: 370-389.
- Rózański, J. (2011). Flow of drag-reducing surfactant solutions in rough pipes. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **166**(5–6): 279-288.
- Taeho, R., P. Jongseong, K. Chongyoun, Y. Hyung-Kee et S. Hang-Suk (1996). Degradation of polyacrylamide in dilute solution. *Polymer Degradation and Stability* **51**: 287-293.
- Toms, B. A. (1948). Some observations on the flow of linear polymer solution through straight tubes at large Reynolds number. 1st Conference on rheology, north Holland, Amsterdam.
- Toonder, J. M. J., F. T. M. Nieuwstadt et G. D. C. Kuiken (1995). The role of elongational viscosity in the mechanism of drag reduction by polymer additives. *Applied Scientific Research* **54**(2): 95-123.
- Virk, P. S. (1971). An elastic sublayer model for drag reduction by dilute solutions of linear macromolecules. *The Journal of Fluid Mechanics* **45**: 417-440.
- Virk, P. S. (1975). Drag reduction fundamentals. *AIChE Journal* **21**: 625-656.
- Wang, Y., B. Yu, J. L. Zakin et H. Shi (2011). Review on Drag Reduction and Its Heat Transfer by Additives. *Advances in Mechanical Engineering*.
- Wells, C. S. et J. G. Spangler (1967). Injection of drag-Reduction fluid into turbulent pipe flow of a newtonian fluid. *Phys. Fluids* **10**: 1890.



ÉTUDE EXPERIMENTALE DES COMPLEXES ARGILE-POLYMERE

White, C. et M. Mungal (2008). Mechanics and prediction of turbulent drag reduction with polymer additives. *Annu. Rev. Fluid Mech.* **40**(235-256).

## CHAPITRE 5

# **CHAPITRE 6.**

## **EFFET DE LA TEMPERATURE SUR LES COMPLEXES ARGILE- POLYMERES**

## CHAPITRE 6

# SOMMAIRE

CHAPITRE 6. EFFET DE LA TEMPERATURE SUR LES COMPLEXES ARGILE-POLYMERE .....	177
6.1 Introduction.....	181
6.2 Etat de l'art.....	181
6.3 Résultats et discussions.....	183
6.3.1 Mesures en écoulement pour les solutions de CMC .....	183
6.3.2 Mesures en écoulement pour des mélanges bentonite/CMC .....	189
6.3.3 Balayage en température .....	190
6.4 L'effet de la température sur le comportement en écoulement.....	193
6.4.1 Comportement non-Newtonien des fluides.....	193
6.4.2 Coefficient de frottement .....	194
6.4.3 Profils de vitesse .....	196
6.5 Conclusion .....	200
6.6 Références.....	201

## CHAPITRE 6

## 6.1 Introduction

Ce chapitre est consacré à l'étude de l'effet de la température sur les différents fluides étudiés jusqu'à présent.

La transition solution-gel thermoréversible des solutions de CMC est un phénomène physique considérable qui présente un grand intérêt, aussi bien du point de vue strictement scientifique que pour les aspects économiques dans les différentes applications industrielles. Ces considérations nous ont naturellement amenés à étudier l'effet de la température sur les propriétés rhéologiques des systèmes argile-polymère.

Dans une première partie, nous allons présenter différents essais rhéologiques effectués sur des solutions de CMC et des dispersions de bentonite/CMC afin d'étudier l'influence de la température sur les propriétés mécaniques de ces systèmes. Les essais consistent notamment en des courbes d'écoulement des différents fluides, effectués à différents paliers de température mais aussi des balayages en température réalisés sur les différents échantillons. Dans la seconde partie, nous étudions les différentes dispersions argile/polymère en écoulement dans une conduite cylindrique, à différents paliers de température. L'étude porte sur l'analyse, entre autres, de l'évolution des profils de vitesse et des coefficients de frottement pour les différents régimes d'écoulement.

## 6.2 Etat de l'art

De nombreux polymères naturels et leurs dérivés forment souvent des gels physiques qui sont de nature thermoréversible [Guenet (1992)]. Il a été reporté, notamment, que certains produits dérivés de la cellulose naturelle tels : le méthylcellulose (MC) [Sarkar (1979), Haque (1993), Wang (2005), Bodvik (2010)], l'hydroxypropylmethylcellulose (HPMC) [Ford (1999)] et le benzylcellulose [Itagaki (1997)], peuvent former un gel dans la solution par chauffage et reprendre leur état de solution lors du refroidissement.

Durant les deux dernières décennies, de nombreuses études ont été réalisées pour examiner les propriétés de thermo-gélification, le mécanisme de gélification et la structure du réseau de gel de MC en utilisant diverses techniques expérimentales [Chevillard (1997), Desbrières (1998), Li (1998), Desbrières (2000)]. D'un point de vue thermodynamique, ces matériaux présentent une température critique appelée LCST<sup>1</sup> ou CPT<sup>2</sup> en-dessous de laquelle la solution polymérique est monophasique et le polymère dissous dans le solvant.

---

<sup>1</sup> Lower Critical Solution Temperature

<sup>2</sup> Cloud Point Temperature

## CHAPITRE 6

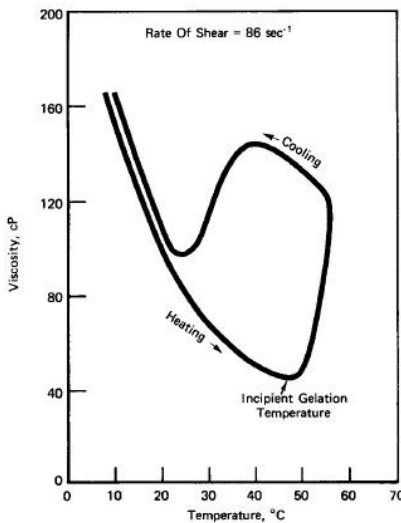


Figure 6.1. Courbe de thermo-gélification d'une solution aqueuse de Methocel 0.2% [Sarkar (1979)]

Par contre, au-dessus de la LCST, un gel est formé [Desbrières (2000) et Clasen (2001)], induisant une forte augmentation de la viscosité. Ce phénomène de thermo-gélification est associé à une turbidité, indiquant une séparation de phases. Dès lors, l'évolution avec la température de la viscosité est non monotone : la viscosité diminue lorsque la température augmente ; lorsque la température atteint la valeur critique LCST, une augmentation drastique de la viscosité est observée conduisant à la formation d'un réseau tridimensionnel. Récemment (2012), Bahlouli (2013), ont mis en évidence ce phénomène sur des solutions de PEO (Polyéthylène Oxyde). Cet effet thermo-épaississant est illustré sur la Figure 6.1. Nous rappelons que tous ces phénomènes sont thermoréversibles [Hirrien (1998)].

Il existe un certain degré de controverse au sujet du mécanisme de gélification. Les principales discussions portent sur la nature des zones impliquées dans la gélification. Savage (1963) ont suggéré que la capacité de gélification est une conséquence de la présence de zones contenant la structure initiale cellulosique. Rees (1975), cité dans Desbrières (2000), a évoqué des interactions micellaires. Sarkar (1979) a quant à lui suggéré que les interactions hydrophobes ou micellaires sont à l'origine de la gélification. Les résultats de ce dernier ont été confirmés par Hirrien (1998) sur des solutions de MC. Les auteurs ont démontré par des mesures de fluorescence et rhéologiques que les interactions hydrophobes sont la cause de la gélification du MC. Ils ont, en effet, obtenu des solutions sans agrégats, concluant ainsi qu'à faible concentration et à basse température, le méthylcellulose est bien dissous dans l'eau. Lorsque la température augmente, quelles que soient les échantillons de méthylcellulose, des interactions hydrophobes apparaissent en raison de la présence de groupes méthyl. Les faibles unités substituées ne participent pas à des zones de jonction mais favorisent leurs liaisons menant à un réseau tridimensionnel. D'autres travaux montrent que cette température de thermogélification (température à laquelle on observe l'apparition d'un gel correspondant à



une séparation de phases) dépend de la concentration, du poids moléculaire et de la structure chimique du polymère [Hirrien (1998), Sarkar (1979)].

D'autres travaux pouvant également nous intéresser, puisqu'en relation avec la présente étude, mettent en évidence ce même comportement physique sur des nanocomposites argile-polymère. En effet, ce phénomène, spécifique jusqu'alors aux polymères, se manifeste également lorsque le polymère est mis en présence de suspensions d'argile pour obtenir des complexes polymères thermogélifiant/suspension d'argile. Chen (2005) ; Wang (2006) ont travaillé sur des systèmes d'argile organique/polybutadiène en appliquant des rampes de température aux échantillons. Une thermogélification a été observée, accompagnée d'un changement de structure des nanocomposites, réversible ou irréversible suivant le taux de cisaillement imposé. Les interactions polymère/polymère et polymère/argile, sensibles à la température, l'orientation induite par le cisaillement et l'agitation thermique sont autant de paramètres en compétition qui gouvernent ce phénomène. Zhu (2007) ont travaillé sur le même type de nanocomposite que les précédents. Ils ont attribué les changements irréversibles de la structure à l'exfoliation de l'argile, tandis que les comportements réversibles seraient dus à l'orientation-désorientation de l'argile exfoliée. Les mêmes modifications des propriétés rhéologiques, à la transition, ont également été rapportées avec d'autres systèmes tels que des dispersions de nanotubes de carbone [Yang (2007)].

## 6.3 Résultats et discussions

### 6.3.1 Mesures en écoulement pour les solutions de CMC

Dans ce travail, l'effet de la température sur le comportement rhéologique des solutions de CMC à différentes concentrations a été étudié pour des températures de 20, 40, 60 et 80°C ( $\pm 0.1^\circ\text{C}$ ) (Figure 6.2). La température est contrôlée par le système de chauffage Peltier du rhéomètre. Dans une première partie, des solutions de CMC [700,000 g/mol] à 0.1, 0.5, 1 et 2% en concentration ont été analysées. Les solutions ont été préparées suivant le protocole décrit précédemment. Afin d'éviter tout effet de mémoire, après la mise en place de l'échantillon dans la géométrie de mesure, il est soumis à un pré-cisaillement de  $100\text{ s}^{-1}$  pendant 2 mn. Avant la mesure, l'échantillon est laissé au repos pendant 2 mn afin d'atteindre un équilibre. Les mesures sont effectuées sous atmosphère saturée en vapeur d'eau afin de minimiser les effets d'évaporation. En utilisant systématiquement cette procédure, des résultats reproductibles ont été obtenus. Dans l'étude expérimentale en grandes déformations, les mesures en écoulement ont été effectuées en appliquant une rampe de montée en contrainte de  $0.033\text{ Pa.s}^{-1}$ .

