

Comptes Rendus du
22ème Colloque Annuel du Groupe Français de Rhéologie
Toulouse, 16-18 novembre 1987

RHEOLOGIE DES FLUIDES INDUSTRIELS

Textes réunis par

Rémi GAUDU

Maître de conférences à l'Institut National Polytechnique
de Toulouse

et

Dominique ANNE-ARCHARD

Chargée de recherche au CNRS
Institut de Mécanique des Fluides de Toulouse

COMITE D'HONNEUR

Prof. J.D. WEBER

Président du Groupe Français de Rhéologie

Prof. M. MARTY

Président de l'Institut National Polytechnique de Toulouse

Prof. B. TRANNOY

Directeur de l'Ecole Nationale Supérieure d'Electrotechnique, d'Electronique, d'Informatique et d'Hydraulique de Toulouse

M. S. BORIES

Directeur de l'Institut de Mécanique des Fluides de Toulouse

COMITE D'ORGANISATION

Président : Rémi GAUDU, Institut National Polytechnique de Toulouse, IMF Toulouse

Secrétaire : Dominique ANNE-ARCHARD, Centre National de la Recherche Scientifique, IMF Toulouse

Tésorier : Didier GRIGER, Université Paris Val de Marne

Edition :

Groupe Français de Rhéologie
12, rue Brancion
F - 75015 PARIS

Institut de Mécanique des Fluides
Avenue du Professeur C. Soula
F - 31400 TOULOUSE

SOMMAIRE

Pages

ALLOCATION D'OUVERTURE 1

Première session

MESURES DIRECTES DE VISCOSITE SUR PRESSE INDUSTRIELLE ET
PIEZODEPENDANCE DE LA VISCOSITE

D. HUILIER, J. TERRISSE et J.F. DAURELLE 5

LE DEFAUT DE "PEAU DE REQUIN" EN EXTRUSION - CARACTERISATION
PAR RUGOSIMETRIE ET BIREFRINGENCE D'ECOULEMENT

P. BEAUFILS, B. VERGNES, P. BLANC, J.F. AGASSANT 15

CAPTA : UN OUTIL D'INVESTIGATION PRATIQUE POUR L'INJECTION
DES THERMOPLASTIQUES

U. BARALDI 25

MODELISATION DU COMPACTAGE-REFROIDISSEMENT EN MOULAGE PAR
INJECTION

D. HUILIER, M.E. DE LA LANDE 31

Deuxième session

ECOULEMENT DE PATE A PAPIER - ASPECT FLOCCULATION

S. SKALI LAMI, G. COGNET 47

EVALUATION DE LA THIXOTROPIE DE LA SAUCHE BECHAMEL

L.P. MARTINEZ PADILLA et J. HARDY 57

FLUIDES A SEUIL : ECOULEMENTS EN CONDUITE

A. MAGNIN et J.M. FIAU 67

Troisième session

ULTRAFILTRATION DE FLUIDES PSEUDOPLASTIQUES

P. AIMAR et V. SANCHEZ 71

REDUCTION DE TRAINEE HYDRODYNAMIQUE OBSERVEE DANS
L'ECOULEMENT TURBULENT DE SOLUTIONS DE POLYMERES CHARGEES

J. DENIS, A. SOUCEMARIANADIN, D. GUILLOT 81

Sixième session

CONFERENCE :
QUELQUES ASPECTS RHEOLOGIQUES DES FLUIDES COLLOIDAUX
WILLIAM R. SCHOWALTER

85

Quatrième session

ECOULEMENT INSTATIONNAIRE D'UNE SUSPENSION CONCENTREE DE
SPHERES VISCOELASTIQUES

P. MILLS, V. LEFEVRE, G. GUIFFANT

89

RHEOLOGIE ELONGATIONNELLE DE POLYMERES FONDUS

J.M. LACAZE, G. MARIN, Ph. MONGE

103

MODELISATION D'UN FLUIDE A SEUIL EN CISAILLEMENT
INSTATIONNAIRE

P. DOREMUS et J.M. PIAU

113

Cinquième session

ECOULEMENT INSTATIONNAIRE D'UN FLUIDE NEWTONIEN AUTOUR D'UN
CYLINDRE OSCILLANT : CONFRONTATION AVEC L'EXPERIENCE

V. LEFEVRE, Y. NOEL

123

ETUDE D'UN MODELE RHEOLOGIQUE INELASTIQUE. COMPARAISON A DES
MODELES CLASSIQUES

R. RAKOTOMALALA

133

CONTRAINTE PARIETALE POUR UN FLUIDE NEWTONIEN GENERALISE EN
CONDUITE DEFORMABLE

J.K. NACIRI, M. ZAGZOULE, J. BRETTEVILLE, J. MAUSS

141

A. ELOUARDIGHI, V.I. NGUYEN et M. LEBOUCHE

151

CONVECTION LAMINAIRE OU TURBULENTE D'UN FLUIDE
RHEOFLUIDIFIANT EN CANAL RECTANGULAIRE

P. SOURLIER, R. DEVIENNE, M. LEBOUCHE

161

EVOLUTION EN FONCTION DE LA TEMPERATURE DU COMPORTEMENT
RHEOLOGIQUE D'UN BRUT PETROLIER

Y. GASTON-BONHOMME, J.P. GAIA, J.M. DUCLA, J.L. CHEVALIER

171

Septième session

CHARACTERIZATION OF INDUSTRIAL SUSPENSIONS WITH DYNAMIC
MECHANICAL TESTING

J.M. STARITA

183

MICROFLO. UNE ALTERNATIVE AUX GROS PROGRAMMES DE CALCUL
D'ECOULEMENT PAR ELEMENTS FINIS

J.F. LUCARELLI

191

GROUPE FRANÇAIS DE RHEOLOGIE

La Rhéologie est la science des DEFORMATIONS et ECOULEMENTS de la matière, des CONTRAINTES qui en résultent et des EFFORTS qu'il faut lui appliquer pour les obtenir.

UNIVERSELLE, on la rencontre dans tous les domaines de l'activité humaine, et 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.

INTERDISCIPLINAIRE, elle fait appel à la MECANIQUE, à la PHYSIQUE, à la CHIMIE, à la BIOLOGIE, qui lui fournissent ses instruments de base, et se montre utile à chacune de ses disciplines.

ASSOCIATION SANS BUT LUCRATIF à vocation purement scientifique fondée en 1964 et régie par la loi de 1901, le GROUPE FRANÇAIS DE RHEOLOGIE a pour OBJETIF de contribuer au DEVELOPPEMENT des études et recherches relatives à la Rhéologie, et de favoriser la DIFFUSION ou le TRANSFERT des progrès accomplis dans ses diverses branches.

Dans ce but, le Groupe Français de Rhéologie

- organise des REUNIONS où les chercheurs et les industriels peuvent présenter et discuter leurs résultats ou leurs préoccupations ;
- entretient des relations avec le COMITE INTERNATIONAL DE RHEOLOGIE et les SOCIETES DE RHEOLOGIE d'autres pays ;
- organise un COLLOQUE NATIONAL ANNUEL ;
- édite des CAHIERS consacrés aux exposés scientifiques (une cinquantaine de numéros édités à ce jour), et un BULLETIN consacré aux informations courantes ;
- contribue à la clarification du langage par l'établissement d'un DICTIONNAIRE ;

- etc.

Cette activité vous intéresse et vous souhaitez devenir membre ou obtenir de plus amples renseignements, écrivez à l'adresse ci-dessous :

GROUPE FRANÇAIS DE RHEOLOGIE

Secrétaire Général
Institut de Mécanique des Fluides
Avenue du Professeur Camille Soula
31400 TOULOUSE

Anciens Présidents du G.F.R.

J. MANDEL (Président Fondateur, 1964-1967)

M. JOLY (1967-1970)

B. PERSOZ (1970-1973)

P. HABIB (1973-1976)

R. COURTEL (1976-1979)

C. HUET (1979-1983)

J.D. WEBER (1983-1987)

Président actuel : D. BOURGOIN (1987-)

Association régie par la loi du 1.07.1901, J.O. du 30.07.1964

CCP Paris 8045-90 K

Les Colloques annuels du Groupe Français de Rhéologie :

1	- Rhéologie des systèmes à 2 phases	1965
2	- Aspects énergétiques en Rhéologie	1966
3	- Progrès récents des effets du 2ème ordre	1967
4	- Rhéologie en relation avec la structure	1968
5	- Comportements mécaniques des matériaux composites	1969
6	- Influence de la température et de la pression sur les comportements rhéologiques	1970
6 bis	- Rhéologie et hydrotechnique	1970
7	- Viscoplasticité	1971
8	- Rhéologie des bétons	1973
9	- Phénomènes de surface	1974
10	- Influence de la température sur les comportements rhéologiques	1975
11	- Rhéologie des corps mous	1976
12	- Thermodynamique des comportements rhéologiques	1977
13	- Aspects rhéologiques de la mécanique de la rupture	1978
14	- Rhéologie des couches minces	1979
15	- Comportements rhéologiques et structure des matériaux	1980
16	- Application de la rhéologie aux problèmes de fabrication industrielle	1981
17	- Comportements rhéologiques sous sollicitations rapides ou dynamiques	1982
18	- Méthodes et appareils de mesures rhéologiques	1983
19	- Rhéologie des matériaux anisotropes	1984
20	- Vingt ans de Groupe Français de Rhéologie : Progrès récents	1985
21	- Rhéologie des fluides hétérogènes	1986
22	- Rhéologie des fluides industriels	1987
23	- Endommagement et rhéologie des solides	1988

Rhéologie des fluides industriels
22^e Colloque du Groupe Français de Rhéologie
Toulouse - 16-18 novembre 1987

ALLOCATION D'OUVERTURE
DU 22^e COLLOQUE DU GROUPE FRANÇAIS DE RHEOLOGIE

par

J.D. WEBER

Mes chers collègues,

Je suis très heureux d'ouvrir le 22^e Colloque du GROUPE FRANÇAIS DE RHEOLOGIE, consacré à la rhéologie des fluides industriels.

L'Institut de Mécanique des Fluides de TOULOUSE était particulièrement compétent pour organiser cette rencontre, par la réputation qu'il s'est acquise dans ses recherches fondamentales et appliquées.

Je tiens à remercier tout particulièrement le Professeur Rémi GAUDU, qui s'est chargé de l'organisation de ces journées, ainsi que toute l'équipe qui l'a aidé dans cette tâche.

Les communications seront très diverses, malgré l'unité du thème : Extrusion ou Injection de Polymères, Rhéologie de la Pâte à Papier, Ecoulement en Conduites, Filtration, Réduction de Trainée Hydrodynamique, Convection Forcée et plusieurs autres... L'intérêt scientifique et technique de ces sujets est très grand.

Le but de notre rencontre est l'échange des connaissances, cette expérience si fondamentale chez les enseignants et les chercheurs. Je suis sûr que cet échange portera des fruits et contribuera au progrès.

"MESURES DIRECTES DE VISCOSITE SUR PRESSE INDUSTRIELLE
et PIEZODEPENDANCE DE LA VISCOSITE"

Huillier D., Terrisse J. et Daurelle J.-P.*

Ecole d'Application des Hauts Polymères/Institut Charles Sadron

F-67000 Strasbourg

SOMMAIRE: Un module rhéologique à capillaire conçu pour équiper les presses à injecter permet in situ la mesure des courbes de viscosité de cisaillement. Il remplace avantageusement les rhéomètres classiques et doit permettre à l'avenir le contrôle on line de la qualité de la matière injectée. Par ailleurs, un rhéomètre capillaire équipé d'un système de contre-pression réglée jusqu'à 1000 bars devrait permettre de quantifier les effets de pression sur la viscosité.

SUMMARY: An injection moulding machine equipped with a capillary adapter and two pressure transducers gave in situ measurements of the shear viscosity similar those obtained by classical capillary rheometry. This technique will be useful for on line control of part quality after compensation for the pressure effect on viscosity which was independency studied with a differential pressure capillary rheometer.

1. Introduction

Dans le cadre très général de la rhéologie, il existe un certain nombre d'appareils de mesures standard pour la viscosité des polymères fondus: rhéomètres à capillaire, cônes-plans, de Couette. Ces appareils scientifiques permettent d'effectuer des études rhéologiques poussées en fonctionnement dynamique mais peuvent être utilisés plus simplement pour caractériser une viscosité de cisaillement $\eta = \eta(T, \dot{\gamma}, P)$.

On sait que la viscosité de cisaillement, en temps que grandeur macroscopique, dépend de la température, du taux de cisaillement, des caractéristiques du

polymère (masse moléculaire, indice de polydispersité). Dans le cas particulier de la mise en oeuvre des polymères, une bonne connaissance de la viscosité en temps que fonction de ces différents grandeurs a être indispensable dans la mesure où des modèles de simulation de plus en plus sophistiqués sont développés pour une meilleure compréhension des phénomènes d'écoulement et de transferts thermiques dans les différents procédés (injection, thermoformage, extrusion...).

Si l'on considère en particulier le cas spécifique du moulage par injection (technique qui consiste à fabriquer une pièce en injectant un polymère chaud dans une cavité de moule froid), on sait de suite que, vu la complexité de l'écoulement et des transferts de chaleur, le problème est hétérogène en tant que cisaillement et en température et que la viscosité constitue par conséquent un des paramètres d'influence fondamentaux du procédé (Hullier et al.).

Les courbes rhéologiques sont utilisées dans les logiciels de remplissage de moule (ces logiciels sont une aide CAO/DMAO au moulage), comme variables d'entrée inductives. Elles peuvent également être utilisées par un technicien expert comme source déductive de réglage des paramètres d'injection sur presse.

Deux problèmes se posent au moins dans une tentative de transfert de connaissances entre le domaine scientifique de la Rhéologie et le domaine d'Application du moulage par injection :

- L'obtention des courbes de viscosité n'est pas économique, même s'il existe à présent des viscosimètres automatisés performants. L'utilisation des logiciels se servant de ces données rhéologiques est également coûteuse.

- Plus fondamentalement, le transfert de résultats de laboratoire sur des machines en site industriel doit être validé quant à leur compatibilité. Les conditions initiales ne sont pas aisément contrôlables. La constance des propriétés physiques intrinsèques de la matière laisse à désirer, les différents lots de matière réalisés au cours des synthèses présentent difficilement les mêmes propriétés d'écoulement. De plus, le temps de séjour du polymère dans la vis de plastification, la dégradation thermique du produit sont difficiles à quantifier.

Une presse à injection étant un automate complexe pourvu de boucles de régulation en température et en pression de débit, l'influence de la dynamique du système sur les

transferts locaux de masse et d'énergie n'est pas facile à cerner. Dans cette optique, un certain nombre de travaux sont appelés à ouvrir des voies nouvelles. En particulier, en nous inspirant des techniques réalisés par Austin 1987 et Takahashi & al. 1985, une méthode efficace de mesure de viscosité sur site industriel (presse à injecter) est en cours de développement et les premiers résultats sont présentés. De par sa conception, cette technique pourra devenir une aide au développement du contrôle automatisé de procédés. Il serait préférable, plutôt que de contrôler a posteriori les objets fabriqués, d'assurer la qualité matière injectée et de procéder au contrôle des paramètres d'influence de qualité pièce en amont du cycle de fabrication.

2. Principe de base

L'idée de base est la conception d'un module rhéologique type capillaire pouvant être intégré directement entre la vis de plastification et la buse d'injection. Ce module doit permettre la mesure des courbes d'écoulement $\eta - \dot{\gamma}(T, \dot{\gamma})$. Le contrôle de la viscosité de la matière injectée et doit détecter les fluctuations de viscosité liées soit à des fluctuations de température (réglage inapproprié des boucles de régulation), soit à des changements de lots de matière, soit à des dégradations de matière (par hydro- ou pyrolyse).

Le module lui-même est constitué d'un capillaire et de deux capteurs donnant les pressions à l'entrée et à la sortie du module. Il est régulé à une température $T(c)$ par un collier chauffant (voir figure 1).

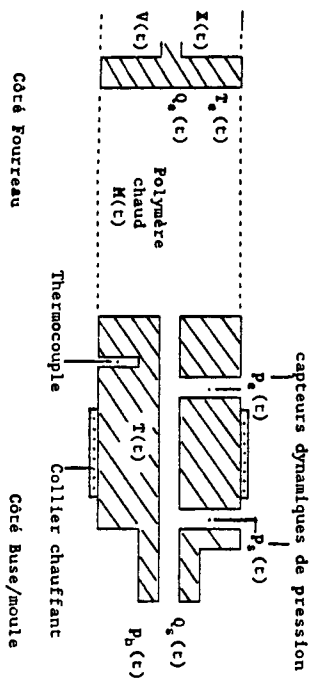


Figure 1 Schéma de base du module rhéologique à 2 capteurs

La vis de plastification sert de piston et le système hydraulique qui la pilote contrôle soit sa vitesse $V(t)$, soit son déplacement $X(t)$. Les relais thermiques régulent la température de la matière $T_0(t)$ à l'entrée. Nous supposons ici que le problème est totalement isotherme $T_0(t) = T(t) = T_0$. Cinq grandeurs macroscopiques caractérisent le système :

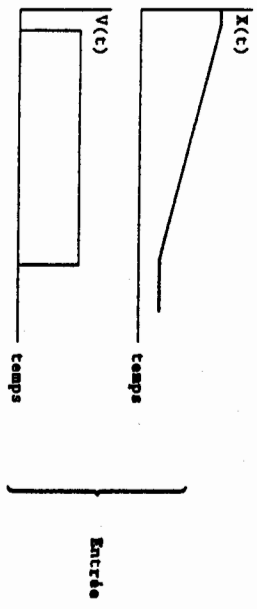
- Le débit volumique $Q_v(t)$ à l'entrée, $Q_v = V \cdot S$, S étant la section du piston et $V(t)$ sa vitesse instantanée.
- Les pressions d'entrée $P_0(t)$ et de sortie $P_1(t)$ du capillaire, qui sont fonction du temps, de même que la pression $P_2(t)$ à la sortie du système.
- Le débit volumique $Q_v(t)$ à la sortie du système, également fonction du temps.

Deux principes de fonctionnement sont à envisager. Soit le système fonctionne en purge à l'air libre ($P_0(t) = P_1(t)$), soit la buse est appliquée contre le moule et la pression $P_0(t)$ représente la perte de charge instantanée dans la partie déjà remplie. Nous nous intéresserons essentiellement à la première situation.

2.1 Principe des mesures en purge.

La pression $P_0(t)$ à la sortie du système est la pression atmosphérique. Les réponses dynamiques $X(t)$, paramètre d'entrée et $P_0(t)$, $P_1(t)$, paramètres de sortie du système sont reliées à un système d'acquisition embarqué (portable).

Courbes Maîtrisées d'entrée: on suppose que le déplacement de la vis est linéaire ou que sa vitesse est constante (débit $Q_v(t) = \text{constante}$).

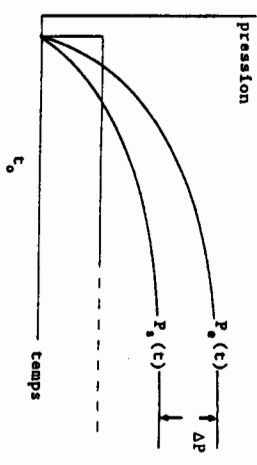


On peut distinguer deux zones différentes dans l'évolution des grandeurs physiques $Q_v(t)$ et $P_0(t)$:

- Un régime transitoire initial. Les fonctions $Q_v(t)$ et $P_0(t)$ sont monotones

croissantes. Le phénomène est essentiellement dirigé par la compressibilité du polymère fondu.

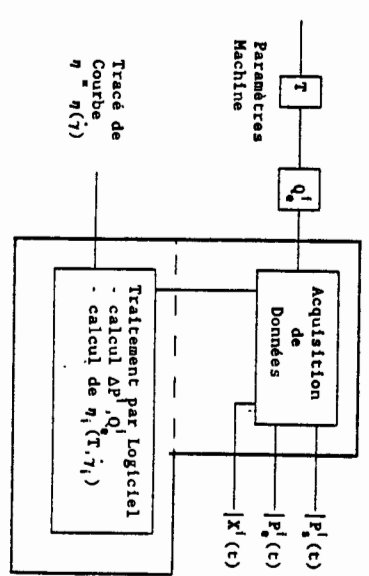
- Un régime stationnaire établi après un temps t_0 , où les grandeurs $P_0(t)$, $P_1(t)$, $Q_v(t)$ tendent vers des valeurs limites: $Q_v(t > t_0) = Q_v$, $P_0 - P_1 = \Delta P$.



2.2 Traitement algorithmique

Par analogie avec la rhéométrie capillaire, si l'on fait varier de manière discrète les débits de matière Q_{v1} , en considérant les pertes limites ΔP_1 de charge correspondantes, les couples $(Q_{v1}, \Delta P_1)$ débits-pertes de charge peuvent être traités en Newtonien généralisé pour le calcul de la viscosité $\eta = \eta(T, \dot{\gamma})$.

Les signaux des capteurs de déplacement de vis et de pression sont enregistrés à l'aide d'un système d'acquisition portable et transférés ultérieurement sur un micro-ordinateur, et ce pour un certain nombre de valeurs de Q_{v1} . Un logiciel adapté (programmes de traitement de données) permet à partir des fichiers enregistrés, l'obtention des courbes de viscosité.



2.3 Limites d'utilisation

Un certain nombre de précautions sont à envisager:

- Les dimensions géométriques de la filière doivent être choisies de manière à pouvoir éviter les corrections de Bagley/Rabinovitch.
- Les débits de masse Q_0 doivent être tels que l'électronique puisse suivre (niveau inférieur limite supérieur au bruit de fond) et que l'échauffement visqueux soit cependant négligeable.

Dans ces perspectives, $c_0 = f(T, Q_0, M)$, la constante de temps du problème est fonction de la température, du débit et de la masse dans le réservoir pour un polymère donné. La fréquence d'acquisition est à choisir convenablement en fonction de c_0 et de la capacité mémoire du système portable.

Les Avantages de ce système sont les suivants :

- Souplesse d'utilisation (système portable)
- Rapidité (quelques minutes pour une Température T)
- Fiabilité et précision
- Investissement modéré

3. Application du principe

Une presse Billion h280 de 90 tonnes, équipée d'une filière de longueur $L = 38$ mm et de diamètre $D = 3$ mm, a été utilisée dans une plage de débit Q_0 de 3 à 80 cm^3/s , ce qui a permis de faire des mesures de viscosité pour des taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ compris entre 10^3 et 10^5 s^{-1} . Des polymères très différents ont été utilisés :

- un polyamide 6,6 Zycel, polymère hydrosensible et caractérisé par une grande fluidité.

- un polypropylène Hostalen 7180 chargé à 20% de Talc TV20, peu thermodépendant, facile à injecter.
- un A.B.S. Ugikral TF, thermo- et piézo-dépendant.
- un Xenoy CL101 (mélange PC-PBT), très visqueux et sujet, comme tous les mélanges, à des hétérogénéités suivant les différents lots.

3.1 Validation

La figure 2 illustre la validation de la méthode de mesure de viscosité pour le cas

particulier de l'A.B.S. UGIKRAL. Les viscosités calculées à partir du module rhéologique sont très proches de celles délivrées par un rhéomètre capillaire Zwick et de la loi de viscosité en puissance ($\eta = A \cdot \dot{\gamma}^b \cdot \exp(\alpha T)$) de la banque de données des logiciels Procop-F. La validation, également concluante pour les autres polymères cités ci-dessus, n'est pas présentée ici.

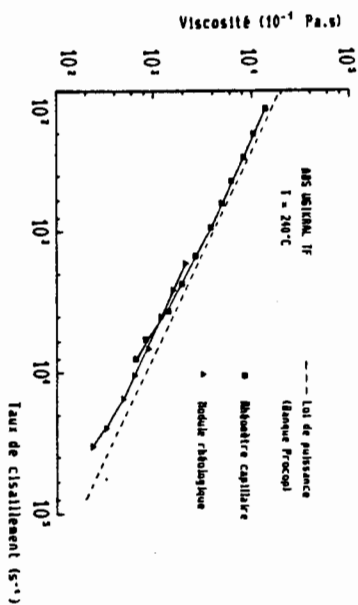


Figure 2 Courbes rhéologiques comparatives

3.2 Courbes d'écoulement

La méthode étant validée, les courbes rhéologiques peuvent être rapidement déterminées pour plusieurs températures (voir figure 3). La seule limite temporelle étant imposée par l'inertie thermique de la presse à injection.

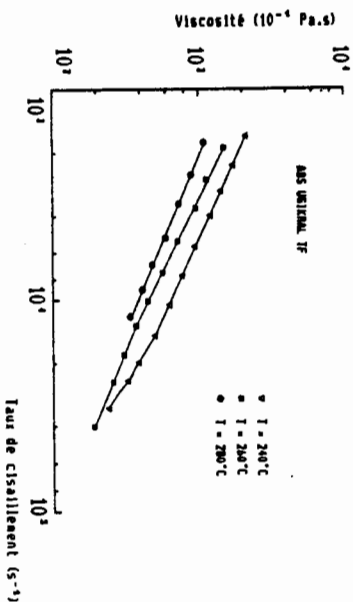


Figure 3 Courbes rhéologiques établies à partir du module

La plage de balayée pour le capillaire choisi est limitée. De ce fait, un module modifié à un seul capteur a été développé (on mesure la pression d'entrée $P_e(t)$). La

pression de sortie $P_2(t)$ est en première approximation égale à la pression atmosphérique). La partie fixe sur machine contient le capteur de pression et le thermocouple, la partie mobile, contenant la filière capillaire, tient lieu de buse d'injection et est aisément interchangeable. Ce type d'élément assure une plus grande flexibilité, en particulier une large plage de taux de cisaillement peut être rapidement parcourue avec plusieurs éléments mobiles à capillaire différents.

4. Piézodépendance de la viscosité.

La connaissance de l'influence de la pression sur la viscosité est fondamentale pour une bonne maîtrise des procédés hautes pressions tels que la phase de compactage en moulage par injection.

4.1 Approche théorique

D'un point de vue fondamental, la piézodépendance de la viscosité, de même que la thermodépendance, fait appel à la thermodynamique des polymères. Différents modèles ont été établis :

Théorie d'Eriling: à partir de considérations basées sur la mécanique statistique, il est possible de quantifier la piézodépendance de la viscosité par une loi exponentielle $\eta = \eta(T, P) = \eta(T) \cdot \exp(-P)$ où $\gamma = (\partial \log \eta / \partial P)_T$ (Glassstone & al. 1961)

Théorie du volume libre: Le concept semi-empirique de volume libre, introduit par Doolittle 1951, a initié des approches thermodynamiques plus complètes, donnant des lois semblables aux lois WLF (Ferry & Straton 1960) ou des lois plus complexes (Fillard & Tschoegl 1977).

Théorie de Simha: enfin, une théorie de thermodynamique statistique, basée sur le concept complémentaire de volume occupé (cell and hole theory) a été développée par Simha & Somcynsky 1969. Cette théorie est utilisée essentiellement par Utracki (1983, 1985) pour caractériser l'influence de la pression sur la viscosité. À la fois sur un plan théorique et un plan expérimental.

4.2 Approche expérimentale

Une des instrumentation les plus facilement adaptables à des mesures de viscosité en écoulement pressurisé est un rhéomètre à capillaire modifié. La figure 4 illustre le principe. Le polymère, extrudé dans le cas classique à l'air libre, s'écoule dans ce

cas dans un réservoir (2) pressurisé à une valeur contrôlée P_2 . Le système de régulation étant couplé électroniquement au pilotage d'une servo-vanne à partir d'un capteur de force.

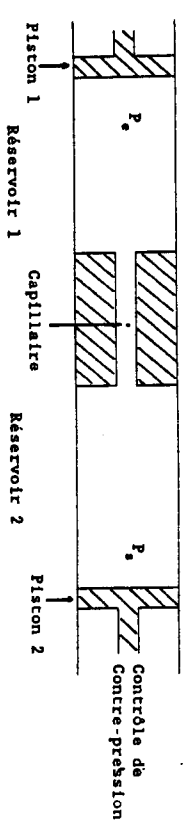


Figure 4 Schéma du rhéomètre à capillaire modifié

Très globalement, si les pertes de charge limite $\Delta P_1 = P_1 - P_2$, obtenues pour différentes valeurs q_1 du débit d'entrée (que l'on contrôle), sont faibles par rapport à la contre-pression P_2 elle-même, la courbe de viscosité correspondante peut être assimilée à $\eta = \eta(T, P_2)$.

Les premiers essais de validation du système ont été effectués sur un polystyrène Gdex 1541 (voir figure 5).

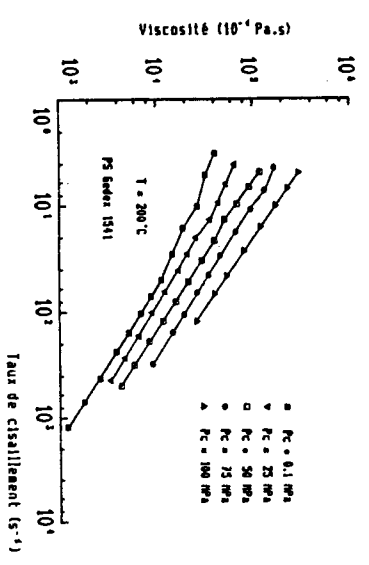


Figure 5 Courbes de viscosité à T = 200°C pour différentes pressions P_2 .

Conclusion

Des méthodes de mesure de viscosité de cisaillement ont été développées et en partie validées. Des modules rhéologiques permettant des mesures de

viscosité de polymère sur site industriel sont appelés à soit remplacer éventuellement des rhéomètres classiques pour certaines fonctions de base, soit à intégrer des systèmes de contrôle de procédé dans un proche avenir. D'autre part, un rhéomètre à capillaire modifié devrait permettre la mesure de viscosité à pressions élevées et la validation des théories de la piézodépendance de la viscosité.

Références

- Austin, C. 1987. Material Testing and Correlation. Plenary Lecture Given at the North American Meeting of the Polymer Processing Society, Buffalo (N.Y.), september 27-30.
- Doolittle, A.K. 1951. The Dependence of the Viscosity of Liquids on Free-Space. *J. of Appl. Phys.* 22: 1471-1475.
- Ferry, J.D. & Stratton, R.A. 1960. The free Volume Interpretation of the Dependence of Viscosities and Viscoelastic Relaxation Times on Concentration, Pressure and Tensile Strain. *Kolloid-Z.* 171: 107-111.
- Fillers, R.W. & Tschoegl, N.W. 1977. The Effect of Pressure on the Mechanical Properties of Polymers. *Trans. Soc. Rheol.* 21: 51-100.
- Glasstone, S., Laidler, K.J. & Eyring H. 1941. *The Theory of Rate Processes*. Chap. IX. New York and London: Mc Graw Hill
- Huillier, D., Lenfant, C., Terrisse & J., Detterre, R. . . Modeling the packing stage in Injection Molding of Thermoplastics, to appear in *Polymer Eng. Sci.*
- Simha, R. & Somcynsky, T. 1969. On the statistical Thermodynamics of Spherical and Chain Molecule Fluids. *Macromolecules* 2: 342-350.
- Takahashi, H., Matsuoka, T. & Kurauchi 1985. Rheology of Polymer Melts in High Shear Rate. *J. of Appl. Polym. Sci.* 30: 4669-4684.
- Utracki, L.A. 1983. Temperature and Pressure Dependence of Liquid Viscosity. *The Can. J. of Chem. Eng.*, Vol. 61: 753-758.
- Utracki, L.A. 1985. A Method of Computation of the Pressure Effect on Melt Viscosity. *Polymer Engineering and Science*, Vol. 25, 11: 655-668.

* Nous remercions la Direction des Laboratoires d'Automobiles de la région Renault pour le financement de l'étude sur les modules rhéologiques engagée par J.-F. Daurelle, Ingénieur EAHF ayant intégré depuis ce service.

LE DEFAUT DE "PEAU DE REQUIN" EN EXTRUSION CARACTERISATION PAR RUGOSIMETRIE ET BIREFRINGENCE D'ECOULEMENT

Beaufils P., Vergnes B., Blanc P., Agassant J.F.
Centre de Mise en Forme des Matériaux

Unité Associée au CNRS n° 852
Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris
Sophia Antipolis, 06560 VALBONNE

SOMMAIRE: Nous avons étudié l'évolution du défaut de "peau de requin" d'un Polyéthylène basse densité linéaire. La géométrie du défaut a été mesurée par une technique de rugosimétrie tridimensionnelle et son évolution a été corrélée avec celle du cliché de biréfringence dans l'écoulement. Les paramètres de l'étude sont le débit d'extrusion, la température et la géométrie de la filière (angle du convergent et longueur).

SUMMARY: The development of "sharkskin" defect in LLDPE was studied. The geometry of the defect was measured by a three-dimensional roughness measurement method and its development was correlated to birefringence pattern in the die flow. The influences of the flow rate, the temperature and the die geometry (angle and length) were examined.

1. INTRODUCTION

L'étude des défauts d'extrusion a donné naissance depuis plus de vingt ans à une abondante littérature. Différents types de défauts ont pu être mis en évidence suivant les polymères utilisés et les conditions de l'écoulement (Petrie & Denn 1976). Les différents auteurs ont pris l'habitude d'établir des classifications qualitatives de ces défauts et de citer des seuils

réputé présenter dès les faibles vitesses d'extrusion un défaut du type "peau de requin" (Constantin 1984).

d'apparition en termes de "cission critique" (Vlachopoulos & Alam 1972) ou de "nombre de Weissenberg critique" (Ballenger et al. 1971, Mc Intire 1972).

On trouve dans la littérature de nombreuses interprétations théoriques des phénomènes de rupture d'extrudat; elle font intervenir principalement des hypothèses de rupture à l'état liquide (Tordella 1956, Den Otter 1971) ou de glissement-adhésion "stick-slip" (Benbow et al. 1961). Plus récemment les travaux de Weill (1978) relient la rupture d'extrudat à un phénomène d'oscillation de relaxation dû à la compressibilité du polymère au niveau du réservoir et de la filière tandis que Torre-Grossa (1984) a retrouvé expérimentalement sur un rhéomètre de Couette une évolution non monotone de la courbe cission-taux de cisaillement, susceptible de donner naissance à des défauts d'extrusion.

On le constate donc, à la grande variété de types de défauts observés, les différents auteurs répondent par une non moins grande diversité d'interprétations possibles qui font intervenir la nature de l'écoulement dans le réservoir et/ou dans le capillaire.

L'approche que nous développons se limite délibérément au seul défaut de "peau de requin" ou "sharkskin" qui est le premier à apparaître, et donc le plus limitatif au niveau industriel.

Notre intention est de montrer comment, sur un polymère donné, en l'occurrence un PEBDL de type commercial, la mise en parallèle de plusieurs méthodes d'investigation permet de très bien caractériser le défaut observé et son évolution.

Pour ce faire deux techniques principales ont été mises en oeuvre simultanément:

- une étude fine de la géométrie de la surface du jonc grâce à des mesures effectuées en rugosimétrie tridimensionnelle; cette étude comble un certain vide bibliographique dû au manque de mesures réellement quantitatives de ce phénomène.

- une étude de l'écoulement "in situ" par la technique de biréfringence d'écoulement.

2. MATERIEL ET METHODES EXPERIMENTALES

2.1. Matériau:

Nous avons utilisé un seul type de polymère, le Polyéthylène basse densité linéaire Lotrex FC1010 (lot Z04E170) de la société CdF Chimie. Le PEBDL est

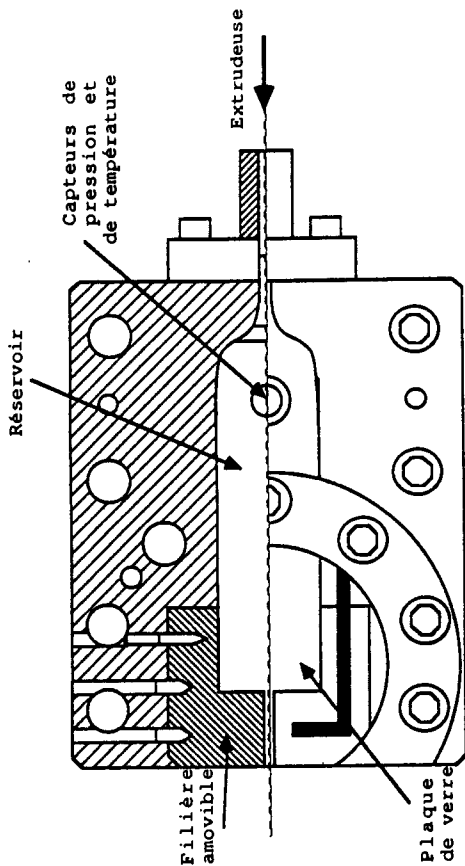


Figure 1: Schéma du dispositif expérimental

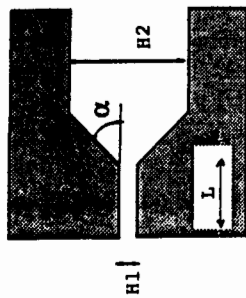
2.2. Montage expérimental:

Nous avons repris le dispositif d'écoulement utilisé par Sornberger et al. (1987) et présenté à la figure 1. Une extrudeuse KAUFMAN, dont on peut faire varier le débit d'extrusion entre 0 et 150 g/min (pour le PEBDL), alimente une filière plate dont les parois latérales sont constituées de deux plaques de verre de forte épaisseur. La partie finale de la filière est amovible, ce qui permet d'en modifier la géométrie. Un capteur de pression et un capteur de température sont disposés face à face en amont du réservoir. Un dispositif de biréfringence (source sodium monochromatique, polariseur, lames quart d'onde, analyseur, appareil photographique ou caméra) permet d'observer les franges isochromes à travers les parois de verre (Janeschitz-Kriegl 1983).

2.3. Protocole expérimental:

Nous avons travaillé à deux températures, 145°C qui est une limite inférieure pour ce type de produit, et 205°C.

Nous avons testé trois géométries de filière différentes dont les caractéristiques sont détaillées dans le tableau 1.



Filière	L (mm)	H1 (mm)	H2 (mm)	α
1	20,0	2,6	20,0	90
3	5,0	2,6	20,0	90
5	5,0	3,0	20,0	45

TABLEAU 1:
Caractéristiques des filières

Un essai type se déroule de la façon suivante:

On débute à basse vitesse de rotation, puis on augmente progressivement celle-ci. A chaque vitesse, on attend la stabilisation du signal de pression, puis on effectue une mesure de débit, on photographie le cliché de biréfringence et on prélève en sortie de filière des échantillons de jonce destinés aux mesures ultérieures de rugosimétrie.

On balaye ainsi toute la gamme de vitesse jusqu'aux possibilités maximales de la machine, tout en contrôlant soigneusement la température du polymère.

On recense ensuite progressivement vers les basses vitesses pour juger de la réversibilité et de la reproductibilité des observations.

2.4. Analyse des résultats:

Les mesures effectuées au cours de l'essai permettent en premier lieu de tracer les courbes caractéristiques pression/débit de l'écoulement dans la filière.

Sur chaque échantillon prélevé, nous effectuons ensuite une mesure de rugosimétrie - à l'aide d'un rugosimètre à palpéteur mécanique mis au point dans notre laboratoire (Quantin 1986) - dont la résolution en "altitude" est de 0,06 μm . Cet appareil permet en particulier d'obtenir:

- des profils de rugosité dans une direction donnée (figure 2a),
- des représentations 3D de la surface étudiée (figure 2b),
- une analyse statistique des points de mesure, donnant entre autre:

La rugosité moyenne R_a : $R_a = 1/n \sum |z_i - z|$

La rugosité totale R_t : $R_t = z_{\text{max}} - z_{\text{min}}$

La période éventuelle du défaut Π , à partir d'une transformée de Fourier (figure 2c).

Pour chaque échantillon, nous disposons également du cliché de biréfringence de l'écoulement dans la filière (figure 2d). Il nous permet de déterminer l'évolution de la biréfringence $\Delta = k \cdot \lambda / e$

avec: k : ordre de la frange observée

λ : longueur d'onde de la lumière monochromatique

e : largeur de l'écoulement

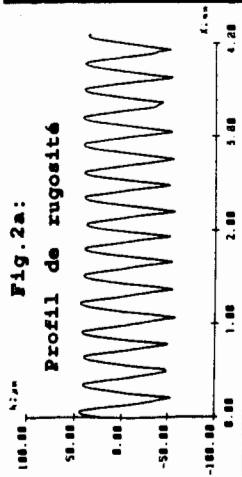


Fig. 2b:
Image 3D

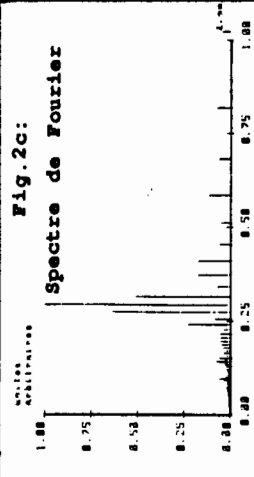


Fig. 2d:
Cliché de biréfringence

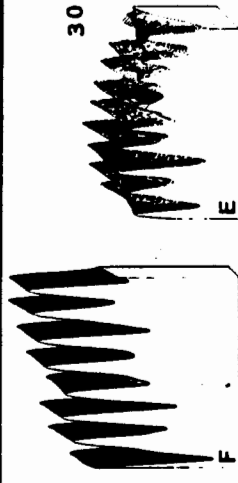
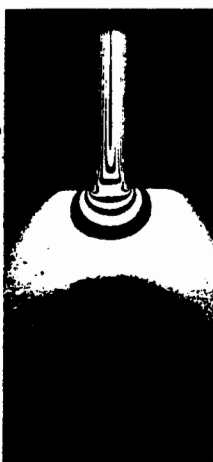
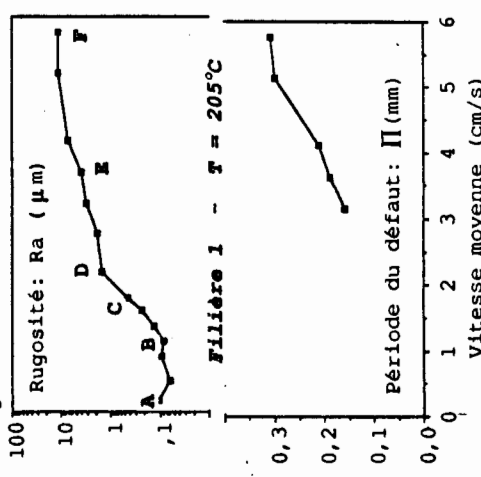


Figure 3:
Evolution des
images 3D

Figure 4: Courbes $R_a(V)$ et $\Pi(V)$



3. RESULTATS

3.1. Présentation générale des phénomènes observés:

Etude du défaut: L'utilisation de la rugosimétrie tridimensionnelle permet de suivre l'évolution de l'état de surface du jonc à chaque incrément de vitesse. La figure 3 présente - dans le cas de la filière n°1 à 205°C - l'évolution comparée des images 3D que l'on peut ainsi obtenir lorsque le débit d'extrusion augmente. L'analyse statistique de ces profils permet d'autre part de tracer l'évolution des paramètres rugosité moyenne Ra et période Π avec la vitesse moyenne d'extrusion (figure 4): on constate qu'il n'y a pas, à proprement parler, "apparition du défaut" à une vitesse donnée mais une évolution continue de celui-ci, qui passe progressivement de microrugosités erratiques inférieures à $1\mu\text{m}$ et invisibles à l'œil nu (du même ordre que celles que l'on peut trouver sur une pièce injectée) à des amplitudes de plus en plus importantes. Pour celles-ci, on va pouvoir observer l'émergence très progressive d'une périodicité de plus en plus marquée. Ceci permet de définir pour les vitesses les plus élevées une "période" du défaut Π (figure 4b).

Il est à noter que le "seuil d'apparition" du défaut de peau de requin cité par les auteurs correspond en fait au seul seuil de détection visuelle que nous avons pu chiffrer à une amplitude de l'ordre de $1\mu\text{m}$ pour le PEBD; il apparaît clairement que ce seuil subjectif - situé entre les échantillons C et D (fig.4) - ne correspond à aucun point particulier des courbes Ra(V) ou Π (V).

Etude de l'écoulement: La figure 5a nous montre - dans le cas de la filière n°1 à 205°C - l'évolution du cliché de biréfringence avec la vitesse d'extrusion. L'augmentation du débit d'extrusion se traduit par une croissance du nombre de raies dans l'écoulement; quelle que soit la vitesse nous pouvons situer les niveaux maxima de biréfringence au niveau du coin d'entrée du retrécissement, dans des zones difficilement observables expérimentalement. Nous nous sommes donc intéressés à l'évolution, plus facilement accessible, de la biréfringence sur l'axe de l'écoulement: on obtient ainsi (figure 5b) des courbes de même allure - croissance de la biréfringence dans le réservoir puis relaxation dans la filière, suivie d'une nouvelle augmentation juste avant la sortie - qui rendent correctement compte, et de l'augmentation du niveau général de biréfringence dans l'écoulement, et des points particuliers que sont l'augmentation du niveau de biréfringence en sortie et le maximum de ces courbes en un point commun situé juste avant le retrécissement. Dans le souci de limiter les paramètres de l'étude c'est ce point que nous appellerons biréfringence maximale (sur l'axe) et dont nous étudierons l'évolution par la

suite.

Fig.5a: Clichés de biréfringence

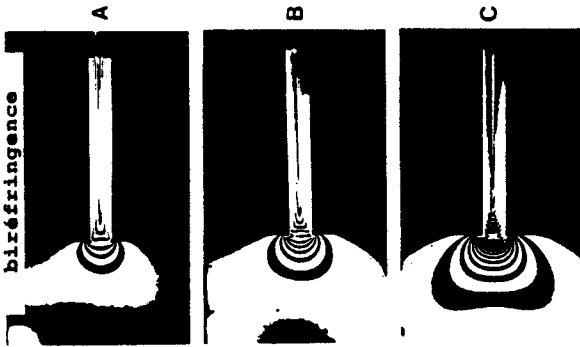


Fig.5b: Evolution de la biréfringence sur l'axe

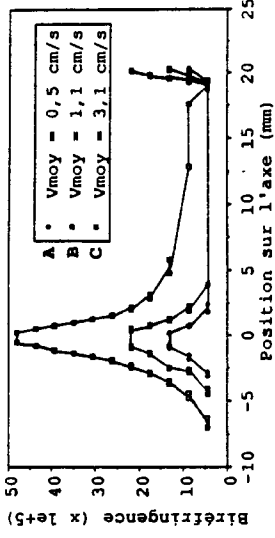
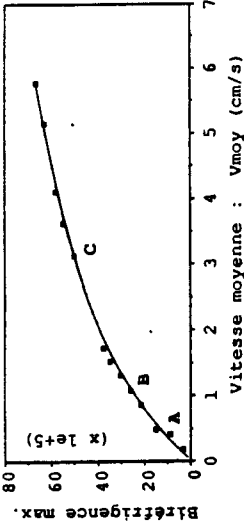


Fig.5c: Evolution de la biréfringence maximale



La figure 5c qui montre l'évolution de ce paramètre avec la vitesse d'extrusion présente une allure monotone et croissante.

3.2. Influence de la température:

La figure 6 présente pour la filière n°1 l'évolution de la rugosité avec la vitesse d'extrusion et ce pour les deux températures de l'étude (145°C et 205°C). Nous observons dans les deux cas une croissance régulière (pas de discontinuité) de la rugosité qui s'achève par une amorce de stabilisation à grande vitesse d'extrusion. L'influence de la température se traduit par une croissance beaucoup plus rapide et précoce à la température la plus basse. On observe de plus un niveau haut de rugosité plus élevé à cette même température de 145°C.

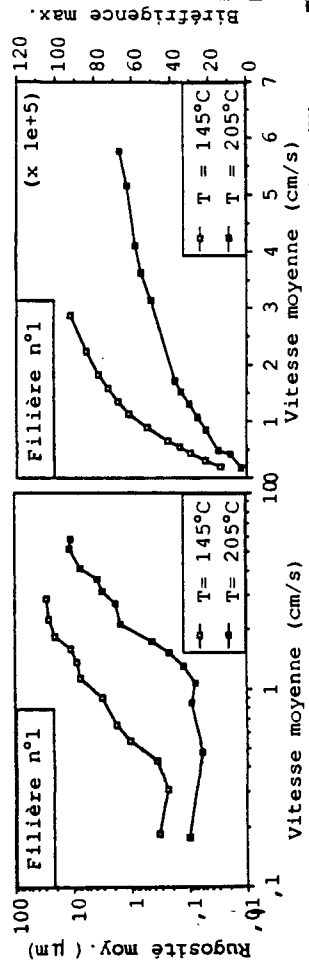


Figure 6: Evolution Ra(V) avec T Figure 7: Evolution Amax(V) avec T

4. CONCLUSION

Nous avons présenté un certain nombre de résultats expérimentaux concernant le défaut de peau de requin observé sur le PEBD linéaire. La mise en parallèle de plusieurs techniques d'observation a permis une caractérisation précise du défaut et de son évolution; en particulier, nous avons montré que l'apparition visuelle du défaut de peau de requin ne se traduisait par aucune discontinuité, que ce soit en terme d'évolution de la rugosité, de relation pression-débit ou en ce qui concerne les clichés de biréfringence. Il apparaît donc qu'il n'y a pas de différence de nature entre un jonc "lisse" et un jonc présentant le défaut "sharkskin".

La mise en corrélation géométrique du défaut - biréfringence d'écoulement semble bien établie. Le paramètre choisi - biréfringence maximale sur l'axe - rend correctement compte de cette correspondance à température constante, mais semble insuffisant pour représenter correctement toutes les observations. L'amélioration de la compréhension de ces phénomènes passe donc par une prise en compte plus complète du cliché de biréfringence.

REFERENCES :

- BALLENGER, T.F., CHEN, I.J., CROWDER, J.W., HAGLER, G.E., BOGUE, D.C., et
WHITE, J.L., 1971, *Trans. Soc. Rheol.*, **15**, 195
- BENBOW, J.J., CHARLEY, R.B., LAMB, P., 1961, *Nature*, **192**, 223
- CONSTANTIN, D., 1984, *Polym. Eng. Sci.*, **24**, 268
- DEN OTTER, J.L., 1971, *Rheol. Acta*, **10**, 200
- JANESCHITZ-KRIEGL, H., 1983, "Polymer Melt Rheology and Flow Birefringence",
Springer Verlag, Berlin
- MC INTIRE, L.V., 1972, *J. Appl. Polym. Sci.*, **16**, 2901
- PETRIE, C.J.S., DENN, M., 1976, *AICHE J.*, **22**, 209
- QUANTIN, J.C., 1986, "Application de la rugosimétrie tridimensionnelle à l'étude des surfaces", Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris
- SORNBERGER, G., QUANTIN, J.C., FAJOLLES, R., VERGNES, B., AGASSANT, J.F., 1987
J. Non New. Fluid Mech., **23**, 123-135
- TORDELLA, J.P., 1956, *J. Appl. Phys.*, **27**, 454
- TORRE-GROSSA, J.M., 1984, "Défaut d'extrusion du polyéthylène de haute densité: nouveaux aspects théoriques et expérimentaux", Thèse d'Etat, Université Louis Pasteur, Strasbourg
- VLACHOPOULOS, J., ALAM, M., 1972, *Polym. Eng. Sci.*, **12**, 184
- WEILL, A., 1978, "Oscillation de relaxation du polyéthylène de haute densité et défauts d'extrusion", Thèse d'Etat, Université Louis Pasteur, Strasbourg

CAPTA :
UN OUTIL D'INVESTIGATION PRATIQUE
POUR L'INJECTION DES THERMOPLASTIQUES.

