HAL
open science

Ecoulement dans une géométrie plan-plan confinée: validité de la géométrie pour l'étude de fluides viscoélastiques et application à la dispersion du noir de carbone

Innocent Boudimbou, Cécile Roux, Véronique Collin, Christian Peiti, Patrick Navard, Edith Peuvrel-Disdier

To cite this version:

Innocent Boudimbou, Cécile Roux, Véronique Collin, Christian Peiti, Patrick Navard, et al.. Ecoulement dans une géométrie plan-plan confinée: validité de la géométrie pour l'étude de fluides viscoélastiques et application à la dispersion du noir de carbone. Rhéologie, 2010, 18, pp.Pages 33-40. hal-00614094

HAL Id: hal-00614094

https://minesparis-psl.hal.science/hal-00614094

Submitted on 20 Feb 2012

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Ecoulement dans une géométrie plan-plan confinée : validité de la géométrie pour l'étude de fluides viscoélastiques et application à la dispersion du noir de carbone

I. Boudimbou, C. Roux, V. Collin, C. Peiti, P. Navard et E. Peuvrel-Disdier

MINES-ParisTech, Centre de Mise en Forme des Matériaux (CEMEF), UMR CNRS 7635, BP 207, 06904 Sophia Antipolis Cedex.

Reçu le 1er juillet 2010 - Version finale acceptée le 6 décembre 2010

Résumé : si avoir un écoulement stable est une condition nécessaire pour faire des mesures de rhéologie en régime continu, il en est de même lors d'études rhéo-optiques où des observations d'évolution de structure ou de comportement de particules ou inclusions en suspension dans une matrice sont réalisées in-situ pendant le cisaillement. Dans cet article, nous montrons comment l'installation d'une bague de confinement autour d'une cellule de cisaillement plan-plan contra-rotative transparente permet de réduire le développement d'instabilités d'écoulement dans une matrice polymère viscoélastique pendant le cisaillement, sans modifier l'écoulement sur une zone relativement large de la cellule. Des mesures de périodes de rotation de billes de verre et de rhéologie en régime continu ont été effectuées pour montrer la validité de cette géométrie d'écoulement. Cette cellule a été utilisée pour déterminer les conditions de dispersion d'une charge de noir de carbone dans une matrice polymère sous l'action d'un champ de cisaillement. La détermination des conditions de rupture d'un noir de carbone en suspension dans une matrice polymère dans deux géométries d'écoulement différentes (avec et sans bague de confinement) permet de montrer que le critère de rupture s'exprime bien en terme de contrainte hydrodynamique. L'utilisation de la bague a permis d'atteindre des taux de cisaillement plus élevés dans des conditions stables d'écoulement.

Mots-clé : Instabilité, Perturbation, Contra-rotatif, Noir de carbone, Cisaillement, Rupture

[Abridged English version on last page]

1. Introduction

Un dispositif rhéo-optique, reposant sur le couplage d'un moyen d'observation in-situ au sein d'une cellule d'écoulement, est une technique très intéressante pour étudier le comportement de fluides présentant une structure à l'échelle micrométrique, évoluant au cours du temps sous l'action d'un écoulement (cristaux liquides polymères, suspensions, mélanges, émulsions ….). L'utilisation d'une cellule de cisaillement contra-rotative permet plus spécifiquement d'observer une particule en suspension dans une matrice fluide soumise à un champ de cisaillement, en stabilisant sa position dans le référentiel du laboratoire. Elle permet de suivre le comportement de cette particule cible dans le temps (travail à taux de cisaillement constant) ou son devenir lorsque l'on augmente le taux de cisaillement. Le comportement de différentes particules cibles dans des matrices variées (newtoniennes ou viscoélastiques, en interaction ou non avec la particule) peut ainsi être étudié : mouvement de particules solides (sphères ou fibres), déformation et rupture d'une goutte liquide, dispersion d'agglomérats de particules…

Dans cet article, nous utilisons une cellule de cisaillement contra-rotative munie d'une bague de confinement pour étendre la gamme de taux de cisaillement sur laquelle nous voulons étudier le comportement d'agglomérats de noir de carbone. Nous étudions dans un premier temps l'effet de la bague sur l'écoulement dans la cellule plan-plan et, plus spécifiquement, sur le développement d'instabilités d'écoulement, observées en l'absence de la bague dans une matrice polymère viscoélastique. Des mesures de périodes de rotation de billes de verre en suspension dans une matrice polymère et des mesures rhéométriques sont utilisées pour valider la géométrie d'écoulement. Nous appliquons dans un deuxième temps le dispositif expérimental à la dispersion du noir de carbone dans une matrice