## CHAPITRE 6

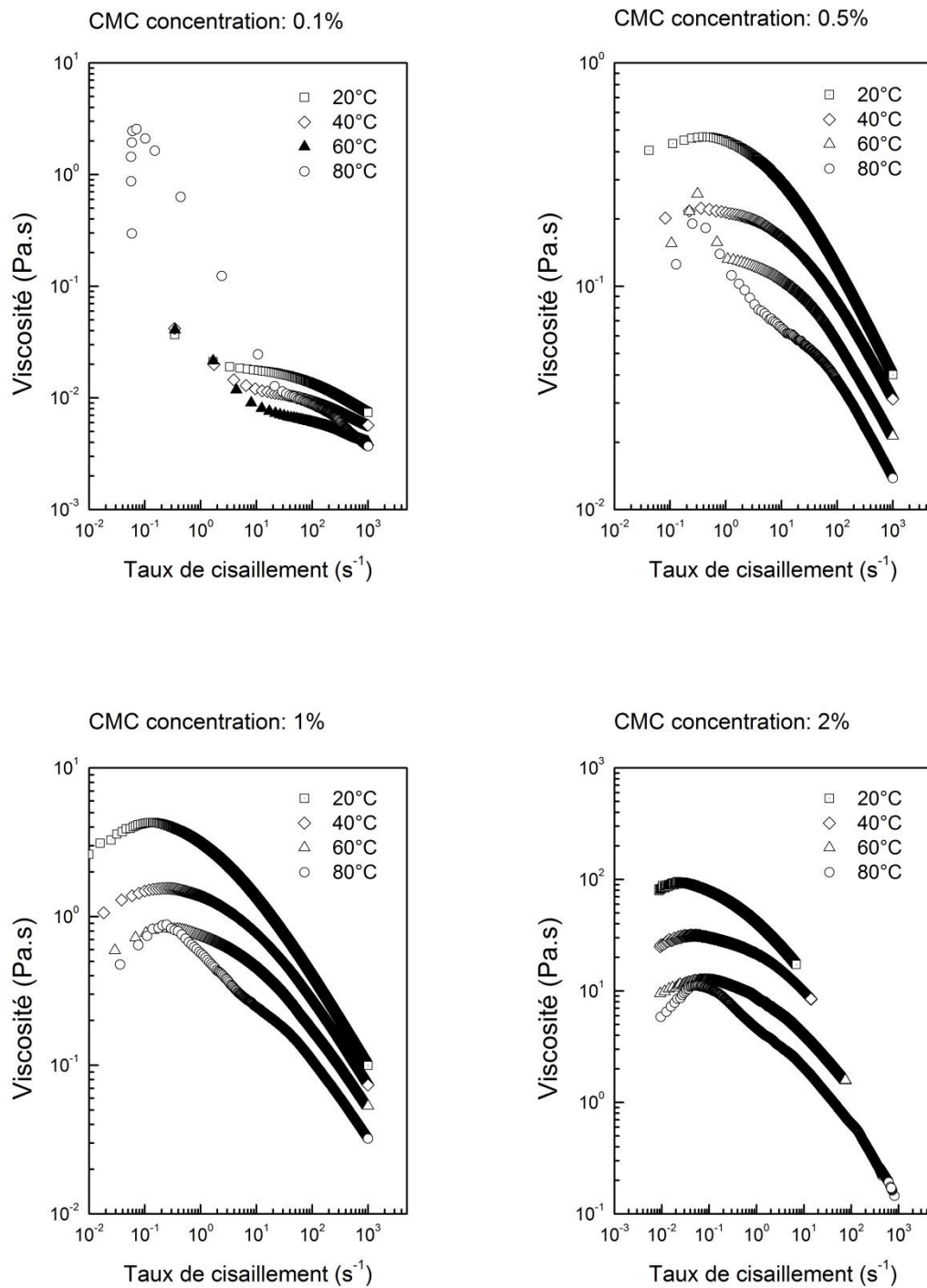


Figure 6.2 Effet de la température sur la viscosité de solutions à différentes concentrations de polymère.

La Figure 6.2 montre les résultats obtenus. Pour les températures inférieures à 60°C, l'allure des courbes de viscosité reste identique, avec une diminution classique de la viscosité lorsque la température augmente (à concentration de polymère et à vitesse de cisaillement données), exception faite pour la courbe tracée à 80°C où un comportement différent est observé à faible taux de cisaillement. Pour toutes les solutions de CMC (toutes les concentrations de CMC), les courbes de viscosité obtenues à 80°C diffèrent des courbes obtenues à des températures plus basses. En effet, pour cette température, la viscosité mesurée dans la gamme des faibles taux de cisaillement est supérieure à certaines viscosités mesurées à des températures plus faibles. C'est le cas de la solution de CMC 0.1% qui présente une courbe de viscosité, à faibles taux de cisaillement et à 80°C, se situant au-dessus de toutes les autres courbes obtenues à des températures inférieures. La solution de CMC 0.5% présente, elle, à 80°C, une courbe de viscosité située au-dessus des deux courbes mesurées à 40°C et 60°C mais en dessous de celle mesurée à 20°C. Ce phénomène traduit fort probablement un changement dans la structure interne de la solution de polymère. On peut raisonnablement avancer l'hypothèse qu'il est la conséquence de la combinaison de plusieurs facteurs extérieurs comme la concentration du polymère, le taux de cisaillement et la température, nonobstant l'intervention d'autres paramètres internes tels les forces de van der Waals et électrostatiques, le pH... qui peuvent agir sur la physicochimie du système.

### 6.3.1.1 Balayage en température

La Figure 6.3 illustre l'évolution de la viscosité en fonction de la température pour des solutions de CMC à 0.1, 0.5, 1, 2%. Afin d'étudier la thermo-dépendance de la viscosité des solutions de CMC, des balayages en température ont été effectués sur les différents échantillons, en appliquant des rampes en température allant de 20°C à 100°C pour un chauffage de 0.5 °C.min<sup>-1</sup> et un taux de cisaillement constant dont la valeur est comprise, suivant la concentration de la solution, entre 0.01 et 1 s<sup>-1</sup>. Les taux de cisaillement appliqués ont été choisis, pour chaque courbe de viscosité, de manière à se placer dans le plateau Newtonien où la viscosité est indépendante du cisaillement imposé.

On observe clairement, pour tous les échantillons analysés, que la viscosité progressivement avec la température jusqu'à une certaine valeur pour laquelle un changement brut de la courbe s'opère. L'exception pour la solution de CMC à 0.1% est à relever, elle sera commentée dans le paragraphe suivant. La température pour laquelle intervient ce changement de pente est comprise entre 70-75°C ; elle augmente légèrement avec l'augmentation de la concentration. Cette température peut dès lors être considérée comme une température critique à laquelle pourrait se produire une modification du comportement polymérique des solutions de CMC, ce qui nous laisse penser que cette température critique pourrait correspondre à la LCST. Des travaux antérieurs menés au sein du laboratoire (IMFS) ont permis de mettre en évidence un comportement similaire pour des solutions de PEO [10<sup>6</sup> g.mol<sup>-1</sup>] et à différentes concentrations massiques (0.5 à 10%) [Bahlouli (2010), Bahlouli (2013)].

## CHAPITRE 6

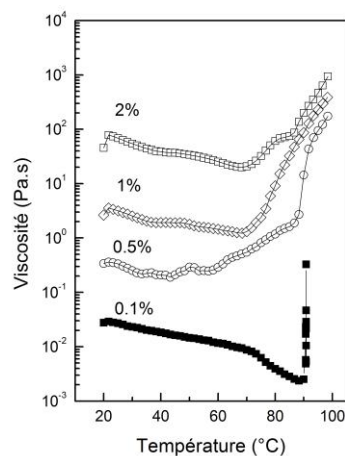


Figure 6.3 Thermo-dépendance de la viscosité des solutions de CMC à différentes concentrations.

Les auteurs ont observé une diminution linéaire de la viscosité avec l'augmentation de la température jusqu'à un certain point au-delà duquel une augmentation drastique de la viscosité est observée. La diminution de la viscosité des polymères avec la température est un phénomène bien connu, généralement expliqué par une diminution des interactions intermoléculaires et/ou intramoléculaires résultant de l'augmentation de l'agitation thermique des molécules [Bahlouli (2010)]. L'augmentation de la viscosité des solutions, dans la gamme des faibles taux de cisaillement, au-delà de la LCST pourrait être engendrée par une modification thermique de l'organisation des chaînes polymériques. En effet, la majeure partie des dérivés de la cellulose, pour ne citer que le MC et le HPMC, sont solubles dans l'eau (hydrophile) à basse température. Le chauffage des échantillons donne probablement naissance à des interactions hydrophobes entre les chaînes macromoléculaires. Il en résulte une modification de la structure interne des macromolécules autour de la température critique qui se traduit par une séparation de phases dans la solution et l'apparition d'une phase plus riche en polymères très enchevêtrés, ce qui engendre le comportement observé.

Dans le cas de polymères possédant un comportement de type LCST, ce sont les liaisons hydrogène qui promeuvent la solubilité du polymère en solution aqueuse. Ces liaisons hydrogène sont la force motrice de la solubilité du polymère dans l'eau. En dessous de la température de transition de phase, ce sont les interactions polymère-solvant, basées sur la formation de liaisons hydrogène, qui prédominent : le polymère est soluble dans l'eau. Au-delà de la température de transition de phase, il y a un affaiblissement des liaisons hydrogène, qui entraîne une déshydratation des chaînes de polymère et facilite les interactions attractives hydrophobes polymère-polymère au détriment des interactions polymère-solvant.

## EFFET DE LA TEMPERATURE SUR LES COMPLEXES ARGILE-POLYMERE



Figure 6.4 Représentation schématique de la transition de phase

Les chaînes de polymère deviennent alors hydrophobes et insolubles dans l'eau. Elles expulsent l'eau et se replient sur elles-mêmes afin de présenter une surface minimale à l'eau (Figure 6.4). A partir de l'analyse faite sur la Figure 6.2, il était prévisible que le cisaillement avait un effet sur le comportement thermogélifié des solutions de CMC. L'augmentation de la température engendre une diminution de la viscosité, comme expliqué précédemment, mais le régime Newtonien (faibles taux de cisaillement) reste essentiellement inchangé. Pour la courbe à 80°C, le comportement change radicalement. Un rhéoépaississement assez important apparaît dans la gamme des faibles taux de cisaillement mais, quand une vitesse de cisaillement suffisamment importante est atteinte, les macromolécules se désenchevêtrent et s'alignent dans le sens de l'écoulement et la viscosité diminue fortement. Pour mettre en évidence l'effet du cisaillement sur la thermodépendance du polymère, nous avons étudié l'évolution de la viscosité lors d'un chauffage pour différentes valeurs de la vitesse de cisaillement. Sur la Figure 6.5, les courbes de viscosité, lors d'un balayage en température, sont tracées pour différents taux de cisaillement appliqués. L'étude a été effectuée sur une solution à 2% de concentration en CMC.

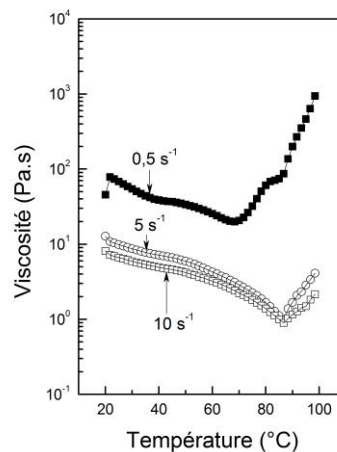


Figure 6.5 Effet du cisaillement appliqué sur une solution de CMC 2%, lors d'un balayage en température.

## CHAPITRE 6

On constate qu'avec un taux de cisaillement croissant, le point de transition se déplace vers des températures plus élevées. Il a été observé aussi, qu'à de faibles taux de cisaillement ( $0.5 \text{ s}^{-1}$ ), il y a une forte augmentation de la viscosité lorsque la température de gélification est atteinte. Toutefois, pour des taux de cisaillement plus élevés (5 et  $10 \text{ s}^{-1}$ ), correspondant à des taux de cisaillement en régime non-Newtonien, la viscosité diminue brusquement (le changement de pente est à remarquer) aux alentours de la température à laquelle se produit la gélification lorsque le taux de cisaillement appliqué correspond au plateau Newtonien ( $0.5 \text{ s}^{-1}$ ). Les deux courbes de viscosité atteignent un minimum à une température plus élevée que précédemment puis augmentent de nouveau de manière spectaculaire. Ce comportement pourrait s'expliquer par le fait que, la température augmentant, les chaînes polymériques deviennent plus hydrophobes et ont alors tendance à former des agrégats. L'application d'une vitesse de cisaillement élevée perturbe le réseau d'agrégats ainsi formé et empêche la formation de gel. Les taux cisaillement élevés détruisent les liens entre les macromolécules, ce qui se traduit par une diminution de viscosité à partir de valeurs de températures très faibles, inférieures à  $25^\circ\text{C}$ . A notre connaissance, ce phénomène n'as pas été observé auparavant, sauf dans le cas de solutions de HPMC [travaux de Silva (2008)].

Après analyse de tous nos résultats, sans prétendre proposer un nouveau mécanisme de thermogélification, il nous apparaît important d'apporter un éclairage sur les mécanismes macrophysiques en relation avec les modifications de microstructure induites par le cisaillement et la température dans le cas des solutions de Carboxyméthyl cellulose. La Figure 6.6 propose une schématisation de ce processus qui tient compte de la concentration, la température et le niveau de cisaillement imposé (plateau Newtonien et régime non-Newtonien).