BARALDI U.
C.R.I.F. Liège, Département Plastiques
B-4000 Liège

SOMMAIRE : Depuis 1980, le Crif utilise un système informatique permettant d'acquérir et synthétiser rapidement l'évolution des principaux paramètres de mise en oeuvre de l'injection de polymère thermoplastique. Ce système, complétement aux rhéomètres classiques, se justifie pour une meilleure compréhension du processus.

SUMMARY : Crif has developed, since almost eight years now, an inexpensive data acquisition and synthesis system to monitor processing parameters during injection molding of thermoplastic polymers. This system has been unvaluable as a complement to traditional rheological testing equipment.

1. INTRODUCTION

Le Crif est un centre de recherche industriel dont la vocation est, par le biais d'une activité de consultation ou de recherche à court terme, de fournir à l'industrie de support une assistance technique efficace et pratique.

Dans cet ordre d'idées, la section plastique s'est principalement spécialisée dans l'étude des processus de mise en oeuvre des matériaux polymériques, et plus particulièrement de l'injection.

La maîtrise de tout processus industriel passe par la connaissance ou la mesure précise de ses différents paramètres de fonctionnement. Or dans le cas de l'injection, processus discontinu, il existe une nuance importante entre les consignes affichées au tableau de commande et les valeurs réelles auxquelles le produit moulé sera soumis.

Autrement dit, malgré une maîtrise relativement complète des paramètres de réglage de la machine, ceux-ci ne reflètent pas, loin s'en faut, le traitement réel subi par la matière dans le moule.

Cette situation est particulièrement inconfortable au niveau de la maîtrise du processus, pour diverses raisons, dont les suivantes :

- Du traitement ou maltraitement réel subi par le polymère résulteront les propriétés ultérieures du produit moulé.
- Toute tentative de modélisation du processus, ou de corrélation d'effets observés en pratique avec des caractérisations de laboratoire, ne seront validées qu'à la condition d'avoir au minimum une évaluation réaliste des conditions de mise en oeuvre.

En fait ces considérations n'ont rien de neuf et l'industrie de l'instrumentation a mis au point, depuis longtemps, des capteurs performants, capables d'aller chercher l'information pertinente aux centres clef du processus de transformation.

Cependant, la densité de l'information fournie, pour peu qu'un certain nombre de capteurs soit installé ou que leurs mesures soient liées, rend toute manipulation ou interprétation directe relativement malaisée.

Une méthode de post-traitement automatique, permettant de synthétiser les renseignements fournis par les différents canaux de mesure et d'en tirer rapidement les conclusions importantes s'est vite avérée nécessaire.

Le système Capta représente l'exemple type d'un tel concept. Les quelques pages qui suivent vous le décrivent brièvement et en détailleront l'emploi et l'utilité dans certains cas d'espèce.

2. DESCRIPTION DU SYSTEME CAPTA

2.1. Paramètres à mesurer

Les paramètres physiques mesurables qui caractérisent les conditions de mise en œuvre d'un polymère durant le processus d'injection sont :

- La pression hydraulique dans le vérin d'injection
- La pression dans la masse polymérique en différents points de l'empreinte
- Le débit d'injection
- La température superficielle de l'empreinte

Bien qu'également fondamentale, la température de la masse polymérique ne peut actuellement être mesurée de manière entièrement satisfaisante, du moins dans l'empreinte même.

L'évolution de ces paramètres lors des phases dynamiques et statiques de l'injection permet de caractériser entièrement celle-ci.

2.2. Configuration générale du système (voir figure 1)

Le système d'acquisition considéré comprend trois unités :

- Une machine d'injection
- Un moule instrumenté CAPTA
- Un système d'acquisition et traitement MOPATS (Molding Parameters Acquisition & Treatment System)

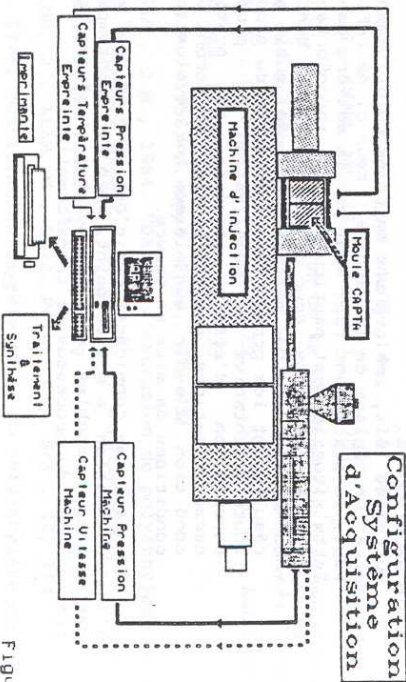


Figure 1.

- La machine d'injection est équipée de deux capteurs :
 - Un capteur de pression hydraulique dans le vérin d'injection qui fournira l'information sur la pression motrice du processus
 - Un capteur linéaire de déplacement de vis qui fournira l'information sur les débits atteints
- Le moule instrumenté est un outillage spécial dont la configuration générale est reprise à la figure 2.

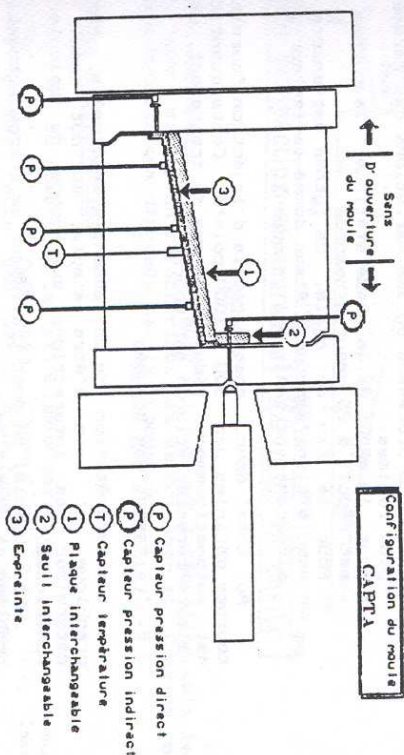


Figure 2.

L'empreinte disponible est de forme rectangulaire. Cependant, afin d'en accroître au maximum la surface sans pour cela nécessiter l'utilisation d'une machine surdimensionnée, un plan de joint étagé a été réalisé. Ainsi, avec une presse de 150 tonnes de force de fermeture, il est possible d'injecter des pièces dont la surface est de 150*250 mm.

Cette empreinte est de plus modulable : sa forme, son épaisseur ou son système d'alimentation peuvent être rapidement changés grâce à différents éléments démontables du moule.

Enfin, ce moule contient 5 capteurs de pression piézoélectriques et 1 capteur de température superficielle.

- Le système Mopats est basé sur un micro-ordinateur type PC équipé d'une carte d'acquisition analogique/digitale à 8 canaux. Les différents paramètres de l'acquisition, fréquences, tensions d'entrée, amplifications, etc. ainsi que les caractéristiques générales de l'essai peuvent être programmés en mode interactif, par le biais d'un logiciel parfaitement convivial. Une imprimante permet l'édition graphique ou non des résultats.

Les courbes de compactage (voir Figure 4)

Compacting curves

- 1 : Total value
- 2 : Up to max.

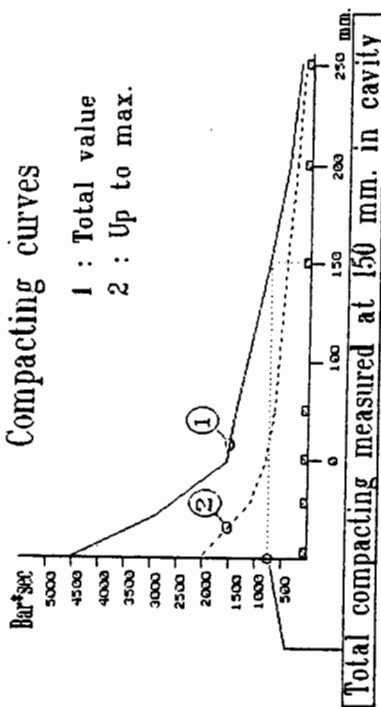


Figure 4.

ainsi éventuellement que des valeurs obtenus par intégration tels les nombres sans dimension caractéristiques de Brinkman et Cameron ou l'énergie hydraulique dépensée par le processus.

4. EXEMPLES D'UTILISATION

A partir du moment où les principaux paramètres du processus d'injection réel ont été numérisés, comme c'est le cas ici, leur traitement permet toute une série d'analyses concernant :

- le processus lui-même
- le comportement du polymère
- la conception du moule

entre autres choses.

D'autre part, il est ainsi permis de quantifier beaucoup plus précisément des phénomènes connus, mais jusque là mal évalués.

4.1. Influence des paramètres de mise en oeuvre

L'influence des paramètres de réglage machine fondamentaux peut bien entendu être rapidement visualisée. Cependant, c'est avec les réglages secondaires que l'emploi d'un tel système est le plus fructueux.

Les variations du coussin ou du dosage par exemple se sont souvent traduites par des variations sensibles et relativement inattendues au niveau des compactage. Comme ce paramètre est directement lié au retrait au moulage, ce genre de mesure est particulièrement intéressant.

L'effet de paramètres secondaires dont on se soucie assez peu, comme la mise en température du moule et de la machine, peut être également quantifié rapidement principalement par comparaison directe des courbes de compactage.

3. TRAITEMENT DES DONNEES

3.1. Compactage des données

Lors d'une injection, l'acquisition des données fournies par les différents capteurs se fait en trois phases :

- Pour la phase d'injection, le rythme d'acquisition varie de 100 à 400 mesures/seconde, étant donné qu'il s'agit de la phase du processus où les variations des paramètres sont les plus rapides.
- Pour le début de la phase statique, le rythme d'acquisition est réduit à 25 mesures/seconde
- Pour la fin du cycle, ce rythme est encore réduit à 10 acquisitions/seconde, étant donné la lenteur d'évolution des différents paramètres à ce moment.

Au total donc, chaque essai d'injection fournit en moyenne 8 courbes définies par 500 à 1000 points. Cette quantité de résultats est automatiquement réduite en vue du traitement ultérieur à 42 valeurs caractéristiques par courbe.

3.2. Traitement des données

L'interprétation de cet ensemble de données, même sous forme graphique est loin d'être simple, surtout quand il s'agit de déterminer des interactions ou encore de calculer des valeurs numériques.

Le logiciel de post-traitement se charge automatiquement de ce problème et détermine :

les courbes de pertes de charge (voir figure 3)

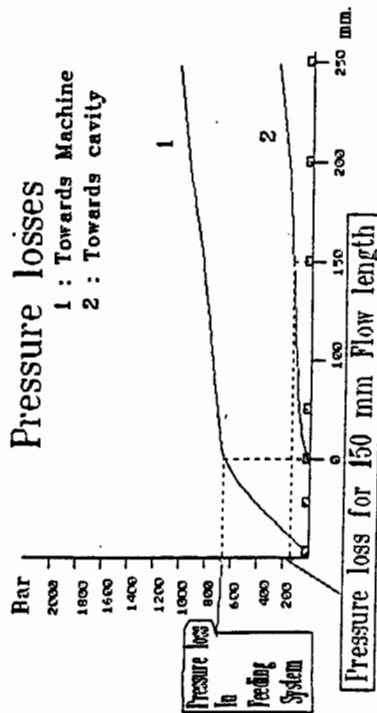


Figure 3.

MODELISATION DU COMPACTAGE-REFROIDISSEMENT
EN MOULAGE PAR INJECTION

Huilier D.
Ecole d'Application des Hauts Polymères/Institut Charles Sadron
F-67000 Strasbourg

De la Lande M.-E.
CISI Ingénierie
F-38000 Grenoble

SOMMAIRE: Des modèles de simulation des phases de compactage et refroidissement ont été développés et complètent les modèles de remplissage déjà existants en moulage par injection des thermoplastiques. Les équations de base utilisent une loi rhéologique de type Newtonien Généralisé piézo-dépendante et sont résolues par les méthodes des différences et des volumes finis.

SUMMARY: Models simulating the interaction between flow, heat transfer and thermodynamic behavior during the packing-cooling stages in injection molding of thermoplastics have been developed. The Generalized Newtonian fluid law has been chosen, including pressure effects and a finite difference-finite control volume technique is utilized to solve the set of governing equations.

1. INTRODUCTION.

De manière générale, le moulage des thermoplastiques consiste à injecter un polymère fondu, porté à une température élevée de l'ordre de 200°C ou plus, dans une cavité dont les parois sont régulées thermiquement à une température très inférieure (de 20 à 50°C): le polymère y subit alors une solidification progressive et la pièce une fois refroidie est ensuite démoulée. Le cycle d'injection de la matière dans le moule se décompose en deux étapes.

1.1 Remplissage

La première étape est le remplissage de l'empreinte du moule. Depuis plusieurs années, des travaux sont réalisés à la fois de façon théorique et expérimentale sur

4.2. Comportement du polymère

Certains polymères dont la caractérisation par rhéométrie capillaire ne révèle aucune anomalie de comportement peuvent se révéler en pratique particulièrement surprenants.

Ainsi, une étude sur les polypropylènes chargés de CaCO₃ a-t-elle permis de mettre en évidence l'importance non négligeable de la granulométrie de la charge sur le comportement réel du matériau.

Alors que peu de nuances furent mises en relief par les essais de rhéométrie capillaire traditionnels, l'usage du Capta permet de déterminer des différences de comportement significatives, aussi bien au niveau de la perte de charge que du compactage.

Ces différences proviennent probablement de conductivités et de déperditions visqueuses variables qu'un rhéomètre travaillant à température constante ne pourra mettre en relief.

Le même cas fut observé avec des thermoplastiques fortement chargés d'EPDM.

4.3. Conception du moule

L'influence exacte de la configuration du moule et principalement du système d'alimentation choisi peut être déterminée. Les plus intéressants résultats furent obtenus en étudiant des alimentations par canaux chauds dans lesquelles les effets de compressibilité ne sont pas négligeables, et encore actuellement mal quantifiés.

4.5. Simulation de processus

Pour le calibrage d'un modèle de simulation, un tel système, fournissant directement l'équivalent des valeurs calculées est indispensable. En fait il est actuellement utilisé pour l'évaluation des logiciels de simulation disponibles sur le marché.

5. CONCLUSION

Moyennant un investissement relativement modeste, le moule Capta couplé au système Mopats est un outil d'investigation puissant et adapté aussi bien aux besoins de l'industrie que des centres de recherche.

Le principe utilisé, couplant les capacités d'une microinformatique bien comprise à celle de capteurs performants trouvera certainement application pour d'autres processus de mise en oeuvre.

une équation d'état de type Van der Waals (Spencer & Gilmore 1951) était généralement couplée à des équations dynamiques décrivant des écoulements de Hele-Shaw compressibles. L'équation résultante, aux dérivées partielles pour la pression ou la densité, était résolue à température constante dans la plupart des cas, et ce pour des conditions initiales et aux limites très simplifiées; le polymère était assimilé soit à un fluide purement Newtonien, soit à un fluide à loi de puissance ou de type Newtonien généralisé, la dépendance de la viscosité étant toujours ignorée.

Laflaur 1983 et Deterre 1984 ont plus récemment proposé de résoudre le système complet d'équations par des méthodes numériques plus élaborées.

Deux modèles Pack1 et Pack2, se référant au travail original de Deterre, sont présentés. Ils considèrent la phase de compactage-refroidissement d'un polymère amorphe (polystyrène Gedex 1541 Cdf-Chimie) injectée dans une cavité rectangulaire de longueur L (suivant x), de faible épaisseur e (suivant y) par rapport à la largeur l (suivant z) et calculent l'évolution spatio-temporelle de la densité, de la vitesse et de la température.

Ces modèles sont transposables actuellement à d'autres géométries élémentaires simples, tels que des disques, des cylindres et des plaques, géométries dans lesquelles l'écoulement peut être considéré comme quasi-monodimensionnel. Par ailleurs, l'intégration de cinétiques de cristallisation dans ces modèles permet de traiter le cas des polymères semi-cristallins.

2. EQUATIONS ET HYPOTHESES DE BASE

2.1 Définition du problème

Il s'agit d'étudier l'écoulement instationnaire faiblement compressible d'un fluide non-newtonien pénétrant une cavité déjà pleine sous l'effet d'une pression non négligeable exercée en amont de cette cavité, l'enclainte quasi isochore étant régulée thermiquement à basse température, le fluide subissant par conséquent un changement de phase liquide-solide au cours de ce refroidissement.

2.2 Equations de base.

Pour les polymères amorphes, le système à résoudre est un système de douze

cette première phase. Le remplissage est fréquemment modélisé par l'écoulement laminaire ($Re < 1$) instationnaire, isotherme ou non, d'un fluide non-newtonien incompressible, à débit contrôlé, avec avancée d'un front de matière (Mavridis et al. 1986). Diverses équations constitutives purement visqueuses -Newtonien, loi en puissance, Newtonien généralisé- ou viscoélastiques -de type White-Metzner, Leonov- sont utilisées dans les modèles existants et les systèmes d'équations régissant l'écoulement sont résolues par les méthodes des différences ou des éléments finis.

Ces modèles permettent d'optimiser le remplissage des moules (position et nombre des points d'injection, position des lignes de resoudure, équilibrage des canaux...) et donnent une idée de la force de fermeture. Plusieurs codes informatiques susceptibles de simuler le remplissage de moules complexes sont disponibles sur le marché industriel (Moldflow, Cadmould, Procop F2D/3D, C-Flow, Timon, Fill, Simulflow...). La plupart sont désormais présents dans des systèmes intégrés de CAO moules (Manziona 1987)

1.2 Compactage-refroidissement

Afin de minimiser le retrait volumique final de la pièce, résultant d'une dilatation thermique élevée caractéristique des polymères ($\alpha = 1/v \cdot \partial v / \partial T = -5 \cdot 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$), il est nécessaire d'injecter une quantité supplémentaire de matière, sous forte pression, une fois le moule rempli. Cette opération est possible en raison de l'effet combiné d'une faible conductivité thermique et de la compressibilité du matériau à l'état fondu.

Cette deuxième phase, dite de compactage-refroidissement, correspond à un écoulement non-stationnaire et anisotherme de fluide compressible. Elle est considérée comme essentielle pour la détermination des propriétés mécaniques finales. L'estimation de la géométrie exacte des pièces injectées et sa modélisation doit permettre la quantification des retraits, des contraintes résiduelles et des déformations subséquentes.

1.3 Résumé bibliographique.

Plusieurs schémas de modélisation des phases de post-remplissage ont initialement été développés (Huillier et al.), avec les points communs suivants:

les cavités de moules considérées étaient de géométrie élémentaire (plaque ou disque de faible épaisseur), de ce fait les modèles étaient mono ou bi-dimensionnels

parfaitement l'évolution du volume spécifique en fonction de la température et de la pression à l'état fondu; à l'état vitreux, dans la mesure où les propriétés viscoélastiques sont omises, elle donne également satisfaction.

Équations dynamiques: La condition $e \ll 1$ permet de considérer que la pression est uniformément constante dans l'épaisseur et que le champ de vitesse est monodimensionnel, aussi le vecteur vitesse est donné en coordonnées cartésiennes par $\vec{V} = (U(x,y,t), 0, 0)$. On néglige l'effet de la gravité. Les équations du mouvement se réduisent au système :

$$\begin{cases} P = P(x,t) & (3) \\ \rho \partial U / \partial t + \rho U \cdot \partial U / \partial x = -\partial P / \partial x + \partial(\eta \cdot \partial U / \partial y) / \partial y & (4) \end{cases}$$

et l'équation de continuité s'écrit en écoulement monodimensionnel :

$$\partial \rho / \partial t + \partial(\rho U) / \partial x = 0 \quad (5)$$

Équation de l'énergie: la conduction thermique en x et z est négligée par rapport à la conduction dans l'épaisseur. On suppose de plus que la diffusivité thermique du polymère est constante. L'équation de la chaleur est :

$$\partial(\rho c_v T) / \partial t + \partial(\rho c_v U T) / \partial x - \partial(k \cdot \partial T / \partial y) / \partial y - \dot{W} = 0 \quad (6)$$

où c_v et k désignent respectivement la capacité calorifique et la conductivité thermique du polymère et $\dot{W} = \eta \cdot \dot{\gamma}^2$ est la puissance dissipée par frottement visqueux ($\dot{\gamma} = \partial U / \partial y$).

2.3 Conditions initiales.

Elles sont spécifiées par les programmes de remplissage, tels que celui mis au point par Philippon et al. 1985, dont les résultats donnent les champs de vitesse, de pression et de température en fin de phase de remplissage.

2.4 Conditions aux limites.

A ces équations sont associées les conditions aux limites suivantes. Les températures de paroi (frontière Γ_0) du moule froid T_w et celle du polymère fondu T_m à l'entrée de la buse d'injection (frontière Γ_1) sont supposées constantes. La condition dynamique amont est la pression de compactage P_p à l'entrée de la cavité, la condition aval étant donnée par un débit de matière nul aux frontières géométriques du moule (Γ_0 et Γ_2). On suppose qu'il n'y a pas de glissement en paroi. Le plan médian est un plan de symétrie.

équations, aux dérivées partielles pour la plupart, à douze inconnues. Les équations sont celles du mouvement (au nombre de trois), de continuité, d'énergie et d'état complétées de six lois rhéologiques, les inconnues étant la vitesse (3 composantes), la pression, la densité, la température et les six composantes du tenseur symétrique σ des contraintes.

Équations constitutives: On suppose que le fluide suit une loi de comportement rhéologique de type Newtonien Généralisé, c'est-à-dire que $\dot{\eta} = \eta(T, P, \dot{\gamma})$ où $\dot{\gamma}$ est le taux de cisaillement local. Les lois de comportement sont données dans ce cas :

$$(1) \quad \dot{\eta} = 2\eta \cdot \Delta - P \cdot \delta \cdot \Delta \quad \text{étant le tenseur de taux de déplacement.}$$

La viscosité η est calculée par interpolation à partir d'un réseau de courbes rhéologiques $\eta_0 = f(T, \dot{\gamma})$ résultant de mesures de viscosité sur un rhéomètre capillaire (figure 1) avec corrections de Bagley et de Rabinovitch.

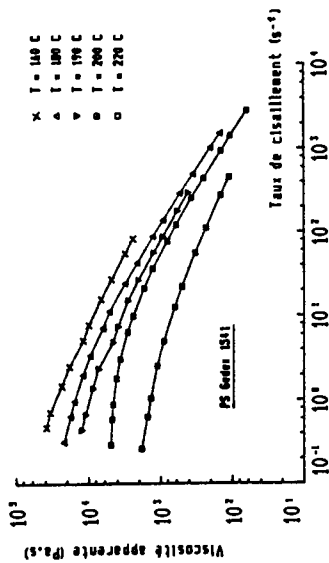


Figure 1 Courbes de viscosité de cisaillement

Les effets de la pression sur la viscosité sont pris en compte par le biais d'une correction exponentielle $\eta = \eta_0 \cdot \exp(P/P_0)$, P_0 étant une pression de référence (Utracki 1983).

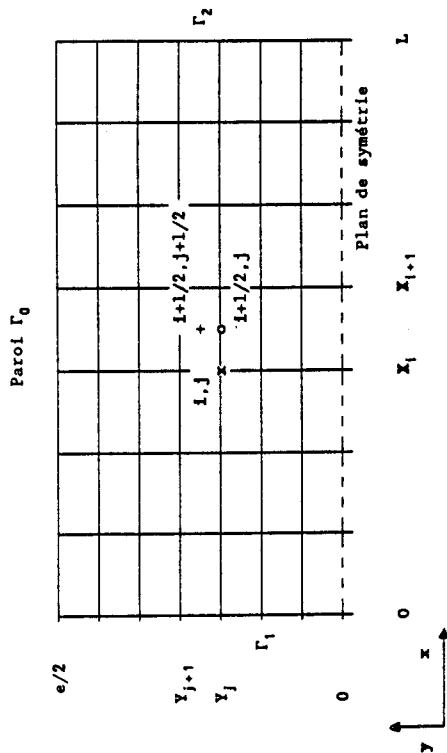
Équation d'état: Dans le cas des polymères amorphes, l'équation d'état adoptée est l'équation analytique de TAIT : (2) $V_g(P, T) = f(T) \cdot (1 - c_1 \cdot \ln(1 + P/g(T)))$, avec $f(T) = a \cdot T + b$ et $g(T) = c \cdot e^{-dT}$, a, b, c, d et c_1 étant des constantes dépendant du polymère et V_g étant le volume spécifique.

Des travaux antérieurs (Deterre 1984) ont montré que cette équation est représentative du comportement thermodynamique des polymères amorphes. Elle décrit

3. MODELES PACK.

3.1 Principes généraux.

La modélisation utilise un schéma aux différences finies à mailles décalées, dont le principe consiste à définir plusieurs maillages, chacun étant associé à un type d'inconnues. Les systèmes à noeuds décalés assure en général une stabilité des schémas de résolution meilleure que dans le cas d'un maillage unique (Patankar 1980).



Grille à mailles décalées pour la géométrie rectangulaire

L'équation d'état, les bilans de quantités de mouvement et d'énergie sont forcement couplés. Le caractère instationnaire induit une discrétisation temporelle du problème (itération de l'algorithme sur des pas de temps). La résolution globale du compactage-refroidissement est dissociable en une première phase dynamique (où le champ de vitesse n'est pas nul) et en une seconde phase statique débutant à l'instant où le champ hydraulique s'annule.

La durée typique de la phase dynamique dite de compactage est de l'ordre de la seconde, alors que le phénomène de refroidissement qui l'accompagne se poursuit généralement sur quelques dizaines de secondes. De ce fait, il est justifié de découpler le calcul de Mécanique de celui de la Thermique pour un pas de temps raisonnable.

Phase d'écoulement compressible: L'équation de la chaleur est résolue indépendamment

des équations dynamiques associées à l'équation d'état.

Phase de Refroidissement sans écoulement: A chaque pas de temps, les équations à prendre en compte sont celle de la chaleur (en conduction pure) et l'équation d'état. Pour chaque section d'abscisse x_i , le traitement algorithmique dépend de l'état de la pression par rapport à la pression atmosphérique P_{at} sur cette section.

- tant que $P_i > P_{at}$, on résout l'équation de la chaleur et on détermine ensuite la variation de la pression, à densité locale constante, par l'intermédiaire de l'équation d'état: $\partial P / \partial t = - (\partial \rho / \partial T)_p \cdot (\partial \rho / \partial P)_T \cdot \partial T / \partial t$.

- à partir du moment où la pression P_i est retombée à la pression atmosphérique, on résout l'équation de la chaleur, puis l'équation d'état, à pression constante égale à P_{at} , permet de déterminer la variation des densités locales $\partial \rho / \partial t = (\partial \rho / \partial T)_{P_{at}} \cdot \partial T / \partial t$. Ces accroissements de densités caractérisent les retraits de matière.

3.2 Pack

Maillage: Les températures T et la vitesse U sont calculées aux noeuds (ij) et la pression P moyennée sur l'épaisseur et les densités ρ sont calculées aux noeuds décalés $(i+1/2, j+1/2)$.

Equation de l'énergie: L'équation de la chaleur est résolue par une méthode classique de Crank-Nicholson aux différences finies.

Equations du mouvement: On néglige les forces de volume (de masse et d'inertie). On considère que l'écoulement compressible instationnaire peut être simulé par une succession d'écoulements instantanés supposés être, à la dimension de la maille près, quasi-permanents et incompressibles pendant chaque intervalle de temps Δt : ceci constitue une hypothèse fondamentale dans la résolution algorithmique. Les équations du mouvement qui en résultent (celles d'un écoulement rampant de type Hele-Shaw) sont résolues séparément à l'équation de continuité par un schéma d'Euler ou de Runge-Kutta et donnent alors le champ de vitesse correspondant, le champ de pression restant explicite. Les effets compressibles sont corrigés par la résolution de l'équation de continuité sous sa forme intégrale (par volumes finis). L'erreur introduite par une telle procédure est limitée à la dimension de la maille et au pas de temps.

Calcul du champ de pression implicite: Le bilan de flux de masse permet de calculer

La quantité de matière dans chaque maille et par conséquent la distribution de densités. Le champ de température est déterminé par ailleurs à partir de l'équation de la chaleur. Aussi la pression P dans chaque maille peut être déduite par une relation thermodynamique (équation d'état) appropriée. En fait, la pression est moyennée sur l'épaisseur (sur $j+1/2$).

Performance de Pack1. La structure même du schéma de résolution de la mécanique rend la procédure pseudo-explicite. De ce fait, le souci d'optimisation du temps de calcul a encouragé une approche plus implicite du problème compressible.

3.3 Pack2

La méthode adoptée utilise un modèle de différences finies issu d'intégrations, sur des volumes finis, de la forme conservatrice des équations physiques et est un cas spécial de la méthode de Galerkin ou des résidus pondérés. Elle s'applique particulièrement bien aux écoulements compressibles tels que les systèmes biphasiques (Nakanura 1986).

Inconnues de base. Les températures sont évaluées aux noeuds (i,j) et la mécanique est résolue en pression aux sections d'abscisse X_1 et en débits massiques $G = \rho U$ calculés aux noeuds décalés (i+1/2,j). Les densités sont déduites de l'équation d'état aux noeuds (i,j).

Conservation de masse. L'équation (5) est intégrée sur les volumes finis centrés sur les noeuds de pression et sur l'intervalle de temps Δt .

$$\int_{\Delta t} \int_{\Delta V} (\partial \rho / \partial t + \partial(\rho U) / \partial x) dt dV = 0 \quad (7)$$

En utilisant l'équation de Tait, les équations (7) conduisent aux relations:

$$P(X_1, t + \Delta t) + [A_1] \cdot [C(X_{1,1/2} - G(X_{1,1/2}))]_{t+\Delta t} = P(X_1, t) \quad (8)$$

Conservation de la quantité de mouvement. L'équation (5) est intégrée sous forme conservatrice sur les volumes finis centrés sur les noeuds décalés des débits de masse et sur l'intervalle de temps Δt .

$$\int_t^{t+\Delta t} \int_{\Delta V} [\partial G / \partial t + \partial(CU) / \partial x + \partial P / \partial x - \partial(\eta \partial U / \partial y) / \partial y] dV dt = 0 \quad (9)$$

Après intégration et discrétisation implicite, les équations (9) conduisent à des

systèmes matriciels du type :

$$\begin{bmatrix} T^i \\ \vdots \\ T^j \\ \vdots \\ T^k \end{bmatrix} \cdot [G(X_{1,1/2})]_{t+\Delta t} + \begin{bmatrix} D^i \\ \vdots \\ D^j \\ \vdots \\ D^k \end{bmatrix} \cdot [C(X_{1,1/2})]_{t+\Delta t} + [E^i] \cdot [P(X_{1,1/2}) - P(X_1)] - [F^i] \quad (10)$$

Une combinaison des équations de conservation de masse (8) et de quantité de mouvement (10) permet d'éliminer les termes implicites de pression. Les équations algébriques résultantes constituent alors un système linéaire complexe uniquement en $G(t+\Delta t)$:

$$[A] \cdot [G(t+\Delta t)] = [B] \quad \text{où } A \text{ est une matrice bande, ce système est résolu par un algorithme optimisé pour ce type de matrice.}$$

Le champ de pression implicite $P(t+\Delta t)$ est ensuite calculé par l'intermédiaire des équations de conservation de masse (relations (8)).

Performance de Pack2. Le schéma de résolution quasi-implicite pour la Mécanique et la nature du maillage permettent un couplage numériquement stable des équations de quantité de mouvement et de continuité, de ce fait le pas de temps est nettement optimisé par rapport à Pack1.

4. RESULTATS DE MODELISATION

Les données utilisées dans les simulations de Pack1 et de Pack2 sont récapitulées dans les tableaux 1 pour les caractéristiques de matière, dans le tableau 2 pour les paramètres géométriques et les conditions de moulage.

Chaleur spécifique	$c_p = 2000 \text{ J/kg } ^\circ\text{C}$
Diffusivité thermique	$\alpha_T = 8 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2/\text{s}$
Coefficients de l'équation de Tait:	
$c_t = 0.0894$	$T > T_g$
$a \text{ (m}^3/\text{kg } ^\circ\text{C)}$	$62 \cdot 10^{-8}$
$b \text{ (m}^3/\text{kg)}$	$74 \cdot 10^{-5}$
$c \text{ (Pa)}$	$74 \cdot 10^{-6}$
$d \text{ (} ^\circ\text{C}^{-1})$	$46 \cdot 10^{-4}$
Piezodépendance de la viscosité	$P_* = 30 \text{ MPa}$

Tableau 1 : Propriétés de la matière (polystyrène gedex 1561-Cdf Chimite)

cavité. Dans ce cas, la pression amont est transmise intégralement dans le polymère restant fluide, et le pic de pression n'étant pas prévisible (voir figure 3).

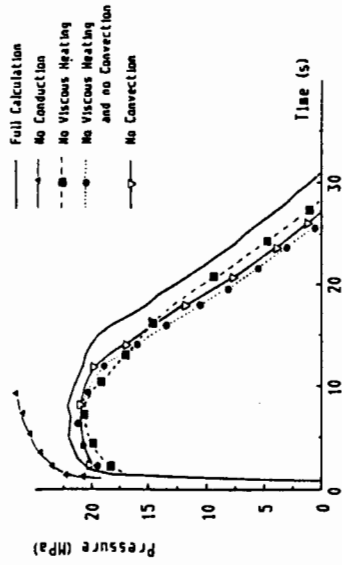


Figure 3 Influence des termes de l'équation de la chaleur sur la pression calculée dans la cavité (Pack1)

4.3 Rôle de la viscosité et de la diffusivité

Les modèles de compactage devant prendre en compte les effets thermiques, il est clair que la diffusivité, qui contrôle l'évolution spatio-temporelle de la température, et les grandeurs physiques thermodynamiques du phénomène jouent un rôle fondamental. La viscosité en particulier, qui gouverne le champ de vitesse et par conséquent les bilans de masse, influence de façon drastique l'évolution de la pression tout en étant elle-même piézodépendante (voir figure 4).

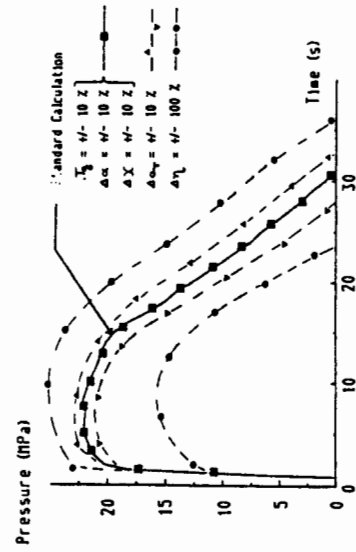


Figure 4 Rôle de la viscosité et de la diffusivité

	Pack1	Pack2
Longueur de la cavité L	0.150 m	0.215 m
Épaisseur e	0.005 m	0.002 m
Largeur de la cavité l	0.100 m	0.070 m
Température du moule T _{moule}	55°C	50°C
Température d'injection T _{melt}	200°C	250°C
Pression de Compactage P _{pack}	30 MPa	50 MPa

Tableau 2 : Paramètres géométriques et conditions de moulage

4.1 Evolution de la pression (Pack2)

Initialement, en fin de remplissage, la pression P(x) est une fonction linéaire décroissante. Ensuite la pression de compactage est transmise d'amont en aval assez rapidement, la pression dans la cavité s'uniformise à une valeur maximale qui est maintenue un certain temps; ceci constitue la phase de compactage. Puis, la pression retombe progressivement jusqu'à la valeur P_{at} qu'elle atteint d'abord en bout de cavité puis de plus en plus près de la section d'injection (voir figure 2).

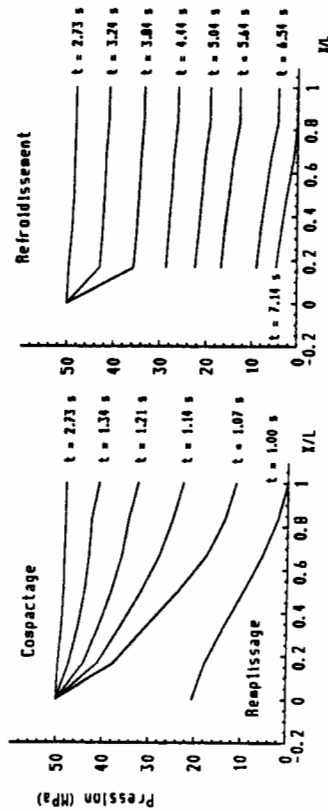


Figure 2 Evolution de la pression dans la plaque (Pack2)

4.2 Influence de l'équation thermique

Les différents termes de transfert de chaleur ont été éliminés dans des simulations complètes successives. Le modèle sans conduction qui est en fait quasi-isotherme n'arrive pas à prédire l'évolution classique de la pression dans la

4.4 Retraits

L'histoire thermodynamique $(P(X,t), T(X,t))$ détermine l'évolution locale des retraits. Ceux-ci sont plus prononcés dans les zones avales où la pression retombe d'abord à la pression atmosphérique, et ce à des températures plus élevées.

Il est clair que l'on peut diminuer les retraits en retardant le retour de la pression à P_{at} , ceci peut être réalisé en modifiant les conditions d'injection, par exemple en augmentant la pression amont de compactage P_{pack} . Ceci est clairement démontré dans le tableau 3. Celui-ci explicite l'influence de P_{pack} sur le retrait

$$R_{0.5} \text{ au centre de la pièce, } t_{st} \text{ est tel que } P(X/L = 0.5, t = t_{st}) = P_{at} \text{ et } T_{st} = T(X/L = 0.5, Y = 0, t = t_{st}).$$

Pression P_{pack} (MPa)	30	40	50	60	70
t_{st} (s)	5.3	6.5	7.7	9.6	15.4
T_{st} (°C)	158.3	140.0	124.0	104.2	68.9
$R_{0.5}$ (t)	2.35	1.89	1.48	1.00	0.52

Tableau 3 Influence de la pression de compactage sur le retrait

5. Conclusion

Des logiciels de simulation non élastiques de la phase de compactage refroidissement a été développé dans le cadre plus vaste de codes futurs de simulation de l'injection des thermoplastiques. La complexité des algorithmes vient du caractère compressible du phénomène, et une équation d'état caractéristique de la thermodynamique des polymères est nécessaire.

Il a été établi que l'hypothèse isotherme est inadmissible. Les transferts de chaleur devant être pris en charge dès le remplissage, le modèle est très sensible à la loi rhéologique (viscosité). Les modèles futurs devront intégrer plus d'information sur la dépendance de la viscosité en général, sur la dépendance de la viscosité près de la température de transition vitreuse en particulier, de même que les effets élastiques.

Références.

Deterre, R. 1984. Analyse du compactage lors de l'injection des thermoplastiques. Thèse D.I. Université Louis Pasteur de Strasbourg, France.

Huillier, D. & De la Lande, M.-E. 1987. An improved simulation model for the packing stage in injection molding, communication au congrès nord-américain de la Polymer Processing Society, Buffalo (N.Y.) 27-30 septembre.

Huillier, D., Lenfant, C., Terrisse & J. Deterre, R. Modeling the packing stage in Injection Molding of Thermoplastics, to appear in Polymer Eng. Sci.

Lafleur, P. 1983. Computer Simulation of the Injection Molding of Viscoelastic Crystalline Thermoplastics. PhD. Thesis, Mc Gill University, Montréal.

Manzoni, L.T. 1986. Applications of Computer Aided Engineering in Injection Molding. Hanser Publishers, Munich, Vienna, New York

Mavridis, H., Hrymak, A.N. & Vlachopoulos, J. 1986. Mathematical Modeling of Injection Mold Filling: A Review. Adv. Polym. Tech., 6: 457-466.

Nakamura, S. 1986. Computational Methods in Engineering Science, 2nd edition, R. E. Krieger Publishing Company, Malabar, Florida.

Patankar, S.V. 1980. Numerical Heat Transfer and Fluid Flow. Mc Graw Hill.

Philippon, S., Agassant, J.-F., Vincent, M. 1985. Injection de polymère fondu dans les moules: étude numérique des phénomènes thermiques. Rev. Gen. Therm. Fr., 279: 291-298.

Spencer, R.S., Gilmore, R.D. 1951. Some Flow Phenomena in the Injection Molding of Polystyrene. J. Colloid Sci. 6: 118-132.

Roache, P.J.: Computational Fluid Dynamics. Hermosa Publishers, Albuquerque (1972)

Utracki, L.A. 1983. Pressure Dependence of Newtonian Viscosity. Polym. Eng. Sci. 23: 446-451.

ÉCOULEMENT DE PÂTE À PAPIER
ASPECT FLOCCULATION

Skali Lami S., Coquet G.
ENSEH, LEHTA
54000 Nancy

SOMMAIRE: Le phénomène de flocculation des fibres, fonction de la nature des fibres, apparaît comme un équilibre dynamique entre l'apparition des floccs et leur dislocation en fibres individuelles. La taille des floccs, liée à la nature des fibres, est stationnaire pour un écoulement établi; par contre elle évolue dans le temps lorsque l'écoulement présente une discontinuité de contrainte.

SUMMARY: Flocculation is a phenomenon which depends on the nature of fibres. It appears to be a dynamic equilibrium between the formation of the floccs and their dislocation into individual fibres. The size of floccs has a stationary value in given established flow. On the other hand, this size changes with the time in a flow presenting a stress discontinuity.

INTRODUCTION

La floculation des fibres dans les écoulements de pâte à papier est dépendante de plusieurs paramètres [1] (concentration, longueur, flexibilité et état de surface des fibres - gradient et fluctuations de vitesse dans l'écoulement). Il est important de noter que d'une part le paramètre dominant dans la formation ou la dislocation des floccs est purement mécanique [2], car il caractérise le mouvement de translations et de rotations des fibres et des agrégats de fibres dans le champs de vitesse et d'autre part l'état de surface, caractérisée par le raffinage des fibres (détrillées), joue un rôle dans la cohésion des floccs.

Les amorces d'études théoriques sur la floculation dans les écoulements établis [3, 4 et 5], même dans le cas le plus simple (écoulement purement cisailé) deviennent très vite compliquées à cause des différents types de rotation (spins et orbites) des fibres flexibles dans leur mouvement. Pour une concentration et une nature de fibres données, la floculation dépend alors en particulier du gradient de vitesse et des fluctuations locales de vitesse dans l'écoulement établi: trois situations peuvent se présenter:

- Ecoulements purement cisailés (existence du gradient de vitesse uniquement). Beaucoup d'études expérimentales montrent l'importance du gradient de vitesse existant dans l'écoulement [3, 4 et 5] sur la floculation des fibres: il engendre des rotations et des collisions entre fibres. Ce phénomène croît avec le temps, car d'une part plus il y a d'accrochages entre fibres, plus grande est la probabilité d'accrochage entre le flocc formé (dimension plus grande) et d'autres fibres, d'autre part les fibrilles se trouvant sur la surface des fibres s'enchevêtrent et donnent lieu à des accrochages permanents. Ceci expliquerait, à faibles vitesses d'écoulements, le phénomène qui est à l'origine de la formation de rouleaux de fibres dans le dispositif de cylindres coaxiaux [6] et du réseau fibreux à l'entrée d'une conduite.

- Ecoulements cisailés avec des fluctuations de vitesses.

C'est le cas des écoulements dit "faiblement ou moyennement turbulents" qu'on retrouve aussi bien en conduite qu'entre deux cylindres coaxiaux. Dans cet

écoulement, la formation des floccs est due essentiellement au gradient de vitesse et leur dislocation aux fluctuations de vitesses. La floculation est le résultat d'un équilibre (cas des régimes de pâte à papier dit "mixte") [7]. Plus la vitesse débitante est importante, plus sont faibles la taille et la cohésion des floccs. Lorsqu'on est en présence de fibres raffinées ou détrillées, l'intensité de turbulence nécessaire pour diminuer la cohésion ou disloquer les floccs est plus importante que dans le cas des fibres non raffinées.

- Ecoulements avec essentiellement des fluctuations de vitesses. Ecoulement pleinement turbulent. Le gradient de vitesse n'existe pratiquement que dans la sous-couche visqueuse: le reste de l'écoulement est soumis aux fluctuations de vitesses. Dans ce cas, les fibres sont dispersées (suspension homogène).

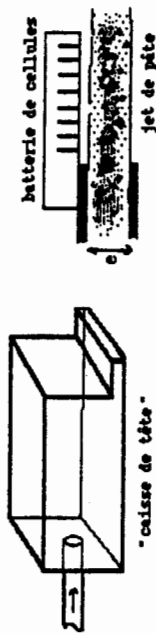
Dans le cas d'un écoulement de pâte avec discontinuité de contraintes (jet libre de pâte à papier), les floccs existent (formés par l'accrochage et l'enchevêtrement de fibrilles pour une pâte raffinée) subissent une déformation à cause des forces de rappel dues à l'élasticité des fibrilles. Une diminution des contraintes donnera une réduction de tailles des floccs et par conséquent une plus grande cohésion de ceux-ci. Ce phénomène n'est pas aussi important dans le cas d'une pâte peu raffinée.

ETUDE EXPERIMENTAL DU JET.

*Présentation du montage expérimental et du dispositif de mesures

Le dispositif expérimental est un circuit fermé. La pâte à papier s'écoule dans le caisson d'étude, passe en jet confiné et libre avant d'arriver dans le réservoir. La mesure du débit et son réglage se font respectivement à l'aide d'un débitmètre électromagnétique et des vanes.

Le caisson d'étude, ou "caisse de tête", est un modèle réduit de ce qui est utilisé dans l'industrie papetière. Il est de forme parallélépipédique et de dimension 800*260*320mm. On s'intéresse aux phénomènes de floculation à la sortie de "caisse de tête".



Des cellules (transistors photoélectroniques TIL61) sont placées à la sortie de la "caisse de tête", elles donnent des signaux proportionnels à l'intensité de lumière rétrodiffusée par les structures fibreuses présentes dans l'écoulement (la lumière est d'autant plus forte qu'il y a des structures et qu'elles sont compactes).

Ces cellules, placées dans l'axe du jet et espacées régulièrement de 1cm, permettent de suivre l'évolution des structures fibreuses depuis le début du jet. Les signaux obtenus ont entre eux des retards t_i qu'on estime à partir des intercorrélations. Les courbes d'inter- et d'autocorrélation des signaux permettent d'accéder à des grandeurs telles que la vitesse, la taille et la cohérence des structures.

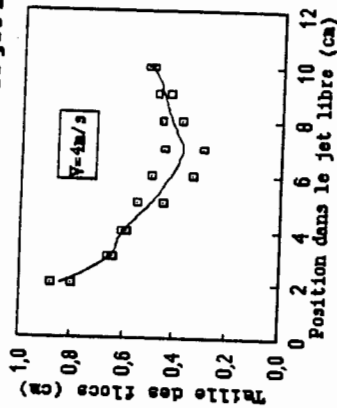
*Résultats de mesures.

Les mesures de la taille des floccs, effectuées dans la partie du jet confiné entre deux plans, montrent que la taille moyenne est la même devant toutes les cellules; par contre elle évolue avec la vitesse débitante, elle passe de 1.7 cm pour $V = 1\text{m/s}$ à 0.72 cm pour $V = 4\text{ m/s}$. Dans le cas du jet libre, quelque soit la vitesse débitante, la taille moyenne des floccs décroît d'abord, passe par un minimum, et recroît de nouveau. La situation de ce minimum dépend de la vitesse considérée:

- $V = 2.5\text{m/s}$ le minimum se situe à 6 cm après le début du jet
- $V = 3\text{ m/s}$ le minimum se situe à 7.5 cm après le début du jet
- $V = 3.5\text{m/s}$ le minimum se situe à 8 cm après le début du jet
- $V = 4\text{ m/s}$ le minimum se situe à 8.5 cm après le début du jet

Entre le début du jet et le minimum, la taille des structures passe d'environ de 1 à 0.3cm pour les vitesses comprises entre 2.5 et 3.5m/s et de 1 à 0.5cm pour 4m/s.

Fig. 1 Taille des floccs dans le jet libre



À cette longueur, correspondant à la taille minimale des floccs, on peut associer un temps dit de "refloculation" calculé à partir du rapport de cette distance à la vitesse des structures fibreuses dans le jet. Le calcul montre que ce temps est indépendant de la vitesse débitante, il est sensiblement constant et égal à (30ms) pour la pâte à papier utilisée.

ASPECT THEORIQUE.

La pâte à papier est une suspension de fibres allongées supposées rigides, dont le tenseur des contraintes, introduit par Batchelor [8], est représenté sous la forme:

$$(1) \quad \sigma_{ij} = \sigma_{ij} + M_{ij}$$

σ_{ij} : contraintes s'exerçant aussi bien à l'intérieur qu'à l'extérieur de la fibre.
 M_{ij} : contraintes de Reynolds de la forme $\rho u_i u_j$. (ρ étant la masse volumique homogénéisée des fibres et de la solution)

L'existence du tenseur M_{ij} dans l'équation (1) trouve sa justification dans le fait que la présence des fibres dans l'écoulement engendre des fluctuations supplémentaires de vitesse.

En régime stationnaire, on considère un volume V contenant suffisamment de fibres pour qu'on puisse supposer que les propriétés statistiques de la suspension sont respectées; on peut alors calculer les contraintes moyennes dans le volume V :

APPLICATION A UN JET LIBRE

Lors de la transition jet confiné - jet libre, des contraintes internes supplémentaires apparaissent dans le jet libre. Celles-ci peuvent être considérées comme étant la somme des contraintes supplémentaires dans la partie fluide et dans la partie fibres. D'autre part on peut négliger le terme d'inertie des fibres car leur module d'élasticité est très grand (papier sec).

Dans le cas où on se place dans un floc, sa concentration en fibres est plus importante que sur sa périphérie, ce qui permet de négliger les termes :

- de fluctuations de vitesse engendrées par le mouvement des fibres

- de différence de vitesse de part et d'autre de la surface de la fibre, car le fluide est supposé piégé dans le floc.