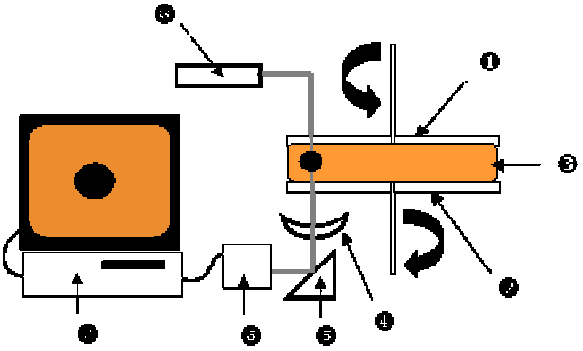
polymère. Les mesures sont comparées à des mesures effectuées précédemment sur le même dispositif en l'absence de la bague. Cette comparaison permet de conclure sur l'expression du critère de rupture des agglomérats de noir de carbone à retenir.

2. Partie expérimentale

2.1 Dispositif contra-rotatif

Le dispositif contra-rotatif (Fig. 1) est constitué pour l'essentiel d'une cellule de cisaillement comportant deux plateaux parallèles en verre de 20 mm de rayon chacun, entraînés par deux moteurs indépendants. Les moteurs ont été choisis de façon à cisailler des matrices très visqueuses (supérieures à 10^5 Pa.s). Pour faciliter la recherche d'un objet en suspension dans une matrice, les plateaux sont mobiles dans les deux sens de rotation. L'ensemble est monté sur le bâti d'un rhéomètre Instron 3250 qui a été entièrement modifié. Ce bâti assure la rigidité du dispositif, le déplacement vertical du plan inférieur et l'ensemble des réglages de planéité, concentricité et co-axialité des axes de rotation des deux plans, nécessaires à la géométrie contra-rotative.

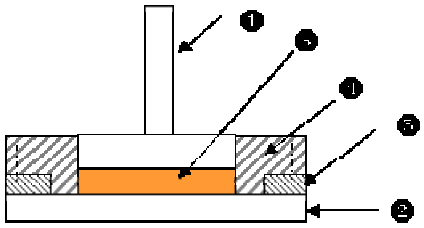
L'appareil est muni d'un dispositif de microscopie optique permettant de visualiser les particules en suspension dans l'écoulement. La partie optique comprend une source de lumière, un prisme, des éléments de microscope optique Metalux et une caméra numérique couleur (50 images/s, résolution 768/780 pixels, progressive scan). La Figure 1 schématise l'ensemble du dispositif contra-rotatif.



❶	plateau du haut	❺	prisme
❷	plateau du bas	❻	caméra
❸	matrice + particule	❼	PC de pilotage
❹	microscope	❽	source lumineuse

Figure 1. Schéma de principe du dispositif contra-rotatif.

Les moteurs mettant en rotation les plateaux sont pilotés par l'expérimentateur via un logiciel maison. Les valeurs de l'entrefer (entrefer maximum de 3 mm) et de la position d'observation sur le rayon du plateau (Fig. 2) sont mesurées à l'aide de capteurs de déplacement. Un logiciel maison permet d'enregistrer en temps réel les images vues par la caméra et les paramètres caractérisant l'écoulement comme l'entrefer, le rayon, la vitesse de rotation des plateaux et le temps. Les trois premiers paramètres permettent de calculer le taux de cisaillement (Eq. (3)) et la position de la particule dans l'entrefer (Eq. (2)).



❶	plateau supérieur	❹	bague de confinement
❷	plateau inférieur	❺	échantillon
❸	bague de maintien du plateau inférieur		

Figure 2. Cellule contra-rotative équipée d'une bague anti-instabilités.

La cellule de cisaillement est équipée de fours (un four fixe placé sous le plan inférieur, un autre composé de demi-fours à mettre en place au-dessus avant chaque expérience), permettant de travailler de la température ambiante jusqu'à 180°C.