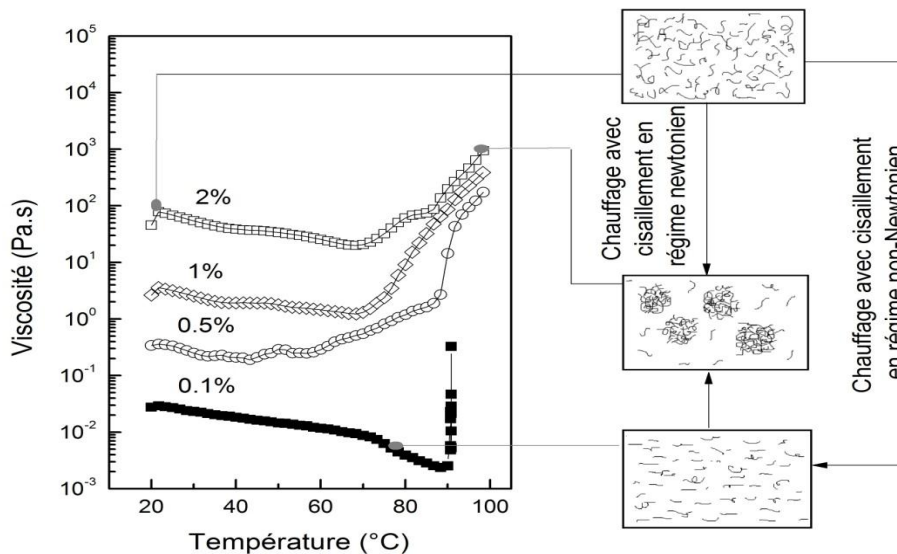


Figure 6.6 Schéma lié au comportement rhéologique et à l'évolution de la structure des solutions de CMC soumises à des rampes de température.

Nous avons montré, par le biais de nos mesures expérimentales, l'effet de la température sur le comportement rhéologique des solutions de CMC. Les interactions hydrophobes sont à l'origine de la gélification du CMC. Ainsi, à basse température, le polymère est dissous dans l'eau en état de solution. L'augmentation de la température fait apparaître des interactions hydrophobes, quel que soit l'échantillon de CMC étudié, ce qui engendre une augmentation significative de la viscosité.

### 6.3.1.2 Turbidité

Comme nous l'avons démontré jusqu'à présent, dans l'étude de polymères solubles en milieu aqueux, la température est un paramètre très important. Lorsqu'une solution de polymère présente une séparation de phase suite à une variation de température, cela signifie que le polymère subit une transition de phase, dans la plupart des cas, réversible, d'un état hydrophile à un état hydrophobe. Le polymère devient alors insoluble dans la gamme des températures élevées. Ce phénomène est généralement marqué par une augmentation de la turbidité de la solution suivie de l'apparition d'un précipité macroscopique : la température de transition de phase est désignée par un point de trouble. Or, dans notre cas précis, il faut souligner que contrairement à d'autres travaux sur des polymères différents, nous n'observons aucunement ce phénomène caractérisé par une opacité de la solution. En effet, en chauffant les solutions en statique, c'est-à-dire sans cisaillement appliqué, à des températures supérieures à la température critique (jusqu'à 100°C), nous n'observons pas cette turbidité. Ce point mériterait d'être confirmé et approfondi par d'autres campagnes de mesures, à mener, éventuellement, dans le cadre d'une autre thèse, dans la continuité des travaux menés ici.

### 6.3.2 Mesures en écoulement pour des mélanges bentonite/CMC

Dans cette partie, l'effet de la température sur le comportement rhéologique des systèmes bentonite/CMC a été étudié pour des températures allant de 20 à 60°C  $\pm 0.1^\circ\text{C}$ . Des mesures rhéologiques ont été effectuées sur des mélanges bentonite/CMC 5%/0.1, 0.5, 1 et 2% en appliquant des balayages en température. Les dispersions ont été préparées suivant le protocole décrit précédemment. La Figure 6.7 représente les courbes de viscosité à différentes températures (20, 40, 60°C) pour deux mélanges (bentonite/CMC 5%/0.5 et 2%). On observe que pour les températures inférieures à 40°C, l'allure des courbes de viscosité reste identique, avec la viscosité qui diminue lorsque la température augmente. Par contre, à 60°C, les viscosités mesurées à faibles taux de cisaillement sont supérieures à celles mesurées à des températures plus faibles.

## CHAPITRE 6

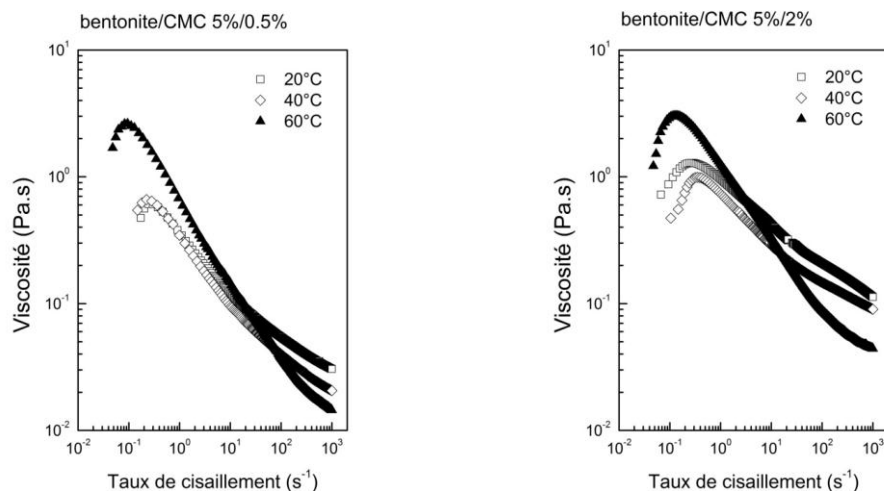


Figure 6.7 Effet de la température sur la viscosité de différentes concentrations de complexes argile-polymère.

Ces observations ont été faites pour tous les échantillons étudiés. Cette augmentation de la viscosité à 60°C, aux faibles taux de cisaillement, laisse prévoir la présence d'une LCST aux alentours de cette température. Ce comportement est évidemment à rapprocher de celui obtenu avec les solutions de CMC.

Les hypothèses suivantes sont à considérer pour interpréter ces phénomènes :

- D'une part, le comportement du mélange est gouverné par celui du polymère et ce, quelle que soit la température. En effet, le comportement en fonction de la température des mélanges bentonite/CMC est calqué sur des solutions de CMC.
- D'autre part, dans le cas des mélanges étudiés, la thermo-gélification apparaît à une température plus basse que celle pour laquelle elle apparaît pour les solutions de CMC. En présence de particules argileuses, les interactions polymère-polymère et polymère-solvant sont refondées et l'action de la température sur la nature de ces interactions est modifiée. On peut ainsi considérer que l'argile modifie la thermodynamique des fluides et intervient comme « accélérateur » de séparation de phase en diminuant la LCST.

### 6.3.3 Balayage en température

L'étude de la thermo-gélification des systèmes argile-polymère est présentée dans ce paragraphe. Les mesures sont effectuées en appliquant, comme précédemment, des rampes de température allant de 20 à 100°C  $\pm 0.1^\circ\text{C}$ . Les courbes de viscosité ont été tracées sur la Figure 6.8a pour les mélanges bentonite/CMC 5%/0.1, 1 et 2%. Des taux de cisaillement de



## EFFET DE LA TEMPERATURE SUR LES COMPLEXES ARGILE-POLYMERE

2, 1,  $0.5 \text{ s}^{-1}$ , respectivement, ont été appliqués pour les différents échantillons. Ces valeurs ont été choisies pour s'assurer de rester dans la partie Newtonienne des courbes de viscosité. Il faut souligner que le plateau Newtonien est assez difficile à distinguer en raison du comportement rhéoépaississant qui apparaît très vite, pour tous les échantillons étudiés, dans la zone des faibles taux de cisaillement.

Une augmentation importante de la viscosité est observée au-delà d'une température égale à  $60^\circ\text{C}$  correspondant, dans le cas des mélanges, à la LCST, comme cela a été rapporté dans le paragraphe précédent. Cependant, contrairement aux observations faites sur les solutions de CMC, pour les basses températures ( $T < \text{LCST}$ ), la viscosité reste constante ou même, a tendance à augmenter (mélange bentonite/CMC 5%/0.1%). Rappelons (revoir la Figure 6.3) que dans le cas des solutions de polymère, à  $T < \text{LCST}$ , une diminution continue de viscosité est a été observée. Une explication possible pourrait être la valeur des taux de cisaillement appliqués.

Pour les solutions de CMC, les plateaux de viscosité Newtonienne étaient clairement identifiés et les taux de cisaillement choisis étaient situés dans cette zone. Par contre, dans le cas des mélanges, l'absence de plateau de viscosité rend plus délicat le choix du taux de cisaillement à imposer et le risque d'appliquer un taux de cisaillement correspondant à la phase de rhéoépaississement n'est pas à exclure, ce qui expliquerait l'augmentation de viscosité observée.

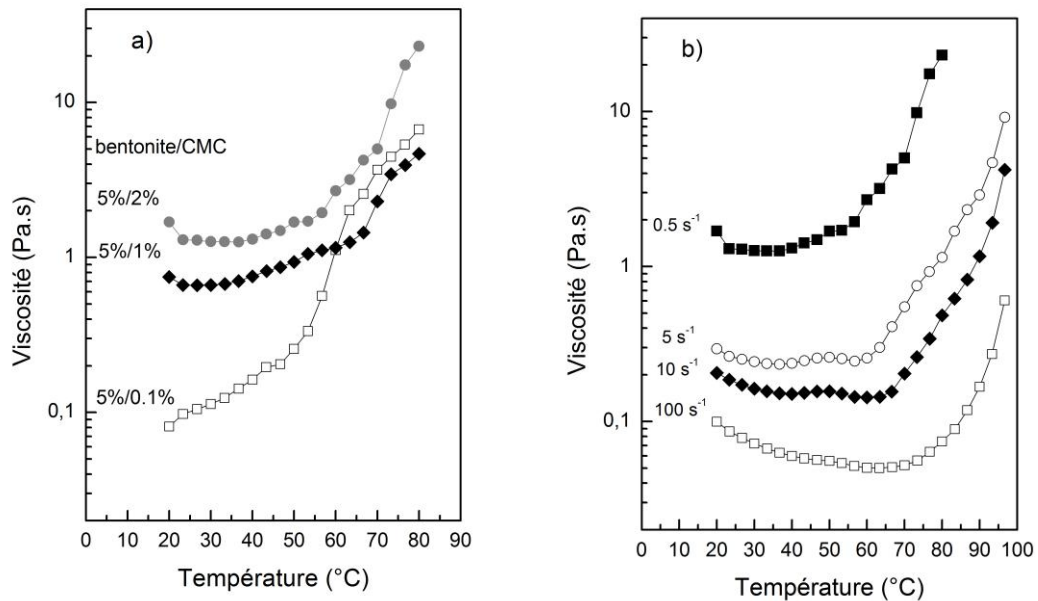


Figure 6.8 a) Balayage en température sur différents mélanges bentonite/CMC. b) Effet du cisaillement appliqué sur une solution de bentonite/CMC 5%/2%, lors d'un balayage en température.

## CHAPITRE 6

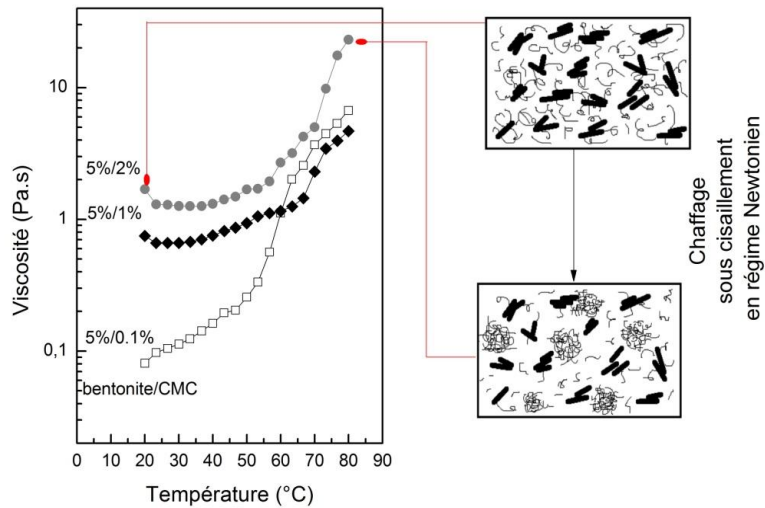


Figure 6.9 Schéma lié au comportement rhéologique et à l'évolution de la structure des mélanges bentonite/CMC soumis à des balayages en température.