La relation (2) se réduit à :

$$\sigma_{ij}^e = \frac{1}{V} \sum_1^N \left(\int_{A_0}^{A_1} \sigma_{ik} x_j x_k dA + \int_{A_1}^{A_2} \sigma_{ik} x_j x_k dA \right)$$

Après intégration sur le volume V, on obtient :

$$(3) \quad \sigma_{ij}^e = \sigma_{ij}^c (1-\alpha) + \sigma_{ij}^c \alpha$$

Où C : est la concentration de fibres (en %)

α : est la proportion de la longueur de la fibre accrochées à une autre. ($\alpha=1$ fibres accrochées sur toute leur longueur - $\alpha=0$ fibres dispersées).

or :

$$\sigma_{ij} = \mu \frac{dc}{dt} \quad \text{et} \quad \sigma_{ij}^e = \epsilon G$$

ϵ : tenseur de déformation ((dc/dt) : tenseur de vitesse de déformation).

μ : viscosité du fluide

G : module de rigidité traduisant l'accrochage élastique entre fibres (élongation des fibrilles)

L'équation (3) se résume à une étude d'un solide viscoélastique linéaire de type Kelvin-Voigt suivant la direction du jet :

$$\sigma_{ij} = \frac{1}{V} \int_V (\sigma_{ij} - \rho u_i u_j) dV$$

Dans le cas où il y a N fibres dans le volume V, chacune d'elle occupant un volume V_0 , on peut écrire :

$$\sigma_{ij} = \frac{1}{V} \int_{V-NV_0} (-p \delta_{ij} + \mu (U_{i,j} + U_{j,i})) dV + \frac{1}{V} \sum_{V_0} \int_V \sigma_{ij} dV - \frac{1}{V} \int_V \rho u_i u_j dV$$

Le gradient de vitesse moyen dans le volume V peut être également écrit sous la forme :

$$U_{i,j} = \frac{1}{V} \int_V U_{i,j} dV = \frac{1}{V} \int_{A_0}^{A_1} U_{i,j} dV + \frac{1}{V} \sum_1^N \int_{A_0}^{A_1} U_{i,j} n_j dA$$

n_j : étant la normale à la surface fermée A_0 de la fibre.

D'autre part la contrainte de frottement dans la fibre, si on introduit un terme dû à l'action d'une fibre sur une autre lorsqu'elles sont accrochées sur une portion de leur surface par l'intermédiaire des fibrilles, peut s'écrire :

$$\int_{V_0} \sigma_{ij} dV = \int_{A_0}^{A_1} \sigma_{ik} x_j x_k dA + \int_{A_1}^{A_2} \sigma_{ik} x_j x_k dA - \int_{V_0} \sigma_{ik,k} x_j dV$$

A_0 : surface de la fibre

A_1 : portion de la surface de la fibre où il existe un accrochage

La forme générale des contraintes s'écrit (div U = 0) :

$$\sigma_{ij} = - \left(\frac{\delta_{ij}}{V} \int_V p dV \right) + \mu (U_{i,j} + U_{j,i}) + \sigma_{ij}^e$$

avec :

$$(2) \quad \sigma_{ij}^e = \frac{1}{V} \sum_1^N \left(\int_{A_0}^{A_1} \sigma_{ik} x_j x_k dA + \int_{A_1}^{A_2} \sigma_{ik} x_j x_k dA - \int_{V_0} \sigma_{ik,k} dV - \int_{A_0} \mu (U_{i,n_j} + U_{n_j,i}) dA \right)$$

$$- \frac{1}{V} \int_V \rho u_i u_j dV$$

1.5X en moyenne sur leur longueur.

CONCLUSION

Les mesures de la taille des floccs effectuées dans le jet libre de pâte à papier montrent que la taille des structures diminue, elle passe par un minimum au bout d'un temps caractéristique indépendant de la vitesse débitante. La taille des floccs croît par la suite à cause des accrochages entre floccs et fibres individuelles; ceci est dû à l'amortissement de la turbulence dans le jet par les fibres.

L'approche théorique du comportement du flocc dans la transition (jet confiné - jet libre), a permis de montrer que le flocc de pâte à papier se comporte comme un solide viscoélastique linéaire et de déterminer l'expression de ce temps de refloculation en fonction des propriétés de raffinage de la pâte à papier.

ANNEXE

L'équation d'équilibre, en l'absence de forces volumiques, dans l'écoulement est de la forme: (1)

Dans le cas d'un écoulement turbulent, stationnaire, unidirectionnel (suivant x), la relation (1) se réduit à:

$$\frac{d}{dy}(\sigma_{xy} + \tau'_{xy}) = 0 \quad (2)$$

Avec $\tau'_{xy} = -\rho u'v'$

u' : fluctuation de vitesse dans la direction x

v' : fluctuation de vitesse dans la direction y

Le tenseur de contraintes peut s'écrire sous la forme:

$$\sigma_{xy} = \tau_{xy} - \frac{1}{V} \int_{V=2\pi y} \frac{\partial p}{\partial x} dy$$

Il vient de (2):

$$(4) \quad \tau = \mu C(1-\alpha) \frac{dc}{dt} + G\alpha C t$$

La relation (4) admet comme solution, la fonction de fluage $f(t)$ de la forme:

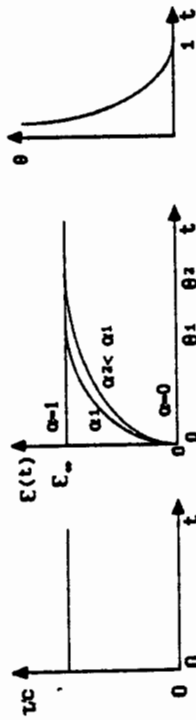
$$f(t) = \frac{1}{G\alpha} \left[1 - \exp\left(-\frac{t}{\theta}\right) \right]$$

avec le temps de retard θ :

$$(5) \quad \theta = \frac{\mu(1-\alpha)}{G\alpha}$$

Lorsqu'un flocc se trouve dans la zone de transition jet confiné - jet libre, il subit une contrainte supplémentaire τ (cf annexe), qui le déforme d'une quantité supplémentaire $\epsilon(t)$:

$$\epsilon(t) = (\tau/C) * f(t)$$



$\alpha=0$: il n'y a pas d'accrochage entre fibres, comportement fluide (relation (5))
 $\alpha=1$: accrochage entre toutes les fibres et sur toute leur surface: cas d'un solide compact - élasticité instantanée.

Ce paramètre (α) est très important dans l'expression du temps de retard, il dépend de la longueur des fibres et de leur concentration; plus ces grandeurs sont élevées plus (α) est proche de 1.

Dans le cas qui nous intéresse, la concentration est de l'ordre de 1X pour une pâte à papier "raffinée" (suspension de fibres possédant beaucoup de fibrilles).
 - le module de rigidité a été déterminé dans un écoulement de pâte à papier en conduite ($G = 22 \text{ dyne/cm}^2$ [9]).

- le temps de refloculation $\theta \approx 30 \text{ ms}$ déterminé expérimentalement.

On obtient $\alpha \approx 1.5X$, ce qui traduit un accrochage entre fibres, dans le flocc de

EVALUATION DE LA THIXOTROPIE DE LA SAUCE BECHAMEL

Martinez Padilla L. P. et Hardy J.
 Institut National Polytechnique de Lorraine, E.N.S.A.I.-A
 Laboratoire de Physicochimie et de Génie alimentaires
 2, avenue de la Forêt de Haye - 54500 Vandoeuvre les Nancy

$$\frac{1}{V} \int_{V_0}^{V_1} \frac{\partial v}{\partial z} \frac{\partial}{\partial t} (\tau_{xy} + \tau_{yx}) = 0$$

Dans le cas d'un jet d'épaisseur $2a$ confiné entre deux plans, la relation (4) conduit à :

$$(\tau_{xy})_c + (\tau_{yx})_c = (1-C) \frac{V}{a} \quad (4)$$

L'indice c fait référence à un écoulement confiné.

C : concentration en fibres.

τ_w : contrainte de frottement du fluide sur la paroi.

A la sortie de buse τ_w devient nul; et la relation (4) devient :

$$(\tau_{xy})_c + (\tau_{yx})_c = 0$$

L'indice l fait référence à un jet libre.

A la transition jet confiné - jet libre, on peut estimer que $(\tau_{xy})_c = (\tau_{xy})_l$, il

vient alors que :

$$(\tau_{xy})_c = (\tau_{xy})_l + (\tau_{yx})_c$$

$(\tau_{xy})_c$: contraintes supplémentaires (ou en moins) dans la solution qu'elle soit newtonienne ou pas.

Dans le cas présent on peut écrire que $(\tau_{xy})_c$ se répartit en $^1(\tau_{xy})_c$ contraintes supplémentaires dans la partie fluide de la suspension, et en $^2(\tau_{xy})_c$ dans la partie fibres qu'on notera f .

REFERENCES

(1) Harvey W.P.J. Doctor's dissertation. Appleton-Wis: the institute of paper chemistry (1974)
 (2) Mason S.G. TAPPI 1954 vol 37 n°11
 (3) Hubbley C.E., Robertson A.A. and Mason S.G. Can J Research B26:770 (1950)
 (4) Robertson A.A. and Mason S.G. Pulp Paper Eng Canada 55, n°3:263 (Conv. Issue, 1954)
 (5) Mason S.G. TAPPI 33:440 (1950)
 (6) Skali Lani DEA INPL Nancy (1978)
 (7) Skali Lani Thèse de 3ème cycle INPL Nancy (1981)
 (8) Batchelor G.K. J.F.M 1970 vol 41 part 3
 (9) Skali Lani S. Quesada D et Cognet G. J.M.T.A N° spécial 1985

SOMMAIRE: Les constantes de deux modèles rhéologiques ont été déterminées pour évaluer la thixotropie de la sauce Béchamel. Un modèle phénoménologique (Tiu et Boger, 1974) a été utilisé pour des essais à contrainte constante. D'autre part un modèle empirique plus simple est proposé.

SUMMARY: Constants of two rheological models have been obtained to evaluate the thixotropy in Béchamel sauce. A phenomenological model (Tiu et Boger, 1974) has been used for experiments at constant shear stress. Further an easy empirical model is proposed.

1. INTRODUCTION

La sauce Béchamel présente un comportement non newtonien et une thixotropie très prononcée (Martínez Padilla et Hardy, 1987). Le but de la présente étude est de déterminer les paramètres les plus importants qui décrivent cette thixotropie. L'importance technologique et commerciale de la caractérisation rhéologique des fluides alimentaires lors de l'écoulement a été discutée par plusieurs auteurs (Lang et Rha, 1981; Ficoni et Shoemaker 1981), cependant l'établissement d'une équation qui puisse décrire réellement la thixotropie, n'a pas encore été réalisé.

Il existe cinq approches différentes (Lee et Brodkey, 1971) pour décrire ce phénomène: empirique, phénoménologique (cinétique de destruction), viscoélastique linéaire, viscoélastique non linéaire et micro-rhéologique. Dans ce travail, en raison des caractéristiques liquides de la sauce, deux approches sont utilisées pour caractériser ce comportement: un modèle empirique et un modèle phénoménologique.

La présence d'agents épaississants (amidon) dans la sauce Béchamel constitue l'un des principaux facteurs donnant la consistance et conférant au produit un comportement non newtonien. Les amidons ont été largement étudiés d'un point de vue rhéologique. Néanmoins, les études ont été effectuées soit à des températures relativement élevées (60°C), soit sur des échantillons précédemment cisailés de façon à éliminer la thixotropie (Evans et Haissmann, 1979; Doublier, 1981).

Dans cette étude la caractérisation rhéologique est réalisée dans des conditions bien précises d'écoulement (contrainte constante) et de température (20°C).

2. DEVELOPPEMENT THEORIQUE

2.1 Modèle Phénoménologique

Le comportement rhéologique d'un matériau thixotrope peut être décrit à partir du modèle de Cheng et Evans (1965). Ce modèle est fondé sur deux équations constitutives:

- une équation d'état pour la contrainte de cisaillement (τ) en fonction de la vitesse de cisaillement ($\dot{\gamma}$)

$$\tau = \mu(\lambda, \dot{\gamma}) \quad (1)$$

où la viscosité (μ) est une fonction de $\dot{\gamma}$ et d'un paramètre de structure (λ)

- une équation de vitesse de destruction de la structure

$$d\lambda / dt = g(\lambda, \dot{\gamma}) \quad (2)$$

où cette vitesse est aussi une fonction de λ et $\dot{\gamma}$.

Par analogie entre la cinétique chimique et la cinétique de structuration, la vitesse de rupture ou de reconstruction pour le processus thixotrope peut être écrite sous la forme (Lapasin et Al, 1983):

$$d\lambda / dt = K_0 \dot{\gamma} (1 - \lambda)^p - K_1 \dot{\gamma} (\lambda)^q \quad (3)$$

où: $K_0(\dot{\gamma})$ et $K_1(\dot{\gamma})$ représentent respectivement les vitesses de reconstruction et de rupture (s^{-1}) et prennent en compte les effets du mouvement Brownien et de la déformation (cisaillement).

p et q représentent l'ordre des réactions de formation ou de destruction de la structure.

Dans le cas des expériences réalisées à vitesse de cisaillement constante, Tiu et Boger (1974) font l'hypothèse que l'équation d'état est linéaire en λ et que l'équation de vitesse contient seulement les contributions de rupture. Ils utilisent:

a) un modèle de Herschel-Bulkley modifié pour inclure ce paramètre de structure;

$$\tau = \lambda (\tau_0 + K_0 \dot{\gamma}^{n_0}) \quad (4)$$

où: K_0 = indice de consistance (Pa.s^{n₀}) à $t=0$

n_0 = indice d'écoulement (adimensionnel) à $t=0$

λ = paramètre de structure (adimensionnel); $\lambda = 1$ à $t=0$

τ_0 = seuil d'écoulement (Pa) à $t=0$.

b) une cinétique de deuxième ordre pour décrire la rupture de la structure.

$$d\lambda / dt = -K_1(\lambda - \lambda_e)^2 \quad (5)$$

où: K_1 = constante de vitesse de destruction (s^{-1}), qui est fonction de la vitesse de cisaillement.

λ_e = paramètre de structure à l'équilibre (adimensionnel)

$d\lambda/dt$ = vitesse de variation de structure en fonction du temps.

Pour l'analyse des effets du temps, Mevis (1979) suggère de réaliser des expériences à vitesse de cisaillement ou contrainte constante. Cependant, les rhéomètres à contrainte imposée semblent être plus appropriés à l'étude des fluides alimentaires qui présentent un seuil d'écoulement (Magnin et Piau, 1987).

Dans le cas des expériences réalisées à contrainte imposée, le développement théorique de Tiu et Boger peut être adapté selon la démarche ci-après.

Si le fluide thixotrope est déformé à contrainte constante, la vitesse de déformation augmente jusqu'à une valeur constante ($\dot{\gamma}_e$), dite valeur à l'équilibre.

La vitesse de cisaillement peut être mise en relation avec la contrainte de la manière suivante:

$$\dot{\gamma} = \frac{1}{\lambda} \left(\frac{\tau - \tau_0}{K_0} \right)^{1/n_0} \quad (6)$$

Si $\dot{\gamma} = \tau / \mu$, λ est reliée à la viscosité selon:

$$\lambda = \mu \left(\frac{\tau - \tau_0}{K_0} \right)^{1/n_0} \quad (7)$$

si τ = constante, le contenu de la parenthèse est aussi une constante, et on peut écrire après dérivation:

$$d\lambda / dt = B (d\mu / dt) \quad (8)$$

où $B = \frac{1/n_0}{\left(\frac{\tau - \tau_0}{K_0} \right)^{1/n_0}}$

Pour décrire la rupture de la structure, on utilise l'équation de vitesse de destruction proposée par Tiu et Boger (1974):

$$d\lambda / dt = -K_2(\lambda - \lambda_e)^2 \quad (9)$$

dans laquelle, K_2 devient une constante de vitesse de destruction fonction de la contrainte et est exprimée en s^{-1} .

A l'équilibre, λ tend vers $\lambda_e = \mu_e / B$; (où μ_e est la viscosité à l'équilibre). Après substitution de λ et λ_e dans l'équation 9, l'égalisation de cette équation avec l'équation 8 conduit à:

$$B (d\mu / dt) = -K_2(\lambda - \lambda_e)^2 \quad (10)$$

L'intégration de cette équation donne la résolution suivante:

$$\frac{1}{\mu - \mu_e} = \frac{1}{\mu_0 - \mu_e} + A t \quad (11)$$

où: μ = viscosité apparente (Pa.s) au temps t

μ_e = viscosité apparente à l'équilibre (Pa.s)

μ_0 = viscosité initiale (Pa.s) à $t=0$

t = temps de cisaillement (s)

$A = B K_2 (Pa^{-1} s^{-1})$. Cette constante représente la pente de la

droite obtenue en traçant $1/(\mu - \mu_e)$ en fonction du temps.

3.3 Caractérisation rhéologique

On a utilisé un rhéomètre à contrainte imposée Carrimed C.S. contrôlé par microordinateur Apple IIe. La géométrie utilisée est un système plan-cône (rayon 3,0 cm, angle 4°); l'appareil est muni d'un système à effet Peltier pour contrôler la température.

L'échantillon est maintenu 2 minutes en contact avec le cône avant de commencer la détermination afin de garantir une bonne stabilisation de la température.

Trois répétitions ont été réalisées pour chaque contrainte appliquée et un nouvel échantillon a été utilisé à chaque expérience. Une fine couche d'huile de vaseline est déposée sur la surface libre de l'échantillon pour éviter l'évaporation. Les mesures sont effectuées à 20 ± 0.1 .

La contrainte est appliquée instantanément et maintenue constante pendant 40 minutes, puis, elle est ramenée à zéro en 2 minutes afin d'évaluer le seuil d'écoulement résiduel.

Par ailleurs, en utilisant un dispositif spécial adapté à la mesure de faibles vitesses de cisaillement, l'évaluation du seuil d'écoulement initial est réalisée avec le même rhéomètre.

4. RESULTATS

Le comportement rhéologique de la sauce Béchamel est montré graphiquement sur la figure 1.

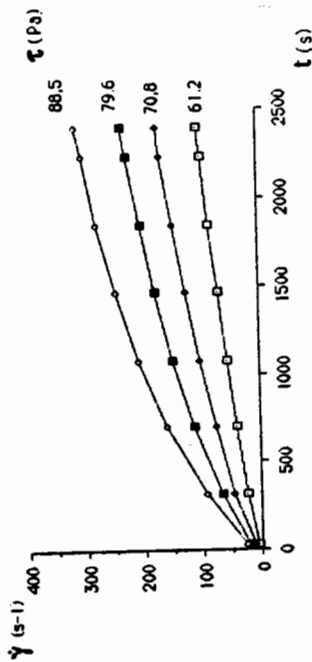


Figure 1. Sauce Béchamel ($T = 20^\circ\text{C}$). Allure caractéristique de la vitesse de cisaillement ($\dot{\gamma}$) mesurée en fonction du temps (t), pour chaque contrainte étudiée (τ).

Quand la contrainte est appliquée, la vitesse de déformation augmente en fonction du temps ce qui entraîne une diminution de la viscosité apparente. Cette variation de la vitesse est plus importante au début de la déformation qu'à la fin. Cette vitesse tend vers une valeur asymptotique dite valeur de vitesse de cisaillement à l'équilibre ($\dot{\gamma}_e$). Les résultats montrent qu'au fur et à mesure que la contrainte augmente la destruction de la structure est plus rapide.

On peut constater que cette équation, pour des expériences à contrainte imposée, a la même forme que celle de Tiu et Boger (1974) pour des expériences à vitesse de cisaillement imposée. Ainsi le tracé de la droite (équation II) permet d'évaluer directement la constante de vitesse K_B de destruction de la structure.

En fait, différents travaux utilisant cette approche (Tiu et Boger, 1974; Masaguer et Al, 1981; Ford et Steffe 1986) ont montré que la linéarité n'est observée que pour des temps courts. Par conséquent, pour évaluer K_B , on n'utilise que la première partie de la courbe, correspondant au domaine de validité de l'hypothèse d'une cinétique de deuxième ordre.

2.2 Modèle empirique

Compte tenu des incertitudes sur la validité des hypothèses d'une cinétique de deuxième ordre pour représenter la vitesse de destruction, il paraît intéressant d'utiliser une approche empirique pour décrire l'ensemble du phénomène de thixotropie.

Cette approche est fondée sur l'application d'une analyse statistique par régression multiple entre τ , $\dot{\gamma}$ et t .

Du fait que la variation de la contrainte en fonction de la vitesse de cisaillement est logarithmique (Loi en puissance), l'influence du temps est également introduite sous forme logarithmique. Par ailleurs, la sauce Béchamel présente un seuil d'écoulement qui est également introduit dans le modèle.

Ainsi la relation proposée est un modèle Herschel-Bulkley modifié qui inclut l'effet du temps:

$$\tau - \tau_0 = K' \dot{\gamma}^n t^{-p} \quad (12)$$

3. MATÉRIELS ET MÉTHODES

3.1 Matériaux

Deux sauces Béchamel sont étudiées:

- une préparation commercialisée à l'état déshydraté (dénomination BECH) composée de 0,082 g de sauce déshydratée (5,6% teneur en eau) / g de lait écrémé (90,1% teneur en eau)
- un mélange (dénomination FLB) préparé au laboratoire selon la composition suivante: 0,062 g de farine de blé (F) (9,4% teneur en eau) + 0,138 g de poudre de lait (L) (3,7% teneur en eau) + 0,0806 g de beurre (B) (82% teneur en matière grasse, 16% teneur en eau) / g d'eau distillée.

3.2 Préparation des produits.

Les mélanges sont préparés dans un ballon rotatif surmonté d'un réfrigérant chauffé dans un bain d'huile, suivant la méthode proposée par Evans et Haissman (1979).

On prépare ainsi 50 ml de produit, qui sont chauffés de 40 à 96°C en 5 minutes, maintenus à 96°C pendant 25 minutes (gélatinisation complète), puis refroidis de 96 à 60°C en 10 minutes.

Le volume nécessaire aux mesures rhéologiques (4,5 ml exactement) est déposé dans le corps de mesure du rhéomètre et ramené à la température de 20°C.

4.1 Modèle phénoménologique

La figure 2 montre une évolution caractéristique de $1/(\mu - \mu_e)$ en fonction du temps. On peut constater que sur une période de 1800s, la linéarité n'est pas respectée.

Toutefois, pour des temps inférieurs à 600s, on peut assimiler la courbe à une droite et, par la régression linéaire, en calculer la pente (coefficient A). Dans cette région, les coefficients de corrélation sont supérieurs à 0,98 et l'évolution de la constante A de la relation linéaire est montrée sous forme graphique figure 3.

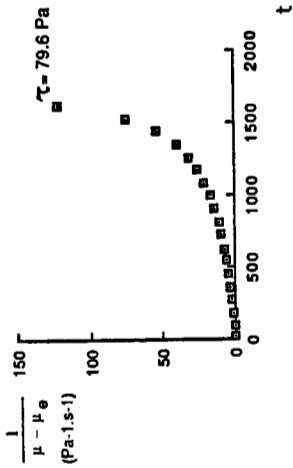


Figure 2. Sauce Béchamel (T=20°C). Inverse de la différence de viscosité $(\mu - \mu_e)$ en fonction du temps. Contrainte appliquée 79,6 Pa.

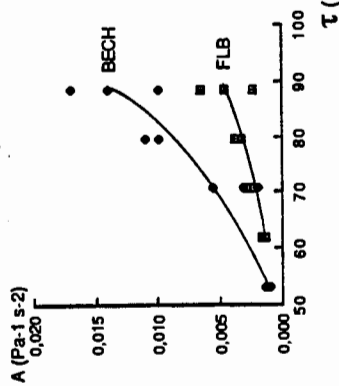


Figure 3. Sauce Béchamel (T=20°C). Valeurs de A en fonction de la contrainte (BECH:préparation commerciale, FLB: mélange du laboratoire)

On peut constater que le coefficient A augmente avec l'élévation de la contrainte ce qui montre une accélération de la destruction de la structure. La dépendance de A avec la contrainte de cisaillement suit une fonction puissance:

FLB $A = 8,9 \times 10^{-9} \tau^3$ $r = 0,85$ (13)

BECH $A = 4,1 \times 10^{-12} \tau^5$ $r = 0,94$ (14)

Par ailleurs, les sauces montrent un seuil d'écoulement initial (30 ± 0.2 Pa) et un seuil d'écoulement résiduel (2,2 à 1 Pa). Bien que plus difficile à évaluer, la valeur résiduelle représente environ 7 % de la valeur initiale.

Les constantes de Herschel-Bulkley sont calculées, en utilisant les seuils d'écoulement initiaux et résiduels et en traçant $\ln(\tau - \tau_0)$ en fonction de $\ln \dot{\gamma}$ ou $\ln \dot{\gamma}_e$. Les indices de consistance et d'écoulement, dans les conditions limites, sont montrés dans le tableau 1.

Tableau 1. Sauce Béchamel (T=20°C). Constantes de Herschel-Bulkley. (BECH: préparation commerciale, FLB: mélange du laboratoire)

	τ_0 (Pa)		K (Pa.s ⁿ)		n (adim)	Paramètres statistiques		
	τ_{0e}	τ_{0i}	K_e	K_i		nombre d'essais	r	F
FLB	30,0	2,2	15,6	15,0	0,38 0,30	12	0,95	98
BECH	30,0	2,1	13,8	17,1	0,45 0,25	12	0,93	65
							0,95	92

Par la suite la constante B est évaluée en utilisant les constantes de Herschel-Bulkley au début du cisaillement (K_e et n_e). Enfin la constante de la vitesse de destruction de structure (K_{B_0}) et λ_e sont calculés à partir de B et μ_e (viscosité à l'équilibre). L'ensemble des résultats concernant ces différents paramètres est présenté dans le tableau 2.

Tableau 2. Sauces Béchamel (T=20°C): Valeurs de la viscosité initiale (μ_e) et à l'équilibre (μ_e), des constantes A et B, du paramètre structurel à l'équilibre (λ_e) et de la vitesse de destruction de structure (K_{B_0}) en fonction de la contrainte appliquée. (BECH: préparation commerciale, FLB: mélange du laboratoire)

	τ (Pa)	μ_e (Pa.s)	μ_e (Pa.s)	μ_e (Pa.s)	λ_e (Pa ⁻¹ .s ⁻²) (Pa ⁻¹ .s ⁻¹)	B (Pa ⁻¹ .s ⁻¹)	K_{B_0} (s ⁻¹)	λ_e (adim)
FLB	61,95	9,0	0,6	1,5	0,1	0,014	0,062	
	70,8	5,8	0,4	2,5	0,17	0,015	0,071	
	79,65	3,8	0,3	3,5	0,24	0,014	0,083	
	88,5	3,4	0,3	4,3	0,34	0,013	0,099	
BECH	53,1	15,3	0,6	1,2	0,06	0,020	0,036	
	70,8	6,1	0,4	3,6	0,16	0,022	0,066	
	79,65	5,9	0,2	10,5	0,21	0,018	0,039	
	88,5	4,1	0,2	12,1	0,28	0,013	0,049	

Les résultats de ce tableau décrivent la forte thixotropie montrée par les sauces (chute de viscosité en fonction du temps). Le paramètre de structure évalué est très petit, indiquant une forte destruction de la structure initiale qui par définition prend la valeur $\lambda = 1$. Les valeurs de K_B représentent l'ordre de grandeur des vitesses de destruction de la structure.

4.2 Modèle empirique

L'analyse de régression logarithmique multiple des trois variables ($\tau - \tau_0$), $\dot{\gamma}$, t réalisée sur 26 points de mesure à 4 contraintes différentes avec 3 répétitions conduit à l'obtention des paramètres K' , n' , p' du modèle empirique. Les résultats (Tableau 3) montrent que la régression est significative au seuil de 1%.

Tableau 3. Sauce Béchamel ($T=20^\circ C$). Paramètres du modèle empirique. (BECH: préparation commerciale, FLB: mélange du laboratoire). Pour de 0 à 600 s⁻¹ et t de 0 à 2400 s.

	τ_0 (Pa)	K' (Pa.s ^{n'})	n' (adim)	p' (adim)	Paramètres statistiques
					nombre de points multiple
FLB	30	33	0,44	0,25	312 0,952
BECH	30	38	0,39	0,28	312 0,944

Dans ce modèle, la thixotropie est représentée par l'exposant p' : à mesure qu'il augmente la thixotropie augmente. Une valeur égale à 0 signifie l'absence de thixotropie et l'équation se ramène à un modèle de Herschel-Bulkley. Les paramètres K' et n' ont le même sens que les paramètres de la loi en puissance.

5. DISCUSSION

Le modèle phénoménologique est d'usage limité car la non linéarité présentée par la figure 2 montre que la cinétique de deuxième ordre n'est valable que dans la période initiale. Cependant l'évaluation des paramètres de ce modèle pour des temps de déformation courts, permet d'avoir une idée relative de la vitesse de destruction de la structure et de son état final après cisaillement.

Les relations (13 et 14) obtenues dans ce travail pour l'évolution de A en fonction de la contrainte sont analogues à celles obtenues par Tiu et Boger (1974), Massaguer et Al. (1984) et Ford et Steffe, (1986) pour des expériences réalisées à vitesse de cisaillement constante.

Les valeurs de la vitesse de destruction de la structure varient de 0,01 à 0,05 s⁻¹ pour les sauces Béchamel étudiées (tableau 2). Si on les compare aux valeurs présentées par Tiu et Boger (1974) pour la mayonnaise (0,0145 - 0,026 s⁻¹), et par Massaguer et Al. (1984) pour le fromage frais (0,03 - 0,21 s⁻¹) on peut constater que cette vitesse pour les sauces Béchamel est du même ordre de grandeur. Cependant, le fromage frais présente une vitesse de destruction de la structure plus grande.

Les valeurs de λ_e (tableau 2) montrent la forte perte de la structure initiale des sauces. Par comparaison avec les travaux des auteurs précédents, les valeurs obtenues pour la sauce Béchamel (0,04 et 0,1) sont plus proches des valeurs présentées par les fromages frais (0,074 - 0,362). Néanmoins, la consistance initiale de ces fromages est beaucoup plus grande (μ varie de 5,5 à 39,3 Pa.s) que celle des sauces étudiées (μ varie de 0,6 à 0,2 Pa.s) ce qui explique les valeurs des vitesses de destruction de la structure plus élevées.

Pour les constantes de Herschel Bulkley (tableau 1), on peut remarquer qu'après cisaillement l'indice d'écoulement et le seuil d'écoulement diminuent, le fluide montre un comportement plus pseudo-plastique et plus non newtonien, par contre l'indice de consistance semble relativement constant.

En ce qui concerne le modèle rhéologique modifié (équation 4), ce modèle utilise uniquement les paramètres à $t=0$ (λ , τ_0 , K_e , n_e). L'application reste plus limitée car elle n'implique que des informations au début du cisaillement provoquant des incertitudes dans la description de la courbe complète d'écoulement.

A partir des résultats obtenus, on peut remarquer que l'évaluation de la thixotropie en utilisant le modèle phénoménologique est très laborieuse et peu exacte. Par contre les paramètres obtenus à partir du modèle empirique sont plus faciles à évaluer et, peut être, plus représentatifs. La constante K' , permet de quantifier la consistance globale qui est dépendant du temps de cisaillement. Le nouvel indice p' donne une idée plus claire de la présence de thixotropie (tableau 3).

Par ailleurs, ce modèle empirique décrit la boucle d'hystérésis caractéristique des fluides thixotropes. La modélisation est montrée sous forme graphique dans la figure 4.

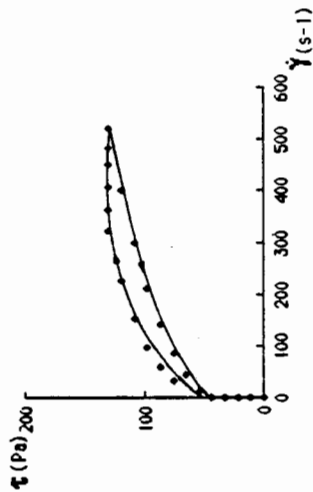


Figure 4. Prédiction de la boucle d'hystérésis. Conditions de simulation:

- application de la contrainte de 0 à 130 Pa en 2 min
- maintien d'une contrainte constante de 130 Pa pendant 2 min
- diminution de la contrainte de 130 à 0 Pa en 2 min.

Concernant les deux types de sauces étudiées, on peut remarquer que la préparation commerciale présente une thixotropie et une consistance plus importantes. Cette différence pourrait s'expliquer par la composition plus complexe de la sauce Béchamel commerciale et par des interactions également complexes entre les différents composants.

6. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

La thixotropie présentée par les sauces à 20°C est complètement évaluée. Les constantes des deux modèles semblent décrire les interactions existant entre macromolécules dans les fluides alimentaires.

L'intérêt du nouveau modèle empirique proposé pour décrire l'hystérésis, est son utilisation possible pour évaluer le démarrage d'un écoulement et l'écoulement lui-même dans des conduites, ou pour dimensionner des opérations d'agitation et de mélange des fluides thixotropes.

La thermodépendance des produits thixotropes reste à étudier ainsi que l'évaluation de la thixotropie en conditions de déformation plus rapides. L'application du modèle empirique sur des données expérimentales concernant d'autres fluides alimentaires reste également à étudier.

7. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Cheng, D.C.H. & Evans, F. 1965. Phenomenological characterization of the rheological behaviour of inelastic reversible thixotropic and antithixotropic fluids. *Brit. J. Appl. Phys.* 16: 1599 - 1617
- Doublier, J.L. 1981. Rheological studies on starch flow behaviour of wheat starch pastes. *Stärke* 12: 415 - 420
- Evans, D.I. & Haisman, D.R. 1979. Rheology of gelatinized starch suspensions. *J. Texture Studies* 10: 347 - 370
- Figoni, P.I. & Shoemaker, Ch. F. 1981. Review paper characterization of structure breakdown of foods from their flow properties. *J. Texture Studies* 12: 287 - 305
- Ford, K.W. & Steffe, J. F. 1985. Quantifying thixotropy in starch-thickened strained apricots using mixer viscometry techniques. *J. Texture Studies* 17: 71 - 86
- Lang, R. E. & Rha, Ch. 1981. Determination of the yield stress of hydrocolloid dispersions. *J. Texture Studies* 12: 47 - 62
- Lapsin, R., Pappo, A. & Rajgelj, S. 1983. The phenomenological description of the thixotropic behaviour of fresh cement pastes. *Rheol. Acta* 22: 410 - 416
- Lee, K.H. & Brodkay, R.S. 1971. Time-dependent polymer rheology under constant stress and under constant shear conditions. *Trans. Soc. Rheology* 15 (4): 627 - 647
- Magnin, A. & Piau J.M. 1987. Fluides à seuil: rhéométrie et écoulement en conduite. II Colloque de rhéologie et transformation des polymères et des matières agroalimentaires. Nancy 14 - 15 Janvier 1987: 317 - 335
- Martínez Padilla, L. P. & Hardy, J. 1987. Propriétés rhéologiques et texturales des trois sauces de nappage de viande. *Sci. Aliments* 7, n. hors série VIII, 19 - 26.
- Massaguer - Roig, S., Rizvi, S.S.H. & Kosikowski, F.V. 1984. Characterization of thixotropic behaviour of soft cheeses. *J. Food Sci* 49: 668 - 684
- Mewis, J. 1979. Thixotropy - A general review. *J. Non-Newtonian Fluid Mech.* 6: 1-20
- Tlu, C. & Boger, D.V. 1974. Complete rheological characterization of time - dependent food products. *J. Texture Studies* 5: 329 - 338.

Nous tenons à remercier le C.O.N.A.C.Y.T (Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología de México) et à la F.E.S. Cuautitlán U.N.A.M. (Universidad Nacional Autónoma de México) pour leur appui à la réalisation de cette recherche.

FLUIDES A SEUIL : ECOULEMENTS EN CONDUITE

A. MAGNIN and J.M. PIAU

Institut de Mécanique de Grenoble

BP 68, Campus Universitaire - 38402 SAINT MARTIN D'HERES

On s'intéresse à l'aspect mécanique des propriétés en écoulement d'un fluide à seuil. Le matériau utilisé pour cette étude est un gel polymère.

On étudie les écoulements en conduite, en régime établi, de ce fluide à seuil sur une installation d'essais conçue particulièrement pour cette catégorie de matériaux. Les phénomènes dynamiques sont analysés à partir des mesures de pertes de charge en fonction du débit. La réalité cinématique des écoulements est déterminée par des visualisations du champ de vitesse.

La caractérisation rhéométrique en cisaillement homogène menée sur ce gel polymère permet de déterminer les paramètres d'une loi de comportement. On confronte alors les résultats expérimentaux obtenus en conduite aux prévisions théoriques.

TROISIEME SESSION

1946

1947

1948

Faint, illegible text on the top page of the notebook, possibly bleed-through from the reverse side.

Faint, illegible text on the bottom page of the notebook, possibly bleed-through from the reverse side.

ULTRAFILTRATION DE FLUIDES PSEUDOPLASTIQUES

Aimar P. et Sanchez V.
(Laboratoire de Génie Chimique, U.A. C.N.R.S. 192)
Université Paul Sabatier
Laboratoire de Chimie Physique et Electrochimie
118, route de Narbonne - 31062 Toulouse Cedex

SOMMAIRE: Pour analyser le procédé d'ultrafiltration, on peut distinguer 3 catégories de fluides: la solution circulante, la couche de polarisation et le perméat. On cherche à montrer comment la connaissance de leurs propriétés rhéologiques permet de mieux appréhender les résultats expérimentaux. Un exemple est donné pour le lait concentré.

SUMMARY: In the analysis of the ultrafiltration process, one can separate the fluid into three distinct types: the flowing solution, the boundary layer and the permeate. We try to show how the knowledge of their rheological properties could allow the experimental results to be interpreted. The experimental work concern ultrafiltration of concentrated milk.

1. L'ULTRAFILTRATION

1.1. Principe

L'ultrafiltration est un procédé de séparation en phase liquide dans lequel la force agissante est un gradient de pression à travers une

du film) conduit à une relation entre la concentration à la membrane C_m , la concentration de la solution circulante C_0 et le coefficient de transfert de matière k ($= D/\delta$):

$$J = k \ln\left(\frac{C_m}{C_0}\right) \quad (3)$$

La couche dans laquelle prend place le processus de diffusion est appelée couche de polarisation de concentration. A l'intérieur de cette couche, le liquide a la même hétérogénéité que la solution circulante, mais il est en plus le siège d'un gradient de concentration et sa concentration en molécules retenues peut être très supérieure à celle de la solution. Compte tenu que nous avons affaire à des solutions moléculaires, les variations de concentration de cette solution interfaciale sont susceptibles d'entraîner d'importantes modifications de propriétés physico-chimiques et rhéologiques de la solution à travers laquelle diffuse le solvant vers la membrane. La cinétique de cette étape est caractérisée par le coefficient de transfert de matière: il dépend des propriétés du fluide (diffusivité, viscosité), de la vitesse tangentielle moyenne de circulation et, de manière indirecte, de la pression opératoire, à travers le flux de solvant qui induit la polarisation de concentration.

On a donc affaire à deux fluides, le rétentat et le perméat, extrêmement différenciés par leur composition, qui peuvent cependant être caractérisés aisément, et à une couche de polarisation, inaccessible à la mesure expérimentale directe et dont on ne peut que mesurer les effets macroscopiques sur le transfert en fonction des conditions opératoires (vitesse tangentielle moyenne, différence de pression transmembranaire, composition des solutions traitées, etc...).

Il est à l'heure actuelle impossible de prévoir, à l'aide de modèles, la densité de flux à travers une membrane donnée, pour un type de fluide et des conditions opératoires fixées, à cause des phénomènes de colmatage, mais également à cause de la complexité des mécanismes de diffusion qui font entrer en jeu à la fois les propriétés de diffusivité de chacune des espèces présentes, la viscosité des solutions dans la couche de diffusion et également l'hydrodynamique de l'écoulement. Une première difficulté provient du grand nombre de paramètres mis en jeu, de la difficulté voire de l'impossibilité à les obtenir. L'objet de ce travail est de tenter d'interpréter des mesures de flux de solvant dans le cas de l'ultrafiltration de fluides complexes tels que le lait concentré en essayant de dégager les paramètres facilement accessibles les plus importants. Pour cela, il faut connaître les caractéristiques du fluide, déterminer le régime dominant (filtration ou polarisation), analyser les résultats à partir des lois classiques de filtration ou de diffusion afin de rechercher les grandeurs qui sont susceptibles de caractériser le transfert de matière: La rhéologie,

membrane poreuse qui assure la sélectivité de la séparation principalement par tamisage des molécules sur la base de leur taille. La masse molaire des espèces concernées va de 5000 à 500 000 Daltons. En général la partie du fluide qui traverse la membrane est appelée le perméat. La partie du fluide qui ne traverse pas la membrane est appelée le rétentat et circule tangentiellement à la surface de la membrane, afin d'améliorer le transfert de matière.

1.2. Mécanismes de transfert

L'ultrafiltration met en jeu à la fois la filtration à travers le milieu poreux et la diffusion en phase liquide.

La filtration: Le perméat s'écoule à travers la membrane sous l'effet de la résistance de pression ΔP . La densité de flux dépend essentiellement de la résistance hydraulique de la membrane, R_m , et de la viscosité du perméat. La résistance de la membrane est susceptible de varier en cours d'opération sous l'effet de dépôts de matière ou d'adsorption de molécules à la surface ou à l'intérieur du milieu poreux; l'ensemble de ces phénomènes est appelé colmatage de la membrane. La viscosité du perméat dépend essentiellement de la température car cette solution est en général homogène, de concentration faible et constante dans le temps, et son comportement est newtonien. Pour relier la densité de flux, J , aux paramètres opératoires en l'absence de soluté retenu, on peut donc utiliser la loi de Darcy:

$$J = \frac{\Delta P}{\mu_s R_m} \quad (1)$$

La diffusion: Dès lors qu'un soluté est retenu par la membrane, il s'accumule au voisinage de celle-ci: l'augmentation de concentration qui en résulte se traduit par un gradient dirigé de la paroi vers le cœur de la solution, qui entraîne un flux de diffusion. Lorsque l'apport de matière à l'interface par convection est compensé par la diffusion, on parvient à un état stationnaire:

$$J.C = -D \frac{dC}{dx} \quad (2)$$

L'intégration de cette équation (2) sur une couche d'épaisseur δ (théorie

qui permet de rendre compte de manière globale des interactions moléculaires et du comportement macroscopique des fluides se révèle être une méthode de caractérisation prometteuse dans ce domaine.

1.3. Écoulement et transfert à la paroi

Les lois classiques du transfert de matière montrent comment le transfert à la paroi peut être géré par l'écoulement principal de l'ensemble de la solution, en reliant k aux nombres de Schmidt, Sc , et de Reynolds, Re , par des lois de puissance dans lesquelles les coefficients sont fixés pour un écoulement laminaire ou turbulent et pour une géométrie donnée (Goldsmith, 1971):

$$k = A Re^x Sc^y \quad (4)$$

Dans le cas particulier de l'ultrafiltration de solutions macromoléculaires, concernées par l'ultrafiltration, les propriétés de diffusivité, mais surtout de viscosité subissent d'importantes modifications à l'interface par suite de la concentration de polarisation. On peut en tenir compte (Almar et Sanchez, 1986) en exprimant le coefficient de transfert de matière en fonction de la concentration à la membrane et de la vitesse moyenne u :

$$k = A' C_m^x u^y \quad (5)$$

Les exposants X et y doivent alors être déterminées à partir de mesures de densité de flux qui sont reportées en fonction de la concentration ou de la vitesse en coordonnées logarithmiques. L'exposant de la vitesse peut alors être comparé à l'exposant prévu par les théories classiques de type Lévêque (laminaire, $x = 0,33$) ou Dittus-Boelter (turbulent, $x = 0,875$). De fait, l'exposant expérimental est, la plupart du temps, supérieur à ce que prévoit la théorie. On le trouve souvent égal à 0,40 en laminaire et à 1 en turbulent, en ultrafiltration (Lopez-Leiva, 1980).

Dans le cas particulier de fluides non-newtoniens, l'effet classique de la vitesse sur le coefficient de transfert de matière peut se doubler d'un effet de modification de la viscosité dans la zone dans laquelle se déroule le processus de diffusion. C'est le cas par exemple des fluides pseudoplastiques, pour lesquels un écoulement laminaire dans une conduite induit, sur la section de cette conduite, un gradient de viscosité dû à une répartition des gradients de vitesse entre l'axe et la paroi. Ce type de fluide peut se rencontrer relativement fréquemment dans des installations d'ultrafiltration: solutions de polysaccharides microbiens (Brigand, 1987), certaines solutions ou suspensions protéiques comme le lait (Madsen, 1985)

ou les milieux de culture concentrés (Malinowski et coll. 1987). Dans ce cas particulier, la viscosité à la paroi est plus faible que pour un liquide newtonien placé dans des conditions analogues, et par conséquent, la vitesse locale y est plus élevée que s'il s'agissait d'un fluide newtonien circulant à la même vitesse moyenne. Cette dernière conséquence peut être prise en compte dans le calcul du nombre de Reynolds si sa définition est adaptée au cas des fluides pseudoplastiques (équation (7)) (Govier et Aziz 1972). Par contre l'abaissement de viscosité dû au seul cisaillement peut jouer un rôle positif sur le transfert de matière sans que cela soit pris en compte par les descriptions classiques.

2. PARTIE EXPERIMENTALE

2.1 Dispositif expérimental

Les expériences ont été menées sur un pilote d'ultrafiltration de marque S.F.E.C. installé au Centre de Recherches des Fromageries BEL de Vendôme (41). Une pompe volumétrique permet de régler de manière indépendante la différence de pression opératoire et la vitesse tangentielle moyenne, mesurée à l'aide d'un débitmètre électromagnétique. La température est régulée à 47 ± 1 °C. Le perméat est recyclé dans le bac d'alimentation de manière à maintenir une concentration constante. Les membranes sont de type Carbosep™ M1. La partie active de la membrane est une couche de zircone poreuse de 6 mm d'épaisseur frittée sur la face interne d'un tube de carbone nominal de ces membranes est de l'ordre de 40 000 Daltons.

2.2. Fluides traités

Nous avons choisi deux types de laits, préalablement concentrés par ultrafiltration, pour simuler dans notre étude un étage finisseur d'ultrafiltration. Il s'agit d'un lait écrémé et d'un lait entier doux, dont les compositions sont données dans le tableau 1. Bien que ces compositions soient très différentes tant en teneur protéique qu'en matière grasse ou qu'en extrait sec, ces deux fluides présentent la particularité d'être tous deux pseudoplastiques et, à la température de l'expérience, leurs indices de consistance K et leurs indices de comportement n dans une représentation de type Ostwald sont identiques, comme le montre la figure 1. L'analyse rhéologique a été réalisée à l'aide d'un viscosimètre Rhéomat 115 équipé d'un module 145.

2.3. Résultats expérimentaux

Influence de la pression : La figure 2 montre des résultats obtenus pour deux vitesses tangentielles avec du lait écrémé. La densité de flux est indépendante de la pression dans toute la gamme de conditions opératoires accessibles. Ceci montre que l'étape de filtration revêt une importance minime et que le transfert de perméat est ici limité par les phénomènes d'interface solide-liquide. Par delà l'explication du mécanisme en lui-même, cette figure montre qu'industriellement, il est inutile d'augmenter la pression pour améliorer les rendements dans de telles conditions de fonctionnement.

Influence de la vitesse tangentielle : Comme précédemment, la figure 3 montre les variations de densité de flux, J, avec la vitesse tangentielle moyenne, u. Cette courbe expérimentale a été parcourue dans le sens des vitesses croissantes puis décroissantes. On s'aperçoit en observant cette figure que le flux (normal) est pratiquement proportionnel à la vitesse tangentielle. Etant donné qu'il s'agit d'un processus diffusif, on peut se référer à des lois classiques du transfert de matière, à condition d'avoir quelques renseignements sur le type d'écoulement, comme le nombre de Reynolds par exemple.

Dans le cas de fluides pseudoplastiques, le calcul du nombre de Reynolds, Re, doit être effectué en tenant compte de la sensibilité de la viscosité au gradient de vitesse. La relation classique (relation (6)) :

$$Re = \frac{\rho u d_h}{\mu}$$

dans laquelle d_h représente le diamètre hydraulique doit être remplacée par la relation :

$$Re = \frac{\rho d_h^n u^{2-n}}{K} 2^{3-n} \left[\frac{n}{1+3n} \right]^n \quad (7)$$

Compte tenu de la gamme de vitesses moyennes étudiées, de la géométrie du tube et des valeurs de n et de K extraites de la figure 1, le critère de Reynolds est toujours inférieur à 2000 dans les expériences présentées, si bien que l'on pourrait s'attendre à un exposant de 0,4

environ comme indiqué précédemment. Les résultats présentés sur la figure 4 montrent qu'il existe bien une loi de puissance entre le flux limite et le nombre de Reynolds, mais la pente des droites indique que l'exposant correspondant vaut 0,6 environ. On peut donc penser que la déformation du profil de vitesse due au comportement rhéologique du lait concentré est prise en compte dans le calcul du nombre de Reynolds selon l'équation (4). Par contre l'abaissement de la viscosité sous l'effet d'une augmentation de vitesse est probablement à l'origine d'une augmentation de 0,2 environ de l'exposant du nombre de Reynolds dans la relation qui le lie au coefficient de transfert.

Une seconde remarque importante peut être faite à l'observation de cette figure (4). En effet, les points qui sont reportés concernant les deux types de laits qui ont été expérimentés, et dont nous avons souligné les différences de composition. Malgré cela, la valeur des densités de flux ainsi que la sensibilité de ce dernier aux variations de vitesse tangentielle sont très proches, quand des lois comme l'équation () prévoieraient des différences de coefficients de transfert de matière. En fait, la similitude observée sur la figure (4) peut être rapprochée de celle qui ressort de la figure (1) à propos des propriétés rhéologiques. Dans ce cas précis, et pour deux fluides de même type, il semble que des mesures de rhéologie sont plus à même de caractériser le transfert de matière que l'analyse détaillée de la composition de ces mêmes fluides.

3. CONCLUSION

Les résultats acquis au cours de ce travail sont spécifiques du type de solution traitée, dans les conditions de limitation du transfert de matière particulières. Néanmoins, il ressort que les propriétés rhéologiques des solutions traitées ont une influence sur le transfert de matière par diffusion à l'interface solution-membrane d'ultrafiltration. En particulier dans le cas de fluides pseudoplastiques cette influence est positive par suite d'une élévation locale de la vitesse tangentielle et d'un abaissement consécutif de la viscosité, par rapport au cas d'un liquide newtonien circulant dans des conditions hydrodynamiques identiques.