Les détails de la cellule de cisaillement sont représentés sur la Figure 2. Une bague en inox a été fixée sur le plateau inférieur. Cette bague est concentrique avec le plateau supérieur. Elle a pour objectif de confiner la matière entre les deux plans parallèles.

2.2 Rhéomètres

Le comportement rhéologique des différentes matrices a été déterminé sur un rhéomètre RMS 800 (Rheometrics). Les géométries plan-plan de 25 et 50 mm ont été utilisées en fonction de la viscosité de la matrice.

Les mesures de rhéologie en cisaillement continu en présence d'une bague de confinement ont été réalisées sur un rhéomètre StressTech (Reologica). Comme pour le dispositif rhéo-optique, une bague en inox a été réalisée et fixée au plan inférieur. La bague est concentrique avec le plan supérieur. Un jeu de 100 µm sur le diamètre entre la bague et le

plan supérieur permet d'éviter les frottements pendant la mesure, frottements qui induiraient des erreurs sur les mesures de couple. La géométrie plan-plan de 25 mm de diamètre a été utilisée pour ces mesures.

2.3 Matériaux de l'étude

Trois matrices ont été utilisées dans cette étude :

- une matrice polydiméthylsiloxane (PDMS) 47V 200000 de chez Rhodia. La viscosité de cette matrice à faible taux de cisaillement est de 200 Pa.s. Les expériences ont été réalisées à température ambiante ;

- deux matrices copolymères styrène-butadiène (SBR) SBR25E fournies par Michelin. Les deux matrices sont issues de lots différents. Le comportement rhéologique des deux SBR est représenté sur la Figure 9. Les essais sur le SBR ont été effectués à des températures variant entre 110 et 140°C.

Les mesures de période de rotation ont été effectuées sur des billes de verre de diamètre de l'ordre de 50 µm de chez Potters Europe. La période de rotation est déterminée à taux de cisaillement constant en comptant le nombre de tours effectués par la bille pendant une minute. La présence de défauts en surface de la bille permet cette mesure.

Les mesures de dispersion ont été réalisées sur un noir de carbone N234 de chez Cabott.

3. Paramètres de l'écoulement

3.1 Paramètres de l'écoulement dans la platine contra-rotative

Dans une géométrie plan-plan contra-rotative, la vitesse de translation d'une particule dans l'écoulement est donnée par :

$$V_\theta(r,z) = [\frac{(\Omega_1 + \Omega_2)z}{H} - \Omega_2]r \qquad (1)$$

où Ω_1 et Ω_2 sont respectivement les vitesses angulaires des plateaux supérieur et inférieur, z est la distance du plateau inférieur à la particule, r sa position sur le rayon et H l'entrefer (Fig. 3)

Lorsque la particule est stabilisée dans le référentiel du laboratoire ($V_\theta(r,z) = 0$), on en déduit la position de la particule dans l'entrefer :

$$z = \frac{\Omega_2}{\Omega_1 + \Omega_2} H \qquad (2)$$

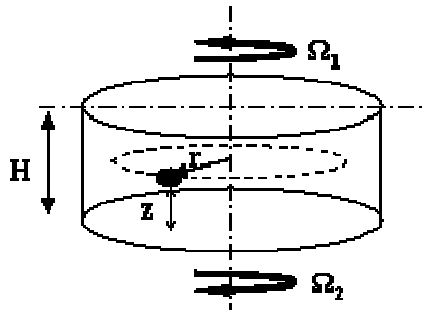


Figure 3. Schéma de la cellule de cisaillement contra-rotative

La relation (1) permet aussi de calculer le taux de cisaillement local au rayon r :

$$\dot{\gamma}(r) = \frac{dV_\theta(r,z)}{dz} = \frac{(\Omega_1 + \Omega_2)r}{H} \qquad (3)$$

3.2 Mouvement d'une particule et contraintes hydrodynamiques

Une particule en suspension dans une matrice sous l'action d'un champ de cisaillement est soumise à un mouvement de rotation et à un champ de contraintes hydrodynamiques du fait du mouvement de la matrice autour de celle-ci. La période de rotation d'une sphère dans un fluide newtonien est donnée par la formule de Jeffery [1] :

$$T = \frac{4\pi}{\dot{\gamma}} \qquad (4)$$

La particule est alternativement soumise à de la compression et de la traction. Brenner [2] a montré que la contrainte normale maximale subie par la particule dans le cas d'une matrice newtonienne est proportionnelle à la contrainte de cisaillement macroscopique qui, dans le cas d'une particule située sur le rayon r, s'exprime par :

$$\sigma(r) = \eta(\dot{\gamma})\dot{\gamma}(r) \qquad (5)$$

où $\eta(\dot{\gamma})$ est la viscosité de la matrice.