En augmentant le cisaillement appliqué, i.e. en se mettant au-delà de la zone épaississante nous retrouvons des courbes de viscosité caractéristiques des fluides thermogélifiants. En effet, la Figure 6.8b illustre une rampe de température, pour un mélange bentonite/CMC 5%/2% et ce pour différents taux de cisaillement appliqués. Nous avons montré dans cette partie à travers des mesures expérimentales, le contrôle du polymère sur la thermodépendance des suspensions de bentonite. En effet, le comportement du mélange à différentes températures est gouverné par celui du polymère. La Figure 6.9 propose une schématisation de ce processus lié aux mélanges bentonite/polymère.

## 6.4 L'effet de la température sur le comportement en écoulement

Le problème du transfert de chaleur en conduite cylindrique pour des fluides Newtoniens et non-Newtoniens a fait l'objet de nombreux travaux. L'objectif de ces travaux est généralement axé sur l'étude et la caractérisation du transfert thermique dans le cas de l'écoulement, en canalisation, de fluides non-Newtoniens et incluant un effet de thermo-dépendance (le comportement rhéologique varie avec la température). Ces fluides correspondent dans la pratique à une grande classe de matériaux utilisés dans différents secteurs de l'industrie. Dans ce qui suit, nous citons très brièvement quelques travaux sur le sujet. Nouar (1994) ont étudié la convection thermique pour un fluide de Herschel-Bulkley par voie théorique et par voie expérimentale à partir des mesures de vitesse et de températures de paroi. L'incidence du champ thermique sur la structure de l'écoulement a été mise en évidence à partir des mesures de vitesse, en situation isotherme et en situation de chauffage. Elle est caractérisée par une augmentation du gradient pariétal de vitesse et de la dimension de la zone plastique. Peixinho *et al.* (2008) ont analysé le transfert de chaleur d'un fluide non-Newtonien (une solution aqueuse de Carbopol 0.2%) en conduite. Ils se sont focalisés sur le transfert thermique à la transition du régime laminaire au turbulent. Les nombres de Reynolds critiques pour la transition sont les mêmes en situation de chauffage et en isotherme. Ils ont en conclu que le transfert de chaleur est régi par la dynamique de l'écoulement. Ces auteurs ont envisagé le cas d'un apport de chaleur au fluide. Dans le cas d'un refroidissement, Javaherdeh (1999) ont présenté des résultats expérimentaux et numériques concernant le transfert thermique pour des fluides de Herschel-Bulkley thermo-dépendants. Les auteurs ont rapporté que la thermo-dépendance ne modifie que légèrement le champ des températures ; par contre, une déformation conséquente du champ dynamique a été observée, résultant d'une augmentation de la viscosité à proximité de la paroi froide.

### 6.4.1 Comportement non-Newtonien des fluides

Sur la Figure 6.10 est présentée l'évolution des contraintes pariétales en fonction du pseudo-cisaillement pour deux mélanges bentonite/CMC 5%/0.1 et 0.5%. Les contraintes ont été mesurées, pour chacune des dispersions, à deux températures différentes. En ce qui concerne le système bentonite/CMC 5%/0.1%, l'évolution des contraintes pour les deux températures (25 et 50°C) semble identique. La température n'a apparemment pas d'effet sur l'allure des courbes. Les deux courbes sont superposées, avec l'apparition, dans la gamme des taux de cisaillement examinée, des deux régimes d'écoulement déjà discutés dans les chapitres précédents. L'effet de la température sur l'évolution des contraintes pariétales est bien apparent pour le mélange bentonite/CMC 5%/0.5%.

## CHAPITRE 6

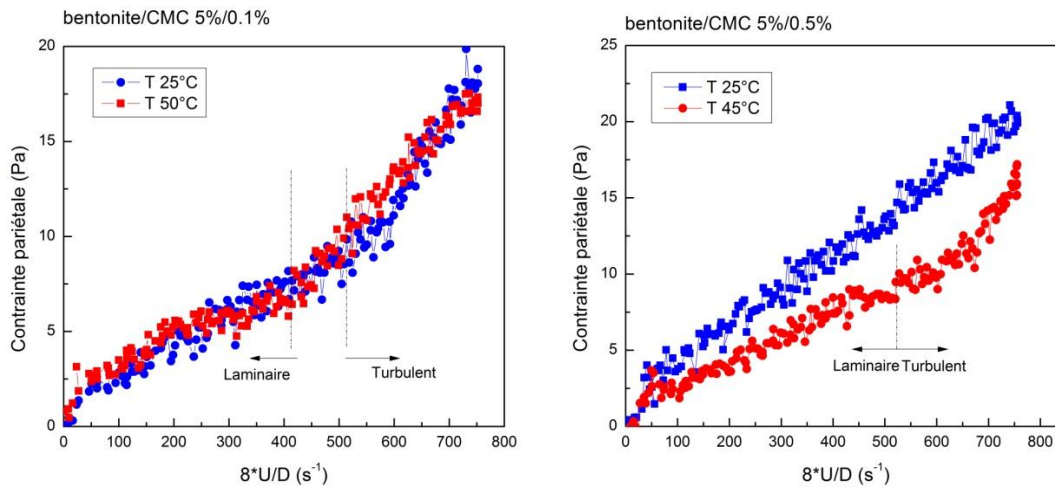


Figure 6.10 Contrainte à la paroi en fonction du pseudo-cisaillement pour deux systèmes bentonite/CMC 5%/0.1 et 0.5%, âgés de plus d'une quinzaine de jours.

En effet, à une température de 25°C, l'écoulement du mélange reste en régime laminaire dans la gamme des vitesses mesurées. Lorsque la température est portée à 45°C, on observe une transition dans le régime d'écoulement. Les deux régimes d'écoulement, laminaire et turbulent, sont clairement identifiés dans la même plage de vitesses. On observe également une diminution des contraintes pariétales avec l'augmentation de la température, autrement dit, une diminution de viscosité. Il est important de noter que les suspensions ont subi un vieillissement plus ou moins important. Cet essai a été effectué pour des suspensions âgées d'une quinzaine de jours. La comparaison des contraintes mesurées dans ce paragraphe avec celles présentées au chapitre précédent (cf. 5.4.1 -Figure 6.5-) (suspensions âgées d'une dizaine de jours) montrerait que les résultats expérimentaux sont assez éloignés. Cette différence pourrait s'expliquer par la dégradation mécanique et thermique subie par le polymère.

### 6.4.2 Coefficient de frottement

La Figure 6.11 présente l'étude des coefficients de frottement pour un système bentonite/CMC 5%/0.1 et 0.5% à différentes températures. Pour ce qui est du mélange bentonite/CMC 5%/0.5% à température ambiante, il a été observé que pour une vitesse débitante de  $2 \text{ m.s}^{-1}$ , l'écoulement est toujours en régime laminaire. En augmentant la température à 45°C, nous observons une transition de l'écoulement vers le régime turbulent. Ce qui confirme les résultats déjà observés (Figure 6.10). Pour une même vitesse d'écoulement, la viscosité du fluide diminue avec la température et le nombre de Reynolds augmente. D'où l'apparition du régime turbulent.

## EFFET DE LA TEMPERATURE SUR LES COMPLEXES ARGILE-POLYMERE

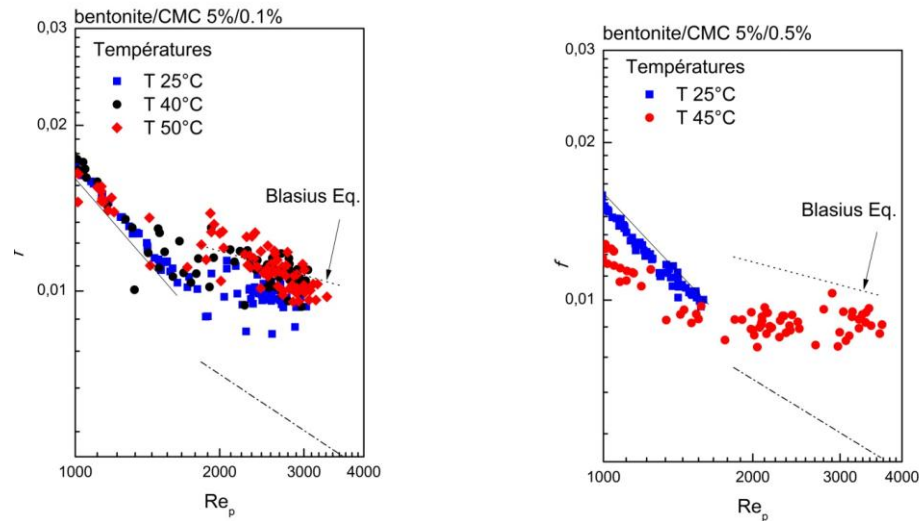


Figure 6.11 Evolution des coefficients de frottement en fonction du nombre de Reynolds à différentes températures. A gauche : bentonite/CMC 5%/0.1%, à droite : bentonite/CMC 5%/0.5%

Dans le régime turbulent, on observe un décalage entre les points expérimentaux et la prédiction de la loi de Blasius, ce qui traduit un effet de réduction de frottement (DR) dû à la présence du polymère.

En ce qui concerne le mélange à faible concentration de polymère (bentonite/CMC 5%/0.1%), seule la courbe correspondant à la température de 25°C présente une réduction de frottement. Même si elle n'est pas aussi marquée que pour le système bentonite/CMC 5%/0.5%, elle est néanmoins assez bien identifiée par le décalage qu'elle présente par rapport à la droite de Blasius. Pour les températures élevées (40 et 50°C),  $f$  suit la ligne de Blasius sans réduction de frottement. La température peut influencer considérablement la réduction de frottement induite par la présence du polymère. Une revue de la littérature a montré que le taux de réduction de la traînée augmente avec la température mais au-delà d'un certain nombre de Reynolds, cette réduction disparaît pour laisser place à un écoulement purement Newtonien [Nguyen (1986), Taeho (1996), Hadri (2006), Indartono *et al.* (2005)]. Ce comportement est dû à une chute progressive de l'action du polymère sur l'écoulement à partir d'une température critique dépendant des conditions expérimentales. Il n'est évidemment pas question d'imputer la diminution de la DR à la seule augmentation de température. Il est plus plausible qu'elle soit le résultat d'une combinaison de plusieurs facteurs :

- i. Rappelons que l'origine de la DR comme cela a été discuté par Lumley [Lumley (1969) ; Lumley (1973)] est l'augmentation de la viscosité élongationnelle. Ceci a pour conséquence une augmentation de l'épaisseur de la sous-couche visqueuse, amortissant ainsi les tourbillons et les fluctuations turbulentes et réduisant le gradient de vitesse et la contrainte à la paroi, ce qui engendre une réduction de

## CHAPITRE 6

frottement. L'augmentation de la température du fluide se traduit par une diminution de sa viscosité ainsi que la viscosité élongationnelle et, par conséquent, une augmentation des fluctuations et des tourbillons, ce qui engendre une augmentation des frottements.

- ii. Une autre conséquence de la diminution de la viscosité est la diminution du caractère non-Newtonien du fluide, particulièrement pour les fluides avec un indice d'écoulement proche de l'unité. C'est le cas du mélange bentonite/CMC 5%/0.1% pour lequel initialement à 25°C, son indice d'écoulement est de 0.82. Or, le fait d'augmenter la température le fluide perd de ces caractéristiques non-Newtoniennes en tendant à avoir une viscosité d'équilibre constante (à forts taux de cisaillement) et son comportement se rapproche de celui d'un fluide Newtonien sans DR.
- iii. La thermosensibilité du polymère n'est pas à exclure, comme discuté précédemment. Le polymère développe une hydrophobie à température élevée. Par contre, les essais rhéologiques ont montré qu'un balayage en température sous cisaillement, relativement élevé, montre une diminution importante de la viscosité aux alentours de la LCST (figure 13.b).
- iv. Comme nous l'avons rapporté précédemment, dans un écoulement turbulent, les macromolécules des polymères sont exposées à des déformations élongationnelles élevées ainsi qu'à des taux de cisaillement élevés, ce qui, dans certains cas, conduit à une scission des chaînes de polymères au cours du temps et engendre une diminution de la DR. Or la présence d'un champ thermique peut accentuer cette dégradation.