Lorsque le transfert de matière est essentiellement limité par les phénomènes de polarisation de concentration, il apparaît que deux fluides laitiers, de compositions totalement différentes mais de propriétés rhéologiques très proches, conduisent à des densités de flux à travers des membranes très proches et présentant la même sensibilité aux variations de vitesse de circulation. Un tel type de résultat mérite d'être vérifié sur d'autres dérivés du lait ainsi que sur d'autres fluides.

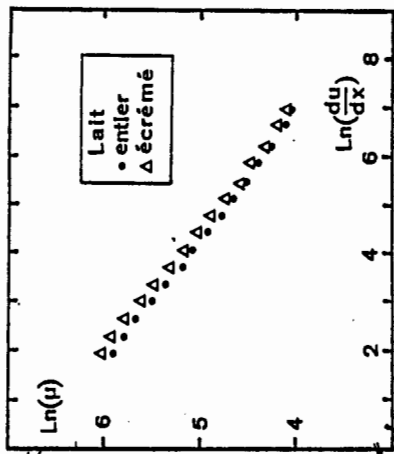


Figure 1: Viscosité en fonction du gradient de vitesse pour un lait écrémé et un lait entier concentrés. L'indice de comportement vaut 0,2. L'indice de consistance vaut 0,74 Pa.s.

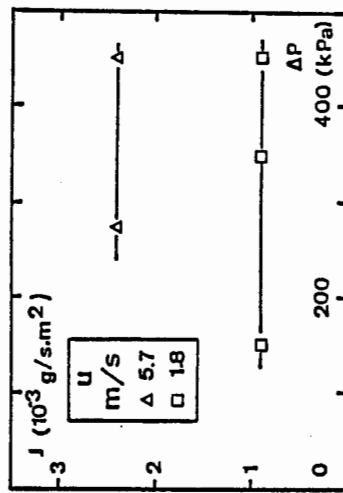


Figure 2: Lors de l'ultrafiltration de lait écrémé concentré sur membranes Carbosep M1, le flux J est indépendant de la pression ΔP pour les vitesses de circulation minimales et maximales pour le pilote.

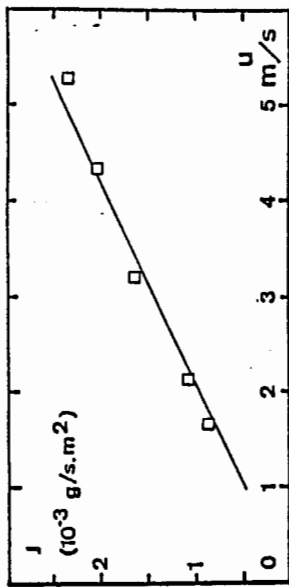


Figure 3: Variation du flux d'ultrafiltration J en fonction de la vitesse moyenne u pour un lait écrémé.

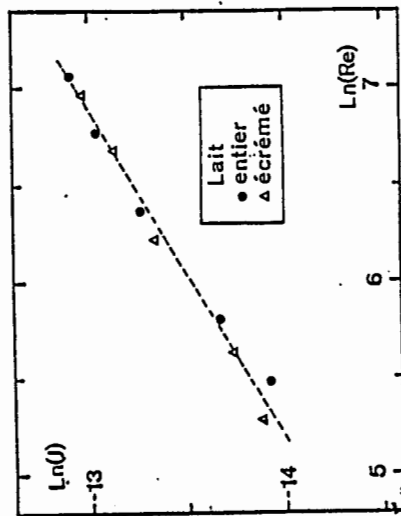


Figure 4: Variation de flux limite J en fonction du nombre de Reynolds (équation (4)), pour des concentrats de lait écrémé et entier. La pente caute 0,6. L'équation correspondante vaut $J = 3,7 \cdot 10^{-8} Re^{0,6}$.

REDUCTION DE TRAINEE HYDRODYNAMIQUE OBSERVEE
DANS L'ECOULEMENT TURBULENT DE SOLUTIONS DE POLYMERE CHARGEEES

J. DENIS, A. SOUCEMARIANADIN, D. GUILLOT
Dowell Schlumberger, BP 90 - 42003 SAINT-ETIENNE Cédex 1

REFERENCES

- Aimar, P. Sanchez, V. 1986. *Ind. Eng. Fundam.* 25 : 789-98
- Brigand, M. 1987. in "Industrial gums". New York : John Wiley (à paraître)
- Goldsmith, R.L. 1971. *Ind. Eng. Fundam.* 10 : 113-19
- Govier, G.W. and Aziz, K. 1972. "The flow of complex mixtures in pipes".
New York : van Nostrand Company
- López Leiva, M. 1980. in "Ultrafiltration Membranes and Applications"
Cooper, A.R. (Ed), New York : Plenum Press
- Madsen, R. 1985. in "Evaporation, Membrane filtration and Spray drying in
milk powder and Cheese production" Vanlose (Denmark) : North European
Dairy Journal
- Malinowski, J.J. Lafforgue, C. Goma, G. 1987. *J. of Ferment. Technol. of
Japan.* (à paraître)

Cet article présente une étude expérimentale de l'écoulement turbulent en capillaires de spacers; fluides
utilisés dans l'industrie pétrolière pour séparer la boue du laitier lors de la cimentation des puits de
pétrole.

Plusieurs spacers ont été préparés à partir d'une solution de Bioran. La densité des fluides, ajoutée à
l'aide de barite, est comprise entre 1 et 1.92. Les courbes d'écoulement obtenues dans des capillaires de
diamètres comparables aux dimensions réelles de champ montre qu'une très forte réduction de traînée
hydrodynamique, mesurée par l'écart entre le facteur de friction expérimental et la valeur prédite par le
modèle de Dodge et Metzner pour la turbulence des fluides non Newtoniens, est observée pour la solution
de polymère pure. Lorsque la densité est élevée par ajout de barite, la réduction diminue progressivement
et disparaît pour des densités supérieures à 1.7.

Les résultats sont replacés dans la théorie classique de la réduction de traînée hydrodynamique et une
explication probable des phénomènes observés est proposée.

Rhéologie des fluides industriels
22^e Colloque du Groupe Français de Rhéologie
Toulouse - 16-18 novembre 1987 -

QUELQUES ASPECTS RHEOLOGIQUES DES FLUIDES COLLOIDAUX

WILLIAM R. SCHOMALTER
Department of Chemical Engineering
Princeton University - Princeton, NJ 08544 USA

La rhéologie des colloïdes a été traditionnellement expliquée par l'écoulement de fluides newtoniens autour d'objets rigides. Ce modèle est utile comme point de départ mais ne contient pas les caractéristiques physiques attribuées aux colloïdes qui sont importantes dans la plupart des cas. Par exemple, l'attraction de van der Waals, l'agitation brownienne, la répulsion électrostatique et la présence d'additifs polymériques, doivent être considérées. Au cours de cette conférence, la diversité de ces phénomènes observables sera accentuée.

Notre compréhension de la théorie n'est pas encore comparable à notre connaissance expérimentale, mais beaucoup de progrès théoriques sont actuellement en cours. Quelques-uns de ces accomplissements seront discutés.

ÉCOULEMENT INSTATIONNAIRE D'UNE SUSPENSION CONCENTRÉE DE SPHÈRES VISCOELASTIQUES

P. MILLS, V. LEFEVRE, G. GUIFFANT
Laboratoire de Biorhéologie et d'Hydrodynamique Physicochimique,
Université Paris VII, 2 place Jussieu 75251 PARIS CEDEX 05 FRANCE

SOMMAIRE : On propose un modèle rhéologique décrivant l'écoulement instationnaire d'une suspension de sphères viscoélastiques pouvant représenter des émulsions, des cellules biologiques etc. On considère comment la déformation des particules perturbe les termes d'une équation rhéologique valable pour des sphères dures. L'auto-consistance du modèle est assurée en supposant que chaque particule voit un continuum dont la viscosité est précisément celle de la suspension.

SUMMARY : A rheological model is proposed to describe the unstationary flow of a suspension of viscoelastic spheres which can represent emulsions, biological cells etc. Perturbation of the terms of a rheological equation available for hard spheres by the amount of deformation of particles is considered. Self consistency of this model is ensured by considering that the viscosity of the continuous medium seen by a particle is precisely the viscosity of the suspension.

1. INTRODUCTION

La solution des problèmes posés par l'étude de l'écoulement d'une suspension concentrée de particules déformables viscoélastiques trouve de nombreuses applications dans le domaine des fluides industriels et des fluides biologiques. En effet, de nombreux matériaux peuvent être modélisés ainsi. Ce sont par exemple les émulsions : dispersions

l'augmentation du taux de cisaillement local interparticulaire y est lié à un paramètre caractérisant l'empilement maximum des particules.

Puis, dans une deuxième partie, nous préciserons les résultats que nous avons obtenus dans une publication précédente concernant le comportement d'une sphère viscoélastique dans un écoulement de cisaillement simple : c'est le modèle du "Kelvin Voigt tournant".

Dans une troisième partie, nous avons introduit une dépendance entre la concentration d'empilement maximum des particules et un des termes du tenseur de déformation de la particule. La loi de comportement obtenue dans le domaine dilué est la même que celle obtenue par Barthes-Biesel 1981 et par Lhuillier 1987. La viscosité stationnaire d'une suspension concentrée est alors calculée en fonction du taux de cisaillement pour différentes concentrations.

Enfin, dans une dernière partie, un écoulement viscosimétrique simple est complètement décrit avec des conditions aux limites dépendant du temps.

2. VISCOSITE D'UNE SUSPENSION DE SPHERES DURES

L'écoulement d'une suspension de sphères isodenses a un comportement newtonien du à la réversibilité temporelle de l'équation de Stokes gouvernant l'écoulement autour des particules individuelles ou des amas transitoires. Jusqu'à présent, seuls les deux premiers termes du développement de l'expression de la viscosité en fonction de la fraction volumique ϕ ont été calculés de façon rigoureuse. Le terme $O(\phi)$ a été calculé par Einstein 1906 et le terme $O(\phi^2)$ fut calculé beaucoup plus tard par Batchelor 1972.

Nous nous intéressons ici à une suspension concentrée de sphères dures de même taille interagissant de façon purement hydrodynamique. Il a été suggéré par De Gennes 1979 que les amas dynamiques induits par les interactions hydrodynamiques entre particules suspendues sont similaires à des amas de percolation. Notre propos est d'estimer l'énergie moyenne dissipée dans une cellule élémentaire qui contient plusieurs particules avoisinantes d'un amas transitoire. Nous résumons un modèle déjà publié par ailleurs (Mills 1985 et Mills et Snabre 1985). Le taux de cisaillement $\langle \dot{\gamma} \rangle$ moyenné dans le volume $l \cdot \phi$ du fluide peut s'exprimer comme :

d'un liquide dans un liquide différent non miscible. C'est l'énergie interfaciale ou tension superficielle qui donne aux gouttes des émulsions leur forme sphérique au repos. Ces suspensions sont généralement instables mais l'ajout d'un surfactant diminuant l'énergie interfaciale conduit à des émulsions stables dont les éléments sont généralement microniques; l'ajout d'un cosurfactant permet de réduire encore plus l'énergie interfaciale ; on obtient ainsi des micro émulsions c'est à dire des dispersion de gouttes dont la taille est typiquement de l'ordre d'une cinquantaine d'angstroms. Le modèle que nous développons ici décrit évidemment des dispersions suffisamment stables pour qu'on puisse négliger les phénomènes de coalescence.

Il existe beaucoup d'autres matériaux comme les fluides encapsulés, les cellules biologiques, les pelotes polymériques qui peuvent être considérés comme des sphères viscoélastiques. Nous terminons cette liste évidemment non exhaustive en mentionnant les agrégats isotropes permanents de particules et dans les domaines agro-alimentaires ou pharmaceutiques les gels formés sous cisaillement (yaourts dits bulgares etc.), et enfin, les enchevêtrements de macromolécules. Toutes ces unités rhéologiques ont en commun d'être déformables à volume constant. Les propriétés physiques intrinsèques de chaque unité devront être reflétées par un ou plusieurs paramètres (rayon des particules, module d'élasticité, énergie interfaciale, viscosité interne etc.). Dans cet article, nous montrerons que cette déformabilité entraîne un comportement rhéofluidifiant : la viscosité apparente des suspensions concentrées de particules déformables décroît quand le taux de déformation augmente. Ce comportement non newtonien a déjà été décrit par des modèles dont le domaine de validité était restreint aux suspensions diluées. Les domaines des suspensions concentrées ont pu être plus ou moins bien représentés par des lois empiriques. Le travail que nous présentons s'intègre parmi les tentatives de ces dernières années pour rendre compte du comportement viscoélastique non-linéaire des suspensions concentrées. Précisons que dans notre modèle, la viscoélasticité de chaque unité rhéologique "microscopique" est supposée linéaire, la non-linéarité étant introduite à travers l'interaction de chaque unité avec le fluide complexe qui l'entourne.

Dans une première partie, nous rappellerons les résultats principaux d'un modèle développé par l'un des auteurs afin de décrire la rhéologie de suspensions de sphères dures.

3. DEFORMATION D'UNE SPHERE VISCOELASTIQUE DANS UN ECOULEMENT DE CISAILLEMENT DEPENDANT

DU TEMPS

Dans un modèle développé par ailleurs, Mills et Snabre 1983, Bitbol et Mills 1984, ont étudié l'orientation et la déformation d'une sphère viscoélastique dans un écoulement de cisaillement simple.

Soit O le centre d'une particule initialement sphérique et P un plan contenant O et parallèle aux vecteurs vitesse. Soit \vec{r} le vecteur position des points de la surface particulaire dans le plan P. Chaque vecteur \vec{r} tourne avec une vitesse angulaire $\omega = \frac{1}{2} \dot{\gamma}$.

Les deux principales hypothèses du modèle sont :

- a) \vec{r} se comporte comme un élément de Kelvin-Voigt.
- b) un élément de la surface liée au vecteur \vec{r} est soumis à une contrainte normale dépendant de sa position angulaire :

$$P_n = \mu_0 \dot{\gamma} \cos 2\phi$$

En conséquence la dépendance temporelle de $r = |\vec{r}|$ est décrite par l'équation différentielle :

$$\frac{dr}{dt} = \frac{\mu_0}{\mu_1} a \dot{\gamma} \cos 2\phi - \frac{r - a}{\tau} \tag{3}$$

où τ est un temps caractéristique de relaxation de l'élément de Kelvin-Voigt, a le rayon de la particule au repos et μ_1 une viscosité reflétant la dissipation intraparticulaire.

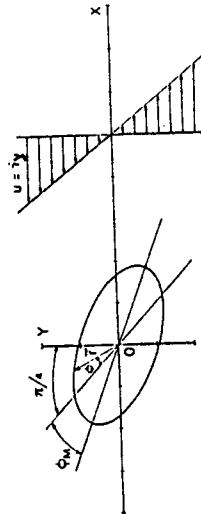


Figure 2 : Particule sphérique déformée dans un écoulement de cisaillement.

$$\langle \dot{\gamma} \rangle = \dot{\gamma} \left(1 - \frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_0}\right)^{-1} \tag{1}$$

où $\dot{\gamma}_0$ est la concentration de packing de sphères réparties de façon aléatoire ; $\dot{\gamma}_0^* = 4/7$. La dissipation par unité de temps et par unité de volume exprimée au moyen de la viscosité apparente de cisaillement et du taux de cisaillement apparent $\dot{\gamma}$ doit être identique à la dissipation par unité de temps dans la fraction fluide (viscosité μ_0) :

$$\mu_0 \dot{\gamma}^2 = \mu_0 \langle \dot{\gamma} \rangle^2 (1 - \dot{\gamma}/\dot{\gamma}_0)$$

D'où l'on déduit la viscosité apparente :

$$\frac{\mu}{\mu_0} = \frac{1 - \dot{\gamma}/\dot{\gamma}_0}{(1 - \dot{\gamma}/\dot{\gamma}_0)^2} \tag{2}$$

Dans la suite, l'équation (2) est supposée être l'équation de référence pour une suspension concentrée de sphères dures en interaction hydrodynamique. Sur la Figure 1, cette équation est comparée aux résultats expérimentaux de différents auteurs. La discordance entre la courbe théorique et les résultats expérimentaux pour $\dot{\gamma} < .55$ peut s'expliquer par l'apparition des structures anisotropes favorisées par l'écoulement.

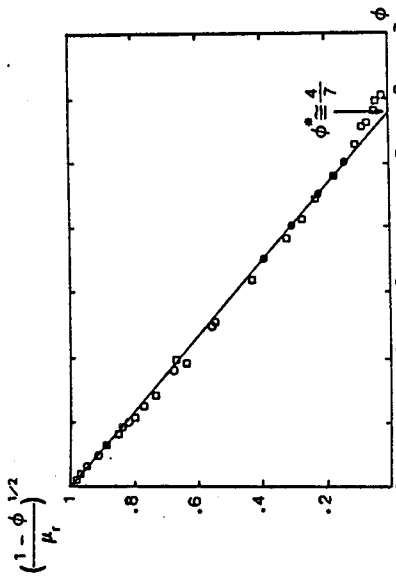


Figure 1 : Comparaison entre la courbe théorique (en trait plein) donnée par l'équation (2) et les résultats expérimentaux de Krieger, Maron, et de Kruif.

Si nous suivons la rotation d'un vecteur \vec{r} donné, l'angle ϕ dépend du temps :

$$\frac{d\phi}{dt} = \frac{1}{2} \dot{\gamma}(t) ; \phi = P(\dot{\gamma}) + \psi \quad (4)$$

où $P(\dot{\gamma})$ est la primitive de la fonction $\dot{\gamma}(t)$, telle que $P(\dot{\gamma}) = 0$ pour $t = 0$, et ψ une constante. Les équations (3) et (4) définissent complètement le mouvement de la particule viscoélastique. Nous utiliserons par la suite les grandeurs adimensionnées :

$$D = \frac{\tau - a}{a} ; \theta = \frac{t}{\tau} ; \Lambda_0^{-1} = \frac{\mu_0}{\mu_1} ; \Gamma = \dot{\gamma}\tau$$

La solution de (3) et (4) est alors :

$$D(\theta, \psi) = \int_0^\theta \Lambda_0^{-1} \Gamma(x) e^{-(\theta-x)} \cos(P[\Gamma(x)] + 2\psi) dx \quad (5)$$

Nous concentrerons notre attention sur la déformation maximale D_M et l'angle de déformation maximale ϕ_M . Pour ce faire, le plus aisé est de trouver les valeurs de l'angle ψ_M pour lesquelles $\frac{dR}{d\psi} = 0$. On trouve :

$$2\psi_M = \text{Arctg} - \left(\frac{I_1}{I_2} \right) \text{ et } D_M = \int_0^{-\theta} e^{-\theta} \sqrt{I_1^2 + I_2^2}$$

où

$$I_1 = \int_0^\theta \Gamma(x) e^x \sin(P[\Gamma(x)]) dx$$

$$I_2 = \int_0^\theta \Gamma(x) e^x \cos(P[\Gamma(x)]) dx$$

Enfin, dans le cas particulier où le taux de cisaillement est constant $\Gamma(\theta) = \Gamma_0$, $\forall \theta > 0$, la solution stationnaire est ($\theta \rightarrow \infty$) :

$$\phi_M = \frac{1}{2} \text{Arctg} \Gamma_0 ; D = \frac{\Lambda_0^{-1} \Gamma_0}{(1 + \Gamma_0^2)^{1/2}} \cos 2(\phi - \phi_M) \quad (6)$$

Des relations (6), on déduit aisément les termes D_{xx} , D_{yy} , D_{xy} du tenseur représentant le gradient de déformation interne des particules :

$$D_{xx} = -D_{yy} = \frac{\Lambda_0^{-1} \Gamma_0}{(1 + \Gamma_0^2)^{1/2}} \cos 2\left(\frac{\pi}{4} - \phi_M\right) = \frac{\Lambda_0^{-1} \Gamma_0^2}{1 + \Gamma_0^2} \quad (7)$$

$$D_{xy} = \frac{\Lambda_0^{-1} \Gamma_0}{(1 + \Gamma_0^2)^{1/2}} \cos 2\phi_M = \frac{\Lambda_0^{-1} \Gamma_0}{1 + \Gamma_0^2}$$

Dans notre modèle, par définition, $D_{zz} = 0$.

Le gradient de déformation, D_{xx} dans la direction de l'écoulement s'exprime donc en fonction d'un nombre de Deborah Γ_0 et du rapport Λ_0 des viscosités interne et externe des particules et du fluide suspendant.

4. VISCOSITE D'UNE SUSPENSION DILUEE DE PARTICULES DEFORMABLES

Nous avons vu au paragraphe 2 que la dissipation visqueuse dans le fluide suspendant dépendait de la concentration maximum d'empilement ϕ^* dans les agrégats transitoires. Lorsque les particules se déforment dans le sens de l'écoulement, l'empilement devient plus compact et on peut développer ϕ^* en fonction du gradient de déformation dans la direction de l'écoulement.

$$\frac{\phi^*}{\phi_0^*} = 1 + kD_{xx} + \dots ; \frac{\phi^*}{\phi_0^*} = 4/7$$

Ainsi, à fraction volumique donnée, la dissipation visqueuse dans le fluide suspendant, est plus faible pour des particules déformables que pour des sphères dures. D'un autre côté, il est maintenant nécessaire de prendre en compte la dissipation W_{D1} dans la matière interparticulaire, de viscosité μ_1 . L'ordre de grandeur de W_{D1} est :

$$W_{D1} \sim \mu_1 (\dot{\gamma} D_{xx})^2 \bar{\phi}$$

que nous pouvons négliger pour de faibles déformations.

Finalement, l'expression de la viscosité est :

$$\mu_r = \frac{\mu}{\mu_0} = \frac{1 - \phi}{[1 - \bar{\phi}/\phi_0^* (1 + k D_{xx})^{-1}]^2} + O(D_{xx}^2) \quad (8)$$

Pour une suspension diluée et de très faibles déformations :

$$\mu_r = 1 + [2,5 - \frac{7}{2} k \Gamma_0^2] \dot{\gamma} + \dots$$

pour une suspension moyennement concentrée et de très faibles déformations :

$$\mu_r = \frac{1 - \dot{\gamma}}{(1 - \frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_0^*})^2} \left[1 - \frac{2\dot{\gamma}/\dot{\gamma}_0^*}{1 - \frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_0^*}} k D_{xx} \right]$$

La première expression est très proche de celle proposée par Chm et Barthes 1981 et la deuxième de celle proposée par Lhuillier 1987.

5. VISCOSITE D'UNE SUSPENSION CONCENTREE - ECOULEMENT STATIONNAIRE

La description d'une suspension concentrée grâce à l'introduction d'un paramètre de structure a déjà été réalisée par de nombreux auteurs ; citons celle récente de Quemada et al 1985 où un paramètre de structure λ dépendant de $\dot{\gamma}$ et $\dot{\gamma}$ doit être expérimentalement déterminé. L'auto consistance que nous allons introduire dans notre modèle permet par contre d'éviter la détermination empirique des paramètres structuraux. Cette auto consistance trouve un appui dans une expérience (Snabre et al 1987) à cisaillement imposé : la variation d'un paramètre de structure en fonction de la contrainte moyenne pouvait y être représentée par une courbe maîtresse. L'auto consistance du modèle est assurée ici en supposant que chaque particule se déforme dans un milieu effectif dont la viscosité est la viscosité de la suspension. L'expression dans un écoulement stationnaire du paramètre de structure D_{xx} est alors :

$$D_{xx} = \mu_r [\dot{\gamma}, D_{xx}] \Lambda_0^{-1} \frac{\Gamma^2}{1 + \Gamma_0^2}$$

Cette expression portée dans (8) permet de trouver la dépendance de la viscosité relative μ_r en fonction du taux de cisaillement imposé $\dot{\gamma}$ pour différentes fractions volumiques de la suspension (Figure 3).

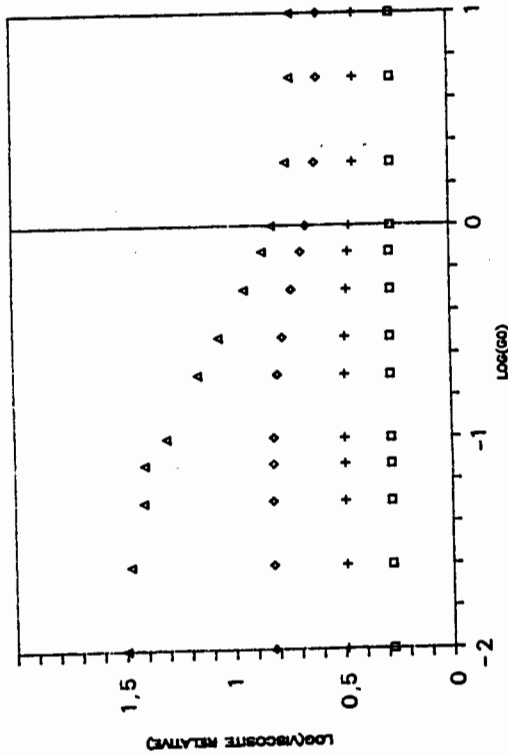


Figure 3 : Viscosité relative en fonction du nombre Γ_0 pour différentes valeurs de la concentration : \square 0.2, $+$ 0.3, \diamond 0.4, \triangle 0.5.

6. ECOULEMENT INSTATIONNAIRE

La connaissance de la viscosité de cisaillement permet de relier, en tout point d'un écoulement viscosimétrique, la contrainte au taux de cisaillement. La détermination du champ de vitesse au sein de l'écoulement, lorsque les conditions aux limites imposées varient avec le temps, requiert de résoudre un système d'équations intégral-différentielles, non linéaires, couplées, aux dérivées partielles. Ce système comprend l'équation de Navier Stokes et les équations conduisant au paramètre de structure D_{xx} et à la viscosité locale. Nous présentons le système (9) adimensionné, dans le cas d'un écoulement de Couette entre deux plaques distantes de h :

Système d'équations sans dimensions

$$\frac{\partial v(y, \theta)}{\partial \theta} = c \frac{\partial}{\partial y} [\nu_r(y, \theta) \frac{\partial v}{\partial y}] ; \quad c = \frac{1}{h^2/\nu} \quad (1)$$

$$y = \frac{y}{h} \quad (2a)$$

$$\frac{\partial D}{\partial \theta} + D = \Lambda^{-1} \nu_r(D_{xx}) \cdot \frac{\partial v}{\partial y} \cos 2\phi \quad (2b)$$

avec $\phi = \frac{1}{2} \int_0^\theta \frac{\partial v}{\partial y} dt + \psi$

et $0 \leq y \leq 1 ; \theta > 0 ; 0 \leq \psi < 2\pi$

$$D_{\max} = \text{Sup } D \quad 0 < \psi < 2\pi$$

$$D_{xx}(y, \theta) = D_{\max}(y, \theta) \cdot \sin [2\psi_H(y, \theta)] \quad (2c)$$

$$\psi_H = \frac{1}{2} \int_0^\theta \frac{\partial v}{\partial y} dt + \psi_H$$

$$\psi_H = \frac{1}{2} \text{Arctg} \left(-\frac{1}{I_2} \right)$$

$$\nu_r(y, \theta) = \nu_r(D_{xx}) = \frac{1 - \beta}{[1 - \frac{\beta}{\beta_0} (1 + D_{xx})]^2} \quad (3)$$

Avec les conditions aux limites :

$$v(0, \theta) = v_0$$

$$v(1, \theta) = 0$$

et les conditions initiales :

$$v(y, 0) = 0$$

$$D(y, 0) = 0$$

$$D_{xx}(y, 0) = 0$$

$$\nu_r(y, 0) = \frac{1 - \beta}{(1 - \beta/\beta_0)^2}$$

Les solutions de ce système d'équations ne peuvent évidemment être obtenues que grâce à des méthodes d'analyse numérique qui sont exposées en appendice. A titre d'exemple, les variations temporelles de la contrainte pariétale sur la plaque fixe, lorsque la plaque mobile est soumise à une variation de vitesse en échelon ou sinusoidale sont représentées sur la Figure 4.

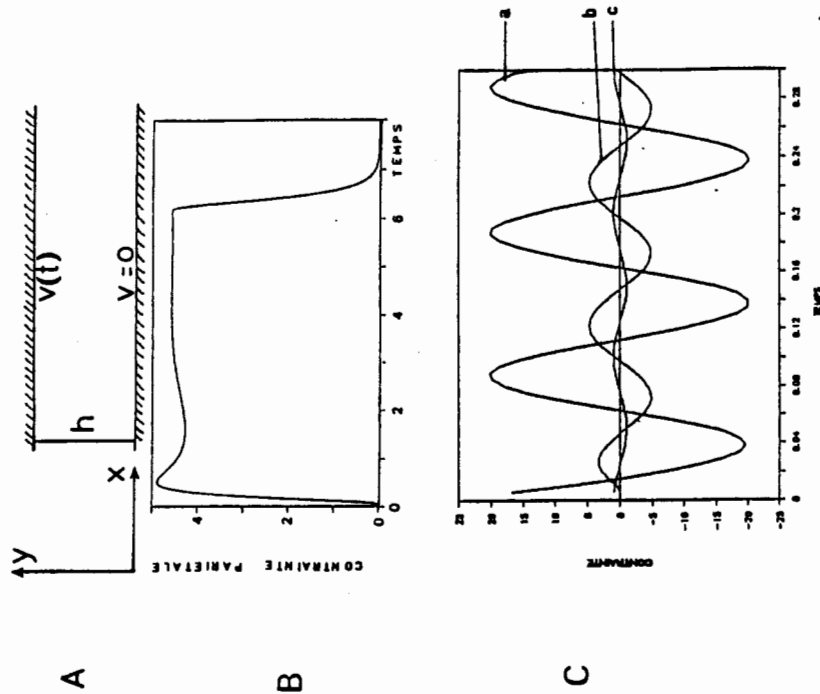


Figure 4

Figure A : Ecoulement entre deux plaques avec vitesse imposée sur la plaque mobile.

B : Contrainte sur la plaque fixe en réponse à un échelon de vitesse imposé sur la plaque mobile.

C : Contraintes sur les plaques en réponse à une vitesse sinusoidale imposée sur la plaque mobile c). a) plaque mobile b) plaque fixe. La période est égale à $0,1\tau$ et $0,1h^2/\nu$.

CONCLUSION

Le modèle ainsi que la méthode de résolution numérique que nous avons présentés permet de relier les propriétés microscopiques des particules déformables d'une suspension à ses propriétés rhéologiques macroscopiques. Soulignons cependant une simplification importante de ce modèle : toutes les particules sont supposées identiques. Les travaux futurs devront tenir compte de la polydispersité des unités microscopiques qui constituent les suspensions industrielles.

APPENDICE : RESOLUTION NUMERIQUE DU SYSTEME D'EQUATIONS.

L'écriture en différences finies des équations (1) et (2) permet de calculer l'ensemble des valeurs du problème à l'instant $n+1$, lorsque celles ci sont connues à l'instant n . On note respectivement j et Dx l'indice et le pas d'espace, et n et Dt l'indice et le pas en temps.

1. L'équation (2a) est résolue pour tout i et pour une suite de valeurs de ψ régulièrement espacées et comprise entre 0 et 2π . La déformation D_{axj}^{n+1} est alors obtenue au moyen de l'équation (2b).
2. La valeur de D_{axj}^{n+1} est reportée dans l'équation (3), et conduit à la valeur de la viscosité μ_j^{n+1} en chaque point.
3. La connaissance de la répartition de la viscosité μ_j^{n+1} permet de calculer au moyen de l'équation (1), le profil de vitesse v_j^{n+1} . La résolution de l'équation (1) utilise une procédure particulière mise au point dans le cadre de la thermique, pour la détermination des coefficients de diffusion thermiques effectifs (GUIFFANT 1986).

La condition de stabilité la plus restrictive est obtenue à partir de l'équation (1). La méthode utilisée (GUIFFANT 1986) permet d'exprimer le terme v_j^{n+1} sous forme d'une combinaison linéaire :

$$v_j^{n+1} = a_1 v_{j-1}^n + a_2 v_j^n + a_3 v_{j+1}^n$$

où les coefficients a_k sont fonction de la viscosité et tels que $\sum a_k = 1$. La stabilité du calcul numérique est alors assurée lorsque le coefficient a_2 est positif, c'est à dire pour un pas en temps Dt tel que :

$$Dt < \inf_j (2Dx^2 / (2\mu_j + \mu_{j-1} + \mu_{j+1}))$$

REFERENCES

- Barthes-Biesel, D. & Chhim, V. 1981, Int. J. Multiphase Flow, vol. 7, 493.
Batchelor, G.K. & Green, J.T. 1972, J. Fluid Mech., 56, 401.
Bitbol, M. & Mills, P. 1984, J. Phys. Lett., 45, L211.
De Gennes P.G. 1979, J. Phys., 40, 783.
De Kruff, C.G., Van Iersel, E.M.F. & Russel, W.B. 1985, J. Chem. Phys., 83, 4717.
Guiffant, G. & Flaud, P. 1986, Int. Comm. Heat Mass Transfer, 13, 6.
Krieger, J.M. 1972, Adv. Colloid Interface Sci. 10, 494.
Lhuillier, D. (sous presse) Compte rendu 21e coll. G.F.R.
Maron, S.H. & Levy-Pascal, A. 1955, J. Colloid Sci. 10, 494.
Mills, P. 1985, J. Phys. Lett. 46, L 301.
Mills, P. & Snabre, P. 1983, Innov. Tech. Biol. Vol.4, n° spécial 1
Quemada, D., Flaud, P. & Jezequel, P.H. 1984, Advances in Rheology (Mena Ed.) Mexico.
Snabre, P., Bitbol, M., Mills, P. 1987, Biophys. J., 51, 795.

RHEOLOGIE ELONGATIONNELLE DE POLYMERES FONDUS

J.M. LACAZE , G. MARIN , Ph. MONCE

Laboratoire de Physique des Matériaux Industriels
Université de PAU et des Pays de l'Adour
Avenue de l'Université - 64000 PAU (France)

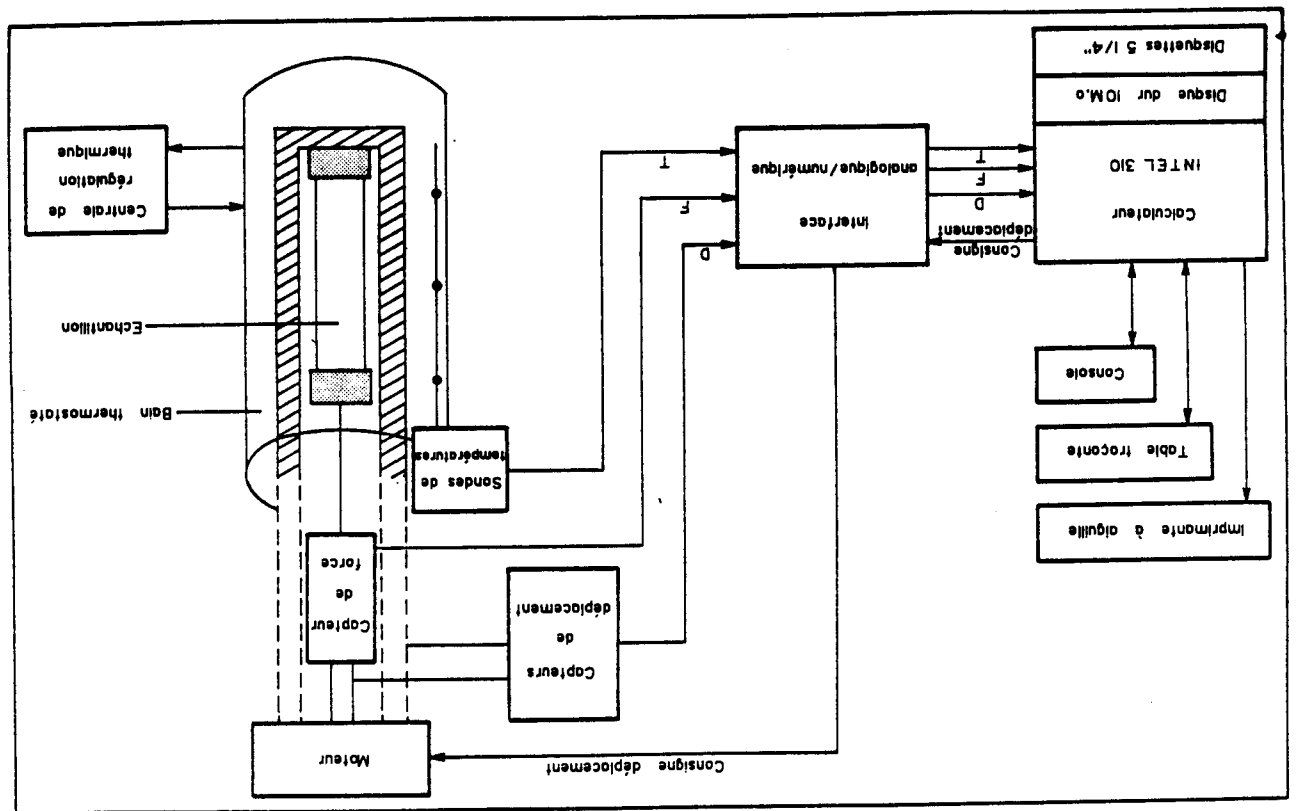
INTRODUCTION

Dans bien des applications, le comportement de fluides newtoniens ne peut être correctement évalué par de seules mesures en cisaillement. En effet lors de la plupart des processus de mise en forme industriels, les matériaux sont soumis à des écoulements de type élongationnel en régime non linéaire, et leur comportement s'avère difficile à prévoir à partir des propriétés viscoélastiques obtenues en cisaillement. L'objet de cette étude est de présenter une approche de modélisation du comportement élongationnel uniaxial dans des conditions d'écoulement bien définies.

DISPOSITIF EXPERIMENTAL

Le "Viscostrain" est un rhéomètre destiné à l'étude du comportement de matériaux en étirage uniaxial. Il a été développé par Métravib R.D.S (1) et offre la possibilité de réaliser des tests d'étirage dans une large plage de températures, dans une gamme de contraintes étendue et des conditions d'écoulement bien contrôlées (étirage uniaxial à vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ ou contrainte σ constante).

VISCOSTRAIN - Synoptique



Le rhéomètre "Viscostrain" est composé de trois unités (cf. synoptique) :

- un bâti regroupant l'ensemble des organes mécaniques ;
- un bureau composé d'un tableau de commande pour le pilotage et l'asservissement de la partie mécanique ainsi qu'une baie de commande pour la régulation de température ;
- une centrale de régulation de température assurant la circulation d'un fluide caloporteur destiné à la mise en température de l'échantillon.

Un microordinateur assure la commande d'asservissement du moteur (grâce à un interface analogique/numérique) ainsi que la gestion des données.

L'échantillon mis en place entre 2 mors ou pastilles à coller est fixé sur les cannes d'étirage. Un bain d'huile thermostaté permet d'immerger l'échantillon et les cannes dans le cas de mesures rhéologiques sur des polymères fondus. L'étirage est obtenu par le déplacement en sens opposé des cannes grâce à un moteur asservi en position que pilote un microordinateur. L'asservissement se fait sur le déplacement des cannes, la consigne de déplacement étant envoyée à partir du calculateur. L'étrage laisse le centre de l'éprouvette immobile grâce au déplacement symétrique des mors et permet ainsi des mesures optiques (biréfringence) sur le point milieu de l'échantillon. La symétrie du déplacement est obtenue grâce à l'utilisation de deux vis contrarotatives, la rotation étant transférée sur chaque vis en translation grâce à une douille à circulation de billes reliée à un équipement assurant la prise de l'échantillon.

La gamme de vitesses de déformation élongationnelle s'étend de 10^{-4} s^{-1} à 2 s^{-1} .

Une centrale thermique d'une puissance maximale de chauffage de 6 kilowatts assure la circulation en circuit fermé d'un fluide caloporteur vers l'enceinte de mise en température. La régulation de température permet de réaliser des essais dans la plage 60°C à 300°C .

L'enceinte de mise en température est montée sur une plateforme qui se déplace verticalement par l'intermédiaire d'un vérin électrique ; de forme cylindrique, elle comprend, du centre à la périphérie :

- le bain d'huile intérieur dans lequel est immergé l'échantillon contenant un fluide compensateur de gravité, chimiquement inerte vis à vis du polymère

RESULTATS EXPERIMENTAUX

Les résultats présentés ici concernent des essais effectués sur différents polymères à vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ constante, la longueur de l'éprouvette variant exponentiellement au cours du temps ($L(t) = L_0 e^{\dot{\epsilon}t}$). La contrainte subie par l'échantillon est la contrainte vraie $\sigma(t)$ définie par le rapport entre la force et la section $S(t)$ de l'échantillon ($S(t) = S_0 e^{-\dot{\epsilon}t}$ dans l'hypothèse où le volume de l'éprouvette reste quasiment constant). On obtient ainsi le type de courbes représentées sur la Figure 1 présentant la variation de la contrainte en fonction du temps pour un élastomère (polybutadiène) à la température ambiante (20 °C) pour différentes vitesses de déformation. On peut noter le caractère non-linéaire de la réponse du matériau dès les faibles déformations.

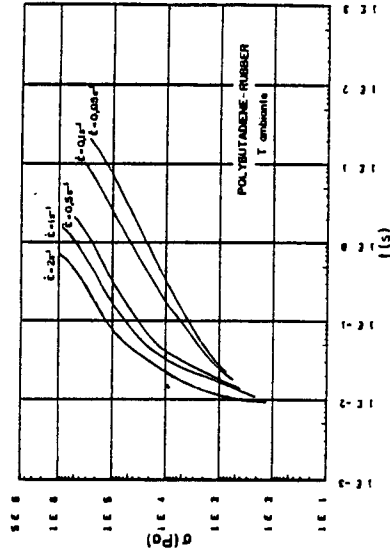


FIGURE 1

Notre étude a également porté sur un polystyrène commercial et des polyéthylènes (un PEHD et un LLDPE).

Pour ces derniers produits nous avons mené une recherche plus approfondie de modélisation du comportement élongationnel à partir du modèle de WAGNER précédemment utilisé par ce dernier ⁽²⁾ pour représenter l'étréage uniaxial d'un PEBD "Melt 1" étudié par LAUN et MUNSTED ⁽³⁾

étudié. La régulation de température donne un écart à mieux que $\pm 0,25$ °C sur toute la hauteur utile du bain ;

- un montage de 3 sondes de mesure thermique à résistance de platine, 3 fils, précision 1/3 DIN ;
- un fusible de sécurité fondant à une température supérieure à 300 °C ;
- l'échangeur double enveloppe en verre Pyrex avec chicanes dans lequel circule le fluide caloporteur ;
- un vase Dewar dans lequel on a effectué le vide et argenté partiellement les faces intérieures, deux fenêtres verticales transparentes laissant la vision libre de l'échantillon durant l'étrétement ;
- une enveloppe protectrice de Plexiglass.

Afin d'éviter un gradient de température lors de leur immersion dans le bain, les cannes sont chauffées par des résistances électriques régulées thermiquement.

DEROULEMENT D'UN ESSAI

Après avoir mesuré la résultante poids/poussée d'Archimède pour l'équipage (mors/guides) supérieur, qui sera soustraite des mesures de force (tarage du capteur de force), on procède au choix des caractéristiques de l'essai.

Pour l'étrétement, on a la possibilité d'une phase à :
- vitesse de déformation constante (1) : le déplacement relatif des mors est alors exponentiel

$$L = L_0 \exp(\dot{\epsilon}t)$$

L : longueur de l'éprouvette à l'instant t

L_0 : longueur de l'éprouvette à l'instant t = 0

$\dot{\epsilon}$: vitesse de déformation en s⁻¹

- contrainte constante (fluage) (2).

Après l'arrêt de l'écoulement on peut procéder à :

- une phase à vitesse de déformation nulle (relaxation) (3) ;
- un sectionnement de l'échantillon (recouvrance élastique à l'arrêt de la contrainte) (4) ;
- la phase (3) suivie de (4).

L'essai se termine par une trempe à l'air de l'échantillon par descente rapide du bain d'huile.

ANALYSE DES RESULTATS

Les modèles à base de concept de réseau temporaire d'enchevêtrements, dérivés du modèle de LODGE, ont constitué un premier support pour l'analyse de nos résultats. Nous avons en particulier utilisé le modèle de WAGNER, qui diffère de celui de LODGE au sens où le taux de disparition des jonctions n'est plus simplement lié à un effet thermique de diffusion, mais est également fonction de l'histoire du matériau par la déformation qu'il a subie. Cette contribution non linéaire de la déformation au processus de désenchevêtrement s'exprime sous la forme d'une fonction monotone décroissante dont la valeur comprise entre 0 et 1 représente la probabilité pour un enchevêtrement de survivre à une déformation donnée.

L'expression de WAGNER s'exprime alors sous la forme :

$$\sigma(t) = -pI + \int_{-\infty}^t m(t-t') h(I_1, I_2) C_t^{-1}(t') dt'$$

$$m(t-t') = -\frac{dG(t-t')}{dt'}$$

avec $G(t-t')$ fonction de relaxation

$C_t^{-1}(t')$ tenseur des déformations de Finger

I_1, I_2 1^{er} et 2^{es} invariants du tenseur de Finger

$h(I_1, I_2)$ fonction d'amortissement

$$I \geq h(I_1, I_2) \geq 0$$

Pour les faibles déformations ($h(I_1, I_2) \approx 1$) le modèle de WAGNER tend vers le modèle viscoélastique de LODGE, ce dernier étant un cas particulier du modèle de WAGNER avec $h(I_1, I_2) = 1$.

Dans le cas d'un étirage uniaxial à vitesse de déformation constante le modèle de WAGNER prend la forme suivante :

$$\sigma(t) = \int_0^t m(s) h_e(\dot{\epsilon}s) [e^{2\dot{\epsilon}s} - e^{-\dot{\epsilon}s}] ds + h_e(\dot{\epsilon}t) [e^{2\dot{\epsilon}t} - e^{-\dot{\epsilon}t}] G(t) \quad (1)$$

WAGNER ayant proposé la forme suivante pour la fonction d'amortissement

$$h_e(\epsilon) = [a \exp(2\epsilon) + (1-a) \exp(m\epsilon)]^{-1} \quad (2)$$

avec $a = \exp(-6)$, $m = 0,3$ ajustés sur les courbes expérimentales obtenues en écoulement élongationnel uniaxial non linéaire.

Dans nos calculs, nous avons utilisé la forme (1), les fonctions $m(t)$ et $G(t)$ ayant été déterminées à partir d'expériences réalisées en cisaillement sur un rhéomètre cône-plan, les couples de paramètres a et m de la fonction $h_e(\epsilon)$ ayant été ajustés pour chaque produit aux courbes expérimentales à partir d'un programme d'ajustement par une méthode de moindres carrés non linéaire.

Détermination de $m(t)$ et de $G(t)$

A partir des mesures en cisaillement dynamique donnant $G'(\omega)$, $G''(\omega)$ nous avons calculé le spectre de distribution des temps de relaxation $H(\tau)$ avec l'approximation de TSCHOEGL au 2^e ordre puis par intégration, déduit les fonctions $m(t)$ et $G(t)$:

$$m(t) = \int_{-\infty}^{\infty} \frac{H(\tau)}{\tau} e^{-t/\tau} d \ln \tau$$

$$G(t) = \int_{-\infty}^{\infty} H(\tau) e^{-t/\tau} d \ln \tau$$

Détermination de $h_e(\epsilon)$

Nous avons pris le couple de valeurs (a, m) donnant la meilleure représentation du comportement pour l'ensemble des courbes d'un même produit obtenues à différentes températures et vitesses de déformation avec les conditions restrictives suivantes :

$$m > \frac{-2a}{1-a} \quad (a > 0)$$

ces conditions traduisant la variation monotone décroissante de la fonction $h_e(\epsilon)$.

Les figures 2, 3 et 4 représentent la croissance des contraintes en élongation uniaxiale à $\dot{\epsilon}$ constante pour le polystyrène et les polyéthylènes linéaires avec les couples (a, m) indiqués dans le tableau 1.

Les valeurs de la fonction d'amortissement à la déformation maximale de 2 Hencky indiquent un taux d'enchevêtrements supérieur pour les polyéthylènes par rapport au polystyrène étudié, le LLDPE présentant quant à lui un taux d'étrage plus important que le PEHD.

Produit	a	m	h (ϵ_{max})
PS	0,06	-0,08	0,240
PEHD	0,04	0,2	0,280
LLDPE I	0,02	-0,04	0,506

TABLEAU I

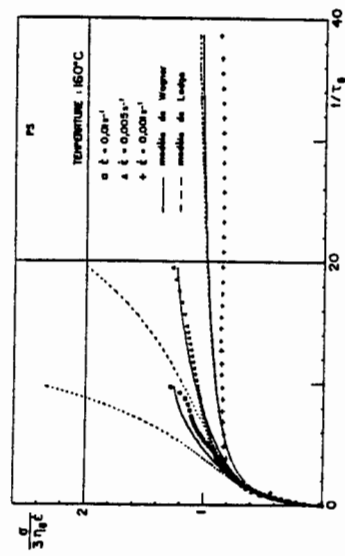


FIGURE 2

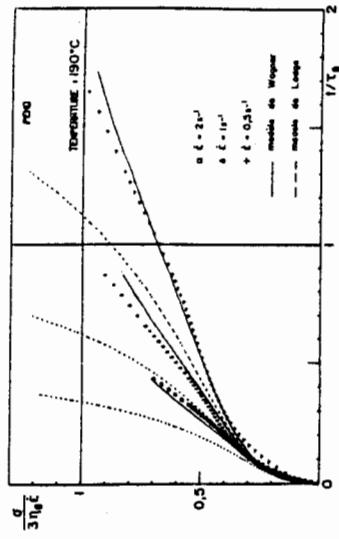


FIGURE 3

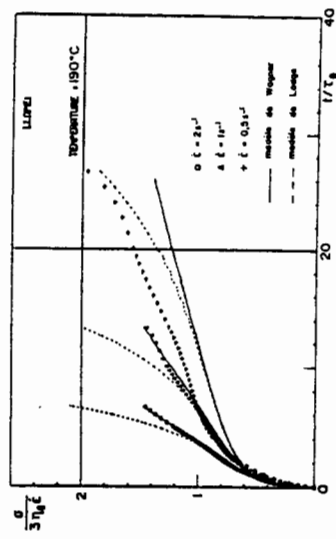


FIGURE 4

CONCLUSION

Une première approche de modélisation a permis de distinguer les différents polymères étudiés en écoulement élongationnel à partir du taux d'enchevêtrements subsistant en fin d'étirage, ce paramètre intervenant dans de nombreux processus industriels notamment dans la stabilité des gainés soufflés ou lors de l'extrusion de films.