Ces formules sont valides dans un fluide contenu dans une géométrie de dimensions infinies et pas forcément dans une platine de cisaillement de dimensions finies. Nous avons montré précédemment, sur la base d'études numériques dans une matrice newtonienne [3], que la proximité des parois affecte la période de rotation des charges et le champ de contraintes locales autour de la particule. Néanmoins, l'effet des parois peut être considéré comme négligeable lorsque le ratio entre le rayon de la charge et la distance de la charge à la paroi est inférieur à 0,2 et si le rapport du diamètre de la charge sur l'entrefer D/H est inférieur à 0,5.

4. Ecoulement en géométrie confinée

4.1 Ecoulement sans bague

L'application d'un taux de cisaillement au-delà d'une certaine valeur dans une platine de cisaillement plan-plan conduit à l'éjection du matériau cisaillé. Cette éjection se produit lorsque la force centrifuge dépasse les forces capillaires liées à la tension de surface du matériau. Le développement d'instabilités d'écoulement dans ce type de géométrie est classique. Ces instabilités peuvent avoir différentes origines (« edge fracture », instabilités viscoélastiques…). Dans le cas du SBR, on observe, pour des taux de cisaillement aussi faibles que 10 s^{-1}, le développement d'instabilités aux bords extérieurs de la cellule de cisaillement. Ces instabilités se propagent vers le centre de la cellule et rendent l'écoulement non laminaire. Dans ces conditions, la stabilisation d'une particule dans l'écoulement devient impossible. Ces instabilités conduisent à la formation de rouleaux provoquant des ruptures au sein du matériau cisaillé et à l'éjection de ce matériau hors de la cellule de cisaillement (Fig. 4). Ce phénomène est bien connu et est décrit dans la littérature. Il existe une vitesse de cisaillement critique à partir de laquelle, apparaissent des phénomènes d'écoulement irrégulier dans un fluide viscoélastique. Ces irrégularités s'amplifient avec le taux de cisaillement en se propageant radialement de la périphérie vers le centre de la cellule de cisaillement [4-5].

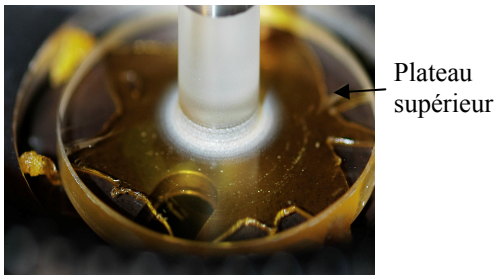


Figure 4. Vue de dessus de la cellule contra-rotative (en l'absence de bague de confinement) après développement d'instabilités d'écoulement dans le SBR cisaillé.

4.2 Ecoulement en présence de la bague

La présence de la bague permet de stabiliser l'écoulement et limite le développement des instabilités. Les perturbations existent toujours, mais la bague limite leur développement à la couronne extérieure de la cellule (Fig. 5). Il existe donc une zone d'écoulement où celui-ci est laminaire, zone dans laquelle il est possible de faire des mesures dans des conditions contrôlées.

La taille de la zone d'écoulement stable laminaire se réduit à mesure que la vitesse des plateaux ou le taux de cisaillement augmente. Le Tableau 1 rassemble les largeurs de bande d'écoulement instable mesurées en augmentant la vitesse de rotation d'un plateau, le taux de cisaillement calculé à la frontière de la zone perturbée et la contrainte de cisaillement correspondante. Ces mesures montrent que l'écoulement instable observé n'apparaît pas à un taux de cisaillement critique ou au-delà d'une contrainte critique (vérifié aussi en travaillant en géométrie cône-plan) contrairement à ce qui est observé dans le phénomène d'adhérence-glissement (stick-slip) [6-8]. Le développement de cette zone instable n'est donc pas lié à ce phénomène d'adhérence-glissement.