Ce dernier mécanisme est généralement observé à partir d'un taux de cisaillement critique, correspondant à un nombre de Reynolds critique en écoulement. Les taux de cisaillement sont tellement élevés que les chaînes polymériques sont tout simplement cisailées. Dans le cas des polymères, ce phénomène, s'il se produit, est irréversible. La diminution de la viscosité peut être responsable de la baisse de la réduction de frottement à des températures relativement basses.

### 6.4.3 Profils de vitesse

#### 6.4.3.1 Régime laminaire

En régime laminaire, les profils de vitesse des deux dispersions bentonite/CMC 5%/0.1 et 0.5% sont présentés dans la figure 6.12. Les profils de vitesse sont mesurés à des paliers de température différents (25-50°C pour le mélange bentonite/polymère 5%/0.1% et 25-45°C pour le mélange bentonite/polymère 5%/0.5%). Les variations des profils de vitesse dues à l'effet de température sont très faibles pour pouvoir en tirer des conclusions.

## EFFET DE LA TEMPERATURE SUR LES COMPLEXES ARGILE-POLYMERE

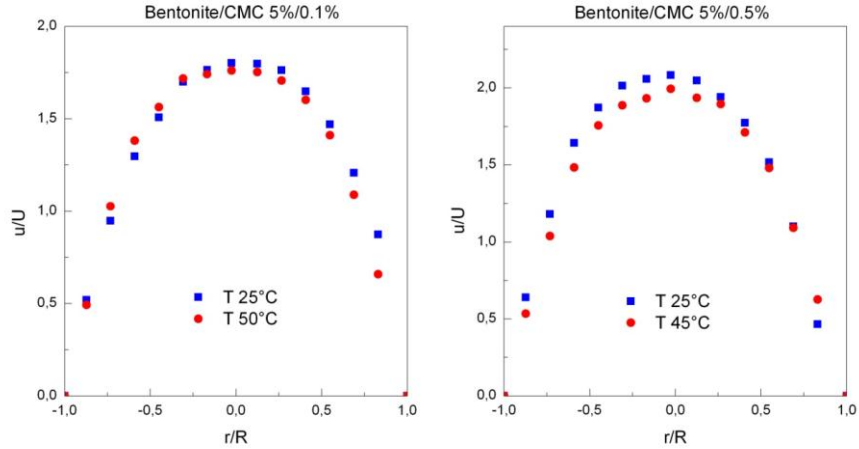


Figure 6.12 Profils de vitesse en régime laminaire pour deux dispersions bentonite/polymère 5%/0.1 et 0.5% à différents paliers de température.

Nous pouvons croire qu'un léger aplatissement des profils de vitesse apparaît au centre de l'écoulement. Dans ce cas, la conservation de débit exigerait d'avoir une augmentation des taux de cisaillement aux parois, ce qui ne correspond pas à l'allure des courbes observées.

### 6.4.3.2 Régime transitoire

L'évolution des profils de vitesse pour un accroissement du nombre de Reynolds est présentée sur la Figure 6.13 pour les deux dispersions bentonite/CMC 5%/0.1 et 0.5%. Les différents profils sont mesurés pour deux paliers de température, respectivement,  $T=50^{\circ}\text{C}$  et  $T=45^{\circ}$ , à différents nombres de Reynolds.

Les profils de vitesse sont représentatifs des différents régimes d'écoulement (laminaire, transitoire et turbulent). Le fait le plus marquant de ces mesures est l'absence de l'asymétrie, précédemment observée en régime transitoire pour la dispersion à faible concentration (bentonite/CMC 5%/0.1%, à température de laboratoire). En effet, dans le chapitre précédent, il a été observé lors des mesures effectuées à température ambiante ( $25^{\circ}\text{C}$ ) que la dispersion de bentonite/CMC 5%/0.1% présentait des profils asymétriques à la transition au régime turbulent, alors que les profils de vitesse en régime laminaire et turbulent étaient symétriques. Ce qui confirme l'hypothèse précédemment émise, c'est à dire que le caractère non-Newtonien de la dispersion est atténué lorsque la dispersion atteint un état d'équilibre. Ce dernier est caractérisé par une viscosité "finale" d'équilibre (plus précisément, sa variation est trop faible pour être représentative). Cela est, d'un point de vue physique, tout à fait acceptable puisqu'il serait inenvisageable d'émettre l'hypothèse d'une diminution infinie du caractère rhéofluidifiant et donc, de la viscosité.

## CHAPITRE 6

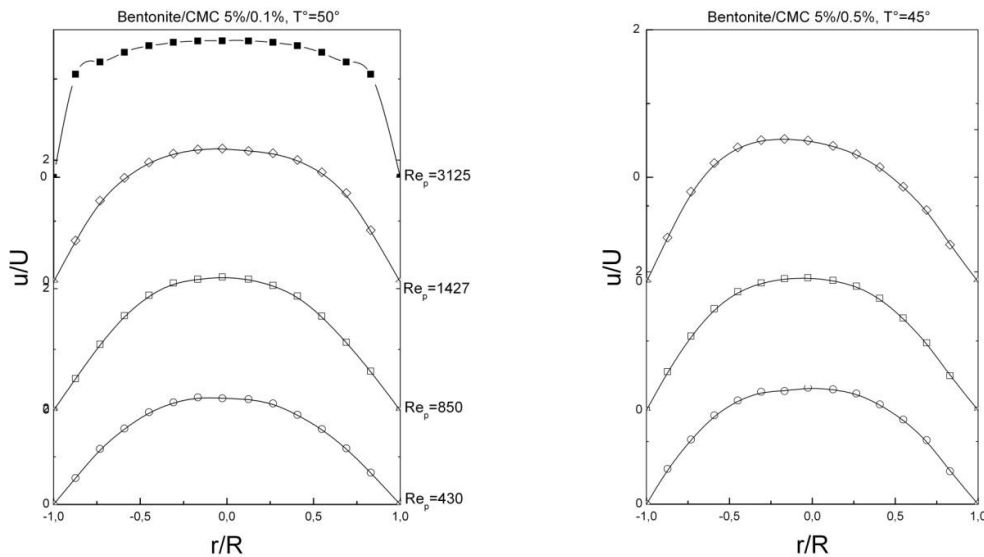


Figure 6.13 Evolution des profils de vitesse pour deux dispersions de bentonite/CMC 5%/0.1 et 0.5%, respectivement à  $50^\circ$  et  $45^\circ$  C.

Inversement, l'absence d'asymétrie, conséquence de l'atténuation du caractère non-Newtonien de la dispersion, lui-même résultat de l'augmentation de la température et aux taux de cisaillement élevés auxquels elle est soumise, montre que ce phénomène est directement lié au caractère non-Newtonien du fluide.

### 6.4.3.3 Régime turbulent

L'influence de la température sur les profils de vitesse en coordonnées de paroi est présentée sur la Figure 6.14. On illustre trois profils de vitesse d'un mélange bentonite/CMC 5%/0.1%, en coordonnées de paroi, pour différentes températures à un nombre de Reynolds avoisinant 3000. Le profil de vitesse mesuré à  $25^\circ$  C est le plus proche de la droite de Virk, montrant donc une réduction de frottement significative. En augmentant la température, le profil s'éloigne de la droite de Virk et se rapproche de celle d'un fluide Newtonien, indiquant une diminution du mécanisme de réduction de frottement. La Figure 6.15 présente les profils de vitesse moyenne adimensionnée, pour les mêmes températures ( $25, 40$  et  $50^\circ$  C). Pour les différentes températures analysées, l'allure du profil de vitesse au centre de l'écoulement reste la même, mais a tendance à changer en se déplaçant vers la paroi. Près de cette dernière, l'augmentation de la température accentue le gradient de vitesse.



EFFET DE LA TEMPERATURE SUR LES COMPLEXES ARGILE-POLYMERES

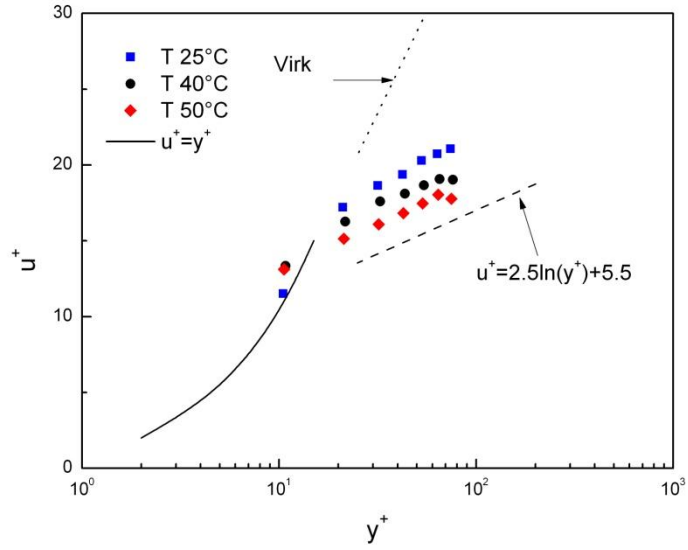


Figure 6.14 Profils de vitesse en coordonnées de paroi pour une suspension bentonite/CMC 5%/0.1% à différents paliers de température (25°, 40°, 50°C)

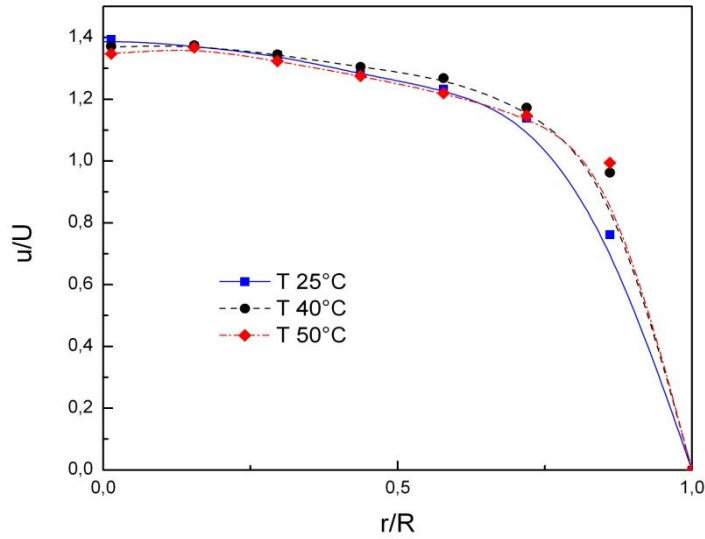


Figure 6.15 Profils de vitesse moyens de paroi pour une suspension bentonite/CMC 5%/0.1% à différents paliers de température (25°, 40°, 50°C)

### 6.5 Conclusion

Nous avons exploré dans ce chapitre l'influence de la température sur le comportement rhéologique des solutions de polymère puis des mélanges argile/polymère. Différentes mesures ont été réalisées à différentes températures.

Dans une première partie, une campagne de mesures rhéologiques a été menée sur des solutions de CMC à différentes concentrations et des mélanges bentonite/CMC. Les mesures en écoulement à différents paliers de températures ainsi que les balayages en température ont mis en évidence le caractère thermodépendant des dispersions. Ce caractère se traduit par une diminution classique de la viscosité à mesure que la température augmente jusqu'à atteindre une température critique à partir de laquelle une augmentation importante de la viscosité est observée. Ce qui nous a permis de conclure que le CMC est un polymère thermogélifiant. Par conséquent, ce polymère a un contrôle sur la thermodépendance des suspensions de bentonite.

Dans une seconde partie des mesures en écoulement dans une conduite cylindrique ont été effectuées sur des mélanges bentonite/CMC. Là aussi le caractère thermodépendant des dispersions a été observé. Il s'est traduit, notamment, par une diminution de la viscosité des dispersions en régime laminaire mais également par l'absence de réduction de frottement au-dessus d'une certaine température critique.