BIBLIOGRAPHIE

1. Un nouveau rhéomètre élongationnel : le viscostrain.
J.L. BAREA, B. DUPERRAY, Colloque Rhéologie et Transformation des Polymères et des Matières Agro-alimentaires, PAU (1985).
2. M.H. WAGNER, Rheol. Acta, **18**, 681, (1979).
3. H.-M. LAUN, H. MÜNSTERD, Rheol. Acta, **15**, 517, (1976).

MODELISATION D'UN FLUIDE A SEUIL EN CISAILLEMENT INSTATIONNAIRE

P. DOREMUS et J.M. PIAU
Institut de Mécanique de Grenoble
B.P. 68 Domaine Universitaire
38402 SAINT MARTIN D'HERES FRANCE

Sommaire

Une loi structurelle basée sur la théorie des enchevêtrements a été construite de sorte qu'elle modélise un comportement mécanique de fluide à seuil. Le problème de l'état initial du fluide est discuté. Les fonctions matérielles concernant les écoulements homogènes de cisaillement sont présentées et l'analyse des seuils est faite pour des valeurs de paramètres compatibles avec les résultats expérimentaux.

Summary

In order to modelise a yield stress fluid, we propose in the present paper, a structural model based on the entanglement theory. The problem of the initial state of the fluid is investigated and discussed. For homogeneous shearing flows, the material functions are determined. Then, the analysis of the yield stresses is performed for different values of parameters related to experimental data.

1. Introduction

Certains matériaux ont la propriété de s'écouler comme des liquides dans les applications où on les utilise tout en opposant une résistance telle qu'ils ne paraissent pas s'écouler du tout sous l'effet d'efforts petits d'amplitude finie (12). On désignera ces matériaux sous le nom de fluides à seuil plutôt que de parler de matériaux plastiques, terminologie traditionnelle de la mécanique des solides. En effet, dans l'acceptation courante ils sont utilisés clairement comme des fluides et non pas comme des solides, et de plus nous n'avons pas de raison a priori de faire le choix d'un schéma de comportement plastique. Le comportement des fluides à seuil pour de petites déformations ainsi que la modélisation théorique correspondante ont fait à ce jour l'objet d'un nombre modeste de publications (12, 2, 15, 16). Différentes approches sont possibles pour la formulation d'un fluide à seuil suivant que l'on introduit ou non explicitement une relation définissant un critère de seuil dans la loi de comportement.

Lorsqu'il apparaît explicitement, le critère de seuil est souvent relié aux contraintes comme c'est le cas de la plupart des modèles actuels, modèle de Bingham et ses développements ultérieurs en trois dimensions (9, 13). On découple alors généralement le comportement en deçà du seuil et le comportement au delà du seuil (10, 17).

Pour ce type de modèle la loi de comportement s'écrit donc à l'aide de deux relations qui peuvent lors de la résolution d'un problème donner naissance à certaines spécificités mathématiques si la valeur du tenseur des contraintes doit être déterminée de part et d'autre du seuil. D'autre part la liberté de choix de deux comportements dans les zones solide et liquide peut être un avantage intéressant si on a une idée a priori de la réponse du fluide que l'on cherche à modéliser.

D'autres approches tendent à représenter les comportements sans utiliser de critère de seuil (11, 4). Mais les lois purement phénoménologiques, quels que soient leurs succès, ont avantage à être complétées par une compréhension des mécanismes physiques. Aussi leur avons nous préféré dans le présent article une description structurelle qui nous permet de proposer un mécanisme conduisant à l'existence de seuils apparents comme ceux qui se manifestent dans les mesures rhéométriques sur les fluides à seuil.

Nous cherchons à modéliser des fluides polymères chargés ou suspensions colloïdales à seuil (tels que les graisses, gels, etc.) pour lesquels le solvant peut être schématisé (6) par des modèles à hautes ou par des modèles enchevêtrés. Le modèle des réseaux de polymères enchevêtrés (6, 8, 18) semble

permettre de représenter au moins en partie la physique des fluides à seuil et servira de base à notre démarche.

Ce modèle à déjà été modifiée par plusieurs auteurs et il fournit des résultats appréciables. Un mouvement non affine de la structure a été introduit (7,14) et des résultats analytiques pour les écoulements simples ont pu être obtenus (5). Le cas d'un réseau non Gaussien a également été étudié (3).

Après avoir discuté le problème de l'état initial du fluide, nous calculerons sa réponse dans un cisaillement transitoire, puis ses fonctions viscosimétriques seront précisées.

II. Modélisation

Dans la présentation que Yamamoto donne du modèle, la cinétique d'enchevêtrement est décrite par l'équation :

$$(1) \quad \partial f / \partial t + \text{div}(\vec{R}f) = G(\vec{R}, N) - H(\vec{R}, N) f$$

où f est la densité de probabilité caractérisant l'état des jonctions du réseau.

Les fonctions G et H peuvent dépendre de \vec{R} le vecteur chaîne et de N le nombre d'éléments entre deux jonctions, ainsi que d'invariants caractéristiques (1) de l'écoulement notés J . En notant L le gradient de la vitesse, D le taux de déformation, et ξ le paramètre de glissement, le mouvement de la microstructure sera décrit par l'équation :

$$(2) \quad \dot{\vec{R}} = (L \cdot \xi D) \vec{R}$$

La notion de seuil conduit à la non fluidité du corps sous certains états de contraintes finies, c'est-à-dire à la relation :

$$(3) \quad \frac{d}{dt} \int_{R^3} f d^3R = 0$$

sous ces états pour les enchevêtrements concernés.

Il est alors possible de schématiser le fluide à l'aide d'un réseau comportant deux types de jonctions indépendantes issues de pontages moléculaires différents.

D'une part les jonctions du solvant seront décrites comme des jonctions classiques d'un polymère. On supposera d'autre part qu'il existe simultanément un deuxième type de jonctions suffisamment résistantes pour ne pas se rompre sous l'effet des tensions des segments. Seul le brassage moléculaire dû à un écoulement permet de faire varier le nombre de ces dernières.

La cinétique d'enchevêtrement sera alors décrite par la relation (1), et les fonctions G, H, f pour la phase liquide, G', H', f' pour la charge pontée. La norme du taux de déformation D sera prise comme argument J de la fonction qui caractérise le brassage du réseau : $J = 2 \text{tr} D^2 = \dot{\gamma}^2$. Pour une telle association de cinétiques le tenseur des contraintes s'écrit pour des réseaux gaussiens :

$$(4) \quad T = \int_{R^3} 3N kT (\vec{R} \otimes \vec{R}) (f + f') d^3R$$

Ainsi pour la phase liquide on peut prendre les fonctions H et G de la forme :

$$(5) \quad H(h_0, a, l, J) = h_0(1+a^2 J)$$

$$(6) \quad G(g, r, n, m, J) = g_0(1+r^2 J)^n \left(\frac{3N}{2\pi}\right)^{3/2} \exp\left(-\frac{3N}{2}(1+r^2 J)^m R^2\right)$$

Pour la charge pontée il est possible de choisir des formes analogues. Mais la condition supplémentaire (3) de résistance pour la charge, peut se traduire par les relations : $G'(J=0) = H'(J=0) = 0$. Ceci nous amène à poser :

$$(7) \quad H' = H(h'_0, a', l', J)(a'^2 J)^p$$

$$(8) \quad G' = G(g'_0, r', n', m', J)(r'^2 J)^q$$

On peut montrer (5) que la fonction f pour un réseau polymère sans seuil, au repos depuis l'instant initial s'écrit : $f = f_0 \exp(-H_{J=0} t) + G_{J=0} f_{H_{J=0}} (1 - \exp(-H_{J=0} t))$, où f_0 est la valeur de f décrivant l'état du fluide juste avant la phase de relaxation. Cette équation montre qu'après un temps suffisant l'état du réseau polymère sans seuil tend vers : $f_0 = G_{J=0} f_{H_{J=0}}$, qui sera pris comme état initial dans les résultats présentés. Pour l'exemple étudié on obtient : $f_0 = \frac{g_0}{h_0} \left(\frac{3N}{2\pi}\right)^{3/2} \exp\left(-\frac{3N}{2} R^2\right)$.

De façon analogue pour le réseau modélisant la charge et décrit par la fonction f' , le choix $H'_{J=0} = G'_{J=0} = 0$ donne pour l'équation de relaxation : $f' = f'_0$ ou f'_0 est la valeur de f' à l'instant initial de la relaxation.

Dans ce cas un écoulement suivi d'une relaxation n'amène pas la phase chargée donc le matériau dans son entier à un état de contraintes nulles, mais vers un seuil. Il résulte de cette analyse sur le réseau chargé que le choix d'une valeur de la fonction f' reflétant un état de contraintes isotropes est arbitraire. Nous choisirons pour la suite comme valeur initiale de la distribution f' :

$$f'_0 = \frac{g'_0}{h'_0} \left(\frac{3N}{2\pi}\right)^{3/2} \exp\left(-\frac{3N}{2} R'^2\right).$$

III. Etude des fonctions viscosimétriques

Le choix des exposants, n, m et l permet d'obtenir différents comportements de la phase liquide.

Les exposants n', q', m', l', p' seront déterminés de façon à obtenir en relaxation un seuil dépendant de la déformation $\dot{\gamma}$ et indépendant du taux de déformation $\dot{\gamma}$ comme le suggèrent les résultats expérimentaux (12). Ce choix particulier impose les relations : $l' = 0; q' = p' = 1/2; n' = 5m'/2; n' < 0; m' < -1/5$.

Par la suite on note avec l'indice s (par exemple σ_s), les quantités relatives à la charge dont les calculs font seulement intervenir la fonction de description de la microstructure f' . Les contraintes de la phase liquide sont obtenues par la différence entre la contrainte totale et la contrainte due à la charge (par exemple $\sigma - \sigma_s$), et sont calculées à l'aide de la fonction f .

On peut mettre sous forme sans dimension les contraintes tangentielles et normales résultant de l'existence des deux types de jonctions dans le réseau, pour un démarrage d'écoulement de cisaillement :

$$\begin{aligned} \sigma_s^+ (\dot{\gamma}, t) - \sigma_s^+ (\dot{\gamma}, t) &= \frac{(\sigma^+ - \sigma_s^+) ((1+a^2 h_0^2 \dot{\gamma}^2)^{2l} - \dot{\gamma}^2)^n - \frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}^+} (1+a^2 h_0^2 \dot{\gamma}^2)^n}{kT(1-\xi)g_0^+ \dot{\gamma}^+ (1+r^2 h_0^2 \dot{\gamma}^2)^n - 5m/2} \\ &= 1 + (A \frac{\sin \dot{\gamma} \sqrt{|\dot{\gamma}|}}{\dot{\gamma}^+ \sqrt{|\dot{\gamma}|}} - \cos \dot{\gamma} \sqrt{|\dot{\gamma}|}) \exp - \frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}^+} (1+a^2 h_0^2 \dot{\gamma}^2)^n \\ \text{avec } A &= \frac{(1+a^2 h_0^2 \dot{\gamma}^2)^{2l} - \dot{\gamma}^2}{(1+r^2 h_0^2 \dot{\gamma}^2)^n - 5m/2} - (1+a^2 h_0^2 \dot{\gamma}^2)^n \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \sigma_s^+ (\dot{\gamma}, t) &= \frac{\sigma_s^+ (a'^2 h_0'^2 - v) \delta}{kT(1-\xi)g_0' r'} \\ &= 1 + (B \sin \dot{\gamma} \sqrt{|\dot{\gamma}|} - \cos \dot{\gamma} \sqrt{|\dot{\gamma}|}) \exp - a' h_0' |\dot{\gamma}| \end{aligned}$$

$$\text{avec } B = \frac{(a'^2 h_0'^2 - v) \delta}{r' h_0' \sqrt{|\dot{\gamma}|}} - \frac{a' h_0' \delta}{\sqrt{|\dot{\gamma}|}}$$

$$\dot{\gamma}^+ = \frac{\dot{\gamma}}{h_0}; \dot{\gamma} t = \dot{\gamma}; \delta = +1 \text{ si } \dot{\gamma} > 0 \text{ et } \delta = -1 \text{ si } \dot{\gamma} < 0; v = \xi(\xi-2)$$

IV. Résultats graphiques et discussion du cas particulier

Les figures (1a, 1b) représentent la viscosité adimensionnelle η^* de la phase liquide en fonction du gradient de vitesse adimensionnel $\dot{\gamma}^* = \dot{\gamma}h_0$ pour différentes valeurs des paramètres ξ , l , ah_0 , ρh_0 et $n-5m/2$. Il est clair (fig. 2a) que le paramètre de glissement ξ a peu d'influence pour le choix des valeurs considérées. Deux plateaux de viscosité apparaissent. Ils résultent de la relation choisie entre les exposants l , m et n (fig. 1a; 1b). Le niveau du plateau bas, atteint aux grandes valeurs de $\dot{\gamma}^*$, décroît lorsque ρh_0 diminue ou lorsque ah_0 ou l augmentent (fig. 1a). La zone intermédiaire de raccordement entre ces plateaux commence et se termine à des valeurs de $\dot{\gamma}^*$ qui dépendent peu de l et ρh_0 (fig. 1a). Cependant elle se décale vers les faibles valeurs de $\dot{\gamma}^*$, lorsque ah_0 augmente.

Les figures (2a, 2b) représentent la première fonction de contrainte normale ψ_{1+} en fonction du gradient $\dot{\gamma}^*$ pour différentes valeurs des paramètres ξ , ρh_0 , ah_0 , l et $n-5m/2$. Cette fonction s'annule aux grandes valeurs de $\dot{\gamma}^*$, quel que soit le choix des exposants l , n et m . Là encore la valeur du paramètre de glissement ξ a peu d'influence sur les résultats (fig. 2a). La zone de raccordement entre les valeurs $\psi_{1+} = 1$ et $\psi_{1+} = 0$ est surtout influencée par le paramètre ah_0 (fig. 2b) les paramètres ρh_0 et l n'ayant que peu d'influence.

Bien entendu, ces remarques sont aussi valables pour la deuxième fonction de contrainte normale puis qu'on a l'égalité $\psi_{1+} = \psi_{2+}$.

La réponse en contrainte de la phase chargée suite à un démarrage en cisaillement est représentée par les figures (3a, 3b, 4). L'influence du glissement structurel ξ , sur σ_{s+} est donné par la figure 3a. On constate un dépassement en contrainte lorsque ξ augmente. L'état permanent est atteint plus rapidement pour σ_{s+} que pour N_{1s+} .

V. Conclusion

Un modèle de fluide à seuil viscoélastique, basé sur la théorie des revêtements vient d'être étudié. Une cinétique d'enchevêtrements dépendant à la fois des tensions moléculaires et de l'intensité de l'écoulement, adjointe à un mécanisme élémentaire de rigidification a été utilisée et il a été ainsi démontré qu'il est possible d'obtenir un modèle de fluide à seuil sans introduire explicitement de critère de seuil dans le modèle. De ce fait, les comportements du fluide de part et d'autre du seuil ne sont pas découplés mais s'expriment par une seule loi analytique. Pour des sollicitations inférieures au seuil, le modèle présente un comportement anélastique, alors qu'il possède un comportement viscoélastique pour des sollicitations supérieures au seuil.

Les lois obtenues, ainsi que les caractères généraux des résultats dus à la physique du modèle utilisé, constituent une aide appréciable en vue de clarifier les procédures expérimentales en rhéométrie des fluides à seuil. Ainsi pour des essais transitoires, comme un essai de démarrage par exemple, il est souhaitable de prendre comme état initial l'état obtenu après relaxation d'un cisaillement permanent. Suite à cette relaxation le rapport du seuil des efforts normaux N_{1s} au seuil des efforts de cisaillement σ_s , est égal à $\frac{2}{n-10}$ et permet de caler en partie les paramètres du modèle. Des essais cycliques en contraintes imposées inférieures au seuil permettront de discuter les hypothèses sur le mécanisme du seuil.

$$N_{1+}(\dot{\gamma}, t) - N_{1s+}(\dot{\gamma}, t) = \frac{(N_{1+} - N_{1s+})((1+a^2h_0^2\dot{\gamma}^*+2)2l - \dot{\gamma}^*+2 v)h_0(1+a^2h_0^2\dot{\gamma}^*+2)l}{2kT(1-\xi)g_0^2+2(1+r^2h_0^2\dot{\gamma}^*+2)n-5m/2}$$

$$= 1 - ((1+a^2h_0^2\dot{\gamma}^*+2)l \frac{\sin \sqrt{|v|}}{\dot{\gamma}^*+2\sqrt{|v|}} + E + (1-E) \cos \sqrt{|v|})$$

$$(exp - \frac{1}{\dot{\gamma}^*}(1+a^2h_0^2\dot{\gamma}^*+2)l)$$

$$\text{avec } E = \frac{(1+a^2h_0^2\dot{\gamma}^*+2)l}{(1+r^2h_0^2\dot{\gamma}^*+2)n-5m/2} - 1 \left(\frac{(1+a^2h_0^2\dot{\gamma}^*+2)2l}{\dot{\gamma}^*+2 v} - 1 \right)$$

$$N_{1s+}(\dot{\gamma}, t) = \frac{N_{1s+}(a^2h_0^2 - v)a'h_0}{2kT(1-\xi)g_0^2}$$

$$= 1 - \left(\frac{a'h_0}{\sqrt{|v|}} \sin \sqrt{|v|} + E' + (1-E') \cos \sqrt{|v|} \right) \exp - a'h_0 |v|$$

$$\text{avec } E' = \left(\frac{a'}{v} - 1 \right) \left(\frac{a^2h_0^2}{v} - 1 \right)$$

$$N_{2+}(\dot{\gamma}, t) - N_{2s+}(\dot{\gamma}, t) = N_{1+}(\dot{\gamma}, t) - N_{1s+}(\dot{\gamma}, t) =$$

$$= - \frac{(N_{2+} - N_{2s+})((1+a^2h_0^2\dot{\gamma}^*+2)2l - \dot{\gamma}^*+2 v)h_0(1+a^2h_0^2\dot{\gamma}^*+2)l}{kT\xi(1-\xi)g_0^2+2(1+r^2h_0^2\dot{\gamma}^*+2)n-5m/2}$$

$$N_{2s+}(\dot{\gamma}, t) = - \frac{N_{2s+}(a^2h_0^2 - v)a'h_0}{kT\xi(1-\xi)g_0^2} = N_{1s+}$$

La concentration totale de jonctions pour ce même écoulement est obtenue en faisant la somme des concentrations partielles c^* et c^{**} en jonctions de chaque type :

$$c^* = \frac{g_0}{h_0(1+a^2h_0^2\dot{\gamma}^*+2)l} C \exp - \frac{1}{\dot{\gamma}^*}(1+a^2h_0^2\dot{\gamma}^*+2)l \quad \text{avec } C \text{ défini par}$$

$$C = ((1+r^2h_0^2\dot{\gamma}^*+2)n-3m/2 + ((1+a^2h_0^2\dot{\gamma}^*+2)l - (1+r^2h_0^2\dot{\gamma}^*+2)n-3m/2)$$

$$c^{**} = \frac{g_0}{h_0 a'} (r(1+r^2h_0^2\dot{\gamma}^*+2)m' + (a'-r)(1+r^2h_0^2\dot{\gamma}^*+2)m) \exp - a'h_0 |v|$$

On en déduit les expressions des fonctions viscosimétriques pour le régime de cisaillement permanent :

$$\eta^* = \frac{\sigma - \sigma_s}{\dot{\gamma} \eta(J=0)} = \frac{(1+r^2h_0^2\dot{\gamma}^*+2)n-5m/2}{(1+a^2h_0^2\dot{\gamma}^*+2)2l - \dot{\gamma}^*+2 v}$$

$$\psi_{1+} = \frac{N_{1+} - N_{1s}}{\dot{\gamma}^* 2 \psi_{(J=0)}} = \frac{\eta^*}{(1+a^2h_0^2\dot{\gamma}^*+2)l}; \quad \psi_{2+} = \frac{N_{2+} - N_{2s}}{\dot{\gamma}^* 2 \psi_{(J=0)}} = \psi_{1+}$$

VI. Bibliographie

- (1) P. J. Carreau, *Trans. Soc. Rheol.*, 16 (1972) 99.
- (2) D. C. - H. Cheng, *Rheol. Acta*, 25 (1986) 542.
- (3) E. A. Ekong and K. Jayarahan, *Jour. of Rheol.* 28 (1), (1984) 45.
- (4) D. Favier, P. Guélin, P. Pégon, *Comptes Rendus du 20^e Colloque Annuel du Groupe Français de Rhéologie*, Ed. D. Bourgoïn, D. Geiger, (1985) 53.
- (5) G. G. Fuller and L. G. Leal, *Jour. of Poly. Sci.* Vol 19, (1981) 531.
- (6) H. Giesekus, *Viscoelasticity and Rheology*, Ed. A.S. Lodge, M. Renardy, and J.A. Nohel, Acad. Press, (1985) 157.
- (7) J. R. Gordon and W. R. Schowalter, *Trans. Soc. Rheology*, 16, (1972) 79.
- (8) M. S. Green, A. V. Tobolsky, *Jour. of chem. phys.* Vol 14, 2, (1946) 80.
- (9) K. Hohenemser, W. Prager, *ZAMM* 12 (1982) 216.
- (10) J.F. Hutton, *Rheol. Acta* 14, (1975) 979.
- (11) E. Krempl, *Mechanics of Engineering Materials 1984* (Wiley) Chap. 19.
- (12) A. Magnin, J. M. Piau, *Jour. of non Newtonian fluid Mech.* 23 (1987) 91.
- (13) J.G. Oldroyd, *Proc. Camb. Phil. Soc.* 43, (1981) 100.
- (14) N. Phan Thien, R. I. Tanner, *Jour. of non Newt. fluid. Mech.* 2 (1977) 353.
- (15) H. Tanaka, J. L. White, *Polym. Eng. Sci.* 20 (1980) 949.
- (16) G.V. Vinogradov, A.Y. Malkin, E.P. Plotnikova, O.Y. Sabsai, N. E. Nikolayeva, *Int. J. Polym. Mat.*, 21 (1972).
- (17) J. L. White, *Rheol. Acta*, 20 (1981) 381-389.
- (18) M. Yamamoto, *Jour. of the Phys. Soc. of Japan*, Vol 11, 4, (1955) 413-421.

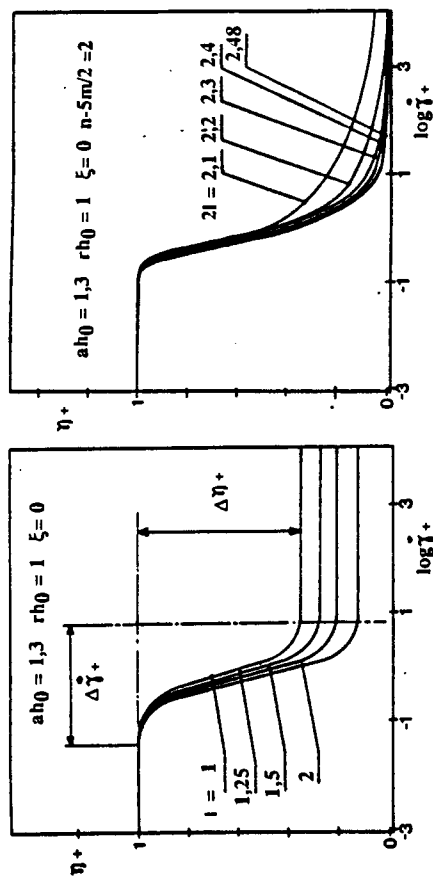


Figure 1a

Figure 1b

Viscosité adimensionnelle de la phase liquide en fonction du gradient de vitesse adimensionnel

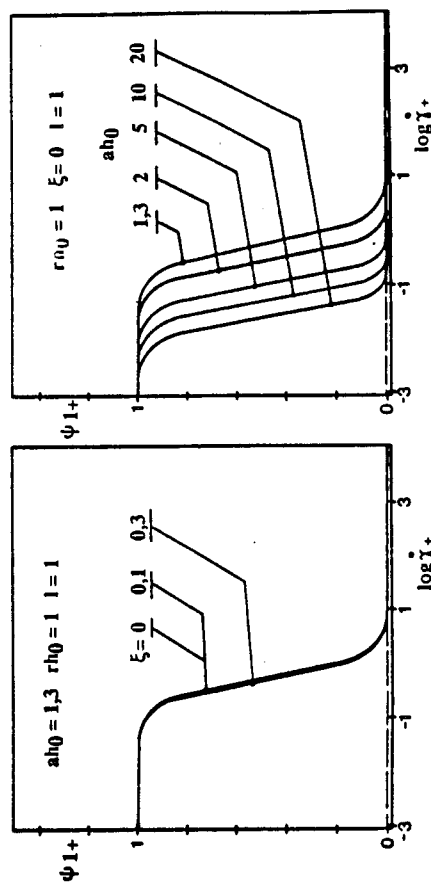


Figure 2a

Figure 2b

Première fonction des contraintes normales adimensionnelle en fonction du gradient de vitesse adimensionnel

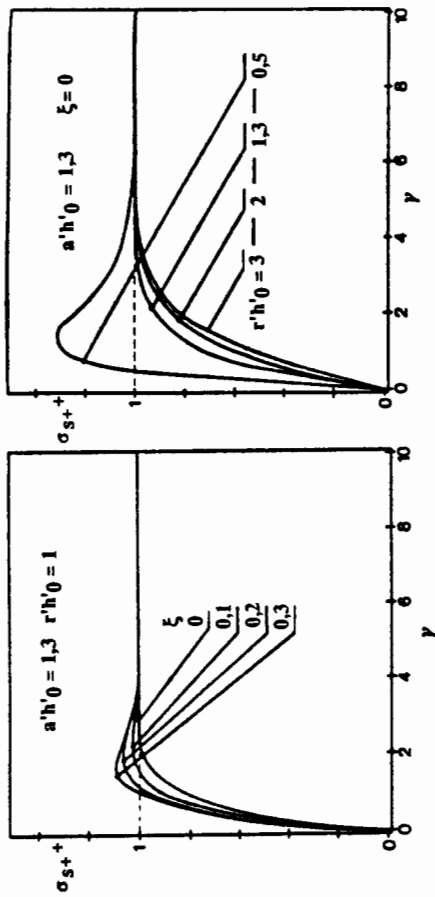


Figure 3a

Figure 3b

Seuil de la contrainte tangentielle adimensionnelle σ_{s+} en fonction de la déformation γ (état initial isotrope)

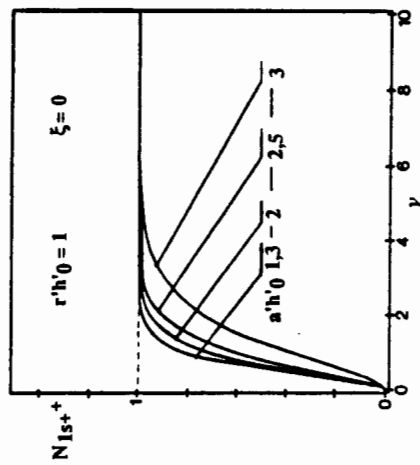


Figure 4

Seuil de la première différence de contrainte normale adimensionnelle N_{1s+} en fonction de la déformation γ (état initial isotrope).

Rhéologie des Fluides Industriels
22^e Colloque du Groupe Français de Rhéologie
Toulouse - 16-18 novembre 1987 -

ÉCOULEMENT INSTATIONNAIRE D'UN FLUIDE NEWTONIEN AUTOUR
D'UN CYLINDRE OSCILLANT : CONFRONTATION AVEC L'EXPÉRIENCE.

LEFEVRE V.

Université Paris VII, LBHP
75005 PARIS

MOEL Y.

INRA, LGPA
91300 MASSY

SOMMAIRE : Ce travail concerne l'exploitation des mesures obtenues sur un viscoélastocimètre à cylindres coaxiaux à entrefer large. L'écoulement d'un fluide newtonien autour du cylindre oscillant est décrit par l'équation de Navier-Stokes. Une résolution numérique a permis de relier les grandeurs mesurées à la viscosité. Les prévisions théoriques sont ensuite confrontées à l'expérience.

SUMMARY : The device that is studied here, is a coaxial cylinder rheometer with wide gap. Flow of a Newtonian fluid around the oscillating cylinder is analysed by the Navier-Stokes equation. A numerical resolution has made it possible to link the measured quantities to the viscosity. The numerical estimates are then compared with test results.

Le Laboratoire de génie des procédés alimentaire a mis au point un appareillage en vue de suivre la coagulation du lait en laboratoire ou sur un site industriel, Gervais et al 1982.

Les propriétés rhéologiques du matériau sont profondément modifiées au cours de la coagulation ; schématiquement trois états successifs peuvent être distingués :

- ETAT1 : liquide NEWTONIEN ou suspension de micelles de caséine.
- ETAT2 : liquide VISCOELASTIQUE ou suspension d'agrégats de micelles.
- ETAT3 : coagulum ELASTIQUE ou réseau continu d'agrégats de micelles.

Il semble donc possible de suivre l'avancement de la réaction, en mesurant

l'évolution des propriétés rhéologiques du lait emprésuré.

Le dispositif est un viscoélastimètre à cylindres coaxiaux à entrefer large,

réalisé sur la base du Torsiomètre de Scott Blair 1963, adaptable en cuve de fromagerie. Il assure un compromis entre la fragilité du coagulum et la contrainte qui doit être suffisamment grande pour être mesurée sur un site industriel.

On se propose ici de vérifier sur des huiles newtoniennes que les grandeurs atteintes par l'expérience permettent effectivement de caractériser le comportement rhéologique du produit testé. L'approche théorique est développée en vue de décrire les écoulements d'un fluide entre les deux cylindres puis de relier les grandeurs mesurées (contrainte pariétale et déphasage contrainte-mouvement) à la viscosité. Une série d'expériences est ensuite entreprise afin de valider les prévisions théoriques.

1. MATERIELS ET METHODES.

1.1 Géométrie.

L'appareil de laboratoire est constitué d'une cuve cylindrique contenant l'échantillon à tester. Un cylindre plonge dans la cuve. Deux cuves et deux cylindres sont disponibles, leurs dimensions ($R_{int}=3$ ou 4 cm ; $R_{ext}=4,5$ ou 9 cm) autorisent, par combinaison, quatre entrefers: $E_1=0,5$ cm ; $E_2=1,5$ cm ; $E_3=5$ cm ; $E_4=6$ cm.

1.2 Grandeurs imposées - grandeurs mesurées.

On impose au cylindre interne un mouvement sinusoïdal de rotation. Le cylindre externe reste fixe. Le mouvement du cylindre interne entraîne le fluide initialement au repos. Le fluide en mouvement exerce un couple résistant $C(t)$ sur le cylindre intérieur. Les variations de $C(t)$ sont mesurées à l'aide d'un couplemètre.

Les grandeurs imposées sont:

- θ_0 amplitude du mouvement du cylindre interne,
- ω pulsation du mouvement du cylindre interne, (avec $\omega = 2\pi F$ où F désigne la fréquence).

Les grandeurs mesurées sont:

- $C(t)$ couple résistant exercé par le fluide sur le cylindre interne,
- δ déphasage entre le mouvement du cylindre interne et le couple résistant.

1.3 Les produits.

Les expériences ont été réalisées avec deux huiles silicones Rhodorsil Fourmics avec les caractéristiques suivantes : les viscosités sont respectivement égales à $0,03$ et $0,001$ m² s⁻¹, leur caractère newtonien est assuré jusqu'à des cisaillements de l'ordre de 200 s⁻¹, bien supérieurs à ceux imposés ici, l'incertitude sur les valeurs de viscosité à 25°C est de 10% .

2. PREVISION THEORIQUE.

2.1. Position du problème.

Les positions angulaires des cylindres internes et externes, supposés infiniment

Longs sont respectivement données par: $\theta(R_{int}, t) = \theta_0 \cos \omega t$ et $\theta(R_{ext}, t) = 0$. Il s'agit de déterminer le profil de vitesse qui s'établit entre les deux cylindres, et d'en déduire la contrainte $\sigma(t)$ qui s'exerce sur le cylindre oscillant. On suppose que l'écoulement du fluide s'effectue dans un plan. Pour des raisons de symétrie, seule la composante tangentielle de la vitesse, désignée par $v(r, t)$, est non nulle. Les grandeurs physiques du problème sont réduites à l'aide de deux grandeurs

caractéristiques : une longueur $h = R_{ext} - R_{int}$, un temps $\tau = 1/\omega$

L'équation de Navier-Stokes et la contrainte pariétale sans dimension s'écrivent:

$$\frac{\partial v}{\partial t} = \frac{1}{\beta^2} \left[\frac{\partial v}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial v}{\partial r} - \frac{v}{r} \right] \quad \text{avec } \beta^2 = h^2 \omega / \nu \quad (1)$$

$$\sigma(t) = \left[\frac{\partial v}{\partial r} - \frac{v}{r} \right]_{R_1} \quad (2)$$

Les conditions aux limites sont:

$$v(R_1, t) = -R_1 \theta_0 \sin t \quad R_1 = R_{int}/h \quad \text{à la paroi du cylindre interne}$$

$$v(R_2, t) = 0 \quad R_2 = R_{ext}/h \quad \text{à la paroi du cylindre externe}$$

Les solutions analytiques ont été publiés par Markovitz 1952. Nous avons cependant choisi ici une méthode numérique de résolution à base de différences finies, qui a ensuite été étendue au cas non newtonien, Mills et al 1987. Les fonctions $v(r, t)$ et $\sigma(t)$ sont calculées en chaque point d'un maillage.

2.2. Description des écoulements.

La figure 1a représente, en grandeurs réduites, l'évolution temporelle de la vitesse pour quatre rayons différents ($R_a = R_1$; $R_b = R_1 + Dr$; $R_c = R_1 + 3Dr$; $R_d = R_1 + 5Dr$) avec $R_1 = 2$ et $Dr = 0,05$. La viscosité du fluide, $1,8 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ est voisine de celle du lait à 25°C. Les autres paramètres sont fixés arbitrairement: $E_1 = 0,5 \text{ cm}$; $F = 1 \text{ Hz}$; $\theta_0 = 10$ degrés. On remarque sur cette figure que le temps d'établissement du profil de vitesse est long devant la période des oscillations. Le mouvement d'une particule fluide située à une distance r du cylindre interne ne s'effectue pas en phase avec les oscillations du cylindre. Le déphasage contrainte-mouvement vaut $3\pi/4$. Les profils de vitesse sont représentés à trois instants différents sur la figure 1b.

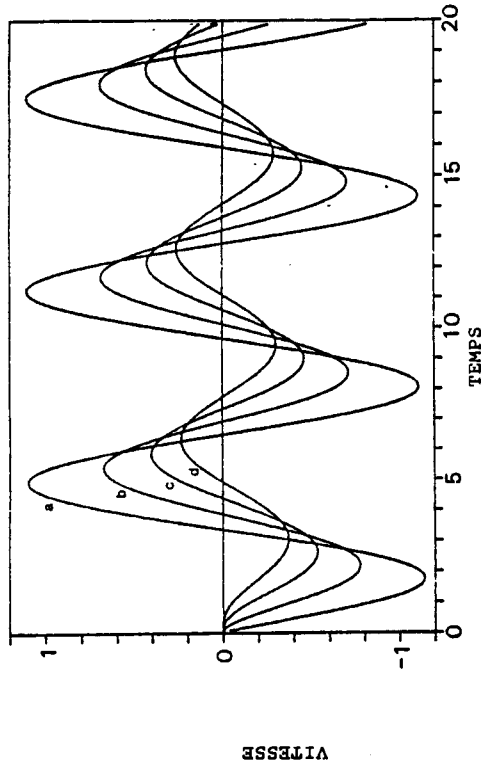


Figure 1a: $R_a = R_1$; $R_b = R_1 + Dr$; $R_c = R_1 + 3Dr$; $R_d = R_1 + 5Dr$; $R_1 = 8$; $Dr = 0,05$; $E_1 = 0,5 \text{ cm}$; $\nu = 1,8 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$; $\theta_0 = 10$ degrés; $F = 1 \text{ Hz}$.

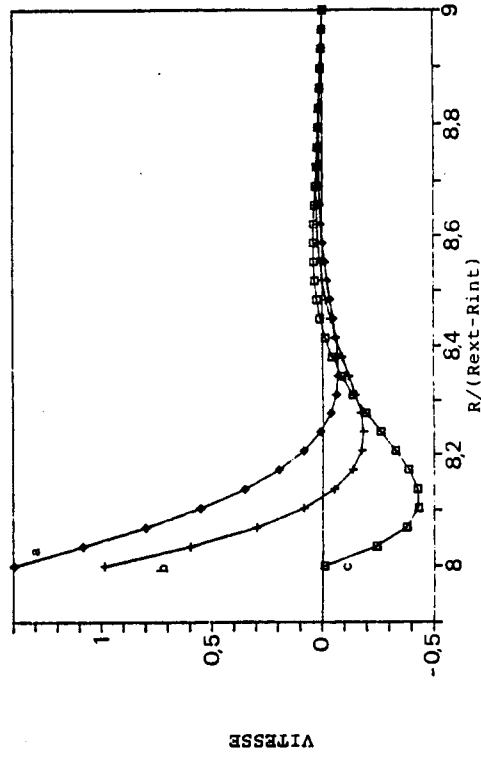


Figure 1b: profils de vitesse à $T_a = 4\pi$; $T_b = 17\pi/4$; $T_c = \frac{9\pi}{2}$

- Un calcul similaire a été réalisé sur une huile de viscosité $0,03 \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$. Dans ce cas, le déphasage contrainte-mouvement vaut $\pi/2$ et à tout instant, les profils de vitesse sont linéaires. L'écoulement du fluide se décompose en une suite d'états stationnaires.

2.3. Exploitation des résultats numériques.

On peut montrer par une étude en symétrie plane, que l'écoulement du fluide est caractérisé par un seul paramètre p sans dimension, qui exprime le rapport entre la taille de l'entrefers et une distance δ caractéristique de la pénétration de l'onde de cisaillement au sein du fluide, Landau 1971. Par analogie, les grandeurs calculées ici seront toujours représentées en fonction de p .

La viscosité du fluide est maintenant choisie de sorte que p soit compris entre 0,1 et 10. Pour chaque valeur de viscosité, on calcule l'évolution de la contrainte pariétale $\sigma(t)$ en fonction du temps et le déphasage contrainte-mouvement. La fréquence et l'amplitude des oscillations gardent les mêmes valeurs que précédemment. La figure 2 représente le déphasage Φ exprimé en radians, en fonction du paramètre sans dimension p , pour les entrefers E_1 et E_2 . La courbe similaire obtenue en symétrie plane est indiquée pour mémoire sur cette figure.

Ces courbes peuvent se découper en trois parties suivant la valeur de la viscosité.

$$- p < 0,1 \text{ ou } \nu > 0,01 \text{ m}^2 \text{ s}^{-1} \quad \Phi = \pi/2$$

L'écoulement du fluide peut être décrit par l'équation stationnaire $\Delta v = 0$.

La vitesse de déformation $\dot{\epsilon}(t)$ à la paroi est fonction uniquement des conditions aux limites. La viscosité dynamique μ du produit est déduite de l'expression classique:

$$\mu = \sigma / \dot{\epsilon} \quad (3)$$

$$- 0,1 < p < 2 \text{ ou } 0,01 < \nu < 10^{-3} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1} \text{ ou } \pi/2 < \Phi < 3\pi/4$$

En utilisant la courbe 2 comme abaque, la mesure du déphasage Φ permet en principe de calculer la viscosité cinématique du fluide, connaissant la fréquence et la taille de l'entrefers. On note également que les courbes obtenues pour les deux entrefers ne se

superposent pas. Le paramètre p ne suffit pas ici à caractériser l'écoulement du fluide entre les deux cylindres.

$$- p > 2 \text{ ou } \nu < 1 \text{ E-5 m}^2 \text{ s}^{-1} \text{ ou } \Phi = 3\pi/4$$

Le déphasage tend à nouveau vers une valeur limite $3\pi/4$. La longueur de pénétration est petite devant la taille de l'entrefers. Le système peut être considéré comme semi-infini. Par analogie avec le cas plan, nous avons vérifié que dans ce cas, le produit $\mu \cdot \rho$ s'exprime de la façon suivante:

$$\mu \cdot \rho = \sigma^2 / u_0^2 \omega \quad (4)$$

où u_0 est l'amplitude de la vitesse du cylindre oscillant.

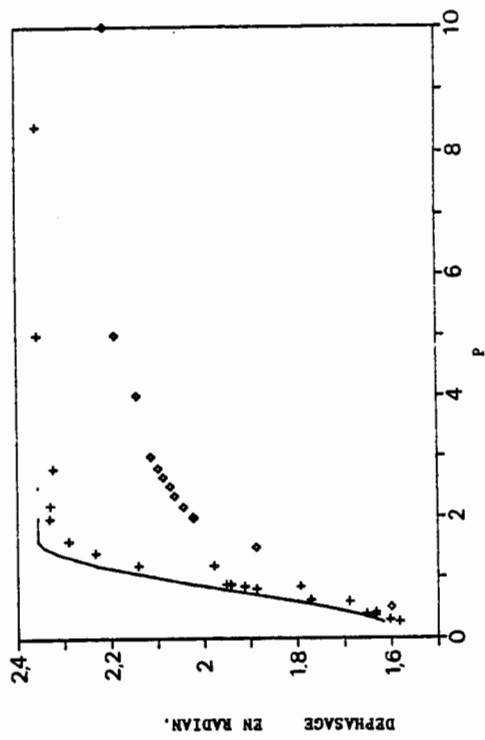


Figure 2 : déphasage entre le mouvement du cylindre interne et la contrainte pariétale $\sigma(t)$, en fonction du paramètre $p = h \sqrt{\pi \nu} / \nu$. Avec : $F = 1 \text{ Hz}$; $E_1 = 0,5 \text{ cm}$; $E_2 = 5 \text{ cm}$.

3. CONFRONTATION AVEC L'EXPERIENCE.

On a choisi de présenter les résultats expérimentaux pour l'entrefer E_3 uniquement, car il couvre une large gamme de valeur de p . Les valeurs mesurées de la contrainte pariétale sont corrigées des effets de la géométrie finie du cylindre interne. Cette correction est évaluée expérimentalement selon une méthode classique, Okamoto 1960.

Pour l'huile de forte viscosité ($\nu = 0,03 \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$), le déphasage mesuré vaut $\pi/2$.

L'écart entre les valeurs calculées et mesurées est inférieur à 0,01 radian. La viscosité de l'huile est déterminée à l'aide de la relation 3 et conduit à :

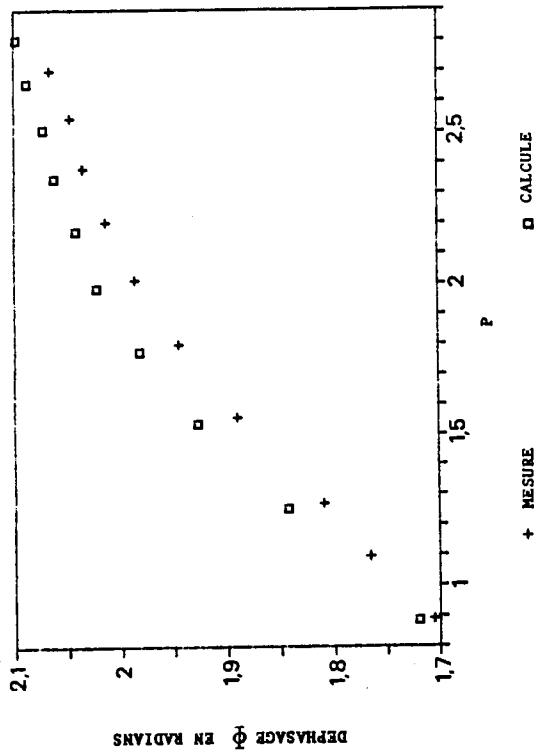
$$\nu = 0,0299 \text{ m}^2 \text{ s}^{-1} .$$

Pour l'huile de plus faible viscosité ($\nu = 0,001 \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$), le déphasage mesuré est supérieur à $\pi/2$ (cf figure 3a). L'écart sur les valeurs du déphasage est de l'ordre de 0,03 radian. Il est attribué à la présence de filtres dans la chaîne de mesure. La viscosité du fluide calculée à partir du déphasage vaut $0,0012 \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$. Les valeurs obtenues pour la contrainte pariétale corrigées des effets de bout sont en bon accord avec les prévisions théoriques (cf figure 3b).

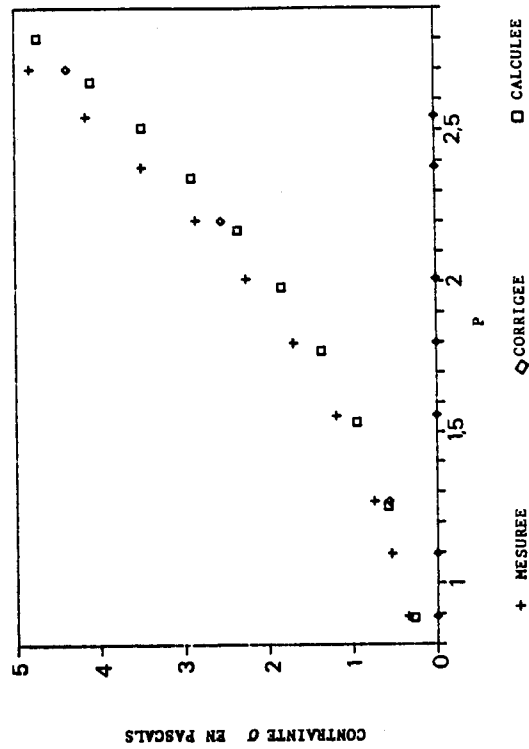
L'incertitude sur la valeur expérimentale du déphasage, entraîne une erreur sur le paramètre p et donc sur la viscosité du fluide. Ainsi une incertitude de 0,01 radian engendre une incertitude sur la valeur de viscosité de 30% pour l'entrefer E_1 et de 10% pour l'entrefer E_3 .

Pour l'instant, il n'est pas possible de valider la relation 4 par des résultats expérimentaux. En effet, le déphasage contrainte-mouvement atteint la valeur limite $3\pi/4$ pour des produits de faible viscosité. Les contraintes mesurées sont alors trop petites compte tenu de la sensibilité du couplemètre.

H47V1000 E3



H47V1000 E3



Figures 3a et 3b : grandeurs mesurées ϕ et $\sigma(t)$, en fonction du paramètre p . Avec : $E_3 = 0,05 \text{ m}$; $\nu = 0,001 \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$.

ETUDE D'UN MODELE RHEOLOGIQUE INELASTIQUE.
COMPARAISON A DES MODELES CLASSIQUES.

RAKOTOMALALA R.
Institut de Mécanique des Fluides de Toulouse
2, Rue Charles Camichel 31071 - TOULOUSE

SOMMAIRE: La présentation et l'exploitation d'un modèle rhéologique inélastique à quatre paramètres font l'objet de cette étude. Ce modèle est utilisé pour lisser des mesures rhéométriques associées à certaines solutions de carboxyméthylcellulose, puis pour représenter le comportement pseudoplastique du sang.

ABSTRACT: A four parameters rheological model is presented and exploited in this study. The model is used for a representation of some carboxymethylcellulose-solutions and blood behaviour.

1. INTRODUCTION

La variation de la viscosité effective d'un fluide avec le taux de cisaillement est l'un des caractères non newtoniens qui se manifeste assez souvent et qui intéresse l'ingénieur au premier abord. La présentation et l'exploitation d'un modèle rhéologique à quatre paramètres font l'objet de cette étude. La formulation sous forme de relation scalaire associée aux écoulements unidirectionnels peut avoir son équivalent en écriture tensorielle et permet de palier les critiques faites à propos de la loi puissance d'Ostwald. Le caractère pseudoplastique de certaines solutions de carboxyméthylcellulose de sodium (Na-CMC), mis en évidence par rhéométrie, a pu être décrit de manière satisfaisante par ce modèle à quatre paramètres. Le modèle est aussi utilisé pour représenter la viscosité non newtonienne du sang pour lequel la formule de Quemada semble être adaptée sur une large gamme de cisaillements.

2. PRESENTATION DU MODELE

En écoulement de cisaillement simple, la loi de comportement rhéologique d'un fluide newtonien généralisé peut se mettre sous la forme :

$\tau = \eta(\dot{\gamma}) \dot{\gamma}$ où τ , η et $\dot{\gamma}$ sont respectivement la contrainte de cisaillement, la viscosité effective et le taux de cisaillement. Dans beaucoup de cas, le choix de la fonction $\eta(\dot{\gamma})$ découle des mesures rhéométriques qui présentent en général une allure schématisée sur les figures [1-a,b] ; et font apparaître :

- un comportement asymptotique newtonien aux faibles et aux grands cisaillements ;
- une diminution plus ou moins marquée de la viscosité effective dans une gamme de cisaillements intermédiaire pour les fluides pseudoplastiques (ou une augmentation pour les fluides dilatants) ["power-law relation"]. Le loi puissance d'Ostwald De Waele, qui fait l'objet d'une majorité des études sur les écoulements de fluides newtoniens généralisés, ne peut, en général, être adaptée à une courbe de viscosité réelle que sur un intervalle restreint de taux de cisaillements. Nous proposons de modéliser certains comportements pseudoplastiques, tels que ceux schématisés sur les figures [1-a,b] par le modèle à quatre paramètres

4. Conclusion.

Le modèle simple choisi ici pour décrire l'écoulement du fluide entre deux cylindres suffit pour déterminer la viscosité du produit à partir des grandeurs atteintes par l'expérience. Les limitations de la méthode proposée ici sont :

- la sensibilité de la chaîne de mesure,
- l'importance des effets de la géométrie finie des cylindres. Le terme correctif dépend de la viscosité. La méthode utilisée pour évaluer leur importance est valable uniquement pour des produits newtoniens.

- La température au sein du fluide. Lorsque la cuve est thermostatée, des gradients de température importants ont été observés dans les directions radiale et verticale. De ce fait, des mouvements de convection libre apparaissent au sein du fluide et la viscosité n'est pas homogène dans toute la cuve. Les hypothèses physiques sur lesquelles repose le modèle décrit ici, ne sont plus justifiées. Dans ce cas, il n'existe pas, pour l'instant, une méthode simple d'exploitation des mesures.

Gervais, A., Vermeire, D., Toux, J. & Cerf, O. 1982. Procédé et appareil de mesures des propriétés rhéologiques de corps semi-solides par oscillation harmonique en rotation. Demande de brevet N° 82 17835.

Landau, L. 1971. Mécanique des fluides. Ed Mir Moscou.

Markovitz, H. 1952. A Property of Bessel Functions and Its Application to the Theory of Two Rheometers. J. Appl. Phys. 23. 10: 1070-1077.