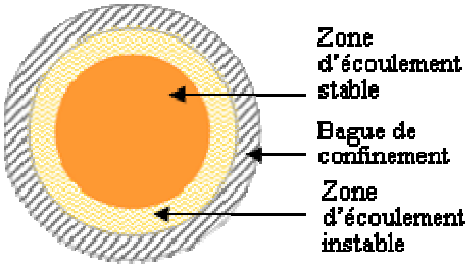


Figure 5. Zones d'écoulement observées dans la cellule contra-rotative

Extension radiale de la zone d'instabilité (mm)	Taux de cisaillement en limite de perturbation (s^{-1})	Contrainte de cisaillement en limite de perturbation (kPa)
1	20	147
2	35	179
3	45	196
4	80	239
5	100	259
6	120	276
7	150	298

Tableau 1. Récapitulatif des largeurs de zone d'écoulement instable observée en augmentant la vitesse de rotation d'un plateau, du taux de cisaillement en limite de zone perturbée et de la contrainte de cisaillement correspondante pour un entrefer de 500 µm.

La largeur de l'entrefer joue aussi sur la naissance et la propagation des instabilités. Ainsi, la réduction de l'entrefer (de 1 mm à 500 µm) permet de retarder l'apparition de la zone instable.

4.3 Mesures de période de rotation

Pour confirmer la stabilité de l'écoulement de la cellule contra-rotative, nous avons effectué des mesures de périodes de rotation sur des billes de verre dans le PDMS en présence et en l'absence de la bague de confinement. Les mesures de période de rotation sont reportées pour ces deux géométries sur la Figure 6. Afin de nous placer dans des conditions d'écoulement où l'effet des parois peut être considéré comme négligeable, des billes de verre avec une taille comprise entre 40 et 60 µm pour un entrefer de 500 µm ont été utilisées.

Dans les deux cas, la période de rotation est bien inversement proportionnelle au taux de cisaillement appliqué et les pentes des deux droites $T = f(\dot{\gamma})$, indiquées par les équations des courbes de tendance, sont identiques. La comparaison des mesures dans les deux géométries d'écoulement montre que la présence de la bague de confinement ne modifie pas les conditions d'écoulement dans la zone d'écoulement laminaire de la cellule contra-rotative.

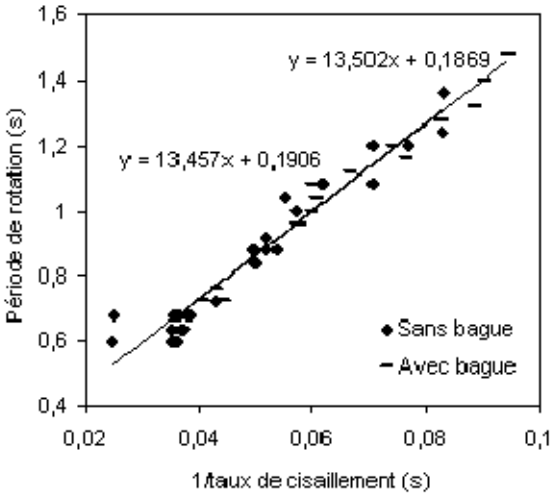


Figure 6. Période de rotation des billes de verre en fonction de l'inverse du taux de cisaillement appliqué dans la cellule contra-rotative avec et sans bague.

L'écart de pente par rapport à la formule de Jeffery s'explique par le caractère viscoélastique du PDMS pour la gamme de taux de cisaillement étudiée [9].

Cette notion d'écoulement, dans une géométrie plan-plan ou cône-plan, non perturbé par la présence d'une paroi latérale, a déjà été utilisée précédemment [10]. Dans notre cas, l'observation de la largeur de la bande d'écoulement instable permet de délimiter la zone où l'écoulement est stable. Pour cet entrefer de 500 µm, en se plaçant entre 8 mm du centre (plus près du centre, nous ne pouvons pas faire d'observation pour des raisons d'encombrement de l'axe de rotation du plan supérieur) et 10 mm du bord extérieur du plateau supérieur, donc dans une zone de 2 mm de large, il est possible de caractériser le comportement d'une particule jusqu'à des taux de cisaillement de 150 s^{-1}. Ce taux de cisaillement limite dépend de l'entrefer et peut être augmenté en réduisant l'entrefer.