## 6.6 Références

- Bahlouli, I. M., Bekkour, K., Benchabane, A., Nemdili, A. (2010). Effet de la température sur la rhéologie de solutions de PolyEthylène Oxyde. 45 ème Colloque du GFR. Lyon.
- Bahlouli, I. M., Bekkour, K., Benchabane, A., Hemar, Y., Nemdili, A. (2013). The effect of temperature on the rheological behaviour of polyethylene oxide (PEO) solutions. *Appl. Rheol.*: 13435.
- Bodvik, R., Dedinaite, A., Karlson, L., Bergström, M., Bäverbäck, P., Pedersen, J., Edwards, K., Karlsson, G., Varga, I., Claesson, P., (2010). Aggregation and network formation of aqueous methylcellulose and hydroxypropylmethylcellulose solutions. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 354(1-3): 162-171.
- Chen, T., Zhu, J., Li, B., Guo, S., Yuan, Z., Sun, P., Ding, D., Shi, A., (2005). Exfoliation of Organo-Clay in Telechelic Liquid Polybutadiene Rubber. *Macromolecules* 38(9): 4030-4033.
- Chevillard, C., Axelos, M.A.V., (1997). Phase separation of aqueous solution of methylcellulose. *Colloid & Polymer Science* 275(6): 537-545.
- Clasen, C., Kulicke, W.M., (2001). Determination of viscoelastic and rheo-optical material functions of water-soluble cellulose derivatives. *Progress in Polymer Science (Oxford)* 26(9): 1839-1919.
- Desbrières, J., Hirrien, M., Rinaudo, M., (1998). A calorimetric study of methylcellulose gelation. *Carbohydrate Polymers* 37(2): 145-152.
- Desbrières, J., Hirrien, M., Ross-Murphy, S.B., (2000). Thermogelation of methylcellulose: rheological considerations. *Polymer* 41(7): 2451-2461.
- Ford, J. L. (1999). Thermal analysis of hydroxypropylmethylcellulose and methylcellulose: Powders, gels and matrix tablets. *International Journal of Pharmaceutics* 179(2): 209-228.
- Guenet, J. M. (1992). Thermoreversible gelation of polymers and biopolymers. L. A. Press.
- Hadri, F. (2006). Contribution à l'étude de la réduction de la traînée en écoulement turbulent d'une solution de CTAC. Ph. D., Université de CAEN/Basse-Normandie.
- Haque, A., Morris, E.R. (1993). Thermogelation of methylcellulose. I. Molecular structures and processes. *Carbohydrate Polymers* 22(161-173).

## CHAPITRE 6

- Hirrien, M., Chevillard, C., Desbrières, J., Axelos, M.A.V., Rinaudo, M. (1998). Thermogelation of methylcelluloses: New evidence for understanding the gelation mechanism. *Polymer* 39(25): 6251-6259
- Indartono, Y. S., H. Usui, H. Suzuki et Y. Komoda (2005). Temperature and diameter effect on hydrodynamic characteristic of surfactant drag-reducing flows. *Korea-Australia Rheology Journal* 17(4): 157-164.
- Itagaki, H., Tokai, M., Kondo, T. (1997). *Polymer* 38: 4201-4205.
- Javaherdeh, K., Devienne, R. (1999). Transfert thermique pour l'écoulement en canalisation cylindrique de fluides à seuil: cas du refroidissement à coefficient d'échange constant. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 42: 3861-3871.
- Li, L., Aoki, Y. (1998). Rheological images of poly(vinyl chloride) gels. I. The dependence of sol-gel transition on concentration. *Macromolecules* 30: 7835-7841.
- Lumley, J. L. (1969). Drag reduction by additives. *Annu. Rev. Fluid Mech.* 1: 367-387.
- Lumley, J. L. (1973). Drag reduction in turbulent flow by polymer additives. *Journal of Polymer Science: Macromolecular Reviews* 7(1): 263-290.
- Nguyen, T. Q., Kausch, H.H. (1986). Degradation of a polymer solution in transient elongational flow: effect of temperature *Colloid & Polymer Science* 264: 764-772.
- Nouar, C., Devienne, R., Lebouché, M. (1994). Convection thermique pour un fluide de Herschel—Bulkley dans la région d'entrée d'une conduite. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 37(1): 1-12.
- Peixinho, J., C. Desaubry et M. Lebouche (2008). Heat transfer of a non-Newtonian fluid (Carbopol aqueous solution) in transitional pipe flow. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 51: 198–209.
- Rees, D. A. (1975). Polysaccharide gels. A molecular view. *Chem. Ind. (London)* 19: 630–636.
- Sarkar, N. (1979). Thermal gelation properties of methyl and hydroxypropyl methylcellulose. *Journal of Applied Polymer Science* 24(4): 1073-1087.

## EFFET DE LA TEMPERATURE SUR LES COMPLEXES ARGILE-POLYMERE

- Savage, A. B., Young, A.E., Maasberg, A.T. (1963). in *Cellulose and Cellulose Derivatives, Part II*. Interscience. E. Ott, Spurlin, H.M., and Grafflin, M.W., . New York.
- Silva, S. M. C., Pinto, F.V., Antunes, F.E., Miguel, M.G., Sousa, J.J.S., Pais, A.A.C.C. (2008). Aggregation and gelation in hydroxypropylmethyl cellulose aqueous solutions. *Journal of Colloid and Interface Science* 327(2): 333-340.
- Taeho, R., Jongseong, P., Chongyoun, K., Hyung-Kee, Y., Hang-Suk, S. (1996). Degradation of polyacrylamide in dilute solution. *Polymer Degradation and Stability* 51: 287-293.
- Wang, Q., Li, L. (2005). Effects of molecular weight on thermoreversible gelation and gel elasticity of methylcellulose in aqueous solution. *Carbohydrate Polymers* 62(3): 232-238.
- Wang, X., Gao, Y., Mao, K., Xue, G., Chen, T., Zhu, J., Li, B., Sun, P., Jin, Q., Ding, D., Shi, A. (2006). Unusual Rheological Behavior of Liquid Polybutadiene Rubber/Clay Nanocomposite Gels: The Role of Polymer–Clay Interaction, Clay Exfoliation, and Clay Orientation and Disorientation. *Macromolecules* 39(19): 6653-6660.
- Yang, Y., Grulke, E.A., Zhang, Z.G., Wu, G. (2007). Temperature effects on the rheological properties of carbon nanotube-in-oil dispersions. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 298(3): 216-224.
- Zhu, J., Wang, X., Tao, F., Xue, G., Chen, T., Jin, Q., Ding, D. (2007). Room temperature spontaneous exfoliation of organo-clay in liquid polybutadiene: Effect of polymer end-groups and the alkyl tail number of organic modifier. *Polymer* 48(26): 7590-7597.

## CHAPITRE 6

**CONCLUSION GENERALE**

**ET PERSPECTIVES**

## CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES



## 1. Conclusion

Le traitement des eaux usées a pour résultat de produire une eau propre. Les résidus polluants sont séparés et épaissis sous forme de suspensions plus ou moins concentrées dénommées « boues ». Dans le domaine du traitement de l'eau et de la gestion des stations d'épuration, les problèmes rencontrés sont essentiellement liés au transport, stockage et la reprise des boues.

Au début de ce travail, notre objectif était d'étudier le comportement mécanique des boues biologiques en écoulement dans un circuit hydraulique. L'hydraulique associée aux techniques de transport et de stockage des boues nous a conduit à étudier les écoulements de ces produits dans les différents régimes d'écoulement. L'approche des phénomènes de transport de fluides chargés nécessite l'utilisation de méthodes expérimentales adaptées à ce type d'écoulements. Cela signifie qu'il est nécessaire de disposer de techniques non intrusives pour mesurer les vitesses et/ou les débits, dans des écoulements transportant des fluides complexes, pas forcément transparents. La vélocimétrie ultrasonore Doppler pulsée répondant bien à ce type de contraintes, cette technique a donc été utilisée dans la présente étude.

Les premières recherches bibliographiques ont rapidement mis en évidence la grande variété de types de boues produites en aval des stations d'épuration et le large éventail de matériaux en présence dans le domaine du traitement des eaux. Nous avons rapidement fait le choix de mettre en œuvre des fluides modèles, ce qui a constitué le point de départ de ce travail de thèse.

Nous avons débuté par une synthèse bibliographique sur les propriétés mécaniques des boues de stations d'épuration. La littérature scientifique concernant les travaux traitant des propriétés rhéologiques de ces boues (d'un point de vue purement rhéométrique) est assez prolifique. Néanmoins, l'étude de leurs propriétés mécaniques en écoulement dans une conduite est beaucoup moins abordée. Une synthèse de ces travaux a permis de classer les boues en fonction de leurs propriétés rhéologiques pour mettre en évidence leurs caractéristiques communes. En ce qui concerne l'étude du comportement mécanique, il ressort de cette étude bibliographique que toutes les boues de stations d'épuration ont comme point commun leur caractère non-Newtonien (viscoélasticité, rhéofluidification, thixotropie, seuil d'écoulement). A partir de là, notre choix s'est porté sur l'utilisation de suspensions de bentonite et des mélanges bentonite/polymère comme fluides modèles. Ces suspensions ont déjà fait l'objet de plusieurs travaux au laboratoire et leurs propriétés rhéologiques sont assez bien maîtrisées.

L'objectif principal était de réaliser une étude expérimentale approfondie de ces fluides afin de contribuer à comprendre *i)* les propriétés rhéologiques et en écoulement des suspensions d'argile, *ii)* l'effet de l'ajout d'un polymère dans les suspensions d'argile

## CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

(complexes argile-polymère), et *iii*) l'effet de la température sur les propriétés rhéologiques et en écoulement de ces complexes.

La partie expérimentale a débuté par une étude rhéologique des suspensions de bentonite à différentes concentrations (3.5, 5, 8%). Le but était de confirmer, de par leur comportement rhéologique, que les suspensions de bentonite peuvent être des fluides modèles pour l'étude des boues de station d'épuration. Les caractères rhéofluidifiant, viscoélastique et à seuil des suspensions ont été mis en évidence. Il a été établi que le modèle Herschel-Bulkley décrit d'une manière satisfaisante le comportement rhéologique des suspensions de bentonite.

Par ailleurs, nous avons étudié, grâce aux essais sur boucle hydraulique, le comportement des suspensions de bentonite dans une conduite cylindrique horizontale. Les premiers résultats des essais conduits montrent que la boucle de mesure est un outil adapté pour la caractérisation du fluide et pour poursuivre ses évolutions structurelles. Les essais reposent sur les mesures de pression et de vitesse. Dans cette partie, nous avons présenté l'évolution des différents paramètres au cours de l'écoulement (contrainte pariétale, vitesse au centre...) en relation avec les protocoles de mesure mis en place (rampe de montée – plateau – rampe de descente).

Dès les premières mesures, de nombreux phénomènes inattendus, entre autres des pics de contrainte, sont apparus... Un protocole expérimental a été défini, ce qui nous a permis d'accéder à des informations relatives au régime transitoire du démarrage de l'écoulement d'un fluide restructuré. Il s'est avéré que ces suspensions présentent plusieurs seuils de contrainte et d'échelles de temps.

Ensuite une étude a été menée concernant le régime établi pour les trois suspensions de bentonite (3.5, 5 et 8%) dans une conduite cylindrique, en dehors des phases de démarrage. Les mesures concernent des écoulements laminaires, transitoires et turbulents. Une étude détaillée est présentée sur l'évolution des coefficients de frottement et des profils de vitesse pour les différents régimes d'écoulement avec notamment une comparaison des résultats expérimentaux avec des modèles empiriques et/ou analytiques. En régime laminaire, un bon accord est observé entre relations théoriques basées sur le modèle de Herschel-Bulkley et les mesures expérimentales. Ce qui a permis entre autre de valider l'installation et les méthodes expérimentales utilisées. En régime turbulent, les modèles de Dodge et Metzner (1959) et Hanks (1975) reproduisent d'une manière satisfaisante les mesures expérimentales.

Enfin, des mesures des champs de vitesse à l'aval de deux géométries complexes (un divergent avec  $\alpha=10^\circ$  et un diaphragme avec  $\phi_1/\phi_2=1/2$ ), ont été effectuées. Les résultats sont donnés sous forme d'évolution des profils de vitesse de l'écoulement à travers les deux géométries.

Une autre partie de ce travail a été consacrée à la caractérisation expérimentale du comportement rhéologique et en écoulement des mélanges bentonite/polymère. Une étude détaillée en régimes laminaire, transitoire et turbulent a été menée, pour une suspension de

## CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

bentonite 5% et des mélanges bentonite/polymère (0.1 et 0.5% de CMC ajoutés à la suspension de bentonite 5% prise comme référence).