Mills, P., Lefèvre, V. & Guiffant, G. 1987. Ecoulement instationnaire d'une suspension concentrée de sphères viscoélastiques. 22ème colloque du GFR.

Oka, S. 1960. Principles of Rheometry. Dans Eirich (ed), Rheology. New-York : Academic Press.

Scott Blair, G.V & Burnett, J. 1963. A Speed-Compensated Torsionmeter for Measuring the Setting of Milk by Rennet. Dairy Industries. March :220-223.

suivent, dont la forme générale est analogue à celle d'un modèle empirique proposé par D. Bailet (3) et qui, à notre connaissance n'a pas été exploité :

$$\eta(\dot{\gamma}) = \eta_0 - \frac{\eta_0 - \eta_\infty}{\left| \frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c} \right|^{n-1} + 1} \quad [I-1]$$

avec, dans le cas présent, pseudoplastique : $\eta_0 > \eta_\infty$ et $n < 1$. Comme d'autres modèles proposés par Carreau (4) ou Cross (2), qui sont aussi à quatre paramètres, cette formule permet d'obtenir une représentativité adéquate dans une gamme assez étendue de taux de cisaillement. Les constantes η_0 et η_∞ homogènes à des viscosités newtoniennes, caractérisent les comportements asymptotiques aux faibles et aux forts cisaillements. Lorsque les moyens de mesure le permettent (sensibilité, gamme de mesure...), ils peuvent être directement évalués sur la courbe expérimentale $\eta(\dot{\gamma})$ (Churchill (1)). Le paramètre $\dot{\gamma}_c$ peut être considéré comme étant un cisaillement caractéristique de pseudoplasticité; il correspond théoriquement à une viscosité moyenne entre les deux valeurs limites η_0 et η_∞ telle que $\eta(\dot{\gamma}_c)$ soit de l'ordre de grandeur de $(\eta_0 + \eta_\infty)/2$ et permet en quelque sorte de situer le milieu de la gamme de cisaillement où se manifestent les phénomènes de pseudoplasticité. Le paramètre sans dimension n caractérise l'évolution de η entre η_0 et η_∞ , et doit être inférieur à 1 pour les fluides à comportement pseudoplastique; par analogie à la loi puissance d'Ostwald, on peut l'appeler indice de comportement, et la formule [I-1] pourrait être considérée comme étant une loi puissance corrigée [L.P.C]. Les figures [I-a,b], qui représentent des tracés théoriques, mettent en évidence l'influence des paramètres $\dot{\gamma}_c$ et n sur l'aspect général d'un rhéogramme.

Pour les fluides à comportement dilatant, la même loi de viscosité peut être conservée en intervertissant η_0 et η_∞ , et avec $n > 1$

$$\text{soit : } \eta(\dot{\gamma}) = \eta_\infty - \frac{\eta_0 - \eta_\infty}{\left| \frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c} \right|^{n-1} + 1}$$

Ces particularités :

L'une des qualités de cette loi de comportement concerne son caractère assez général et de large application. En effet, certains modèles que l'on peut trouver dans la littérature peuvent être obtenus à partir de cette loi puissance corrigée pour des valeurs particulières des constantes rhéologiques; ainsi :

- le cas $n=1$ (ou $\eta_0 = \eta_\infty$) est associé au comportement newtonien classique.
- pour $\eta_\infty = 0$ et $\eta_0 \rightarrow \infty$, on peut retrouver la loi puissance d'Ostwald;
- pour $\eta_\infty = 0$ "L.P.C" a un comportement similaire au modèle de Sisko;
- pour $n=1$, on obtient un modèle analogue à celui de Reiner-Phillips (avec $\dot{\gamma}_c$ à la place de $\dot{\gamma}$)
- et en posant $n=1-n$, la loi de comportement [I-1] peut être assimilée à celle proposée par Cross (2).

3. Détermination des paramètres rhéologiques :

La détermination expérimentale des viscosités limites η_0 et η_∞ dépend des moyens de mesure et de la nature du fluide lui-même. Lorsque ces deux coefficients ne peuvent pas être mis en évidence expérimentalement, et de manière assez précise, une première évaluation pourrait être faite en prolongeant "artificiellement" les rhéogrammes; un réajustement pourra être effectué par études aux limites de la relation [I-1].

Détermination de n et $\dot{\gamma}_c$:

L'équation [I-1] peut encore s'écrire :

$$\frac{\eta_0 - \eta_\infty}{\eta_0 - \eta} = \left| \frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c} \right|^{n-1}$$

soit :

$$\text{Log} \left[\frac{\eta_0 - \eta_\infty}{\eta_0 - \eta} \right] = (n-1) \left[\text{Log} |\dot{\gamma}| - \text{Log} |\dot{\gamma}_c| \right]$$

si on connaît η_0 et η_∞ , on pose : $X = \text{Log} |\dot{\gamma}|$ et $Y = \text{Log} \left[\frac{\eta_0 - \eta_\infty}{\eta_0 - \eta} \right]$ et si les points expérimentaux $Y(X)$ présentent une allure linéaire dans la gamme de mesures effectuées, alors le fluide étudié peut être modélisé par la loi puissance corrigée; $\dot{\gamma}_c$ et n peuvent être déterminés par régression linéaire au sens des moindres carrés; le facteur de corrélation correspondant permet de justifier ou non la validité de l'approximation.

Comportements aux limites

Les valeurs de η_0 et η_∞ peuvent être améliorées avec l'utilisation des tendances asymptotiques de l'équation [I-1] :

- aux faibles cisaillements [$\dot{\gamma} \rightarrow 0$], la courbe asymptote est donnée par :

$$\eta(\dot{\gamma}) = \eta_0 - (\eta_0 - \eta_\infty) \left(\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c} \right)^{(n-1)} \quad [II-1]$$

- et aux grands cisaillements, on a :

$$\eta(\dot{\gamma}) = \eta_\infty + (\eta_0 - \eta_\infty) \left(\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c} \right)^{(n-1)} \quad [II-2]$$

On peut ainsi déterminer une valeur améliorée de η_0 par régression linéaire sur des points expérimentaux [$\eta_0 - (\eta_0 - \eta_\infty) \left(\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c} \right)^{(n-1)}$] associés à de faibles valeurs de $\dot{\gamma}$ et η_∞ sur les points [$\eta_\infty + (\eta_0 - \eta_\infty) \left(\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c} \right)^{(n-1)}$] à des valeurs élevées de cisaillements. Les paramètres n et $\dot{\gamma}_c$ peuvent ensuite être rectifiés par la méthode décrite précédemment et avec les nouvelles valeurs de η_0 et η_∞ . Un processus itératif pourrait ainsi être continué jusqu'à l'obtention d'une approximation jugée satisfaisante.

4. Applications :

4-1 Comportement pseudoplastique de solutions de CMC

Des mesures rhéométriques associées à certaines solutions de carboxyméthylcellulose de sodium [Na-CMC] sont exploitées pour illustrer l'utilisation de la loi puissance corrigée. Ces solutions manifestent une pseudoplasticité assez marquée dépendant essentiellement de la concentration, de la température et de l'âge du fluide. Les mesures de viscosité effective ont été effectuées sur un rhéomètre "Low-Shear" et un rhéomètre "Shirley-Ferranti" en régimes stationnaires afin de minimiser les phénomènes liés aux performances des appareils de mesures (effets du temps de montée, inertie...). Il est manifeste qu'une détermination précise des viscosités newtoniennes limite nécessite des mesures à des cisaillements aussi faibles que possible (pour η_0) et aussi grand que possible (pour η_∞). En ce qui concerne le domaine de mesures effectuées, les plus faibles valeurs de cisaillement sont de l'ordre de 10^{-2} s⁻¹ sur le "Low-Shear" et nous ne pouvions aller au-delà de 16000 s⁻¹ sur le "Shirley-Ferranti".

Les figures [II-a-b-c] permettent de constater que pour des concentrations de 8%, 10%, et 15%, les points expérimentaux ne permettent pas de définir η_0 et η_∞ de manière très précise. La procédure décrite précédemment a conduit aux valeurs des paramètres indiqués sur les figures. Si les valeurs de η_0 semblent assez représentatives d'un comportement limite aux faibles cisaillements, celles de η_∞ le sont moins du fait de l'insuffisance des points de mesure aux cisaillements élevés; on ne peut

dans ce cas, attribuer à ce paramètre une signification physique réelle : il ne constitue, en quelque sorte, qu'un coefficient de lissage dans la gamme de mesure considérée.

Dans tous ces cas étudiés, l'utilisation de la loi puissance corrigée pour lisser les points de mesures expérimentaux s'avère satisfaisante puisque les coefficients de corrélation sont de l'ordre de 0,97, et la détermination des paramètres n'a nécessité qu'une seule itération.

2.4. Modélisation de la pseudoplasticité du sang

Le sang, qui peut être considéré comme une suspension d'éléments globulaires déformables dans du plasma, présente un caractère pseudoplastique à des cisaillements inférieurs à $\dot{\gamma} = 100 \text{ s}^{-1}$ et manifeste un comportement quasi-newtonien aux sollicitations plus grandes. Cette décroissance de viscosité, due à l'aggrégation des globules rouges aux faibles valeurs de $\dot{\gamma}$ puis à la "désagrégation + déformation + orientation" de ces globules quand le cisaillement augmente, dépend aussi du taux d'hématocrite caractéristique de la concentration globulaire. Les modèles stationnaires, visant à décrire la pseudoplasticité du sang, et qui négligent certains phénomènes élasto-thixotropes apparaissent à faible niveau de sollicitation, sont abondants dans la littérature. Le modèle proposé par Quemada (6) est assez fréquemment employé pour représenter cet aspect non newtonien dans une gamme de cisaillements suffisamment large pour l'hémodynamique et pour différents taux d'hématocrite. Il est donné par la formule suivante :

$$\eta = \frac{\eta_p}{\left[1 - \frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c}\right]^2} \quad \text{[III-1]}$$

où η_p est la viscosité du plasma
 et H le taux d'hématocrite.

$$K = \frac{k_0 + k_{\infty} \left(\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c}\right)^{1/2}}{1 + \left(\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c}\right)^{1/2}}$$

une viscosité intrinsèque effective dépendant du cisaillement qui caractérise le changement de structure au sein du milieu.

Nous avons adapté les valeurs issues de ce modèle à la formule [I-1] (L.P.C), pour différents taux d'hématocrite; les coefficients associés à la relation [III-2] ont été empruntés à Duffaux(5). La figure [III] illustre quelques comparaisons entre les deux modes de représentation; les valeurs de η_c et η_{∞} relatives à la loi puissance corrigée [I-1] sont déterminées par calcul direct; puis n et $\dot{\gamma}_c$ sont évalués au moyen de la méthode décrite auparavant. Dans la gamme de cisaillements considérée [10-30 s^{-1} < 10³ s^{-1}], représentative des écoulements sanguins, les deux modélisations sont quasi-équivalentes. Le but premier de cette comparaison est d'illustrer l'utilisation de la loi puissance corrigée pour modéliser un fluide réel. On pourrait trouver l'intérêt de son utilisation dans sa forme moins complexe et dans la détermination relative simple des paramètres qui lui sont associés. On pourrait, par ailleurs, adopter cette même méthode pour déterminer les constantes K_0 , K_{∞} , $\dot{\gamma}_c$, et p (au lieu de 1/2) associés au modèle de Quemada à partir de mesures rhéométriques et de la détermination préalable du taux d'hématocrite H . On peut, en effet écrire à partir des relations [III-1] et [III-2] :

$$\frac{K_0 + K_{\infty} \left(\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c}\right)^p}{1 + \left(\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c}\right)^p} = \left[1 - \frac{\eta_p}{\eta_{11}}\right] \times \frac{2}{H}$$

Soit, en posant

$$X = \left[1 - \frac{\eta_p}{\eta_{11}}\right] \times \frac{2}{H} \quad \text{et} \quad \frac{K_0 - X}{X - K_{\infty}} = \left|\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c}\right|^p$$

on obtient :

$$\log \left[\frac{K_0 - X}{X - K_{\infty}} \right] = p \left[\log \dot{\gamma} - \log \dot{\gamma}_c \right]$$

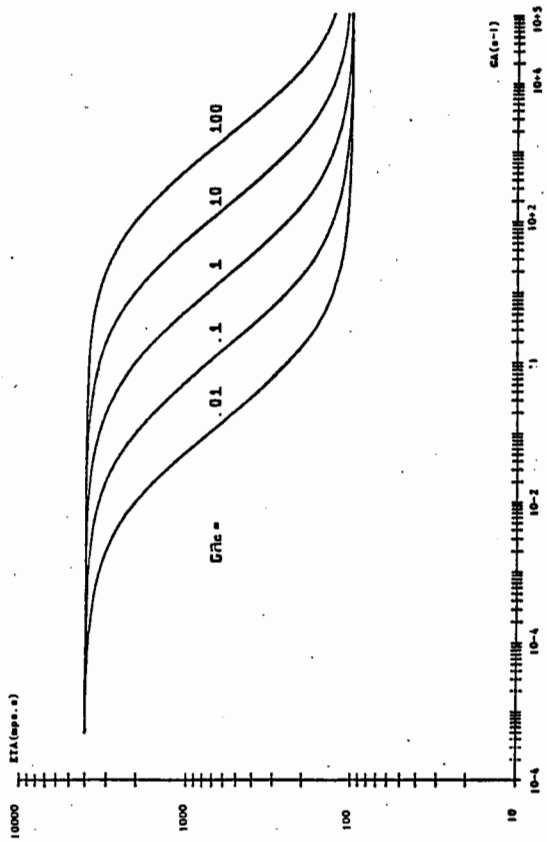
Cette dernière relation permet de déterminer p et $\dot{\gamma}_c$ par régression linéaire sur les points expérimentaux.

Conclusion

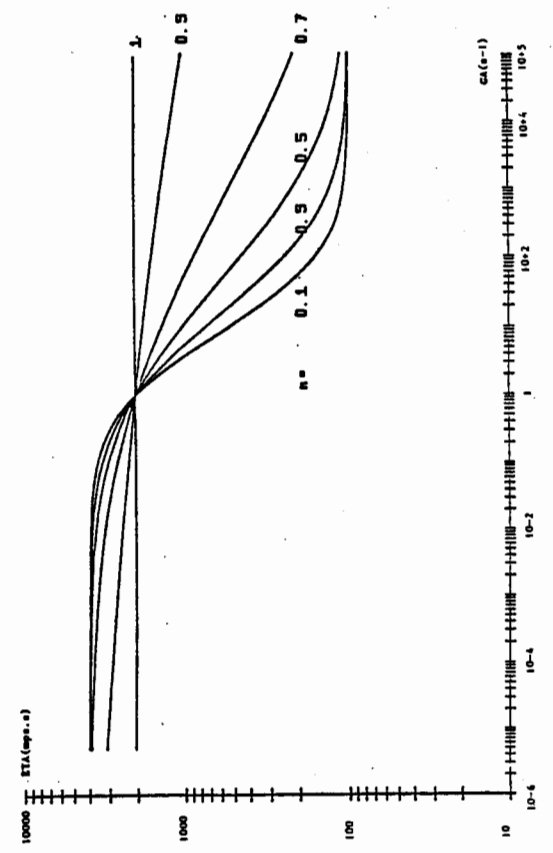
Cette étude a permis d'exploiter et d'illustrer l'utilisation d'un modèle inélastique à quatre paramètres. Le modèle pourrait être adapté à une grande variété de fluides réels et son adoption pour simuler un système d'écoulement permet de remédier aux critiques rattachées à la loi puissance d'Ostwald (représentativité dans un intervalle restreint de cisaillement; problèmes numériques dans certains cas...). D'autres modèles existent dans la littérature (1), (2) et cette adoption ne peut être justifiée que par une bonne approximation des mesures rhéométriques; par ailleurs, les quatre paramètres (η_0 , η_{∞} , $\dot{\gamma}_c$, n) procurent une "bonne flexibilité" à la formule de lissage, et le procédé que nous avons proposé pour les déterminer est relativement simple à mettre en oeuvre. Notons enfin, que nous avons, dans une étude plus récente adoptée ce type de modèle pour décrire des régimes d'écoulements transitoires et périodiques de fluides pseudoplastiques. Les difficultés de calcul numérique liées à l'utilisation de la loi puissance d'Ostwald, plus classiquement, ont été surmontées de cette manière.

REFERENCES

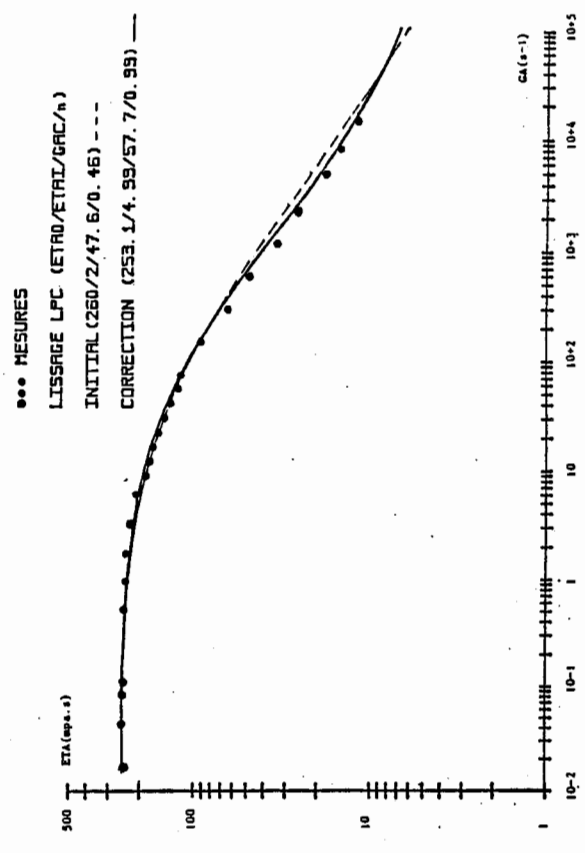
- (1)-Churchill St. W, Churchill R.U., 1975, A general model for the effective viscosity of pseudoplastic and dilatant fluids, Rheol. Acta. 14, 404-409
- (2)-Cross M.M., 1969. Polymer rheology : influence of molecular weight and polydispersity, J. of App.Pol.Sc. Vol13 ,765-774.
- (3)-Ballet D., 1973, Panorama des milieux continus entre solide et liquide, Rheol. Acta. 12, 299-310.
- (4)-Bird R.B., Armstrong R.C., Hassager O., 1977., Dynamics of polymeric liquids, John Willey and sons, Vol1.208-213
- (5)-Duffaux J., 1982, Vérification expérimentale d'une loi de viscosité, Thèse de doctorat d'état, Paris VII.
- (6)-Quemada D., 1980, Hémo-rhéologie: principe et applications, J. Bioph. et Méd.Nucl. 4,3, 195-211



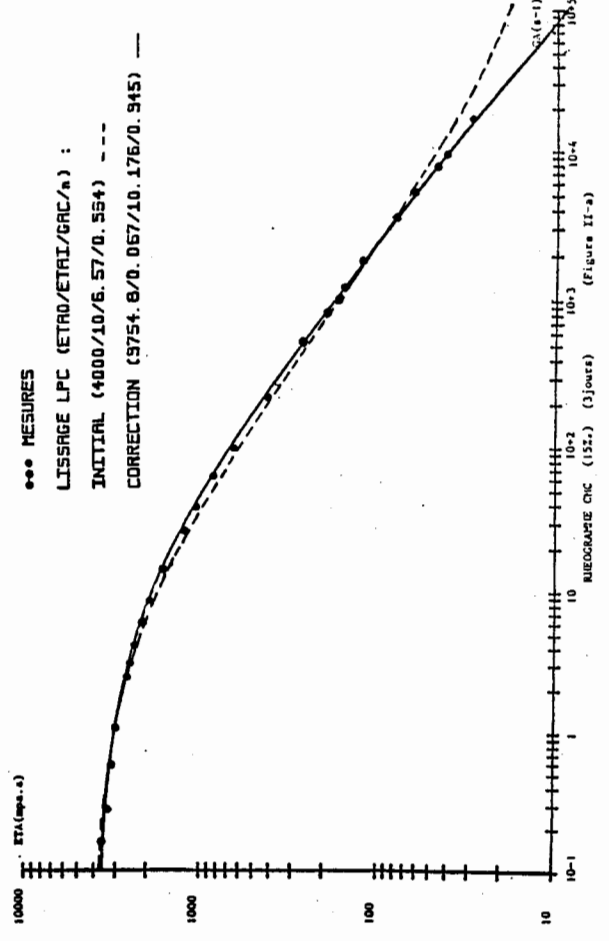
RHEOGRAMME DE FLUIDE FICTIF (ETRO=4000CF/ETRI=100CF/n=0.5) (Figure 1-a)



RHEOGRAMME DE FLUIDE FICTIF (ETRO=4000CF/ETRI=100CF/n=1) (Figure 1-b)



RHEOGRAMME CMC (887) (15 jours) (Figure II-b)



RHEOGRAMME CMC (152.) (3 jours) (Figure II-a)

CONTRAINTE PARIETALE POUR UN FLUIDE NEWTONIEN
 GENERALISE EN CONDUITE DEFORMABLE

MACIRI J.K., ZAGZOULE M., J. BRETTEVILLE, J. MAUSS
 Université Paul Sabatier, U.F.R. M.I.G., 118 route de
 Narbonne, 31062 TOULOUSE Cédex

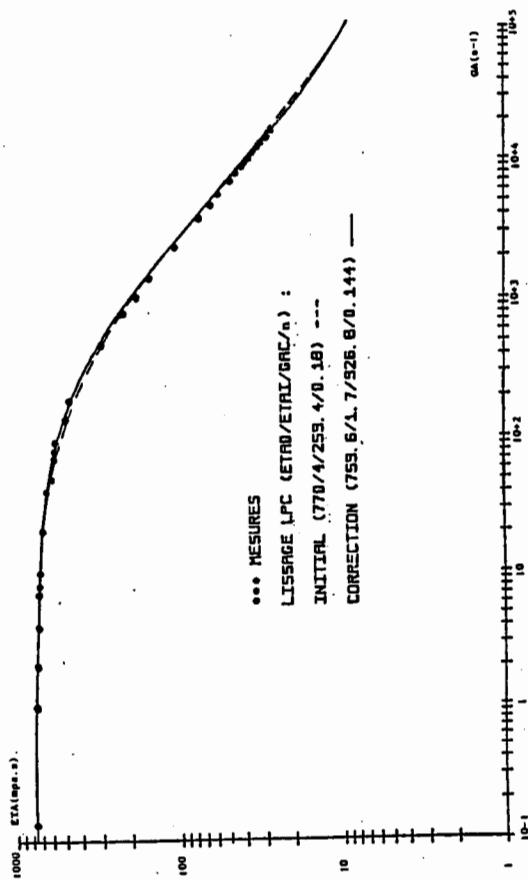
SOMMAIRE : L'écoulement instationnaire d'un fluide non newtonien dans un tube souple est étudié à partir des équations unidimensionnelles globales et non linéaires. Dans ces équations la contrainte de cisaillement à la paroi est évaluée par une expression analytique et instationnaire. Cette approche est appliquée à l'écoulement du sang, considéré rhéofluidifiant.

SUMMARY : Unsteady non newtonian flow in a distensible tube is simulated using non linear one dimensional equations. An unsteady wall shear stress expression is used to evaluate viscous terms in the momentum equation. This approach is applied to the flow of blood considered as a shearthinning fluid.

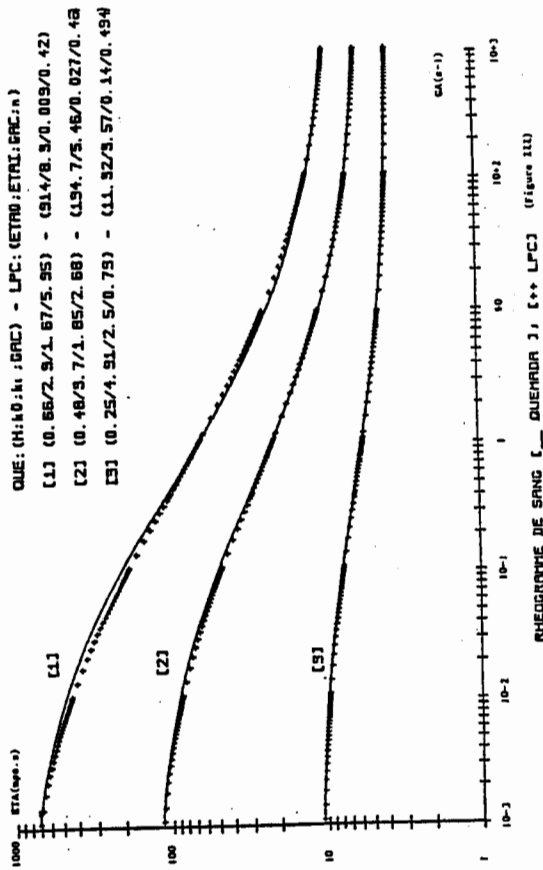
INTRODUCTION

La modélisation des écoulements instationnaires de fluides non newtoniens en tubes déformables intéresse des domaines divers, autant biologiques qu'industriels. Dans l'ensemble ces écoulements ont été étudiés en négligeant les termes non linéaires de l'accélération convective (Ravindran 1972, Lanir et Rubbin 1972). Les rares études qui prennent en compte ces termes non linéaires (Flaud et Quézada 1979, Rakotomalala et coll. 1983) généralisent, aux fluides inélastiques la méthode développée, pour un fluide newtonien, par Ling et Arabek 1972. Cette méthode, qui consiste en la résolution numérique des équations unidimensionnelles locales, ne permet l'obtention d'une solution, i.e le profil de vitesse local, que dans une seule section moyennant la connaissance au préalable de la pression et du gradient de pression dans la section considérée.

Une autre approche consiste en la résolution des équations non linéaires globales (moyennées sur la section du tube) qui permet l'obtention des pressions et débits en toute section du tube. Cette approche globale est largement utilisée pour les fluides



BUREAU DE RECHERCHES (102) (essai immédiat) (Figure II-c)



nel ($\epsilon \ll 1$), l'adimensionnalisation de la loi de comportement du fluide montre, qu'en première approximation en ϵ , les contraintes normales sont négligeables et que la contrainte tangentielle P_{rz} se réduit à :

$$P_{rz} = n \left(\frac{\partial u}{\partial r} \right) \frac{\partial u}{\partial r}$$

La contrainte de cisaillement à la paroi est alors donnée par :

$$(3) \quad \tau_p = P_{rz} \Big|_{r=R} = \left[n \left(\frac{\partial u}{\partial r} \right) \right]_{r=R}$$

Pour coupler le mouvement du fluide à celui de la paroi, il faut adjoindre au système (1), (2), (3) une relation caractérisant le comportement rhéologique de la paroi, que nous supposons donnée sous forme :

$$(4) \quad P = P(A)$$

La résolution du système (1), (2), (4) nécessite l'évaluation de la contrainte de cisaillement à la paroi τ_p et du coefficient $\alpha(z, t)$, compte tenu de la loi de comportement du fluide et des conditions d'écoulement. Ces deux quantités sont fonction de $u(r, z, t)$ i.e de la solution du problème, elles ne peuvent donc être explicitées directement en fonction du débit $Q(z, t)$. Cette difficulté, inhérente à la formulation unidimensionnelle globale, peut être contournée moyennant des hypothèses sur la forme du profil de vitesses.

Dans le cas du fluide newtonien, de nombreux auteurs [Anliker et al. 1971], [Zagzoule et Marc-Vergnes 1986] introduisent un profil parabolique, déduit de l'écoulement stationnaire en conduite rigide uniforme, pour évaluer τ_p et un profil plat pour exprimer $\alpha(z, t)$. Plusieurs tentatives ont été menées [Olson et Shapiro 1967], [Kufahl et Clark 1985], [Bretteville et al. 1986] afin de mieux prendre en compte l'instationnarité de l'écoulement dans l'évaluation de τ_p .

Dans ce qui suit, on se propose d'étendre l'approche de Bretteville et al. 1986, au cas des fluides newtoniens généralisés. Celle-ci consiste à établir, à partir de l'équation de quantité de mouvement linéarisée, une relation liant τ_p à Q qui tient compte de l'instationnarité de l'écoulement.

RELATION CONTRAINTE DE CISAILLEMENT A LA PAROI-DEBIT

Les équations du mouvement linéarisées s'écrivent sous forme locale puis globale :

$$(5) \quad \beta \frac{\partial u}{\partial t} = - \frac{\partial P}{\partial z} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (r \tau_{rz})$$

$$(6) \quad \beta \frac{\partial Q}{\partial t} = - A \frac{\partial P}{\partial z} + 2R\tau_p$$

(5) et (6) permettent d'obtenir :

$$P_{rz} = \frac{R\tau_p}{A} r - \frac{\beta}{2A} \frac{\partial Q}{\partial t} r + \frac{\beta}{r} \frac{\partial u}{\partial t} dr$$

En supposant la loi de comportement du fluide inversible, on a :

$$\frac{\partial u}{\partial r} = g(p_{rz})$$

des newtoniens [Anliker et coll 1971, Zagzoule et Marc-Vergnes 1986], mais à notre connaissance elle n'a jamais été étendue aux fluides inélastiques.

Indépendamment de la nature newtonienne ou non du fluide, cette méthode nécessite la donnée d'une relation supplémentaire liant la contrainte de cisaillement à la paroi τ_p au débit Q .

Comme dans le cas newtonien [Bretteville et coll. 1986], nous proposons dans le présent travail une relation $\tau_p - Q$ pour un fluide inélastique qui tient compte de l'instationnarité de l'écoulement. Après sa validation cette relation est intégrée à l'approche unidimensionnelle globale non linéaire pour simuler l'écoulement non newtonien et instationnaire du sang dans la veine jugulaire.

FORMULATION

On considère un tube axisymétrique à paroi souple, de rayon $R^*(z, t)$ et d'axe \vec{e}_z . Les coordonnées utilisées sont les coordonnées cylindriques r, θ, z . On introduit les variables adimensionnelles suivantes :

$$r = \frac{r^*}{R_0^*}, \quad z = \frac{z^*}{L_0^*}, \quad t = \frac{t^*}{L_0^* U_0^*}, \quad u = \frac{u^*}{U_0^*}$$

$$v = \frac{L_0^* u^*}{R_0^* U_0^*}, \quad P = \frac{P^*}{P_0^*}, \quad \tau_p = \frac{L_0^* P^*}{R_0^* P_0^*}$$

où u est la vitesse longitudinale, v la vitesse radiale, p la pression et P le tenseur des contraintes visqueuses. Les quantités R_0^*, L_0^*, U_0^* et P_0^* sont des grandeurs caractéristiques du problème considéré qui ne pourront être définies que lorsque le problème physique sera précisé.

Lorsque le paramètre de forme $\epsilon = R_0^*/L_0^*$ est très petit devant l'unité, les équations traduisant la conservation de la quantité de mouvement et la continuité s'écrivent, sous forme adimensionnelle :

$$(1) \quad \beta \frac{\partial Q}{\partial t} + Re \frac{\partial}{\partial z} \left(\frac{\partial Q}{\partial z} \right) = - A \frac{\partial P}{\partial z} + 2\sqrt{A} \tau_p$$

$$(2) \quad \frac{\beta}{Re} \frac{\partial A}{\partial t} + \frac{\partial Q}{\partial z} = 0$$

où $Q = 2 \int_0^R u r dr$ est le débit, $A = R^2$ est la section, τ_p est la contrainte de cisaillement à la paroi et $\alpha(z, t) = \frac{2A}{Q} \int_0^R r u^2 dr$ le facteur de correction du débit de quantité de mouvement.

Les nombres sans dimension β , caractéristique de l'instationnarité, et Re , nombre de Reynolds, sont donnés par :

$$\beta = \frac{\rho R_0^* U_0^*}{P_0^*}, \quad Re = \frac{\rho U_0^* L_0^*}{P_0^*}$$

Pour des fluides newtoniens généralisés, la viscosité η^* est une fonction du deuxième invariant du tenseur des taux de déformation. L'écoulement étant supposé unidimension-

d'où
(7)

$$Q = - \int_0^R r^2 g_{rz} dr$$

Pour de faibles valeurs de β , le développement limité de g_{rz} à l'ordre un en β donne :

$$g_{rz} = g_{rz}^0 + \beta \left[-\frac{1}{2A} \frac{\partial Q}{\partial t} r + \frac{1}{r} \int_0^r \frac{\partial u}{\partial t} dr \right] g' \left(-\frac{r}{A} \right) + \dots$$

En reportant cette dernière relation dans (7), on obtient, après calculs :

$$Q + \frac{\beta A}{2} \frac{\partial Q}{\partial t} \left[3G_2(\tau_p) - G_0(\tau_p) \right] = -R^3 \tau_p G_2(\tau_p) + \frac{\beta}{2} \frac{\partial}{\partial t} \left[R^5 \tau_p (g_0(\tau_p) - 3g_2(\tau_p)) \right] + \beta R^6 \frac{\partial}{\partial t} \left[\frac{R \tau_p}{A} \left[G_3(2) + g_0 - 6g_2 \right] + O(\beta^2) \right]$$

où

$$G_0(X) = \frac{1}{X} \int_0^X g(x) dx ; \quad G_2(X) = \frac{1}{X} \int_0^X x^2 g(x) dx$$

$$G_3^2(X) = \frac{1}{X} \int_0^X x^3 g(x) dx ; \quad g_0(X) = \frac{1}{X} \int_0^X x^4 g(x) G_0(x) dx$$

$$g_2(x) = \frac{1}{X} \int_0^X x g(x) G_2(x) dx .$$

Dans le cas d'un fluide newtonien, $g_{rz} = p_{rz}$ et pour une conduite rigide uniforme, la relation (8) se réduit à la relation de Lambossy (Bretteville et al. 1986).

Par ailleurs, lorsque l'on néglige les termes $O(\beta)$ dans la relation (8), on retrouve la relation de Mooney-Rabinovitch.

L'obtention d'une relation liant τ_p à Q valable à l'ordre $O(\beta^3)$ n'est pas immédiate d'un point de vue analytique. Aussi, en se limitant au cas d'un tube rigide uniforme, on peut obtenir à travers la résolution numérique de (5), une meilleure approximation que la relation (8) s'écrivant sous la forme :

$$(9) \quad Q + \beta f_1(\tau_p) \frac{\partial Q}{\partial t} = -R^3 \tau_p G_2(\tau_p) + \beta f_3(\tau_p) \frac{\partial \tau_p}{\partial t}$$

Où, pour les différents fluides considérés, nous avons noté que $f_1(\tau_p)$ et $f_3(\tau_p)$ peuvent être approchées analytiquement par :

$$(10) \quad \begin{aligned} f_1(\tau_p) &= \frac{3}{4} G_2(\tau_p) - \frac{1}{4} G_0(\tau_p) \\ f_3(\tau_p) &= \frac{G_3(\tau_p)}{4} + \frac{3}{8} G_4(\tau_p) - \frac{15}{8} G_2(\tau_p) - \frac{\tau_p}{8} \frac{\partial G_0(\tau_p)}{\partial \tau_p} - \frac{6}{8} \tau_p \frac{\partial G_2(\tau_p)}{\partial \tau_p} \end{aligned}$$

et donc $f_1(\tau_p)$ et $f_3(\tau_p)$ peuvent être évalués dès que la loi de comportement du fluide est spécifiée.

VALIDATION DANS LE CAS D'UN TUBE RIGIDE

On considère l'écoulement instationnaire en conduite rigide uniforme d'un fluide inélastique dont la viscosité s'écrit sous forme adimensionnelle :

$$(11) \quad \eta(|K|) = \frac{1}{1 + \frac{\mu \lambda}{\lambda_0} |K|}$$

$$\text{où } \mu = \eta_\infty / \eta_0, \quad \lambda = \frac{R_0 \lambda^*}{L_0 T_0} \quad \text{et } K = \frac{\partial u}{\partial t}$$

η_0 et η_∞ sont des viscosités newtoniennes limites, λ^* un temps de fluidification caractérisant le passage de η_0 à η_∞ (Mauss et Pradère 1981).

La validation consiste en la comparaison de $\tau_p(t)$, déduite de la résolution de l'équation locale (5), à celles obtenues par la résolution de l'équation globale (6) où l'on utilise successivement la relation de Mooney-Rabinovitch, (8) et la relation (9-10). La loi de comportement du fluide étant non linéaire, la résolution de (5) et de (6) est numérique. Les résultats des 3 approximations, comparés à la solution locale (dite "exacte") sont présentés dans les figures 1.a et 1.b pour deux valeurs de β et pour un gradient de pression périodique. On remarque que la relation (9-10) approxime mieux la solution "exacte" que les relations de Mooney-Rabinovitch ou la relation (8) et ce pour des valeurs de β allant jusqu'à 6. Pour $\beta = 2$ la relation (9-10) est pratiquement confondue avec la solution "exacte" tout au long de la période.

APPLICATION A LA BIOMECHANIQUE

A titre d'illustration nous donnons quelques résultats de la simulation de l'écoulement sanguin dans le réseau vasculaire cérébral (Fig. 2) (Zagroule, 1987). Cette simulation est basée sur la résolution numérique des équations globales (1), (2), (4) et (9-10). Le sang a été considéré comme newtonien, puis comme rhéofluidifiant à travers le modèle rhéologique à 3 paramètres défini par la relation (11). La figure 2 montre l'effet de la rhéofluidification sanguine sur les contraintes de cisaillement à la paroi, le débit et la pression, dans la veine jugulaire.

CONCLUSION

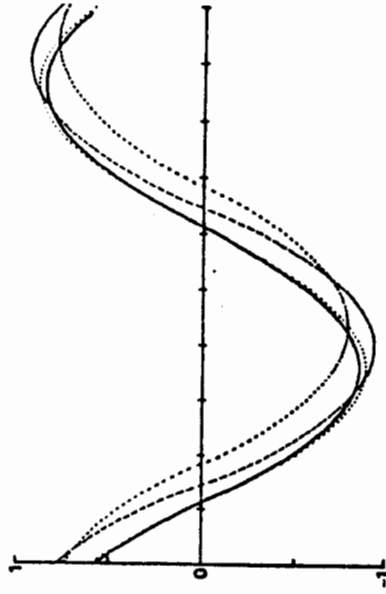
Ce travail permet de simuler numériquement l'écoulement instationnaire en tube souple d'un fluide inélastique à partir d'une formulation unidimensionnelle globale et non linéaire. Cette formulation prend en compte autant la nature inélastique du fluide que l'instationnarité de l'écoulement dans l'évaluation de la contrainte de cisaillement à la paroi. Elle permet de suivre l'évolution de différentes quantités physiques telles que le débit, la pression, la section et la contrainte de cisaillement à la paroi en fonction du temps tout au long du tube. Les applications de cette approche sont multiples autant en biomécanique cardiovasculaire que dans divers domaines industriels.

REFERENCES

- Anliker, M., Rockwell, R.L. and Ogden, E. 1971. Non linear analysis of pulse waves and shock waves in arteries. Zamp. 22 : 217-246
- Bretteville, J., Khalid-Naciri, J., Mauss, J. and Zagroule, M. 1986. Expression de la contrainte pariétale pour un écoulement instationnaire dans une conduite déformable. C.R.A.S. 303, II, n°17, 1525-1528

- Fland, P. and Quemada, D. 1979. Rôle des effets non-newtoniens dans l'écoulement pulsé d'un fluide dans un tuyau viscoélastique. *Revue de Phys. appliquée*, 15 : 749-759
- Kufahl, R.H. and Clark, M.E. 1985. A circle of Willis simulation using distensible and pulsatile flow. *J. Biomech. Eng.* 107 : 112-122
- Lanir, Y. and Rubbin, H. 1972. Pulsatile flow of linear viscoelastic fluids in elastic-coviscous tubes. *J. Mécanique*, 2 : 295-315
- Ling, S.C. and Atabek, H.B. 1972. A non linear analysis of pulsatile flow in arteries. *J. Fluid. Mech.*, 55 : 493-511
- Mauss J. and Pradère J. 1981. Sur un modèle viscoélastique avec temps de relaxation pour le sang. *J. Franc. Biophys. Med. Nucl.* 5 : 185-189
- Olsen, J.H. and Shapiro, A.M. 1967. Large amplitude unsteady flow in liquid-filled elastic tubes. *J. Fluid Mech.* 29 : 513-538
- Rakotomalala, R., Bellet, D., Ly, D.P. 1983. Ecoulements pulsés de fluides inélastiques en conduites déformables. *Rheol. Acta*, 22 : 61-74
- Zagzoule, M. and Marc-Vergnes, J.P. 1986. A global mathematical model of the cerebral circulation in man. *J. Biomechanics*, 19 : 1015-1022
- Zagzoule, M. 1987. Modélisation mathématique de la circulation sanguine cérébrale : aspects instationnaires et non newtoniens. Thèse Doctorat d'Etat. Université Paul Sabatier, Toulouse.

$\beta = 2$



$\beta = 6$

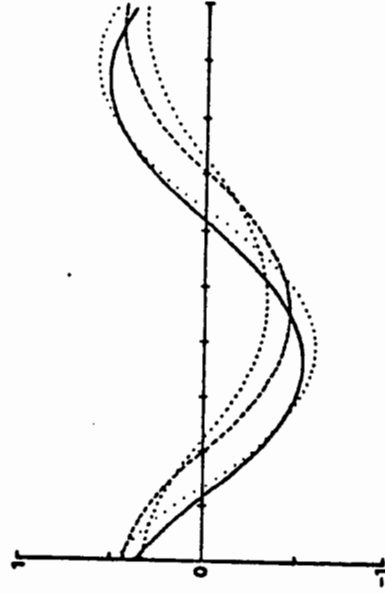


Fig. 1a, 1b : Contraintes de cisaillement à la paroi dans le cas d'un tube rigide, évaluées à partir des relations :
 (...) Mooney-Rabinovitch, (---) (8),
 (.....) 9-10 ; comparées à la solution exacte (—) pour deux valeurs de β

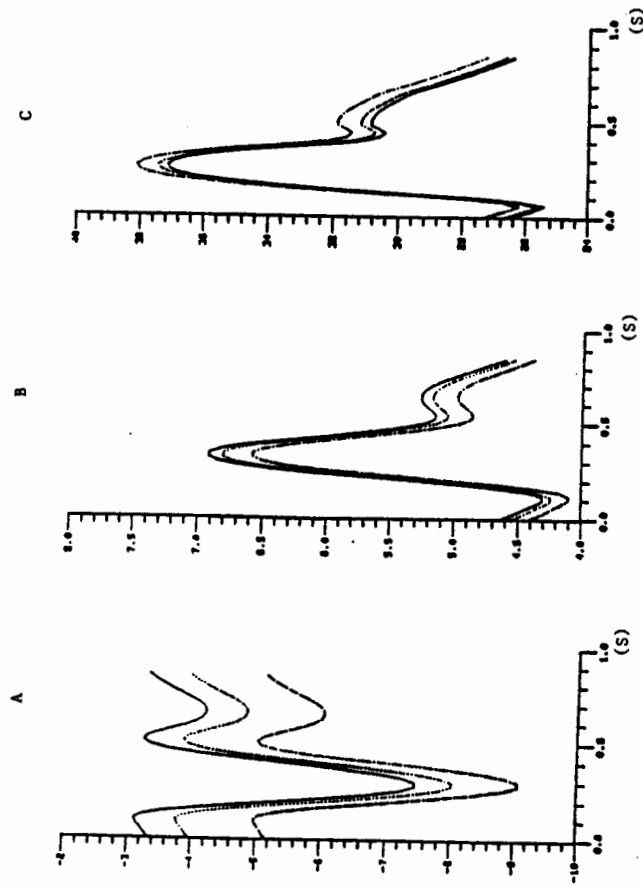


Fig. 2 : A : $T_p(t)$ (dyne/cm²)
 B : $Q(t)$ (cm²/s)
 C : $P(t)$ (mmHg)
 (—) cas newtonien ($\eta_0 = \eta_\infty = 0.035$, $\lambda = 0$)
 (···) cas non newtonien ($\eta_0 = 0.35$, $\eta_\infty = 0.035$, $\lambda = 0.6$)
 (-·-) cas non newtonien ($\eta_0 = 0.35$, $\eta_\infty = 0.035$, $\lambda = 0.2$)

Rhéologie des fluides industriels
22^e Colloque du Groupe Français de Rhéologie
Toulouse - 16-18 novembre 1987 -

ÉCOULEMENT ET TRANSFERT DE CHALEUR
PAR CONVECTION FORCÉE DE FLUIDES
NON NEWTONIENS THERMODÉPENDANTS
EN CONDUITE CYLINDRIQUE

A. FLOUARDIGHI V. I. NGUYEN ET H. LEBOUICHE
LENTA CNRS UA 875 UNIVERSITÉ NANCY I
24 rue Lionnois BP 3137 54013 NANCY

SOMMAIRE

On considère le problème du transfert de chaleur en écoulement laminaire, lors d'un chauffage à température de paroi imposée (TPI) ou à densité de flux constante (DFI) pour un fluide rhéofluidifiant thermodépendant, en conduite cylindrique. Un code numérique utilisant la méthode des différences finies est développé pour l'étude de l'influence de la thermodépendance sur les profils de vitesse, de température et sur l'évolution des pertes de charge et du coefficient local de transfert de chaleur par convection.

SUMMARY

This work deals with laminar heat transfer in circular tube to rheofluidical fluids for two kinds of boundary conditions : constant wall temperature (TPI) and constant wall heat flux (DFI). The derived equations are solved numerically by mean of finite-differences scheme. Temperature effect on velocity profiles pressure drop and heat transfer is studied.

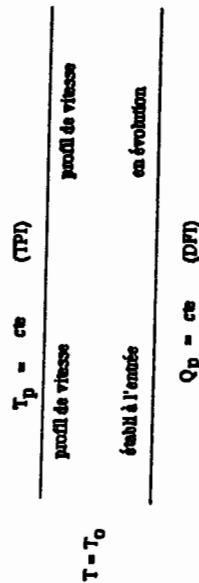
INTRODUCTION

Le présent travail concerne un écoulement de Poiseuille en conduite, non isotherme, pour des fluides non newtoniens dont le comportement rhéologique peut être approché par la loi puissance d'Ostwald-Van De Waele :

$$\tau = -K \left(-\frac{\partial u}{\partial r} \right)^n \quad -1-$$

où $K = K(T)$ est l'indice de consistance et n l'indice de structure ($0 < n < 1$: fluide rhéofluidifiant). Nous étudions le transfert

de chaleur et les lois de perte de charge pour deux types de conditions aux limites : température de paroi imposée (TPI) et densité de flux de chaleur imposée à la paroi (DFI). Les résultats concernent une solution de carboxyméthylcellulose (CMC) à 3% en poids, fluide très visqueux et présentant une thermodépendance très marquée. Ce fluide a été largement utilisé comme fluide modèle lors d'études expérimentales développées au laboratoire (Scirocco, 1985). La figure 1 schématise le problème étudié.



$T = T_0$

Dans notre modélisation mathématique, nous adoptons les hypothèses suivantes :

- a/ L'écoulement est laminaire et axisymétrique.
- b/ La conduction axiale de chaleur est négligeable.
- c/ La chaleur spécifique C_p , la conductivité thermique λ , la masse volumique ρ sont indépendantes de la température.
- d/ Le fluide est incompressible.
- e/ Le régime dynamique est établi et la température est uniforme à l'entrée de la zone chauffée.
- f/ L'indice de consistance $K = K(T)$ dépend de la température et l'indice de structure n est considéré comme constant.
- g/ La pression p ne dépend que de la coordonnée axiale z .

EQUATIONS DE BASE

Avec les hypothèses précédentes, les équations de continuité, du mouvement et de l'énergie, la conservation du débit global, s'écrivent respectivement :

$$\frac{\delta u}{\delta z} + \frac{1}{r} \frac{\delta}{\delta r}(rv) = 0 \quad -2-$$

$$\rho \left(u \frac{\delta u}{\delta z} + v \frac{\delta u}{\delta r} \right) = - \frac{dp}{dz} + \frac{1}{r} \frac{\delta}{\delta r}(r\tau) \quad -3-$$

$$\rho C_p \left(u \frac{\delta T}{\delta z} + v \frac{\delta T}{\delta r} \right) = \frac{1}{r} \frac{\delta}{\delta r} \left(r \frac{\delta T}{\delta r} \right) + \tau \left(\frac{\delta u}{\delta r} \right) \quad -4-$$

$$\int_0^R 2 \pi r \rho u dr = \dot{m} = c_0 \quad -5-$$

On associe à ce système les conditions aux limites :

$$u(z, R) = v(z, R) = 0$$

$$\frac{\delta u}{\delta r}(z, 0) = \frac{\delta T}{\delta r}(z, 0) = 0$$

$$T(0, r) = T_0 \quad p(0) = p_0$$

$$u(0, r) = U_0 \left(\frac{3n+1}{4n} \right) \left(1 - \left(\frac{r}{R} \right)^2 \right)^{\frac{n+1}{n}} \quad -6-$$

$$Q_p = -\lambda \left(\frac{\delta T}{\delta r} \right)_p \quad -7-$$

L'équation (7) permet le calcul de la densité de flux à la paroi, dans le cas où la température de paroi est imposée (TPI); elle donne aussi la température de paroi dans le cas où la densité de flux de chaleur est imposée (DFI).
Le tableau 1 indique les différentes étapes de la procédure numérique :

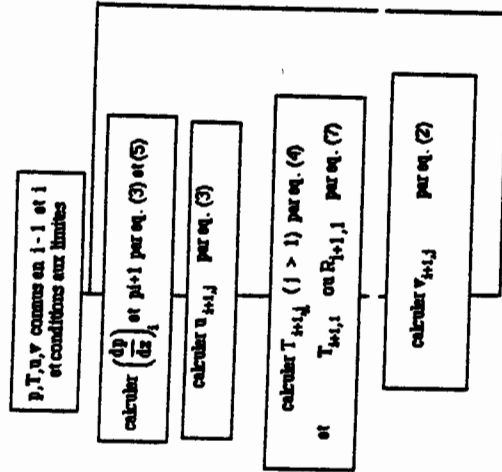


Tableau 1

RESULTATS ET DISCUSSION

Dans les deux cas (figures 2 et 3), on note, en présence de chauffage, un accroissement de la vitesse au voisinage de la paroi chaude, lié à une diminution marquée de la consistance. Corrélativement, à débit donné, la vitesse est plus faible au voisinage de l'axe. Ce phénomène est d'autant plus marqué que la densité de flux de chaleur ou la température de paroi imposée est grande. Les figures 4 et 5 montrent qu'au contraire, la modification des profils de vitesse est d'autant moins marquée que le nombre de REYNOLDS est plus élevé. Dans les cas extrêmes (figures 6 et 7), la thermodépendance du fluide a un effet négligeable sur les profils de vitesse, au moins pour des conditions de chauffage usuelles.