4.4 Mesure de rhéologie en régime continu

En raison du caractère fortement élastique du SBR ($G' > G''$), il est impossible de mesurer la viscosité de ce produit en géométrie plan-plan en régime continu dans un rhéomètre classique. Le produit est immédiatement éjecté de l'entrefer. Les courbes de viscosité sont obtenues soit en rhéométrie oscillatoire, soit en rhéométrie capillaire. Nous avons réalisé des mesures rhéologiques de ce polymère en régime continu dans une géométrie plan-plan équipée de la bague de confinement. Les mesures ont été réalisées en contrainte imposée. La Figure 7 montre un exemple de courbe de déformation en fonction du temps pour une contrainte de 50 kPa. Cette figure montre que la mesure sans bague de confinement conduit à une éjection très rapide du produit (200 s) et donc à une détermination erronée du taux de cisaillement.

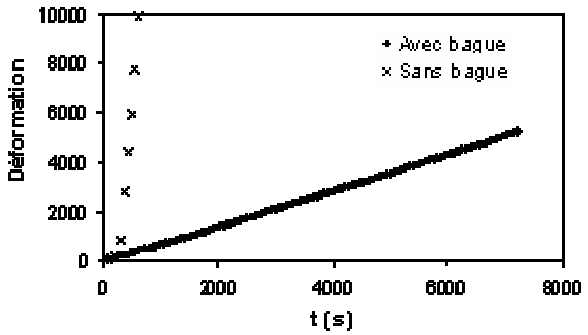


Figure 7. Courbes de déformation dans le temps du SBR à 140°C sous l'action d'une contrainte de 50 kPa. Mesures effectuées en présence ou non de la bague de confinement.

Des mesures ont été effectuées à différentes contraintes. Le taux de cisaillement a été déterminé à partir des courbes de déformation en régime stationnaire, ce qui a permis de calculer la viscosité correspondante. Les valeurs de viscosité obtenues en mode continu en présence de la bague de confinement se superposent bien avec la courbe de viscosité complexe obtenue en oscillatoire (Fig. 8). Cette superposition des mesures en modes oscillatoire et continu confirme la validité de la relation de Cox-Merz pour ces polymères (validité aussi vérifiée en rhéométrie capillaire). Les mesures de rhéologie en présence de la bague de confinement

sont possibles tant que la bande d'écoulement instable est négligeable.

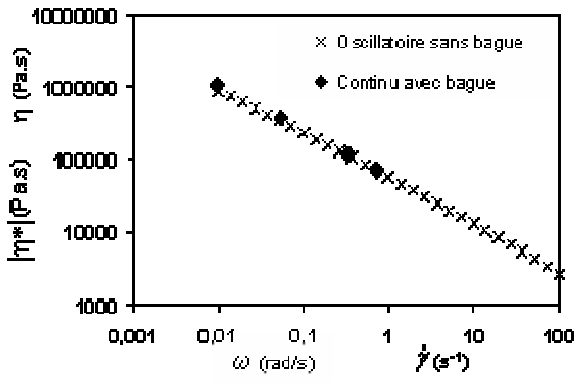


Figure 8. Superposition des mesures de viscosité du SBR en modes oscillatoire et continu en présence de la bague de confinement. Mesures effectuées à 140°C.

Nous pouvons donc conclure que l'ajout d'une bague de confinement permet d'effectuer des mesures en régime continu sur des fluides qui ne peuvent pas être caractérisés dans ces conditions à cause du développement d'instabilités d'écoulement qui conduisent à l'éjection du fluide hors de la cellule de mesure. Nous allons maintenant voir que ce type de bague de confinement est aussi d'un grand intérêt pour des mesures rhéo-optiques, permettant d'étendre la plage de taux de cisaillement accessibles.