D'un point de vue rhéologique, le modèle Herschel-Bulkley a été utilisé pour reproduire les d'écoulements des différents fluides. Les mesures rhéologiques ont révélé l'effet du polymère sur les propriétés rhéologiques de la suspension de bentonite.

En ce qui concerne l'écoulement laminaire en conduite cylindrique de ces matériaux, un bon accord a été observé entre les relations théoriques issues du modèle utilisé (Herschel-Bulkley) et les mesures expérimentales (vitesse et pertes de charge). En régime turbulent, les pertes de charge et les profils de vitesse montrent une réduction de frottement pour tous les fluides. Cependant, dans le cas de la suspension de bentonite, la réduction de frottement est moins prononcée que celle du mélange bentonite/polymère.

Ainsi, il a été montré que le polymère a des propriétés viscosifiantes en régime laminaire. Par contre, en régime turbulent, il agit comme réducteur de frottement.

La dernière partie de ce travail a été consacré à l'étude de l'influence de la température sur le comportement rhéologique des solutions de polymère et des mélanges argile/polymère. Différentes mesures ont été réalisées à différentes températures. Dans un premier temps, une campagne de mesures rhéologiques a été menée sur des solutions de CMC à différentes concentrations et des mélanges bentonite/CMC. Les mesures en écoulement à différents paliers de températures ainsi que les balayages en température ont mis en évidence le caractère thermodépendant des dispersions. Ce caractère se traduit par une diminution classique de la viscosité à mesure que la température augmente, jusqu'à atteindre une température critique à partir de laquelle une augmentation importante de la viscosité est observée.

Dans un second temps, il a été montré que la température influe considérablement sur le comportement des dispersions en écoulement dans la boucle d'essai. Le caractère thermodépendant des dispersions a été observé. Il s'est traduit, notamment, par une diminution de la viscosité des dispersions mais également par l'absence de réduction de frottement au-dessus d'une certaine température critique pour les dispersions à faible concentration.

Au terme de ce travail à travers lequel nous avons généré, entre autre, une importante base de données expérimentale, il ressort des perspectives intéressantes pour l'étude des propriétés rhéologiques et en écoulement des fluides non-Newtoniens. Un premier axe consisterait à chercher des paramètres d'un modèle physique qui tiendrait compte de la thixotropie des fluides en conduite. Un deuxième axe, tout aussi intéressant, serait l'approfondissement de l'analyse de l'écoulement à travers des singularités dans les différents régimes d'écoulement. La poursuite de l'étude par la simulation numérique des écoulements à travers les géométries étudiées complèterait idéalement la partie expérimentale.

## CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

# **ANNEXE A.**

## ANNEXE A

## A.1 Ecoulement des fluides d'Herschel Bulkley en conduite

Le fluide est incompressible.

Les composantes du vecteur vitesse en coordonnées cylindrique sont désignées par

$V_r$   $V_\theta$   $V_z$  :

L'équation de continuité s'écrit :

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r}(\rho r v_r) + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial \theta}(\rho v_\theta) + \frac{\partial}{\partial z}(\rho v_z) = 0 \quad \text{A.1}$$

Les équations de Navier Stockes s'écrivent:

$$\rho \left( \frac{\partial V_r}{\partial t} + V_r \frac{\partial V_r}{\partial r} + \frac{V_\theta}{r} \frac{\partial V_r}{\partial \theta} - \frac{V_\theta^2}{r} + V_z \frac{\partial V_r}{\partial z} \right) = \left[ \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r}(r \tau_{rr}) + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial \theta} \tau_{\theta r} + \frac{\partial}{\partial z} \tau_{zr} - \frac{\tau_{\theta\theta}}{r} \right] - \frac{\partial P}{\partial r} + \rho g_r \quad \text{A.2}$$

$$\rho \left( \frac{\partial V_\theta}{\partial t} + V_r \frac{\partial V_\theta}{\partial r} + \frac{V_\theta}{r} \frac{\partial V_\theta}{\partial \theta} + \frac{V_r V_\theta}{r} + V_z \frac{\partial V_\theta}{\partial z} \right) = \left[ \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial r}(r^2 \tau_{r\theta}) + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial \theta} \tau_{\theta\theta} + \frac{\partial}{\partial z} \tau_{z\theta} + \frac{\tau_{\theta r} - \tau_{r\theta}}{r} \right] - \frac{1}{r} \frac{\partial P}{\partial \theta} + \rho g_\theta \quad \text{A.3}$$

$$\rho \left( \frac{\partial V_z}{\partial t} + V_r \frac{\partial V_z}{\partial r} + \frac{V_\theta}{r} \frac{\partial V_z}{\partial \theta} + V_z \frac{\partial V_z}{\partial z} \right) = \left[ \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r}(r \tau_{rz}) + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial \theta} \tau_{\theta z} + \frac{\partial}{\partial z} \tau_{zz} \right] - \frac{\partial P}{\partial z} + \rho g_z \quad \text{A.4}$$

Dans le cas du mouvement permanent  $\Leftrightarrow \frac{\partial}{\partial t} = 0$  avec  $\rho = cte$

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} = 0 \quad \text{A.1} \rightarrow \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r}(r v_r) + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial \theta}(v_\theta) + \frac{\partial}{\partial z}(v_z) = 0 \quad \text{A.1a}$$

En régime établi :

$$\frac{\partial}{\partial z} = 0 \Rightarrow \frac{\partial}{\partial r}(r v_r) + \frac{\partial}{\partial \theta}(v_\theta) = 0 \quad \text{A.1b}$$

$$\frac{\partial}{\partial r}(r v_r) + \frac{\partial}{\partial \theta}(v_\theta) = 0 \Rightarrow \frac{\partial}{\partial r}(r v_r) = -\frac{\partial}{\partial \theta}(v_\theta) = cte \quad \text{A.1c}$$

## ANNEXE A

$$\Rightarrow v_r = cte \quad r = R \quad \Rightarrow \quad v_r = v_R = 0$$

Le mouvement étant supposé permanent et à symétrie de révolution  $\frac{\partial}{\partial \theta} = 0$

Les équations de Navier Stocke du fluide deviennent:

$$\left[ \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (r \tau_{rz}) \right] - \frac{\partial P}{\partial z} + \rho g_z = 0 \quad \Rightarrow \quad \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (r \tau_{rz}) = \frac{\partial P^*}{\partial z}$$

$$\frac{1}{r} \frac{\partial r \tau}{\partial r} = \frac{\partial P^*}{\partial x} = cte \tag{A.5}$$

La loi rhéologique d'Herschel Bulkley est:

$$\begin{cases} \dot{\gamma} = 0 & \text{si } \tau < \tau_0 \\ \tau = \tau_0 + K \dot{\gamma}^n & \text{si } \tau > \tau_0 \end{cases} \tag{A.6}$$

Avec  $\dot{\gamma} = -\frac{\partial U}{\partial r}$  la vitesse de cisaillement.

$$\frac{1}{r} \frac{\partial r \tau}{\partial r} = \frac{\partial P^*}{\partial x} = cte \quad \Leftrightarrow \quad \tau = \frac{r}{2} \frac{\partial p^*}{\partial x} + \frac{A}{r} \tag{A.7}$$

Pour  $r = 0$ ,  $\tau$  doit avoir une valeur fini ce qui implique  $A = 0$  et  $\tau = 0$

Donc:

$$\tau = \frac{r}{2} \frac{\partial p^*}{\partial x} \tag{A.8}$$

$$\tau = \frac{r}{2} \frac{\partial p^*}{\partial x} = \tau_0 + k \dot{\gamma}^n \quad \Leftrightarrow \quad \dot{\gamma} = -\frac{\partial U}{\partial r} = \frac{1}{k^{1/n}} \left( \frac{r}{2} \frac{\partial p^*}{\partial x} - \tau_0 \right)^{1/n} \tag{A.9}$$

$$\Rightarrow -\int_r^R \frac{\partial U}{\partial r} dr = \int_r^R \frac{1}{k^{1/n}} \left( \frac{r}{2} a - \tau_0 \right)^{1/n} dr \quad r > r_c \quad \text{avec } U(R) = 0$$

$$= \left[ \frac{1}{k^{1/n}} \frac{1}{\frac{1}{n} + 1} \frac{1}{2a} \left( \frac{r}{2} a - \tau_0 \right)^{\frac{1}{n} + 1} \right]_r^R$$



ANNEXE A

$$\begin{aligned}
 &= \left[ \frac{1}{k^n} \frac{1}{n} \frac{1}{2a} \left[ \left( \frac{R}{2} a - \tau_0 \right)^{\frac{1}{n}+1} - \left( \frac{r}{2} a - \tau_0 \right)^{\frac{1}{n}+1} \right] \right] \\
 &= \left[ \frac{1}{k^n} \frac{1}{n} \frac{1}{2a} \left( \frac{\tau_p}{\tau_p} \right)^{\frac{1}{n}+1} \left( \left( 1 - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^{\frac{1}{n}+1} - \left( \frac{r}{R} - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^{\frac{1}{n}+1} \right) \right] \\
 &= \left[ \frac{1}{k^n} \frac{1}{n} \frac{1}{2a} \left( \frac{\tau_p}{\tau_p} \right)^{\frac{1}{n}+1} \left( \left( 1 - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^{\frac{1}{n}+1} - \left( \frac{r}{R} - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^{\frac{1}{n}+1} \right) \right] \\
 &= \left[ \frac{n}{n+1} \frac{\tau_p}{2a} \left( \frac{\tau_p}{k} \right)^{\frac{1}{n}} \left( \left( 1 - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^{\frac{1}{n}+1} - \left( \frac{r}{R} - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^{\frac{1}{n}+1} \right) \right]
 \end{aligned}$$

$$u(r) = \frac{nR}{n+1} \left( \frac{\tau_p}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \left( \left( 1 - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^{\frac{n+1}{n}} - \left( \frac{r}{R} - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^{\frac{n+1}{n}} \right) \quad \text{A.10}$$

Le débit  $Q_v$  est donné par :

$$Q_v = \pi R^2 U_d = \int_0^R U(r) 2\pi r dr \quad \text{A.11}$$

avec  $U_d$  vitesse débitante

$$\left\{ \begin{array}{ll}
 u = \frac{nR}{n+1} \left( \frac{\tau_p}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \left( \left( 1 - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^{\frac{n+1}{n}} - \left( \frac{r}{R} - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^{\frac{n+1}{n}} \right) & \text{si } \tau > \tau_c \\
 u_c = \frac{nr}{n+1} \left( \frac{\tau_p}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \left( 1 - \frac{\tau_c}{\tau_p} \right)^{\frac{n+1}{n}} & \text{si } \tau < \tau_c
 \end{array} \right. \quad \text{A.12}$$

$$Q = \int_0^R U(r) 2\pi r dr = \int_0^{R_c} U(r) 2\pi r dr + \int_{R_c}^R U(r) 2\pi r dr \quad \text{A.13}$$

ANNEXE A

$$Q = 2\pi \int \frac{nR}{n+1} \left( \frac{\tau_p}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \left[ \left( 1 - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^{\frac{n+1}{n}} - \left( \frac{r}{R} - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^{\frac{n+1}{n}} \right] r dr \quad \text{A.14}$$

$$\int_{R_c}^R U(r) 2\pi r dr = \pi R_c^2 U_c \quad \text{A.13a}$$

$$\begin{aligned} \int_{R_c}^R U(r) 2\pi r dr &= 2\pi \int_{R_c}^R \frac{nR}{n+1} \left( \frac{\tau_p}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \left( 1 - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^{\frac{n+1}{n}} r dr \\ &\quad - 2\pi \int_{R_c}^R \frac{nR}{n+1} \left( \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^{\frac{1}{n}} \left( \frac{r}{R} - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^{\frac{n+1}{n}} r dr \end{aligned} \quad \text{A.13b}$$

$$\begin{aligned} Q &= 2\pi \int \frac{nR}{n+1} \left( \frac{\tau_p}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \left[ \left( 1 - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^{\frac{n+1}{n}} \frac{r^2}{2} - \frac{nRr}{2n+1} \left( \frac{r}{R} - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^{\frac{2n+1}{n}} \right. \\ &\quad \left. + \frac{R^2 n^2}{(2n+1)(3n+1)} \left( \frac{r}{R} - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^{\frac{3n+1}{n}} \right] r dr + \pi R_c^2 U_c \end{aligned} \quad \text{A.15}$$

$$\text{Et } Q = \pi R^2 U_d \quad \text{A.16}$$

$$\begin{aligned} U_d &= \frac{nR}{n+1} \left( \frac{\tau_p}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \left( 1 - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^{\frac{1}{n}} \left[ \left( 1 - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right) - \frac{2n}{2n+1} \left( 1 - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^2 \right. \\ &\quad \left. + \frac{2n^2}{(2n+1)(3n+1)} \left( 1 - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^3 \right] \end{aligned} \quad \text{A.17}$$

$$U_d = \left( \frac{R}{4} \right) \left( \frac{4n}{3n+1} \right) \left( \frac{\tau_p}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \left( 1 - \frac{\tau_0}{\tau_p} \right)^{\frac{1}{n}} \left[ 1 - \frac{(\tau_0/\tau_p)}{2n+1} \left[ 1 + \frac{2n}{n+1} \left( \frac{\tau_0}{\tau_p} \right) \left( 1 + \frac{n\tau_0}{\tau_p} \right) \right] \right] \quad \text{A.18}$$

## ANNEXE A

(A.8) à la paroi donne :

$$\tau_p = \frac{R \Delta p}{2 L}$$

A.19

avec  $\tau_p$  la contrainte à la paroi de la conduite.