Dans le premier cas de chauffage (DFI), on disposait de valeurs expérimentales (Sciocco,1985); celles-ci sont reportées pour comparaison. (figures 2,4,6). L'accord avec le calcul est excellent et constitue une validation du code utilisé. Les figures 8 et 9

montrent que la déformation du profil de vitesse s'accroît vers l'aval. On met en outre en évidence une évolution beaucoup plus rapide dans la zone d'entrée, dans le cas où l'on impose la température de paroi.

Les pertes de charge régulières ont été calculées. Elles sont plus faibles que dans le cas isotherme. Pour illustrer ce fait, nous utilisons le coefficient local de frottement (Skelland,1967)

$$C_f = \frac{\tau}{\frac{1}{2} \rho u_m^2} = \frac{-R/2 \left(\frac{dp}{dz} \right)}{\rho \frac{u_m^2}{2}} \quad - 8 -$$

En écoulement isotherme ce gradient de pression (dp/dz) est indépendant de z; l'équation 8 devient :

$$C_{f,iso} = \frac{-R/2 \left(\frac{dp}{dz} \right)_{iso}}{\rho \frac{u_m^2}{2}} = cte \quad - 9 -$$

Les figures 10 et 11 montrent que le rapport Cf/Cf_{iso} diminue de manière sensible quand on avance vers l'aval du tube; cette diminution est d'autant plus importante que le chauffage est intense. On remarque qu'à température de paroi imposée, l'effet de thermodépendance est considérable dès le début de la zone chauffée; ce résultat attendu est lié à une fluidification plus marquée au voisinage de la paroi. Les figures 12 et 13 donnent la chute de pression intégrale réduite; on voit que l'effet global du chauffage pariétal peut être considérable.

Le transfert de chaleur est caractérisé par le nombre de Nusseit local Nu :

$$Nu = \frac{Q_p \cdot d}{(T_p - T_m) \lambda}$$

La position axiale est définie par le nombre adimensionnel de Cameron :

$$X^* = \frac{z d}{Re Pr}$$

Les figures 12 et 13 montrent clairement l'influence du chauffage sur le transfert de chaleur. Ainsi, dans le cas où la densité de flux est imposée, on introduit le terme correctif :

$$\left(\frac{Nu_d}{2\lambda} \right)$$

utilisé par V. Scirocco (1985); on parvient alors à regrouper les différentes courbes (figure 14), d'où la corrélation unique :

$$Nu_{X^*} = 1.369 \left(\frac{Nu_d}{2\lambda} \right)^{0.177} (X^*)^{-0.319}$$

Les résultats expérimentaux obtenus par Soirocco (1985) sont portés pour comparaison; l'accord est excellent. En ce qui concerne le cas où la température de paroi est imposée (figure 15), on utilise, pour tenir compte de la thermodépendance, le terme correctif (K_p/K_m) adopté par Mizushima (1967). Les résultats numériques se regroupent alors de manière satisfaisante et nous proposons la corrélation :

$$Nu_{X^*} = 1.85 (K_m/K_p)^{0.17} (X^*)^{-0.263}$$

CONCLUSION

Les résultats présentés à partir de notre code de calcul sont en bon accord avec l'expérience et permettent d'obtenir les profils de vitesse, de température, les pertes de charge et de simuler numériquement l'effet de la thermodépendance sur le transfert de chaleur.

REFERENCES

- [1] T. Mizushima, R. Ito, Y. Kurisawa, Yakizawa
Boundary Layer heat transfer in circular tube to newtonian and non newtonian fluids
Kagaku Kagaku vol 31 pp 250-255 (1967)
- [2] V. Scirocco these university Nancy I (1985)
- [3] Skelland A. H. P. Non Newtonian Flow and heat transfer
New York : J. WILEY, 1967

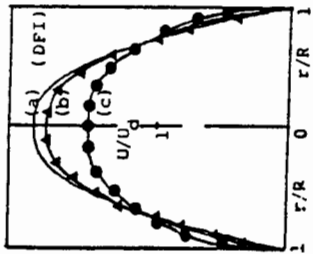


FIGURE 2

Influence de la densité de flux $(z/d)=71$

- a) Courbe isotherme
- b) Re=103 Op= 4.3 kw/m²
- c) Re=103 Op=26.9 kw/m²
- : Numérique
- ,▲: Expérience

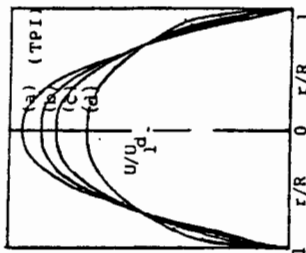


FIGURE 3

Influence de la température de paroi $(z/d)=75$

- a) Courbe isotherme
- b) Re=37 Tp/To=1.5
- c) Re=37 Tp/To=2.0
- d) Re=37 Tp/To=3.0

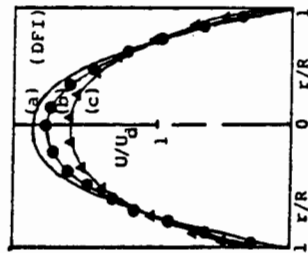


FIGURE 4

Influence du Nombre de Reynolds $(z/d)=71$

- a) Courbe isotherme
- b) Re=1004 Op=30 kw/m²
- c) Re= 416 Op=31 kw/m²
- : Numérique
- ,▲: Expérience

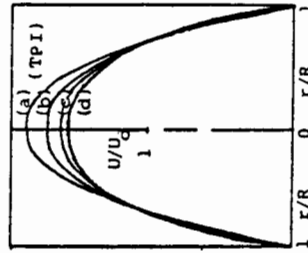


FIGURE 5

Influence du Nombre de Reynolds $(z/d)=75$

- a) Courbe isotherme
- b) Tp/To=2. Re=37.0
- c) Tp/To=2. Re=17.
- d) Tp/To=2. Re=10.

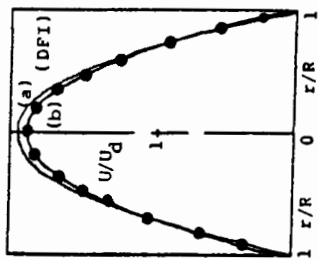


FIGURE 6

Influence d'un grand Nombre de Reynolds

- a) Courbe isotherme
- b) Re=1660 Qp=31 kw/m²
- : Numérique
- : Expérience

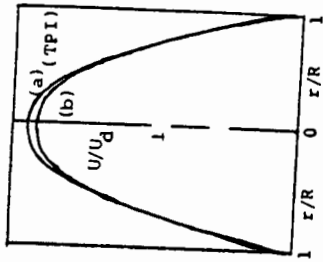


FIGURE 7

Influence d'un grand Nombre de Reynolds

- a) Courbe isotherme
- b) Re=1000 Tp/To=2.

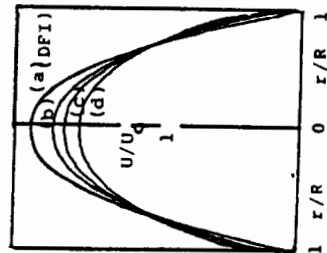


FIGURE 8

Evolution du profil de vitesse en fonction de (z/d).

- (a) (z/d)= 00
- (b) (z/d)= 18
- (c) (z/d)= 36
- (d) (z/d)= 71

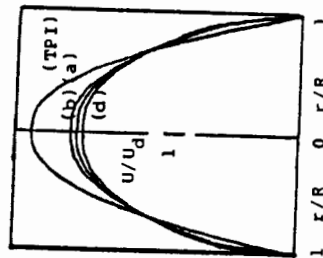


FIGURE 9

Evolution du profil de vitesse en fonction de (z/d).

- (a) (z/d)= 00
- (b) (z/d)= 25
- (c) (z/d)= 50
- (d) (z/d)= 100

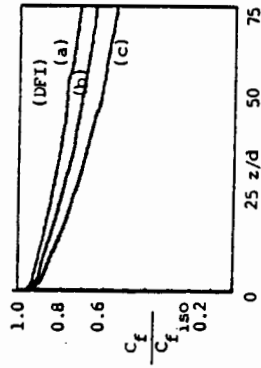


FIGURE 10

Coefficient de perte de charge en fonction de z/d Influence de la densité de flux

- (a) Qp= 17 kw/m²
- (b) Qp= 24 kw/m²
- (c) Qp= 34 kw/m²

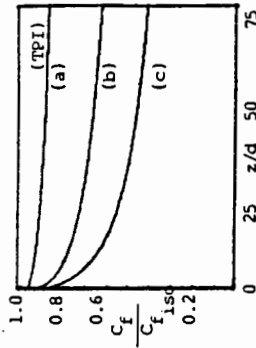


FIGURE 11

Coefficient de perte de charge en fonction de z/d Influence de la température de paroi

- (a) Tp/To= 1.5
- (b) Tp/To= 2.0
- (c) Tp To= 3.0

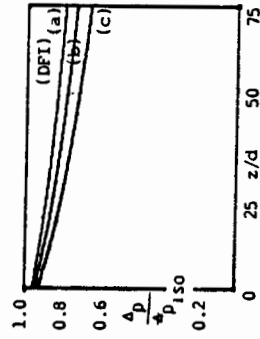


FIGURE 12

Perte de charge globale en fonction de z/d Influence de la densité de flux

- (a) Qp=17kw/m²
- (b) Qp=24kw/m²
- (c) Qp=34kw/m²



FIGURE 13

Perte de charge globale en fonction de z/d Influence de la température de paroi

- (a) Tp/To= 1.5
- (b) Tp/To= 2.0
- (c) Tp/To= 3.0

CONVECTION LAMINAIRE OU TURBULENTE D'UN FLUIDE RHEOFLUIDIFIANT
 EN CANAL RECTANGULAIRE

SOURLIER P., DEVIENNE R., LEBOUICHE M.
 UNIVERSITE NANCY I - L.E.M.T.A. - C.N.R.S. - U.A.875
 B.P. 3137 - 54013 NANCY

SOMMAIRE : On étudie l'incidence d'un champ thermique imposé sur la distribution des vitesses ainsi que sur la perte de charge pour un écoulement laminaire ou turbulent de fluides thermodépendants. On propose ensuite des lois de transfert de chaleur pour l'écoulement laminaire prenant en compte les variations des propriétés rhéologiques des fluides avec la température. Pour l'écoulement turbulent, on montre que les corrélations classiques sont satisfaisantes.

SUMMARY : We study the influence of an imposed heat flux on velocity distribution and friction factors for laminar or turbulent flow of thermodependant fluids. For laminar flow, we propose heat transfer correlations taking account of the variations of rheological properties of the fluids with temperature. Concerning the turbulent flow, classical correlations are convenient.

1. INTRODUCTION

Le développement industriel des échangeurs de chaleur à plaques est considérable, notamment dans le domaine agro-alimentaire où les fluides sont très visqueux et souvent non newtoniens. Or, on ne dispose pas à ce jour de corrélations fiables permettant un dimensionnement correct de ces échangeurs pour de tels fluides. En effet, celui-ci se fait à partir de corrélations ne tenant souvent que très peu compte du caractère non newtonien ou de l'influence du champ thermique sur la viscosité. Une prédiction réaliste du transfert thermique au sein de ces fluides complexes exige la connaissance préalable de leurs propriétés thermophysiques et en particulier de la loi de comportement $\tau=f(\dot{\gamma}, T)$. En effet celle-ci joue un rôle important puisque les caractéristiques des écoulements et les phénomènes de transfert (de chaleur ou de masse) qui y sont associés en dépendent beaucoup.

Dans notre étude, nous nous trouvons dans une situation commune à beaucoup de problèmes industriels où le couplage des phénomènes dynamiques et thermiques est un aspect essentiel et où il s'agit de prendre en compte les propriétés thermorhéologiques des produits traités.

Afin de comprendre les mécanismes de base, nous avons retenu dans un premier temps l'écoulement dans un canal rectangulaire lisse. En premier lieu, nous avons caractérisé l'écoulement lui-même : détection des changements de régime par le biais des mesures de pertes de charge, établissement des profils de vitesse isothermes. Dans un second temps, nous avons étudié l'influence d'un gradient thermique sur la structure du

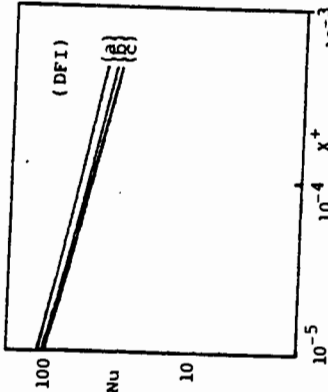


FIGURE 14

Nombre de Nusselt en fonction de x^+

Influence de la densité de flux de chaleur

- (a) Re=37 Qp= 45 kw/m²
- (b) Re=37 Qp= 34 kw/m²
- (c) Re=37 Qp= 17 kw/m²

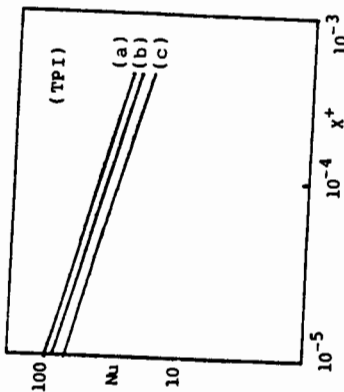


FIGURE 15

Nombre de Nusselt en fonction de x^+

Influence de la température de paroi

- (a) Re=37 Tp/To= 3.5
- (b) Re=37 Tp/To= 2.5
- (c) Re=37 Tp/To= 1.5

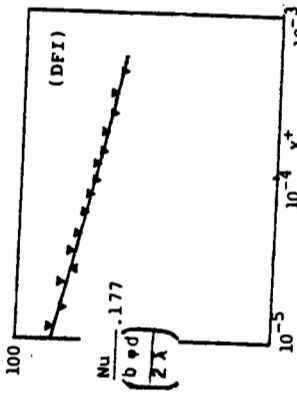


FIGURE 16

Nombre de Nusselt corrigé en fonction de x^+

- Re= 10 ; 37 ; 400
- Qp= 17 ; 24 ; 34 ; 45 kw/m²

▼ Expérience

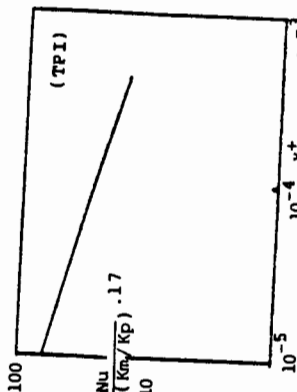


FIGURE 17

Nombre de Nusselt corrigé en fonction de x^+

- Re=10 ; 37 ; 400 ; 1000
- Tp/To= 1.5 ; 2.0 ; 2.5 ; 3.5

ne pose pas de difficulté, en revanche, pour les fluides pseudo-plastiques, la sensibilité de la viscosité apparente à la vitesse de cisaillement nécessite une autre définition du nombre de Reynolds. Parmi toutes les définitions existant dans la littérature (cinq recensées par Cho et al 1982) la plus utilisée est celle préconisée par Metzner et Reed 1955 pour le tube circulaire, qui permet d'obtenir en régime laminaire une courbe de frottement unique, que le fluide soit newtonien ou pseudoplastique et ce, quel que soit l'indice de structure n . Cette démarche a été reprise par Gupta 1983 dans le cas des plaques parallèles. Guidés par ces travaux, nous avons défini un nombre de Reynolds généralisé Re' propre à notre géométrie :

$$Re' = \frac{\rho U_d^{2-n} D^n}{K \left(\frac{2n+1}{3n} \right)^n A^{n-1}}$$

Dans cette expression, la constante A est calculée de manière à ce que, pour un écoulement laminaire de fluide newtonien, on retrouve la loi classique :

$$f = \frac{A}{2 Re}$$

Dans notre cas, pour un rapport d'aspect de 0.05, la constante A devrait être théoriquement égale à 11.9 (Natarajan et al 1972).

L'ensemble des résultats expérimentaux concernant l'évolution du coefficient de frottement est présenté sur la figure 4. L'évolution de ce coefficient de frottement pour le fluide newtonien nous permet de distinguer les trois régimes d'écoulement :

Jusqu'à $Re=1700$, le régime est laminaire

Entre $Re=1700$ et 3000 , le régime est transitoire.

Au delà de $Re=3000$, le régime d'écoulement est turbulent.

En régime laminaire, la meilleure corrélation au sens des moindres carrés est

$$f = \frac{27.9}{Re'^{0.84}}$$

L'écart à la loi classique $f = Cste/Re$ est faible, mais significatif. Il peut être attribué à l'existence de zones singulières dans les quatre coins du canal rectangulaire.

Cette relation nous permet de déterminer la valeur A intervenant dans la définition du nombre de Reynolds généralisé : $A=13.95$.

Les résultats obtenus avec la C.M.C. sont également présentés figure 4. On remarquera que l'utilisation de ce nombre de Reynolds généralisé proposé par Metzner et Reed 1955 ne convient pas tout à fait pour $Re' < 500$. Au delà de ce nombre, les deux courbes sont confondues. On remarquera également l'influence de l'indice de structure n sur le changement de régime : l'apparition du régime transitoire est retardée lorsque n diminue.

4.2. Résultats relatifs au régime laminaire.

Les résultats concernent la zone d'établissement du régime thermique, le régime d'écoulement étant quant à lui établi à l'entrée de la veine de mesure.

Profils de vitesse en isotherme : Le régime dynamique est établi avant l'entrée dans la veine d'expérience. On note un déficit de vitesse dans la région proche des parois latérales, déficit qui est compensé par une

champ dynamique (en régimes laminaire et turbulent) ainsi que sur la perte de charge (en régime laminaire).

Pour le régime laminaire, nous proposons deux corrélations présentant les variations du nombre de Nusselt Nu en fonction d'un groupement adimensionnel de position X' et d'un autre groupement adimensionnel caractérisant le comportement du fluide lui-même.

En régime turbulent, nos résultats expérimentaux sont assez bien corrigés par les lois usuelles de transfert de chaleur.

2. DISPOSITIF EXPERIMENTAL ET MOYENS DE MESURE

Il s'agit d'un circuit fermé dans lequel le fluide est mis en mouvement par une pompe volumétrique à vitesse variable.

Un échangeur de chaleur permet de maintenir une température constante à l'entrée de la zone chauffée. La veine de mesure proprement dite est constituée de trois tronçons identiques en laiton, de section rectangulaire ($0.2 \times 0.01m$) et de longueur $L=0.408m$, portant sur leur face externe un bobinage résistif. Pour éviter les pertes thermiques vers l'extérieur, l'ensemble est calorifugé par une couche d'air et une enveloppe épaisse en P.M.M.

Des thermocouples placés en paroi le long de l'écoulement, nous renseignent sur l'évolution de la température de cette paroi, ce qui permet d'accéder au coefficient d'échange de chaleur local. D'autre part, l'installation autorise la mise en oeuvre de la vélocimétrie LASER à effet Doppler pour les mesures locales de la vitesse en amont et en aval de la veine de mesure. Le débit exact du fluide est déterminé par un débitmètre électromagnétique.

3. FLUIDES UTILISES

Nous avons utilisé un fluide considéré comme étant un bon modèle de ceux rencontrés dans l'industrie agro-alimentaire, en l'occurrence une solution de carboxyméthylcellulose (C.M.C.) à différentes concentrations pour couvrir les régimes laminaire et turbulent (entre 0,5 et 3% en masse). Ce produit a été choisi en raison de sa forte viscosité, de sa forte thermodépendance et de sa transparence au rayonnement laser. La caractérisation rhéologique a été effectuée dans un viscosimètre à cylindres coaxiaux et des rhéogrammes à différentes températures sont présentés figure 1 en coordonnées logarithmiques.

Une loi de comportement du type Ostwald $\tau = K \dot{\gamma}^n$ a été retenue, où K et n sont respectivement les indices de consistance et de structure du fluide. Ces deux paramètres sont des fonctions de la température et dans le domaine compris entre 10 et 50°C, on peut écrire :

$$K = a_1 e^{-b_1/T} \quad n = a_2 e^{-b_2/T}$$

K est fortement thermodépendant, à l'inverse de n . (voir figure 2). Afin de différencier le caractère pseudoplastique de celui de la température, nous avons comparé nos résultats avec une solution newtonienne de sirop de glucose dont la viscosité μ est également fortement thermodépendante (voir figure 3). Sa loi de variation avec la température est également du type Arrhénius :

$$\mu = a_3 e^{-b_3/T}$$

4. RESULTATS EXPERIMENTAUX.

4.1. Coefficient de frottement. Détermination du nombre de Reynolds généralisé.

Si, pour les fluides newtoniens, la définition du nombre de Reynolds Re

augmentation de la vitesse dans la zone centrale du canal. De ce fait, les lois classiques théoriques donnant l'expression du profil de vitesse pour un fluide newtonien ou un fluide pseudoplastique en écoulement dans des plaques parallèles ne sont pas vérifiées, mais on s'en rapproche dans la zone centrale de la veine.

En revanche, nous avons vérifié que les profils de vitesse obtenus à différentes abscisses transversales z/D_h pour la solution newtonienne sont en accord avec les profils théoriques calculés pour un canal rectangulaire présentant le même rapport largeur/distance entre plaques (Natarajan et al 1972).

Y a réorganisation de l'écoulement : Sous l'action du champ thermique imposé, il y a réorganisation de l'écoulement liée à la variation des indices rhéologiques du fluide avec la température. Le chauffage provoque d'importantes variations radiales de la consistance au voisinage de la paroi d'échange. Il en résulte des modifications du profil de vitesse qui modifieront à leur tour le transfert de chaleur. Cette réorganisation s'effectue de façon similaire avec les deux fluides, se traduisant par un transfert de masse du coeur vers la périphérie dans les deux directions yy' et zz' . Le phénomène est d'autant plus marqué que la densité de flux de chaleur est grande (voir figures 5 et 6).

Profils de température : Nous présentons figure 7 et 8 des profils de température réduite dans la section de sortie pour la solution newtonienne à $x/D_h = 63$. Pour une densité de flux de chaleur constante, lorsque le nombre de Reynolds augmente, l'épaisseur de la couche limite thermique diminue. Ce même phénomène apparaît à nombre de Reynolds constant lorsqu'on augmente la densité de flux de chaleur en paroi.

Influence du chauffage sur la perte de charge : La chute de pression mesurée entre l'amont et l'aval de la zone de chauffage diminue en présence de chauffage. En effet, la résistance à l'écoulement chute lorsque la consistance du produit diminue. Nous avons essayé de prévoir la perte de charge lorsqu'un gradient thermique était imposé de prévoir la solution de C.M.C. à 1%. Pour plusieurs expériences, nous avons relevé l'évolution de la température de paroi le long de l'écoulement. Il nous a alors été possible de calculer une évolution de la température du film. En découpant la veine expérimentale en tronçons suffisamment petits pour y considérer comme constante cette température du film, et en utilisant l'expression donnant l'évolution du coefficient de frottement avec le nombre de Reynolds en isotherme, il est possible de calculer la chute de pression dans chaque tronçon ; les paramètres de alors déterminés à la température du film du tronçon considéré. En cumulant les pertes de charge le long de l'écoulement entre les deux prises de pression situées juste en amont et en aval de la section de chauffage et en comparant le résultat final à la valeur mesurée, on s'aperçoit que les deux grandeurs ne diffèrent jamais de plus de cinq pour cent. Il apparaît ainsi que la perte de charge associée à l'écoulement non isotherme peut être déterminée par intégration de la loi de frottement avec la température du film. La figure 9 permet de mesurer l'importance du phénomène. Sur cette figure, nous avons représenté pour une de nos expériences les évolutions des températures de paroi, de mélange et du film, ainsi que les évolutions en situation de chauffage, des pertes de charge par tronçon et cumulées rapportées à la valeur de la perte de charge isotherme correspondante (évaluée à la température d'entrée). Si on compare la valeur cumulée calculée de ce rapport (0.87) avec celle mesurée en sortie (0.89), l'écart n'est que de 2%.

Coefficient de transfert thermique dans la zone d'entrée. Etant données les grandes valeurs du nombre de Prandtl rencontrées, le régime

thermique n'est jamais établi en régime laminaire et il est préférable de donner l'évolution du nombre de Nusselt Nu en fonction d'un paramètre de position adimensionnel, le nombre de Cameron X^* . Afin de prendre en compte le caractère non newtonien d'une part et l'incidence du gradient transversal de température, on introduit souvent des facteurs correctifs (Mizushima et al 1967, Sieder et Tate 1936). Cependant, pour l'ensemble de nos résultats expérimentaux, il s'avère que l'emploi de ces facteurs correctifs n'est pas suffisant pour obtenir une relation précise entre Nu et X^* . Nous sommes ainsi conduits à introduire une grandeur adimensionnelle supplémentaire où interviennent la densité de flux de chaleur et les variations des propriétés physiques du fluide avec la température. Ce groupement proposé par Joshi et Bergles 1980 puis repris par Scirocco 1985 et Nouar 1986 est :

$$\frac{b\phi_p D_h}{2\lambda}$$

où b est la dérivée logarithmique de la consistance du fluide avec la température.

Corrélations proposées : Nos résultats sont présentés figure 10 et 11 pour la C.M.C. et le Glucose. Pour chacun de ces deux fluides, nous proposons deux corrélations, vérifiées à mieux de 10% près, valables chacune d'elle dans un domaine de X^* . En ce qui concerne la C.M.C., le nombre de Nusselt est proportionnel à :

$$\left(\frac{b_1 \phi_p D_h}{2\lambda}\right)^{0.177}$$

Ce résultat avait été également proposé par Scirocco 1985 et Nouar 1986.

$$C_1 : Nu = 0.622 \left(\frac{b_1 \phi_p D_h}{2\lambda}\right)^{0.177} (X^*)^{-0.13} \text{ pour } X^* < 4.10^{-4}$$

$$C_2 : Nu = 2.6 \left(\frac{b_1 \phi_p D_h}{2\lambda}\right)^{0.177} (X^*)^{-0.26} \text{ pour } X^* > 4.10^{-4}$$

Pour le glucose, l'exposant du groupement est 0,14 :

$$C_3 : Nu = 1.38 \left(\frac{b_2 \phi_p D_h}{2\lambda}\right)^{0.14} (X^*)^{-0.35} \text{ pour } X^* < 3.10^{-4}$$

$$C_4 : Nu = 2.99 \left(\frac{b_2 \phi_p D_h}{2\lambda}\right)^{0.14} (X^*)^{-0.26} \text{ pour } X^* > 3.10^{-4}$$

4.3. Résultats relatifs au régime turbulent.

Aspect dynamique : La figure 12 montre l'importance du changement de régime sur la distribution des vitesses.

Lors du passage au régime turbulent, l'augmentation de la diffusivité turbulente s'accompagne d'un aplatissement de plus en plus marqué du profil de vitesse au coeur de l'écoulement et d'une augmentation du gradient pariétal de vitesse.

Il est à noter qu'il n'existe pratiquement plus de déformation du profil de vitesse en sortie de la zone chauffée par rapport à celui relevé en isotherme (voir figure 13). Le gradient de température reste néanmoins important mais il n'est plus mesurable dans l'état actuel de l'instrumentation, car il est localisé très près de la paroi.

Aspect thermique : Nous avons reporté figure 14, pour trois de nos expériences, les évolutions spatiales du nombre de Nusselt. Nous remarquons qu'au delà d'une certaine abscisse $X_0 = 15D$, le nombre de Nusselt n'est que très faiblement fonction de la position axiale et il est alors possible d'introduire un nombre de Nusselt moyen, abstraction faite de la zone d'entrée :

$$\overline{Nu} = \frac{1}{L - X_0} \int_{X_0}^L Nu(x) dx$$

où L désigne la longueur totale de la section de chauffage. Les valeurs moyennes obtenues avec la C.M.C., le glucose et l'eau ont été comparées aux corrélations de Chilton Colburn et de Clapp 1961 (voir figure 15). Un meilleur accord semble apparaître avec la corrélation de Clapp, les nombres adimensionnels de Reynolds et de Prandtl étant déterminés à la température du film T_f :

$$T_f = \frac{1}{4} ((T_p + T_m)_{x_0} + (T_p + T_m)_L)$$

5. CONCLUSION

Cette étude expérimentale nous a permis d'effectuer des mesures simultanées de vitesse et de température pour un écoulement dans un canal de section rectangulaire. Les résultats obtenus montrent l'influence considérable du gradient thermique sur la distribution des vitesses en régime laminaire. Pour ce même régime, nous proposons deux corrélations du nombre de Nusselt valables chacune d'elle dans un domaine de x^* où apparaît un groupement adimensionnel supplémentaire par rapport aux lois usuelles. Ce groupement prend en compte la densité de flux de chaleur ainsi que les variations de la consistance avec la température.

Pour le régime turbulent, les corrélations habituelles demeurent valables à condition d'utiliser les nombres de Reynolds et de Prandtl généralisés selon Metzner et Reed, évalués à la température de film.

6. REFERENCES

- Cho, Y. I., Hartnett J.P. 1982. Non newtonian fluids in circular pipe flow. Adv. Heat Transfer. 15:67-69.
- Clapp, R.M. 1961. Turbulent heat transfer in pseudoplastic non newtonian fluids. Developments in Heat Transfer, part III : 652-661.
- Gupta, R.C. 1983. Research Report n°129, Dept of Math. National University of Singapore.
- Joshi, S.D., Bergles, A.E. 1980. Experimental Study of laminar heat transfer. 102 : 397-401.
- Metzner, A.B., Reed, J.C. 1955. Flow of non newtonian fluids correlation of the laminar, transition and turbulent flow regions. AICHE J.1 : 434.
- Mizushima, T., Ito, R., Kuriwake, Y., Yahikagawa, K. 1967. Boundary layer heat transfer in a circular tube to newtonian and non newtonian fluids. Kagaku Kagaku. 31 : 250.

Natarajan, N.M., Lakshmanan, S.M. 1972. Laminar flow in rectangular ducts. Prediction of velocity profiles and friction factors. Indian J. Technol. 10 : 435-438.

Nouar, C. 1986. Convection thermique pour un fluide rhéofluidifiant. Cas de l'écoulement de Couette-Poiseuille. Thèse de 3ème cycle. : Nancy INPL

Scirosso, V. 1985. Ecoulement et transfert de chaleur pour un fluide pseudoplastique dans la zone d'entrée d'un tube. Int. J. Heat Mass Transfer.

Sieder, Tate, 1936. Heat Transfer and pressure drops of liquids in tube. Ind. Eng. Chem. 38 : 1429.

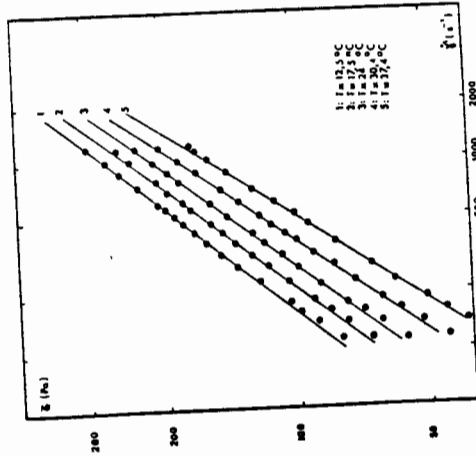


Figure 1 : Exemples de rhéogrammes pour la solution de C.M.C. à 3% à différentes températures.

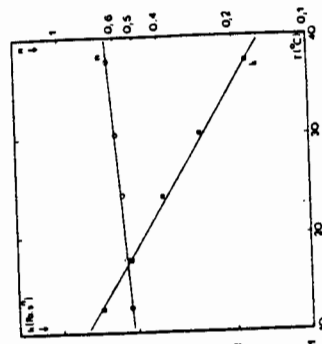


Figure 2: Variation de la consistance K (Pa.s) et de l'indice de structure $n(O)$ avec la température. (C.M.C. 3%)

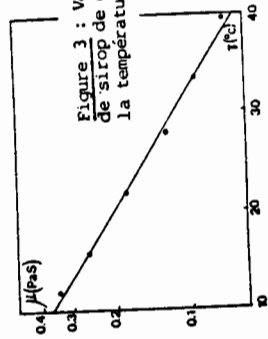


Figure 3 : Variation de la viscosité de la solution de sirop de glucose à 64.4 % de matière sèche avec la température.

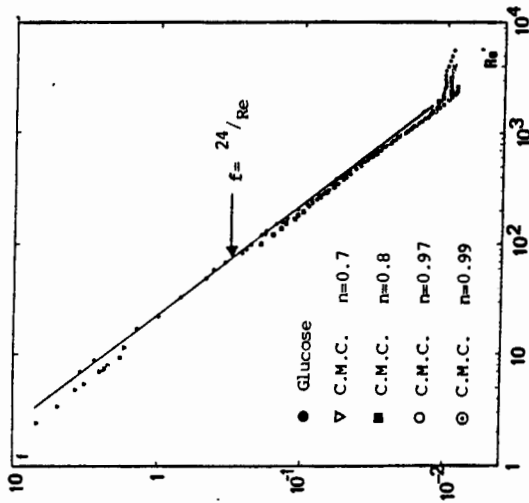


Figure 4: Evolution du coefficient de frottement f en fonction du nombre de Reynolds généralisé.

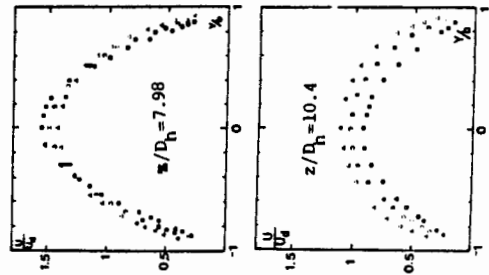


Figure 6: Effet d'un gradient transversal de température sur le profil des vitesses. (Glucose) $Re = 40$ ● Isotherme ○ $Re = 3500$ W/m² Δ $Re = 8200$ W/m²

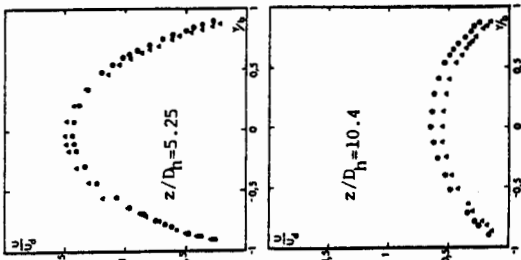


Figure 5: Effet d'un gradient transversal de température sur le profil des vitesses en aval du chauffage. (CMC)

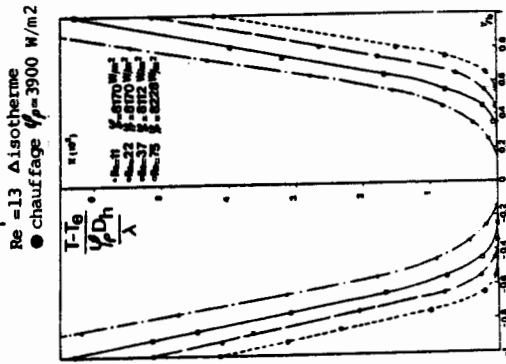


Figure 7: Profils réduits de température en fin de zone de chauffage à $x/D_h = 63$. Influence du nombre de Reynolds (Glucose)

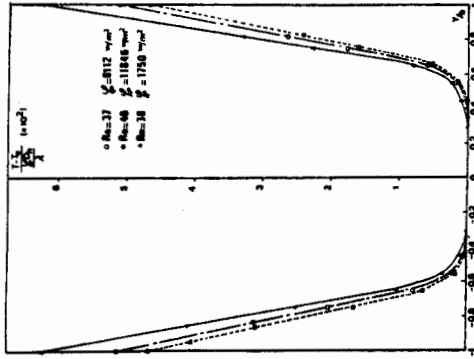


Figure 8: Profils réduits de température en fin de zone de chauffage à $x/D_h = 63$. (Glucose). Influence de la densité de flux de chaleur.

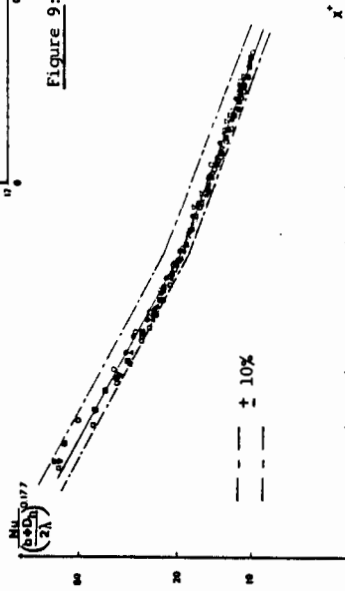


Figure 9: Evolution des températures : ● - de paroi ■ - de mélange ○ - du film ainsi que de lachute de pression : ▼ - locale □ - cumulée le long du chauffage

Figure 10: Comparaison entre nos résultats expérimentaux et les corrélations proposées. (C.M.C.)

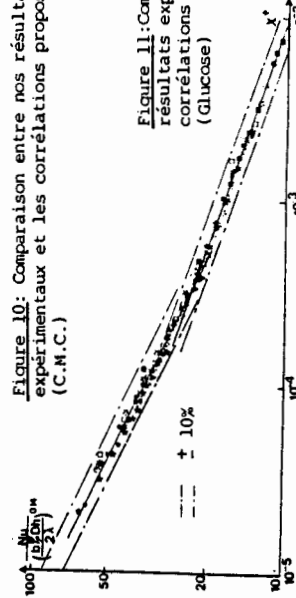
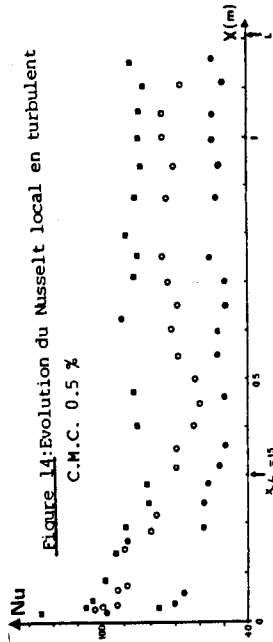


Figure 11: Comparaison entre les résultats expérimentaux et les corrélations proposées. (Glucose)

Figure 14: Evolution du Nusselt local en turbulent
 C.M.C. 0.5 %



- $\left\{ \begin{array}{l} Re = 4610 \\ Pr = 11817 \end{array} \right.$
- $\left\{ \begin{array}{l} Re = 3957 \\ Pr = 9775 \end{array} \right.$
- $\left\{ \begin{array}{l} Re = 2946 \\ Pr = 8024 \end{array} \right.$

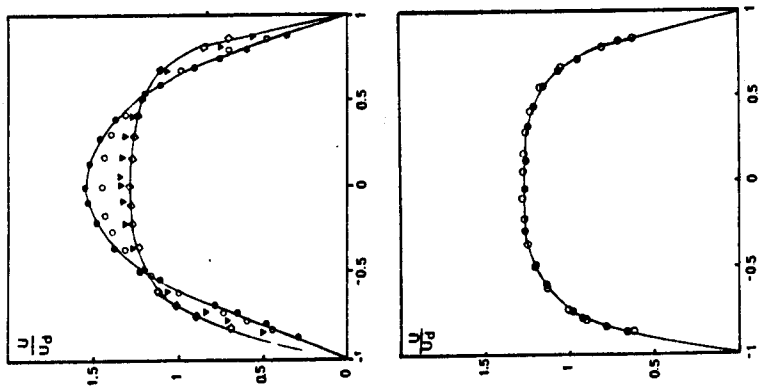


Figure 13: Influence du chauffage sur le profil de vitesse (CMC 0.5%)

- Isotherme $Re = 3938$
- Chauffage $\left\{ \begin{array}{l} Re = 3956 \\ Pr = 9775 \text{ W/m}^2 \end{array} \right.$

Figure 12: Evolution des profils de vitesse lors du passage du régime laminaire au régime turbulent. C.M.C. 0.5 %

- $Re = 1600$ ○ $Re = 2313$ ▼ $Re = 3217$ ◇ $Re = 3865$

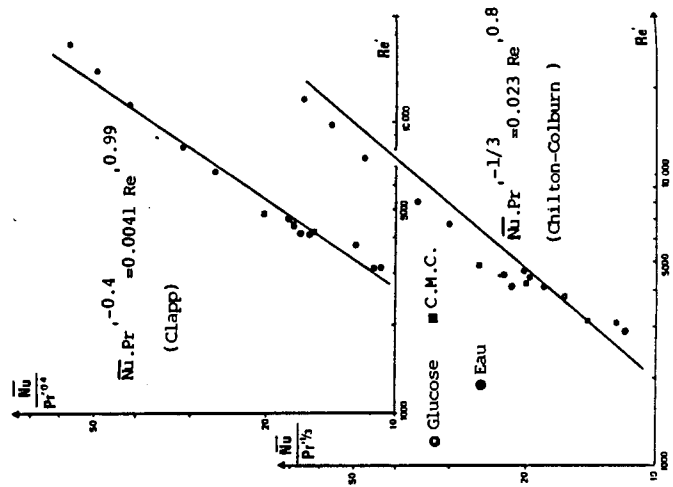


Figure 15: Evolution des nombres de Nusselt moyens. Comparaison entre nos résultats et deux corrélations empiriques.

EVOLUTION EN FONCTION DE LA TEMPERATURE DU COMPORTEMENT
 RHEOLOGIQUE D'UN BRUT PETROLIER

Gaston-Bonhomme Y., Gafo J.P., Ducia J.M. et Chevalier J.L.
 Laboratoire de Génie Chimique
 Ecole Supérieure de Chimie de Marseille
 Avenue Escadrille Normandø Niemen 13397 Marseille Cédex 13

SOMMAIRE

La température de cristallisation commençante d'un brut pétrolier est mise en évidence par l'apparition d'un comportement pseudo-plastique. Le modèle de Carreau qui considère le fluide comme un milieu homogène et le modèle de Quemada qui prend en compte le caractère biphasique sont en accord pour l'estimation des viscosités à gradients de vitesse nul et infini, par contre les temps caractéristiques du fluide ne correspondent pas.

SUMMARY

The pour point of a crude oil is marked by the advent of a pseudo-plastic behaviour. The Carreau's model which likens the fluid to an homogeneous medium and the Quemada's model which takes into account of the biphasic composition are in agreement for the estimation of the zero and infinite shear-rate viscosities, on the other hand the characteristic times of the fluid are not the same.

1. INTRODUCTION

Lors du refroidissement d'un pétrole brut se produit, à partir de la température de "pour point" une cristallisation progressive des paraffines. Le mélange initialement homogène se transforme en suspension; la connaissance de l'évolution de son comportement viscosimétrique en fonction de la température est indispensable pour assurer un dimensionnement correct des unités de pompage. Ce phénomène est particulièrement important dans le cas de plateforme off-shore. L'étude présentée a été réalisée en collaboration avec la Compagnie Française des Pétroles TOTAL.

2. ETUDE EXPERIMENTALE

2.1. Méthode de mesure

Pour mesurer l'évolution des contraintes de cisaillement en fonction des vitesses de cisaillement, nous avons utilisé un rhéomètre rotatif à cylindres coaxiaux RHEOMAT 30 de la Société CONTRAVES muni du système de mesure M.S.O.

Ce système de mesure à double entrefer permet une bonne thermostatisation de l'échantillon. Les dimensions de ce système de mesure sont les suivantes :

- Espace annulaire du godet : rayon interne : 23,0 mm
rayon externe : 25,0 mm
- Cylindre mobile : rayon externe : 24,5 mm
épaisseur : 1,0 mm
hauteur : 115 mm

Pour chaque essai le volume de remplissage nécessaire est de 20 ml.

Les mesures sont faites à la pression atmosphérique sur une plage de température allant de 65°C à 5°C.

Le bain thermostaté dans lequel plonge le système de mesure est réglé à $\pm 0,05^\circ\text{C}$; un courant d'eau glycolée provenant d'un cryostat réglé circule dans le serpentin de refroidissement.

Afin d'éviter une évolution de la composition de l'échantillon en cours de mesure, les essais sont effectués sur un produit préalablement dégazé à 65°C. Un tel traitement augmente sensiblement sa viscosité. L'échantillon est alors introduit dans le système de mesure à la température de 65°C, les mesures sont effectuées sur un même échantillon en diminuant la température de 5 en 5 degrés. La contrainte de cisaillement est mesurée à la température d'étude en fonction de la vitesse de cisaillement dans le domaine de 2,8 à 382 s^{-1} .

Une légère thixotropie apparaît aux températures inférieures à 25°C, due probablement à la cinétique de cristallisation des paraffines. Pour stabiliser le comportement jusqu'à disparition du caractère thixotrope, on maintient une vitesse de cisaillement constante de 382 s^{-1} pendant 10 minutes avant d'effectuer les mesures proprement dites à la valeur choisie du gradient de vitesse.

2.2. Résultats expérimentaux

Jusqu'à la température de début de cristallisation 26,5°C, le pétrole brut est newtonien (tableau 1). Dans ce domaine, les variations de la viscosité en fonction de la température peuvent être représentées par la loi exponentielle de Guzman-Andrade.

$$\eta = \eta_0 \cdot e^{\frac{-E}{RT}}$$

$$\eta = 9,53 \cdot 10^{-8} \text{ Pa.s} ; E = -28122 \text{ J.mole}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$$

T (°C)	65	60	55	50	45	40	35	30
$\eta \cdot 10^3 (\text{Pa.s})$	2,15	2,40	2,80	3,40	3,90	4,60	5,50	6,80

Tableau 1 : Viscosité en fonction de la température dans le domaine newtonien

En-dessous de 26,5°C le comportement de la suspension est du type pseudoplastique. La figure 1 représente l'évolution de la viscosité apparente du produit en fonction de la vitesse de cisaillement pour chaque température. Le tableau 2 représente l'évolution de la viscosité du produit en fonction de la température et de la vitesse de cisaillement.

$\dot{\gamma}$ (s^{-1})	Températures (°C)				
	25	20	15	10	5
382	8,70	11,3	16,1	23,0	32,5
281	8,90	11,6	16,6	24,0	35,1
207	9,00	11,9	17,1	25,0	37,1
152	9,10	12,3	17,7	26,4	39,3
112	9,20	12,6	18,2	27,7	42,2
82,4	9,30	12,9	19,1	29,7	46,6
60,6	9,40	13,4	20,0	32,2	51,2
32,8	9,50	14,0	22,5	38,3	64,9
17,7		14,7	25,9	50,0	86,8
9,60		16,2	33,9	70,0	126
5,20			42,6	105	199
2,81			58,0	185	338

Tableau 2 : Viscosité apparente (mPa.s) en fonction de la température

Le faisceau de courbes de la figure 2 caractérise le comportement de l'échantillon en fonction du refroidissement.

3. MODELISATION

3.1. Modèle de Carreau

La première tentative de modélisation des rhéogrammes a été réalisée par le modèle de Carreau 1968 :

$$\eta = \eta_\infty + (\eta_0 - \eta_\infty) [1 + (t \dot{\gamma})^2]^s$$

A chaque température, on résoud le système de 4 équations ($\dot{\gamma}_p$ étant le nombre de points expérimentaux) à 4 inconnues (η_∞ , η_0 , t et s) par la méthode de Newton-Raphson avec pour critère de convergence la somme des carrés des écarts entre les valeurs expérimentales et calculées de la viscosité. Parmi l'ensemble des solutions possibles, la solution retenue est choisie en fonction de l'écart absolu moyen et du coefficient de détermination.

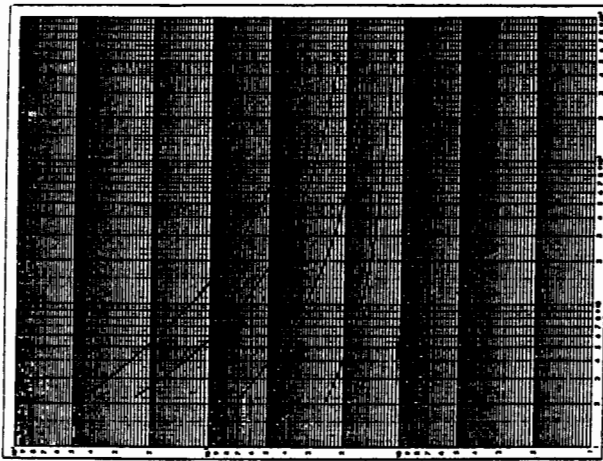


Figure 1 : Viscosité apparente en fonction de la vitesse de cisaillement à différentes températures.

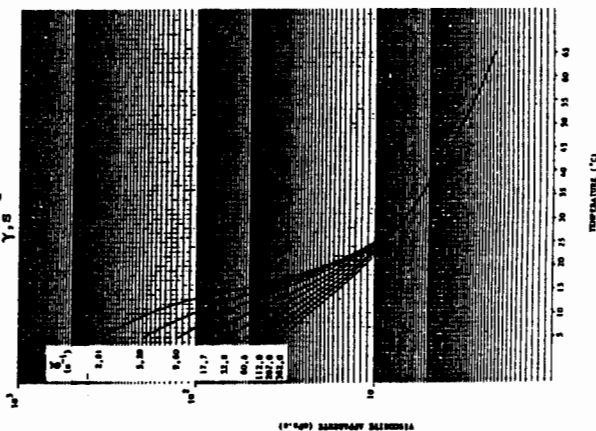


Figure 2 : Viscosité apparente en fonction de la température et de la vitesse de cisaillement.

Les variations des paramètres η_{∞} , η_0 et t en fonction de la température (tableau 3) semblent cohérentes à l'exception de la valeur de η_{∞} à 25°C qui est beaucoup trop faible par rapport à la valeur de la viscosité du solvant à cette température. En effet, même si l'on fait l'hypothèse d'une réduction sensible de la viscosité du solvant résultant de la cristallisation des constituants les plus lourds du mélange, celle-ci ne peut être aussi faible à cette température.

Quant à l'indice de comportement déduit des valeurs de s , il atteint à 10°C et 5°C des valeurs anormalement faibles, incompatibles avec celles obtenues avec la loi d'Ostwald De Waele, même si l'on admet que le domaine expérimental de vitesse de cisaillement n'est pas suffisamment étendu dans la plage correspondant aux variations linéaires de la fonction $\text{Log } \eta = f(\text{Log } \dot{\gamma})$.

T (°C)	$\eta_0 \times 10^3$ Pa.s	$\eta_{\infty} \times 10^3$ Pa.s	t	s	EAM %	n Carreau	n Ostwald
5	1088	32,9	1,23	- 0,48	3,0	0,04	0,54
10	544	23,5	1,26	- 0,49	3,1	0,03	0,60
15	73,0	6,4	0,83	- 0,19	8,0	0,62	0,75
20	20,4	9,9	0,39	- 0,18	1,3	0,78	0,91
25	9,55	0,53	0,02	- 0,02	0,9	0,96	0,96

Tableau 3 : Valeurs des paramètres du modèle de Carreau. Comparaison des valeurs de l'indice de comportement issues des modèles de Carreau et d'Ostwald De Waele.

Nous avons donc tenté de décrire les rhéogrammes par le modèle de Quemada 1977, 1978a,b :

$$\eta = \eta_F \left[1 - \frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c} k(\phi, \dot{\gamma}, T) \right]^{-2}$$

qui présente l'avantage de prendre en compte le caractère biphasique du milieu. Dans cette expression k est un paramètre rendant compte de la structure de la dispersion :

$$k = k_0 + \frac{k_{\infty} - k_0}{1 + \frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c}}$$

$$\text{où } \dot{\gamma}_c = \frac{KT}{4\eta_{F,a}^3}$$

$$\text{avec } k_0 = \lim_{\dot{\gamma} \rightarrow 0} k \quad \text{et} \quad k_{\infty} = \lim_{\dot{\gamma} \rightarrow \infty} k$$

Les résultats théoriques concernant les suspensions diluées de sphères mono-dispersées (Quemada 1977, 1978a,b) permettent d'exprimer la vitesse de cisaillement critique $\dot{\gamma}_c$ en fonction de k la constante de Boltzmann et a le rayon des sphères en suspension.

Ce modèle a été utilisé avec succès pour d'autres types de suspension de paraffines (Flaud et al. 1984).

Dans notre cas particulier, ne connaissant pas la fraction volumique ϕ des particules en suspension, seuls les produits ϕk_0 et ϕk_m peuvent être obtenus en introduisant dans le programme de calcul le modèle sous la forme suivante :

$$\eta = \eta_F \left[1 - \frac{1}{2} \left(\frac{\phi k_0 \dot{\gamma}_c + \phi k_m \dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c + \dot{\gamma}} \right) \right]^{-2}$$

La valeur de ϕk_m est fixée à priori pour calculer les deux autres paramètres ϕk_0 et $\dot{\gamma}_c$. Pour chaque valeur de ϕk_m , la solution est optimisée en fonction de l'écart absolu moyen et du coefficient de détermination. On obtient ainsi un ensemble de solutions à chaque température; elles sont présentées dans le tableau 4 à 5°C à titre d'exemple. On observera le minimum sur la valeur de l'écart absolu moyen qui sera donc le critère de choix de la solution unique à chaque température (tableau 5). Ensuite il est possible de recalculer les valeurs des viscosités à vitesse de cisaillement nulle et infinie du modèle de Carreau :

$$\eta_0 = \eta_F (1 - \frac{\phi k_0}{2}) \quad \text{et} \quad \eta_\infty = \eta_F (1 - \frac{\phi k_m}{2})$$

ϕk_m	ϕk_0	$\dot{\gamma}_c$	EAM %	$\eta_m \times 10^3$ Pa.s	η_0 Pa.s
0,40	1,56	32,8	7,63	28,3	375
0,46	1,62	23,1	6,02	30,6	510
0,48	1,65	20,3	5,07	31,4	606
0,50	1,66	19,5	4,61	32,2	628
0,52	1,69	17,2	4,74	33,1	731
0,54	1,71	15,2	4,39	34,1	857
0,56	1,72	14,4	4,74	35,0	899
0,60	1,77	11,5	6,88	37,0	1371
0,80	1,63	9,9	31,7	50,4	536

Tableau 4 : Valeurs des paramètres du modèle de Quemada en fonction de l'écart absolu moyen sur les viscosités à 5°C. Valeurs des viscosités à vitesses de cisaillement nulle et infinie du modèle de Carreau déduites des précédentes.

T °C	ϕk_m	ϕk_0	$\dot{\gamma}_c$ s ⁻¹	s	EAM %	$\eta_m \times 10^3$ Pa.s	η_0 Pa.s
5	0,540	1,71	15,2	15,2	4,39	34,0	857
10	0,420	1,65	11,9	17,8	3,52	23,4	480
15	0,300	1,31	9,88	20,4	2,09	16,5	98,5
20	0,080	0,458	77,3	11,0	1,23	10,6	16,4
25	0,020	0,183	254	7,96	0,24	8,19	9,72

Tableau 5 : Valeurs des paramètres du modèle de Quemada en fonction de la température. Rayon moyen des sphères en suspension. Ecart absolu moyen entre les viscosités expérimentales et calculées. Valeurs de η_m et η_0 du modèle de Carreau issues de celles de Quemada

T °C	$\eta_0 \times 10^3$ Pa.s	$\eta_m \times 10^3$ Pa.s	t s	s	EAM %	n
5	857	34,0	0,897	- 0,504	3,69	?
10	480	23,4	0,887	- 0,53	3,72	?
15	98,5	16,5	0,696	- 0,43	2,29	0,15
20	16,4	10,6	0,065	- 0,28	1,36	0,44
25	9,72	8,2	0,034	- 0,14	0,73	0,72

Tableau 6 : Valeurs de t et s du modèle de Carreau calculées à partir de η_0 et η_m issues du modèle de Quemada. Ecart absolu moyen entre les viscosités expérimentales et calculées. Indice de comportement calculé à partir de s.

Les figures 3 et 4 montrent que les deux modèles sont en accord pour l'estimation de η_0 et η_m . Mais ils présentent un écart systématique pour la détermination de la vitesse de cisaillement critique $\dot{\gamma}_c$, point d'inflexion de la courbe représentative de la fonction $\eta(\dot{\gamma})$:

$$\dot{\gamma}_c = \frac{1}{t} \left(\frac{1}{1-2s} \right)^{0,5}$$

3.3. Influence de la température sur la vitesse de cisaillement critique

Lorsque la température diminue, le rapport $KT/4\eta_F$ diminue si l'on admet que la variation de la composition du fluide est négligeable. De plus les lois de la cristallisation imposent un accroissement de la taille des particules lorsque l'on refroidit le milieu. Dans ces conditions on devrait observer une diminution de $\dot{\gamma}_c$, or la figure 5 met en évidence un minimum aux environs de 15°C, ce qui signifie que la taille moyenne des particules diminue en deçà de cette température.

Ceci peut être expliqué par un phénomène d'attrition dû à l'établissement d'une vitesse de cisaillement constante pendant toute la durée du refroidissement. Ainsi à partir d'une certaine fraction volumique de cristaux, la vitesse d'attrition deviendrait supérieure à la vitesse de croissance des cristaux. Il apparaît donc que la valeur de la vitesse de cisaillement critique et par suite la taille des particules est étroitement reliée d'une part, au mode de refroidissement statique ou dynamique et dans ce dernier cas à la vitesse de cisaillement établie entre deux températures et d'autre part, à la géométrie du système de mesure utilisé, en particulier à la valeur de l'espace annulaire entre le godet et le modèle.

4. CONCLUSION

En conclusion, l'étude rhéologique d'un pétrole brut en fonction de la température permet une détermination précise du "pour point" et fournit des informations directement exploitables par les services de Génie des Procédés.

De plus le comportement de ce milieu qui devient progressivement biphasique au fur et à mesure que la température décroît est bien décrit par le modèle de Quemada, mais conduit à une anomalie sur l'estimation de l'indice de comportement à partir du modèle de Carreau.

Enfin, il apparaît clairement que la taille des particules en suspension, et par conséquent la vitesse de cisaillement critique, sont étroitement liées au type de système de mesure utilisé.

5. SYMBOLES

- a rayon moyen des sphères en suspension
- E énergie d'activation de l'équation de Guzman-Andrade
- K constante de Boltzmann
- k paramètre du modèle de Quemada
- k_0 lim $k \rightarrow 0$
- k_∞ lim $k \rightarrow \infty$
- R constante des gaz parfaits
- s exposant du modèle de Carreau
- T température
- t temps caractéristique du modèle de Carreau
- η viscosité apparente
- η^* constante de l'équation de Guzman-Andrade
- η_f viscosité du fluide suspendant
- η_0 viscosité à vitesse de cisaillement nulle
- η_∞ viscosité à vitesse de cisaillement infinie
- ϕ fraction volumique des particules en suspension
- $\dot{\gamma}$ vitesse de cisaillement
- $\dot{\gamma}_c$ vitesse de cisaillement critique

6. REFERENCES

Carreau, P.J. 1972. Trans. Soc. Rheol. 16 (1), 99
 Flaud, P., Schwartsman, S. et Quemada, D. 1984. Thermique des Liquides Complexes. La Baule 24 Sept. 117
 Quemada, D. 1977. Rheol. Acta. 16, 82
 Quemada, D. 1978a. Rheol. Acta. 17, 632
 Quemada, D. 1978b. Rheol. Acta. 17, 643.

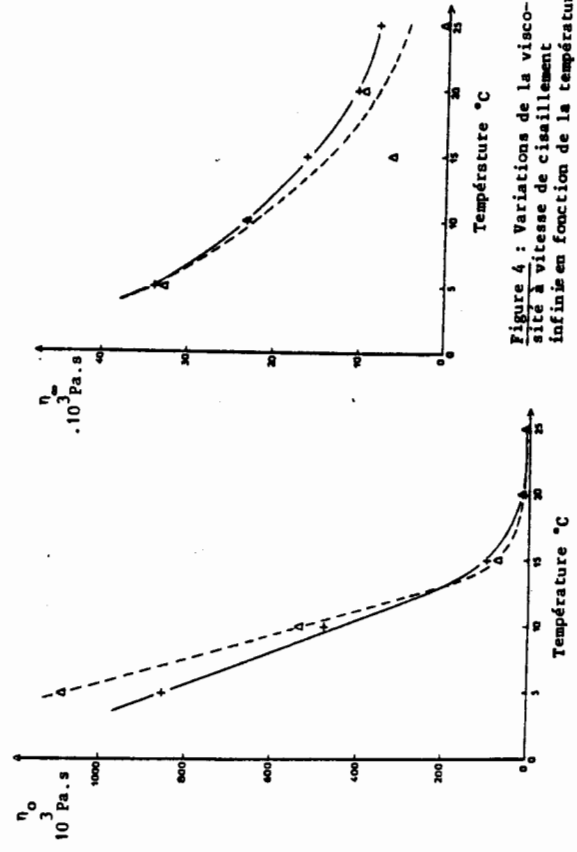


Figure 3 : Variations de la viscosité à vitesse de cisaillement nulle en fonction de la température
 + : modèle de Quemada
 Δ : modèle de Carreau

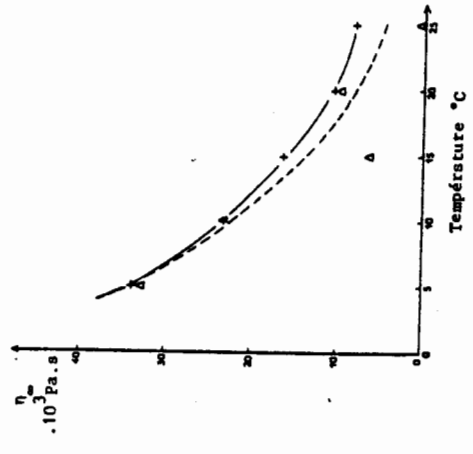


Figure 4 : Variations de la viscosité à vitesse de cisaillement infinie en fonction de la température
 + : modèle de Quemada
 Δ : modèle de Carreau

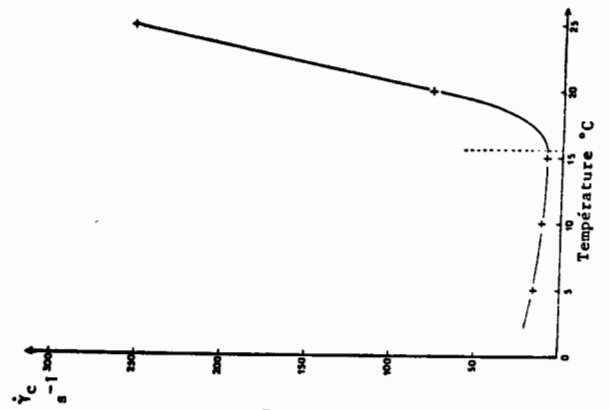
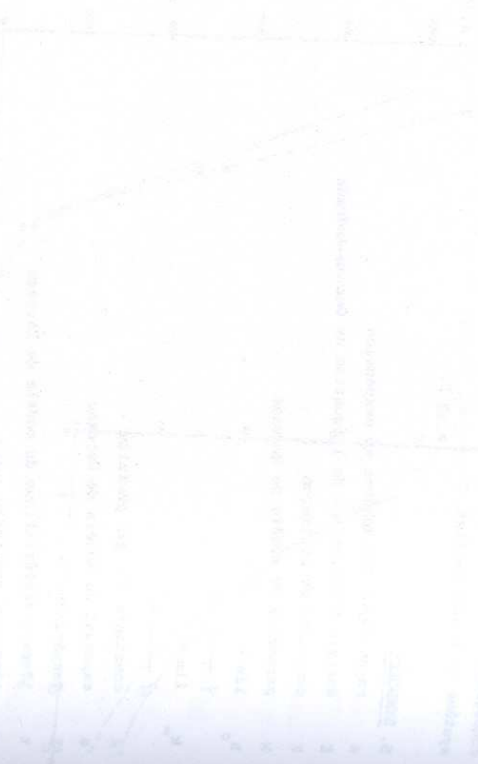


Figure 5 : Variations de la vitesse de cisaillement critique en fonction de la température



The temperature of the water in the tank was recorded at intervals of 10 minutes. The temperature started at 100 degrees Fahrenheit at 10:00 AM and decreased to 60 degrees Fahrenheit by 1:00 PM. The rate of cooling was faster initially and then slowed down as the water approached room temperature.



The temperature of the water in the tank was recorded at intervals of 10 minutes. The temperature started at 60 degrees Fahrenheit at 1:00 PM and increased to 100 degrees Fahrenheit by 4:00 PM. The rate of heating was faster initially and then slowed down as the water approached room temperature.

SEPTIEME SESSION

On the 7th day of the experiment, the temperature of the water in the tank was recorded at intervals of 10 minutes. The temperature started at 100 degrees Fahrenheit at 10:00 AM and decreased to 60 degrees Fahrenheit by 1:00 PM. The rate of cooling was faster initially and then slowed down as the water approached room temperature.

The temperature of the water in the tank was recorded at intervals of 10 minutes. The temperature started at 60 degrees Fahrenheit at 1:00 PM and increased to 100 degrees Fahrenheit by 4:00 PM. The rate of heating was faster initially and then slowed down as the water approached room temperature.

Rhéologie des fluides industriels
22^e Colloque du Groupe Français de Rhéologie
Toulouse - 16-18 novembre 1987 -

CHARACTERIZATION OF INDUSTRIAL SUSPENSIONS
WITH DYNAMIC MECHANICAL TESTING

STARITA J. M.
RHEOMETRICS
ONE POSSUMTOWN ROAD
PISCATAWAY, NJ 08854
U.S.A

1 CHARACTERIZATION OF SUSPENSIONS AND EMULSIONS

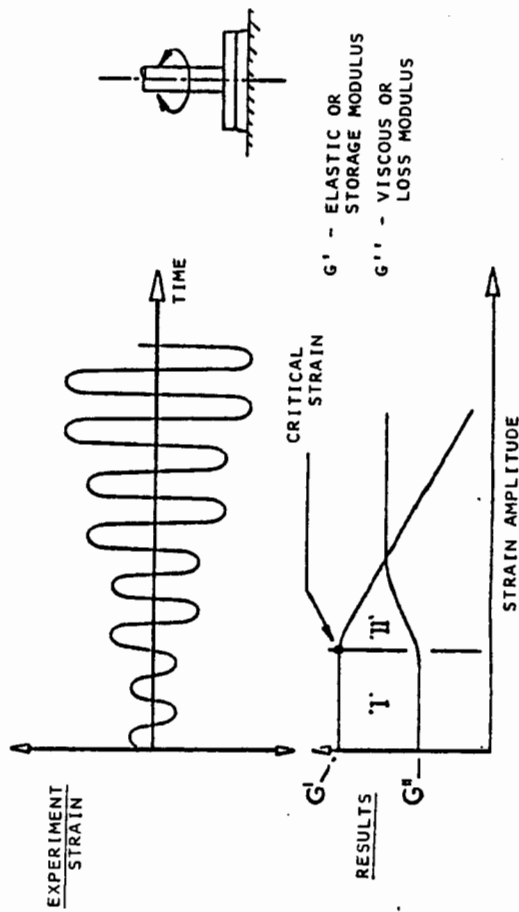
Suspensions are multiphase materials having a structure which is due to interactions of particles suspended in a viscous medium. Particle size, size distribution and deformability of the particle all contribute to how a material, such as bread dough, performs.

Companies, such as Pillsbury, utilize dynamic mechanical tests to develop better "pop-up" tarts, which are toasted in the home kitchen. General Foods use such techniques to determine the shelf life of doughs which are sold through supermarkets to the household consumers who bake the resulting Italian bread themselves.

Suspensions and emulsions will vary in stability depending on the interaction between particles as well as the size, distribution of size and deformability of particles. These interactions can be altered by electrostatic and/or steric stabilisation, so that electrostatic charge or long molecules can be introduced onto the surface of the particles to enhance the ability to overcome Van de Waals forces in the case where Brownian motion is not sufficient. The effect of these stabilisers can be studied utilising dynamic mechanical testing, for example, the separation of peanut butter, the shelf life of mayonnaise or the stability of salad dressing are studied and, often, predicted by Kraft, Best Foods and General Foods.

1.1 Theory

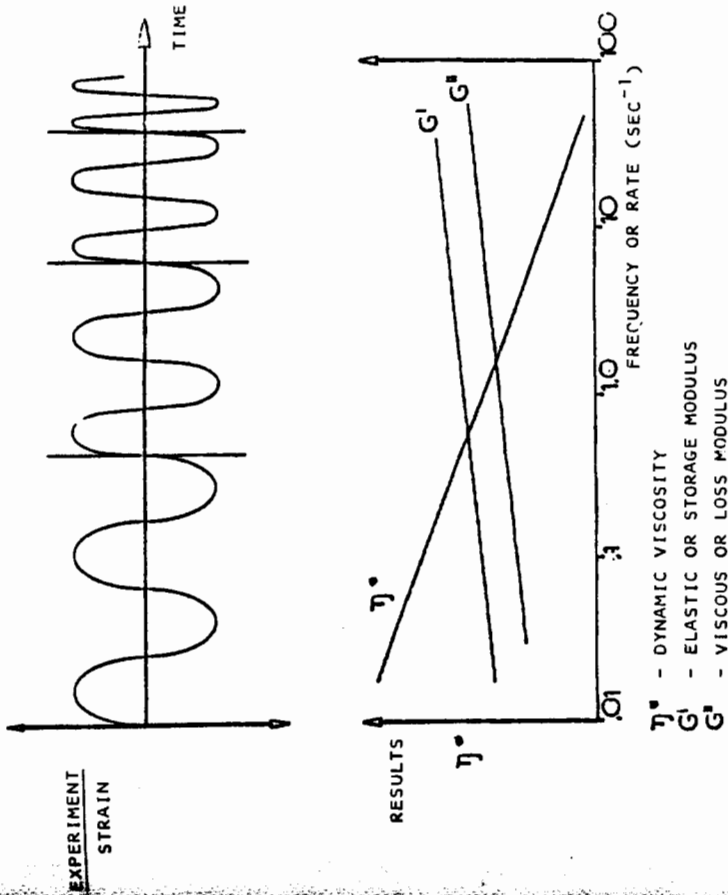
a) Structures of suspensions and emulsions are strain amplitude dependent so that this must be the first step in characterizing them. This means a strain sweep is required.



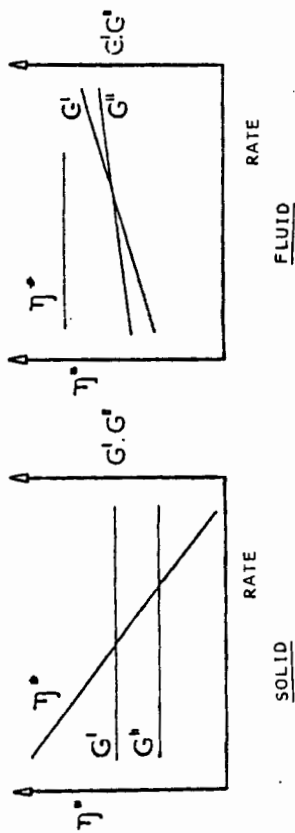
At small strains (Region I), the structure exhibits a relatively high modulus reflecting the particle-particle interactions. At high strain amplitudes the structure starts to break down at the critical strain. At high strain amplitudes (Region II), the structure is broken down due to the particle-particle interaction is disturbed.

If one has an electrostatically stabilised system, critical strains are in the order of 0.1% to 0.5%. This order of magnitude change is caused by the longer range influence of the steric stabiliser over the electrostatic charge.

b) Now that Region I is defined by the strain sweep, it is possible to characterize the structure itself by a frequency sweep at a strain amplitude lower than the critical strain.



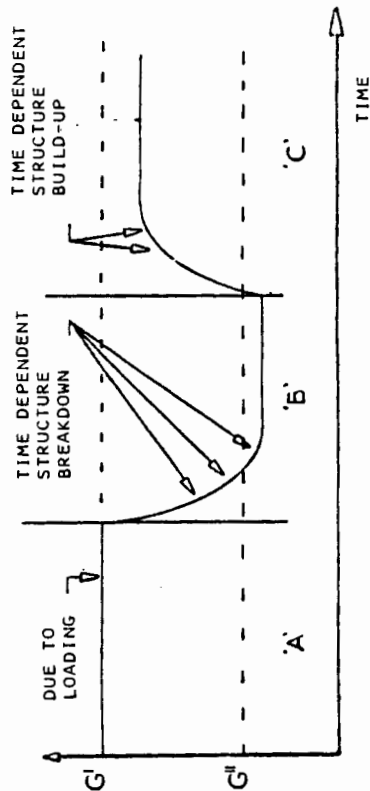
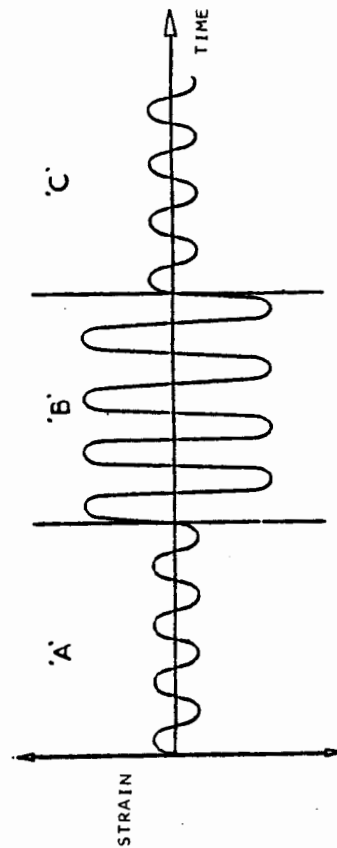
Please note that the elastic modulus G' is almost always independent of frequency as you would expect from a structured or solid-like versus a fluid-like material.



The viscosity (η^*) at the low strain amplitude (Region I), defines the time for separation. It is the viscosity of the structure at rest. The more frequency dependent the elastic modulus (G'), the more fluid like the material.

Note : The stress at the critical strain amplitude is analogous to a yield stress.

c) Normally, suspensions and emulsions are designed to flow or not to flow under varying conditions. How can this be tested? To accomplish this, it is necessary to characterize how the material breaks down and how its structure rebuilds itself. To do this, the following test is suitable :



RESULTS

In region "A", we see the initial effect of loading the sample. When the strain amplitude is greatly increased we can observe the time dependent decrease of the elastic modulus caused by the structure breakdown. This is analogous to what happens when squeezing toothpaste out of the tube or spreading butter on bread.

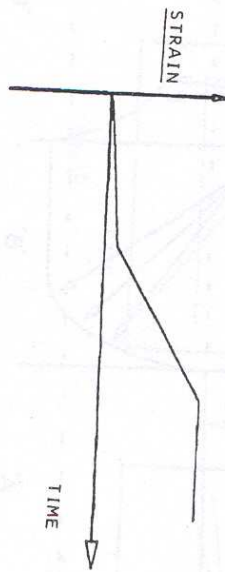
After the deformation is stopped (Region "C"), we can observe the rebuilding of the structure because we are at a strain low enough that the structure is not affected. As you might guess, complete recovering is sometimes not attained because permanent changes to the structure may result, as in the change of morphology of butter fat during spreading, in case a thermal cycle may be required to recover its original structure.

These tests can be carried out at different temperatures to simulate processing, baking or mouth-feel.

2. CONCLUSIONS

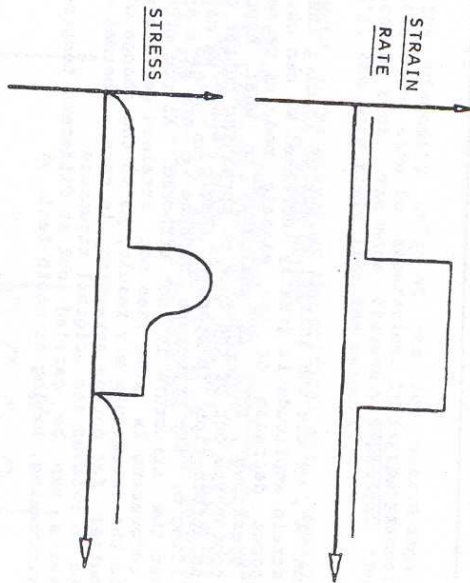
Dynamic mechanical testing techniques have unique advantages for characterizing suspensions and emulsions because the strain amplitude can be independently controlled. In this way the structure build-up, breakdown or recovery characteristics can be measured in real time, continuously.

RHEOMETRICS Fluids Spectrometer and Mechanical Spectrometer have the required capabilities, low torque sensitivity and high strain resolution that is essential for characterization of dispersions.

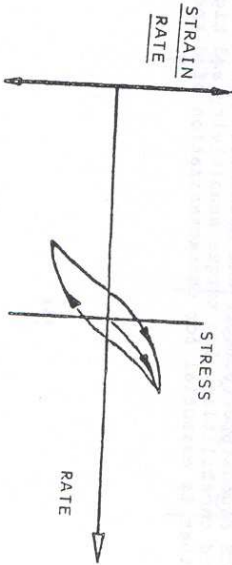


STEP STRAIN RATE

DISADVANTAGE
Structure is broken as soon as critical strain is exceeded. Normally, this is less than 1 second after the start of the test.



THIXOTROPIC LOOP OR HYSTERESIS



DISADVANTAGE
Results do not separate the contribution of the structure from the rate it breaks down or builds up.

3. TRADITIONAL METHODS

The traditional methods of characterizing the rheological properties of industrial dispersions include: hysteresis or thixotropic loop experiments and/or step strain rate experiments. Although the RHEOMERICS Fluids Spectrometer is capable of running both tests accurately and automatically, the latter method is thought to be superior because it incorrectly assumes that steady state shear experiments, at low strain rates (less than 1.0 sec^{-1}), can be utilised to characterize the structured materials and, at high shear rate, to break the structure.

The reality is that since structure breakdown occurs normally at around 1% or lower, even at a strain rate of 0.01 sec^{-1} , the test will not be valid after one second. This is because the magnitude of the strain will exceed the critical strain of 1% at this point.

In the hysteresis or thixotropic loop tests, the steady shear rate is ramped linearly with time, from zero to a positive value of rate and then decreased, linearly, through zero, to the negative value, only to increase again, through zero to start a new cycle. The hope is that the hysteresis is a measure of the non-linear behaviour. In reality, it yields very confusing results, since the measured stress in this method is a composite of the structure, the rate of Breakdown and the rate of restoring structure.

As a result, you have one resulting curve made up of three unknown components. The preferred method described above is designed to measure each component independently.

Rhéologie des Fluides Industriels
22^e Colloque du Groupe Français de Rhéologie
Toulouse - 16-18 novembre 1987 -

**MICROFLO, UNE ALTERNATIVE AUX GROS PROGRAMMES
DE CALCUL D'ÉCOULEMENT PAR ÉLÉMENTS FINIS**

Lucarelli J.F., Dr. Ir., C.R.I.F. Plastiques
B-4000 Liège (Belgique)

SOMMAIRE: les programmes de calcul des écoulements par éléments finis tournent en général sur grosses machines. MICROFLO est un programme qui a été conçu dès le départ pour micro-ordinateur, compensant leur lenteur relative par leur avantage principal à savoir leur disponibilité. Il abandonne le Fortran au profit du C et intègre toutes les fonctions de pré et post-traitement des données.

SUMMARY: flow simulation software using finite elements generally needs large computing facilities. The MICROFLO program has been conceived from the beginning on for microcomputers, which compensate for their lack of speed by their availability. MICROFLO has been written in C-language instead of FORTRAN and assumes all data pre and postprocessing functions.

1. CONCEPTION ORIGINALE DU LOGICIEL

Les gros programmes de calcul d'écoulement par élément finis nécessitent généralement des ordinateurs de dimension importante. Ces programmes connaissent peu de limitation au niveau de la taille des problèmes, car d'une part ils fonctionnent sur des machines extrêmement rapides et d'autre part le système d'exploitation gère totalement l'occupation des disques et de la mémoire (procédé de la mémoire virtuelle), ce qui minimise pour le programmeur les problèmes de résolution des gros systèmes numériques.

L'adaptation directe de tels logiciels sur des petites machines tels que les micro-ordinateurs compatibles est loin d'être immédiate, car la mémoire de ces machines est limitée (généralement 400.000 octets disponibles) et l'utilisation d'un FORTRAN classique génère des codes énormes, d'où une place résiduelle très faible pour les matrices et autres données.

Il semblait donc intéressant de développer pour microordinateur un logiciel qui aurait permis la résolution de problèmes de taille moyenne (jusqu'à 1000 noeuds, ce qui représente environ 2500 inconnues). La rapidité actuelle de ces machines devait permettre la résolution de ces problèmes en une dizaine d'heures, ce qui est peu comparé au temps nécessaire pour résoudre le même problème sur grosse machine en sous-traitance.

Ce logiciel devait être portable, c'est-à-dire s'adapter sans trop de problèmes sur d'autres matériels et sur d'autres systèmes d'exploitation. Il devait également fonctionner dans diverses configurations, et quelque soit la taille mémoire disponible.

Ce logiciel, baptisé MICROFLO, rassemble finalement les caractéristiques suivantes :

2.1. Structure du programme - gestion des tâches

MICROFLO utilise une facilité du C, à savoir la possibilité d'appeler des tâches différentes à partir d'un même programme. La racine (programme appelé au démarrage) n'est en fait qu'un menu qui appelle et exécute d'autres tâches. Parmi ces tâches, figure la génération des données, elle-même constituée par un menu, ou encore l'exécution d'un calcul, qui est un programme dont le seul but est d'appeler d'autres tâches : construction de matrices locales, assemblage de la matrice globale, résolution, ...

L'avantage de ce processus est évident : les programmes sont courts, laissant en mémoire une place suffisante pour les données. Les programmes les plus compliqués (calcul des matrices locales) sont aussi ceux qui demandent le moins de données, tandis que les plus simples et donc les plus courts (résolution matricielle) demandent le plus de place pour les données.

La mise au point du programme est aussi simplifiée, en ce sens que chaque programme peut être mis au point indépendamment.

Les communications entre les différents modules de calculs se fait par des fichiers temporaires, sous forme binaire ou non formatés (simple recopiage de la mémoire sur disque, dans formatage des valeurs).

L'inconvénient de la méthode provient du temps de chargement des programmes (qui reste inférieur à 1 % du temps de calcul) mais surtout du temps de lecture-écriture des données, qui pour les gros problèmes peut atteindre 20 % du temps de calcul.

Avec les systèmes d'exploitation actuels des microordinateurs (MS-DOS ver 3), seule une tâche peut fonctionner en même temps, les autres étant gelées. Ce n'est pas gênant du tout, sinon qu'on ne peut éditer des données ou examiner un résultat pendant un calcul. De même un seul calcul peut se faire à un moment donné. Avec les systèmes d'exploitation plus évolués, ces inconvénients disparaissent totalement. Le programme assure une protection des calculs en cours, empêchant par exemple de lancer deux fois la même résolution.

2.2 Gestion de la mémoire

Malgré la taille limitée des programmes de calcul, les matrices habituellement utilisées dans les programmes de calcul par élément finis ont peu de chance de tenir dans la mémoire des microordinateurs. (Le MS-DOS ne peut gérer que 640 Ko dont environ 400 disponible pour le programme et les données.) Ces matrices étant généralement de forme bande et symétriques, il est juste nécessaire de travailler sur la moitié de la bande, soit sur des matrices "trapèze". Le cas des matrices assymétriques est traité comme deux matrices trapèzes accolées. Le C permet d'allouer des tableaux bi-dimensionnels de forme quelconque, sans perdre de place en mémoire. On accède aux termes par la méthode de "double indirection" : un vecteur contient les adresses des lignes de la matrice qui peuvent avoir ainsi une longueur quelconque et être situées n'importe où en mémoire ; on lit l'adresse de la ligne désirée dans ce vecteur d'adresses, puis on avance dans la ligne jusqu'au terme désiré. La méthode est plus rapide que l'accès classique de type FORTRAN puisqu'il n'y a pas de multiplication à réaliser pour connaître le déplacement du terme recherché.

La figure 1 schématise le processus d'accès aux matrices pour une matrice trapèze.

Si la matrice ne peut pas résider totalement en mémoire, on effectue des lectures-écritures entre le disque et la mémoire, en manipulant la matrice par lignes entières. Les lignes sont écrites là où une place est libérée par une écriture antérieure, et le vecteur des adresses de ligne est mis à jour.

Dans ce but, le C permet d'allouer la mémoire par blocs de dimension quelconque (par exemple la place pour une ligne de matrice), en indiquant au programme le moment de l'épuisement de la mémoire. Cette opération est réalisée au moment de l'exécution, et non au moment de la compilation, ce qui fait que le programme s'ajuste de lui-même à la taille disponible, ce qui est intéressant lorsqu'on change la machine de configuration.

- Logiciel conçu pour microordinateur.
- Résolution des équations de Navier-Stokes en régime stationnaires.
- Résolution couplée des équations thermiques avec termes convectifs, conductifs et de génération interne par dissipation visqueuse.
- Domaine géométrique plan ou axisymétrique.
- Possibilité d'une vitesse ou d'un gradient de pression dans la troisième dimension.
- Traitement d'équations rhéologiques et thermiques non-linéaires.
- Logiciel intégré comprenant le pré-traitement (préparation des données) et le post-traitement (exploitation des résultats).
- Traitement graphique interactif de toutes les étapes de génération des données (réseau, conditions aux limites, ...) et de l'examen des résultats.
- Bibliothèque rhéologique couplée au programme, avec modules d'édition permettant le calcul automatique des lois constitutives à partir des points expérimentaux.
- Gestion automatique des noms de fichier, de leur archivage, ...
- Logiciel convivial fonctionnant par menus, avec possibilité d'aide en cours d'édition, ...

2. CARACTERISTIQUES INFORMATIQUES

Le choix du langage informatique s'est porté sur le C, langage en pleine expansion et particulièrement normalisé, ceci résultant des inconvénients suivants du FORTRAN :

- Langage fort éloigné du système, peu normalisé et donc peu portable dès qu'on s'éloigne des opérations classiques.
- Taille excessive des programmes générés.

- Et surtout, pas de gestion dynamique de l'allocation mémoire, ce qui nécessite une recompilation du programme pour chaque taille mémoire de l'ordinateur.

En échange, le C propose une grande portabilité dans les opérations d'entrée-sortie, ce qui est essentiel, d'une part pour la convivialité des logiciels, d'autre part pour une gestion précise des nombreux fichiers temporaires qui seront employés dans ce programme. Les programmes générés par le compilateur sont de taille réduites, et surtout le C permet la gestion complète du système, entre-autre la gestion des tâches et de la mémoire de la machine, ce qui va être largement exploité comme cela est expliqué ci-dessous.

Enfin, le C, par une manipulation très évoluée des pointeurs, permet de réaliser avec une efficacité maximum toutes les opérations vectorielles et matricielles. Ainsi, le produit scalaire de deux vecteurs ne demande aucun calcul d'indices, grâce à des variables appelées pointeurs qui "suivent" les termes du produit scalaire. Il en résulte, au niveau numérique, une efficacité au moins comparable au meilleur des FORTRAN.

Il faut cependant signaler quelques défauts du langage C, à savoir son faible niveau de protection, qui augmente la difficulté de mise au point (possibilité de nombreux effets de bords qui produisent des erreurs sans lien apparent entre la cause et l'effet), ou encore la nécessité d'optimiser le programme par le programmeur et non par le compilateur. A ce sujet, on peut dire que le C permet une meilleure optimisation que le FORTRAN, mais au prix d'une écriture qui peut devenir vite confuse.

MICROFLO fonctionne actuellement sous deux systèmes d'exploitation, à savoir le MS-DOS (S.E. de la plupart des microordinateurs) et le UNIX, qui est un système d'exploitation disponible sur une majorité de micro- et mini-machines. Les textes des deux programmes sources sont absolument identiques, utilisant toutes les ressources de portabilité du C.

N.B. : MS-DOS est une marque déposée de Microsoft Corporation
UNIX est une marque déposée de Bell Telephone Laboratories

Le processus complexe fortement la programmation, mais son efficacité est due à la simplicité des opérations de base.

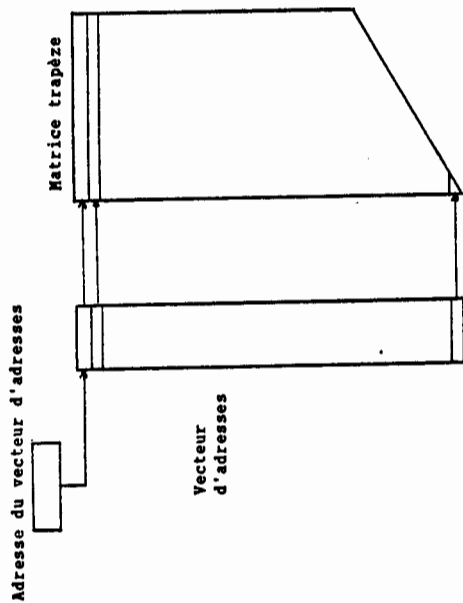


Figure 1 : organisation en mémoire des matrices

3. ORGANISATION GÉNÉRALE DU PROGRAMME

La figure 2 montre l'organisation globale des différents modules. On y retrouve les 4 étapes du menu principal : édition des données, préparation du calcul, calcul et examen des résultats.

3.1. Génération des données

L'édition des données comprend la construction du réseau par un mailleur graphique interactif semi-automatique. Les frontières du domaine sont également fixées dans cette étape. Le mailleur génère des éléments triangulaires à 6 noeuds (subparamétriques) ou des éléments quadrangulaires à 8 ou 9 noeuds. Ce mailleur comprend les fonctions habituelles d'un éditeur graphique (fonctions de points, droites, cercles, zoom, aide "in line", ..). En sortie d'édition, le programme vérifie toutes les inconsistances du réseau, en corrige quelques unes, ou revient en mode d'édition pour les autres erreurs.

Dans un second stade, l'utilisateur "découpe" le ou les contours du domaine en portions de contours, définissant les portions comme frontière naturelles ou essentielles.

Ces portions de contours reçoivent dans un troisième stade des valeurs et un "type" de frontière.

La quatrième partie de l'édition des données comprend la maintenance d'une bibliothèque rhéologique (fichier de type ISAM) et l'attribution d'un ou plusieurs fluides au réseau d'éléments préalablement défini.

Dans ces quatre étapes, toutes les possibilités graphiques de la machine sont utilisées afin de ne recourir à aucun moment à un bloc-note pour l'élaboration du problème.

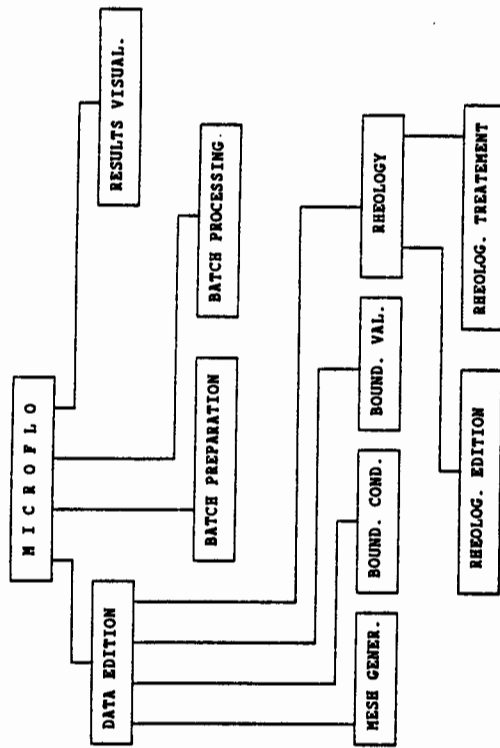


Figure 2 : Structure du programme

3.2. Préparation du calcul

L'étape de préparation du calcul consiste en la construction d'un fichier de type non formaté qui contient toutes les données du problème, la place pour tous les résultats, et pour divers renseignements tels que le timing du traitement, la convergence des problèmes non linéaires, .. Dans cette étape l'utilisateur donne aussi les renseignements complémentaires nécessaires au calcul (variables à prendre en compte, unités, fichiers de sortie, ..).

3.3. Résolution d'un problème

On retrouve ici les étapes habituelles de résolution d'un tel programme : après l'optimisation de numérotation des noeuds destinée à réduire les dimensions des matrices, le programme réalise une estimation des variables nécessaire pour une première itération, ceci dans le cas d'un problème non-linéaire. Les variables vitesse selon x et y sont traitées d'abord simultanément avec la variable pression. Cette étape diffère légèrement des procédés habituels, utilisant une méthode qui sera décrite au chapitre 4. L'étude d'une éventuelle vitesse tri-dimensionnelle est réalisée ensuite, de même que le calcul des températures. Le programme saute évidemment les étapes inutiles telles que le calcul des vitesses-pressions s'il ne s'agit que d'un calcul thermique.

Si le problème est non linéaire, ces étapes sont recommencées autant de fois que nécessaire. Dès que la convergence est atteinte, le programme calcule la fonction de courant d'après les vitesses précédemment calculées.

Le calcul d'une variable, que ce soit la vitesse tridimensionnelle, la température, la fonction de courant, ou l'ensemble des fonctions U , V et P est tout aussi classique : construction des matrices locales, assemblage de la matrice globale, introduction des conditions aux limites suivie de l'élimination des lignes inutiles (compactage). Vient ensuite la résolution matricielle par élimination gaussienne.

3.4. Examen des résultats

Dès qu'un calcul est terminé, l'utilisateur peut, outre l'examen du listing, employer le module graphique de tracé des diverses courbes : 2 (ou 3) composantes de la vitesse, pression, température, module de la vitesse, angle d'écoulement ou fonction de courant.

La partie graphique du programme permet le tracé de courbes du second degré (sauf pour les isobares). Ceci est intéressant car une cassure dans les courbes du second degré à la limite de deux éléments indique souvent une erreur de maillage (trop grossier, facteur de forme incorrect, transition trop rapide d'un petit élément à un grand, ...). L'utilisateur dispose d'une fonction de zoom, et de la possibilité de déplacer le curseur pour connaître la valeur d'un champs en un point précis, ..

4. RESOLUTION DES EQUATIONS DE NAVIER-STOKES

Le point non classique de la résolution se situe au niveau du calcul matriciel nécessaire à la détermination des vitesses et des pressions. En effet, ces variables ne peuvent être découplées, et les fonctions d'interpolations utilisées pour la pression étant d'un degré inférieures à celles utilisées pour les vitesses, il en résulte dans la matrice globale du système des valeurs nulles sur la diagonale. On emploie habituellement la méthode des erreurs (penalty method) pour éliminer les pressions, ou bien on utilise certaines précautions pour s'assurer qu'aucun zéro ne se situera sur la diagonale dans les premières lignes.

L'explication de la méthode utilisée nécessite de repartir de l'aspect des matrices locales du système UVP (figure 3). On remarque que les termes en p,p sont nuls.

La matrice globale est assemblée en modifiant l'ordre des variables de la manière suivantes : les lignes relatives à u et v sont regroupées par noeud tandis que les lignes relatives aux variables p sont regroupées à part. La suite des variables est donc la suivante :

- noeud 1 - variable u
- variable v
- noeud 2 - variable u
- variable v

noeud 1 - variable p (si le noeud 1 est principal)

noeud 2 - variable p

u,u	u,v	u,p
v,u	v,v	v,p
p,u	p,v	0

Figure 3 : aspect de la matrice locale, variables u, v et p.

Le système global aura donc la topologie montrée en figure 4. La matrice A est une matrice bande, symétrique si les matrices locales le sont. C'est le cas des écoulements incompressibles sans termes turbulents. La matrice B, bien que

rectangulaire, possède également un aspect de matrice bande.

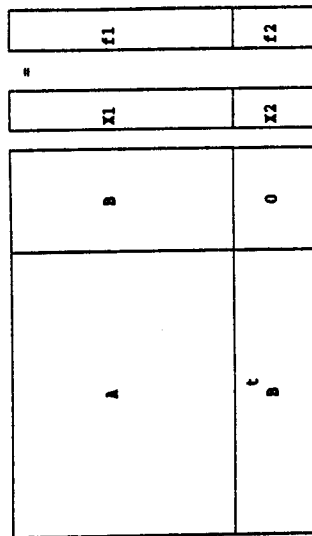


Figure 4 : topologie du système à résoudre

La résolution est la suivante :

- Equations matricielles :

$$A \cdot X1 + B \cdot X2 = f1 \quad (1)$$

$$t \cdot X1 = f2 \quad (2)$$

- Résolution :

$$(1) \rightarrow A \cdot A \cdot X1 + A \cdot B \cdot X2 = A \cdot f1$$

$$\rightarrow X1 = A \cdot f1 - A \cdot B \cdot X2 \quad (3)$$

Par remplacement dans (2), on obtient

$$t \cdot A \cdot f1 - t \cdot B \cdot A \cdot B \cdot X2 = f2$$

Appelant $K = B \cdot A \cdot B$ on obtient

$$t \cdot A \cdot f1 - K \cdot X2 = f2 \quad \text{puis}$$

$$X2 = K \cdot (B \cdot A \cdot f1 - f2) \quad (4)$$

et le remplacement dans (3) permet le calcul de X1.

La méthode semble complexe, mais dans la pratique, elle se simplifie considérablement si on observe que A est une matrice bande, et que la dimension horizontale de B est 3 à 4 fois inférieure à celle de A.

De plus, A ne doit pas être inversée : il suffit de calculer

$$A \cdot f1 \text{ et } A \cdot B$$

La première de ces expressions est une résolution, ce qui est beaucoup plus rapide qu'une inversion, et la seconde peut être considérée comme une résolution où il y aurait autant de seconds membres que de colonnes dans B. Les 2 expressions sont d'ailleurs calculées simultanément. Les théories classiques de résolution numériques sont valables et il suffit de pouvoir mettre en mémoire simultanément le terme \bar{A} , 2 lignes de A et 2 lignes de B.

Par ailleurs, en observant les étapes de résolution, seule cette première étape est longue, mais bien moins longue et plus économe de place mémoire que la résolution d'un système unique. On évite de plus le problème gênant des termes nuls sur la diagonale. Les autres opérations se réduisent à la résolution d'un système dont la matrice (K) est pleine, mais de petite dimension comparé au premier système, puis encore à divers produits de matrices par des vecteurs. Si la programmation est compliquée, le gain de temps et surtout la réduction d'un gros système en plusieurs petites opérations justifie pleinement cette complexité.

5. PERFORMANCES DU PROGRAMME

L'optimisation du programme a fait l'objet de beaucoup de soins, essentiellement au niveau des opérations matricielles et des entrées-sorties. Il en résulte un facteur de performances tout à fait satisfaisant. Bien que des chiffres n'aient qu'une valeur relative, ceux-ci dépendant du type de machine utilisée, de la vitesse des disques, de la capacité mémoire, etc., on peut dire qu'un petit problème, en calcul linéaire, avec à peu près 100 noeuds, sans calcul thermique, se résout en moins de cinq minutes. Il faut à peu près une demi-heure pour calculer un problème avec 600 noeuds. Au delà de cette limite, le temps croît beaucoup plus, à cause des échanges disques qui deviennent plus fréquents. Ces temps restent toujours raisonnables tant que l'on reste inférieur à un réseau d'un millier de noeuds.

6. EXEMPLE

L'exemple suivant traite une butée hydrostatique, composée d'un corps cylindrique creux tournant à haute vitesse, avec alimentation en huile haute pression, et bord de fuite de faible hauteur pour assurer une contre-pression.

Les trois diagrammes suivants montrent le réseau utilisé, et les courbes de température et de lignes de courant.

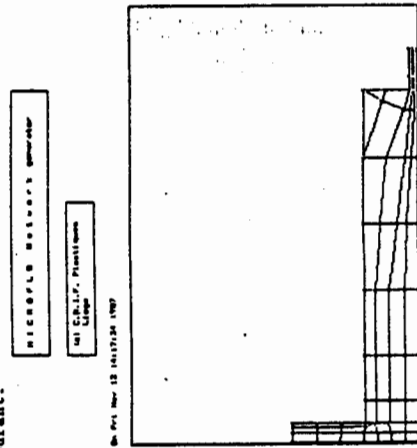


Figure 5 : maillage d'une butée hydrostatique

Figure 6 : Réseau des isothermes

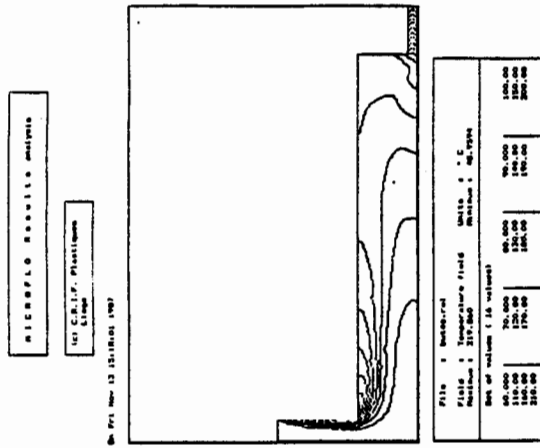
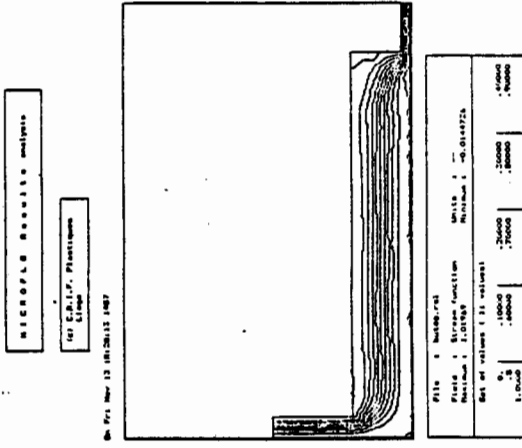


Figure 7 : lignes de courant



Renseignements : J.F. LUCARELLI,
C.R.I.F. Section Plastiques,
200, Rue du Chera

B-4000 Liège