## ANNEXE A

# **ANNEXE B.**

**B.1** Profil de déplacement dans une conduite circulaire

Pour un fluide à seuil dont le comportement mécanique est de type solide à faible contrainte la relation contrainte de cisaillement déformation s'écrit :

$$\tau = G\gamma = G \frac{\partial d_z}{\partial r} \quad \text{B.1}$$

Avec  $\gamma$  la déformation,  $G$  le module de cisaillement et  $dz$  le déplacement dans la direction  $z$ .

Dans une conduite en charge soumise à un gradient de pression la contrainte de cisaillement varie linéairement avec la position radiale :

$$\tau(r) = \tau_p \frac{r}{R} \quad \text{B.2}$$

La contrainte pariétale  $\tau_p$  est elle-même reliée au gradient de pression :

$$\tau_p = \frac{\partial p}{\partial z} \frac{R}{2} \quad \text{B.3}$$

Avec  $R$  le rayon de la conduite.

En introduisant (2) et (3) dans (1) il vient :

$$\frac{\partial d_z}{\partial r} = \frac{r}{2G} \frac{\partial p}{\partial z} \quad \text{B.4}$$

Par intégration il vient :

$$d_z(r) = d_c \left(1 - \left(\frac{r}{R}\right)^2\right) \quad \text{B.5}$$

Avec  $d_c$  de déplacement sur l'axe de la conduite :

$$d_c = \frac{R^2}{4G} \frac{\partial p}{\partial z} \quad \text{B.6}$$

Le déplacement moyen est lui égal à :

$$d_m = \frac{d_c}{2} \quad \text{B.7}$$

## ANNEXE B

Et la déformation à la paroi vaut (7 bis)  $\gamma_p = \frac{4d_m}{R}$

---

### B.2 Evolution longitudinale de pression lors de la mise en route d'une conduite :

Ainsi que nous l'avons vu précédemment le déplacement du gel est lié au gradient de pression par la relation :

$$d_m = \frac{R^2}{8G} \frac{\partial p}{\partial z} \quad \text{B.8}$$

D'un autre côté l'augmentation de pression au démarrage va engendrer des déplacements longitudinaux en raison de la dilatation de conduite et de la compressibilité du fluide.

La déformation de conduite s'écrit :

$$\varepsilon = \frac{\Delta p R}{eE} \quad \text{B.9}$$

Avec  $e$  l'épaisseur de conduite et  $E$  le module d'élasticité du matériau de paroi

Il vient que le déplacement  $d_{m1}$  engendré par l'écart de pression  $\Delta p$  est régi par la relation :

$$\frac{\partial d_{m1}}{\partial z} = \frac{2R}{eE} \Delta p \quad \text{B.10}$$

En ajoutant le déplacement lié à la compressibilité du fluide il vient :

$$\frac{\partial d_m}{\partial z} = \left( \frac{2R}{eE} + \frac{1}{\chi} \right) \Delta p = \frac{1}{\rho c^2} \Delta p \quad \text{B.11}$$

Ici  $\rho$  représente la masse volumique du fluide et  $c$  la vitesse de propagation des ondes de pression.

A partir des relations 8 et 11 il vient :

$$\frac{\partial^2 \Delta p}{\partial z^2} = \left( \frac{16G}{ReE} + \frac{8G}{\chi R^2} \right) \Delta p \quad \text{B.12}$$

## ANNEXE B

En introduisant la vitesse  $c_b$ :  $c_b = \sqrt{\frac{G}{\rho}}$  la relation (12) peut être réécrite sous la forme :

$$\frac{\partial^2 \Delta p}{\partial z^2} = \frac{8}{R^2} \left( \frac{c_b}{c} \right)^2 \Delta p \quad \text{B.13}$$

De même nous trouvons :

$$\frac{\partial^2 d_m}{\partial z^2} = \frac{8}{R^2} \left( \frac{c_b}{c} \right)^2 d_m \quad \text{B.14}$$

En posant :  $\alpha = \frac{\sqrt{8}}{R} \frac{c_b}{c}$  les solutions de (14) sont de la forme :

$$d_m(z) = Ae^{\alpha z} + Be^{-\alpha z} \quad \text{B.15}$$

Pour une conduite de longueur  $l$  dans le cas d'un déplacement en tête de conduite  $d_0$  et d'une conduite ouverte en sortie ( $p(l)=0$ ) il vient :

$$d_m(z) = \frac{d_{m0} e^{2\alpha l}}{1 + e^{2\alpha l}} (e^{-\alpha z} + e^{-2\alpha l} e^{\alpha z}) \quad \text{B.16}$$

Dans notre cas si la conduite se termine par un ressort possédant une relation du type :

$$p(l) = \delta d_m(l) \quad \text{B.17}$$

Il vient :

$$d(z) = \frac{d_{m0} e^{2\alpha l}}{(\alpha + \gamma) + e^{2\alpha l} (\alpha - \gamma)} ((\alpha - \gamma) e^{-\alpha z} + e^{-2\alpha l} (\alpha + \gamma) e^{\alpha z}) \quad \text{B.18}$$

Avec  $\gamma = \frac{\delta}{\rho c^2}$

(A noter : fréquence de résonance :  $f = \frac{\sqrt{8} c_b}{2\pi R} = 11 \text{ Hz}$ )

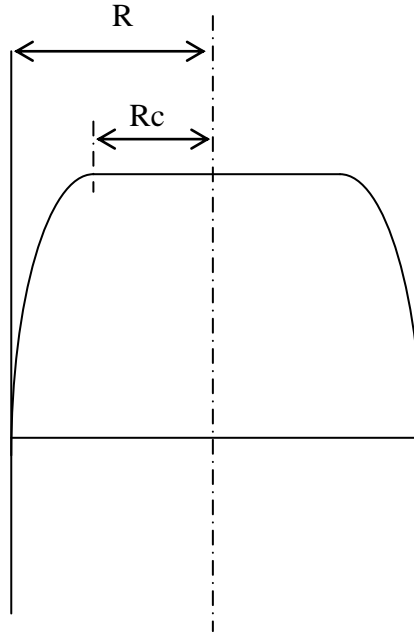


# **ANNEXE C.**

## ANNEXE C

## ANNEXE C

### C.1 Raccordement de deuxième ordre pour un profil Bouchon isovitesse



$$U(r) = ar^2 + br + c \quad \text{C.1}$$

$$U(R) = aR^2 + bR + c = 0 \quad \text{C.2}$$

$$U(r=R_c) = aR_c^2 + bR_c + c = U_c \quad \left( \frac{\partial U(r)}{\partial r} \right)_{r=R_c} = 0 \quad \text{C.3}$$

$$Q = \pi R^2 U_d = \int_0^R 2\pi U(r) r dr \quad \text{C.4}$$

$$\begin{pmatrix} R^2 & R & 1 \\ R_c^2 & R_c & 1 \\ 2R_c & 1 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a \\ b \\ c \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ U_c \\ 0 \end{pmatrix} \quad \text{C.5}$$

ANNEXE C

C.1.1 Profil Bouchon

$$\begin{pmatrix} a \\ b \\ c \end{pmatrix} = \frac{-U_c}{(R - R_c)^2} \begin{pmatrix} 1 \\ -2R_c \\ R(2R_c - R) \end{pmatrix} \quad \text{C.6}$$

$$\int_0^R 2\pi U(r) r dr = \int_0^{R_c} 2\pi r U(r) dr + \int_{R_c}^R 2\pi r U(r) dr \quad \text{C.7}$$

$$\int_{R_c}^R r U(r) dr = \frac{a}{4} (R^4 - R_c^4) + \frac{b}{3} (R^3 - R_c^3) + \frac{c}{2} (R^2 - R_c^2) \quad \text{C.8}$$

$$\begin{aligned} &= -\frac{U_c}{4} \frac{R + R_c}{R - R_c} (R^2 + R_c^2) + \\ &\quad \frac{2R_c U_c}{3} \left( \frac{R^2 + R_c^2 + RR_c}{R - R_c} \right) + \frac{U_c}{2} R(R - 2R_c) \frac{(R + R_c)}{R - R_c} \\ &= \frac{U_c}{12(R - R_c)} \left( -3(R + R_c)(R^2 + R_c^2) \right. \\ &\quad \left. + 8R_c U_c (R^2 + R_c^2 + RR_c) + 6R(R - 2R_c)(R + R_c) \right) \\ &= \frac{U_c}{12(R - R_c)} \left( (R + R_c)(3R^2 + 5R_c^2 - 4RR_c) - 8R^2 c \right) \\ &= \frac{U_c}{12(R - R_c)} \left( (3R^3 + 5R_c^3 - 7RR_c^2 - R^2 R_c) \right) \\ &= \frac{R^2 U_c}{12 \left( 1 - \frac{R_c}{R} \right)} \left( \left( 3 + 5 \frac{R_c^3}{R^3} - 7 \frac{R_c^2}{R^2} - \frac{R_c}{R} \right) \right) \\ &= \frac{-R^2 U_c}{12} \left( \left( 5 \frac{R_c^2}{R^2} - 2 \frac{R_c}{R} - 3 \right) \right) \end{aligned}$$

ANNEXE C

$$\int_{R_c}^R rU(r)dr = \frac{-5R^2U_c}{12} \left( \left( \frac{R_c}{R} - 1 \right) \left( \frac{R_c}{R} + \frac{3}{5} \right) \right) \quad \text{C.9}$$

$$\int_0^R 2\pi U(r)rdr = \int_0^{R_c} 2\pi rU(r)dr + \int_{R_c}^R 2\pi rU(r)dr \quad \text{C.10}$$

$$\pi R^2 U_d = \pi R_c^2 U_c + 2\pi \left[ \frac{-5R^2U_c}{12} \left( \left( \frac{R_c}{R} - 1 \right) \left( \frac{R_c}{R} + \frac{3}{5} \right) \right) \right] \quad \text{C.11}$$

$$\frac{U_d}{U_c} = \frac{-10}{12} \left( \left( \frac{R_c}{R} - 1 \right) \left( \frac{R_c}{R} + \frac{3}{5} \right) \right) + \frac{R_c^2}{R^2} \quad \text{C.12}$$

$$- \left( \left( \frac{R_c}{R} - 1 \right) \left( \frac{R_c}{R} + \frac{3}{5} \right) \right) + 6 \frac{R_c^2}{R^2} - 6 \frac{U_d}{U_c} = 0 \quad \text{C.13}$$

$$\frac{R_c^2}{R^2} + 2 \frac{R_c}{R} + 3 - 6 \frac{U_d}{U_c} = 0 \quad \text{C.14}$$

$$\frac{R_c}{R} = -1 \pm \sqrt{6 \frac{U_d}{U_c} - 2} \quad \text{C.15}$$

$$U(r) = \frac{-U_c}{(R_c - R)^2} (r^2 - 2R_c r - R(R - 2R_c)) \quad \text{C.16}$$

$$\dot{\gamma}_p = - \left. \frac{\partial U(r)}{\partial r} \right|_{r=R} \quad \text{C.17}$$

$$\dot{\gamma}_p = \frac{2U_c}{R - R_c} \quad \text{C.18}$$

## ANNEXE C