5. Application à la dispersion du noir de carbone

Lors d'une étude précédente [11], nous avions montré que l'utilisation d'une cellule contra-rotative était tout à fait adaptée pour observer in-situ, pendant un écoulement, les mécanismes de dispersion d'agglomérats de noir de carbone dans une matrice polymère. Cette étude avait permis la première observation in-situ des mécanismes d'érosion et de rupture sur des matériaux industriels, le noir N234 et l'élastomère SBR25E étant les composants majoritaires entrant dans la composition de la bande de roulement d'un pneumatique. La cellule contra-rotative permet de simuler, dans des conditions simplifiées, ce qui se passe dans le mélangeur interne et, surtout, d'observer les mécanismes in-situ, ce qui n'est pas possible en mélangeur interne. La compréhension et la prédiction de la dispersion de la charge dans la matrice constituent une des clés pour la maîtrise de la phase de mélange et le contrôle des propriétés d'usage du pneumatique. L'étude du mécanisme de rupture avait permis de confirmer que la rupture est un mécanisme soudain qui se passe au-delà d'une contrainte critique de rupture. Cette contrainte s'est avérée, dans le cas du noir de carbone, être inversement proportionnelle à la taille de l'agglomérat observé. Néanmoins, les contraintes critiques de rupture étaient souvent obtenues juste avant le développement d'instabilités dans l'écoulement.

Nous avons appliqué le dispositif contra-rotatif équipé de la bague de confinement pour répéter ces mesures et comparer les résultats aux précédents.

Les essais de dispersion ont été réalisés en augmentant progressivement le taux de cisaillement, tout en stabilisant l'agglomérat de noir de carbone dans le champ d'écoulement (V_θ = 0 selon l'équation (1)) pour le maintenir dans le champ du microscope. Les mesures de contraintes de rupture ont été effectuées sur le même noir de carbone N234, mais sur deux lots de SBR25E (mesures réalisées dans le cadre de deux études différentes). Compte tenu que le lot 1 est plus visqueux et élastique que le lot 2, les essais de dispersion ont été réalisés à 140°C dans le lot 1 et 110°C dans le lot 2. La Figure 9 montre la similitude de comportement rhéologique des deux lots aux températures respectives choisies.

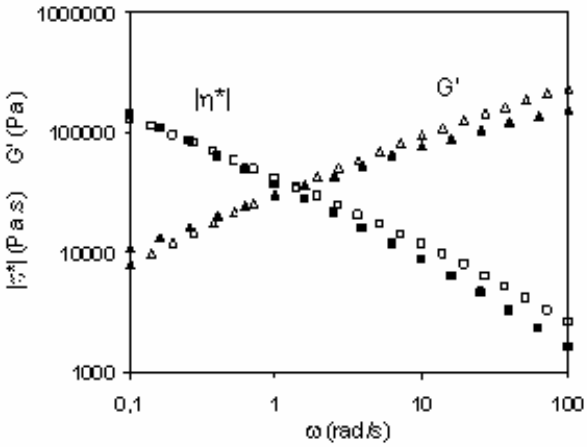


Figure 9. Comportement rhéologique des deux lots de SBR. Les symboles vides représentent le comportement du lot 1 à 140°C, les symboles pleins celui du lot 2 à 110°C.

La première série de mesure, réalisée sans bague de confinement, a été effectuée avec le lot 1 de SBR à 140°C. La deuxième série, en présence de la bague de confinement, a été faite avec le lot 2 à 110°C. Par la suite, les résultats de dispersion seront uniquement indiqués par la mention de la présence de la bague ou non.

Les mécanismes observés dans les deux conditions de mesure (avec ou sans bague) sont identiques. Au-delà d'un taux de cisaillement critique, on observe la rupture instantanée de l'agglomérat en plusieurs gros

fragments. La rupture s'initie toujours selon l'axe de révolution de l'amas. Le nombre de gros fragments résultant de la rupture est variable (entre 2 et 4 fragments), avec une traînée de fines particules entre les fragments en séparation. La Figure 10 illustre le mécanisme de rupture du noir N234 dans le SBR.

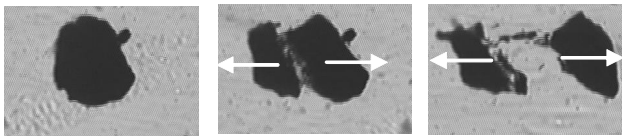


Figure 10. Séquence de rupture d'un agglomérat de noir N234 (R_0 = 70 µm) dans le SBR sous l'action d'un cisaillement ($\dot{\gamma}$ = 3 s^{-1}).

Les mesures effectuées avec et sans bague sont reportées sur la Figure 11 en terme de taux de cisaillement critique et de contrainte de cisaillement critique suivant l'équation (5).

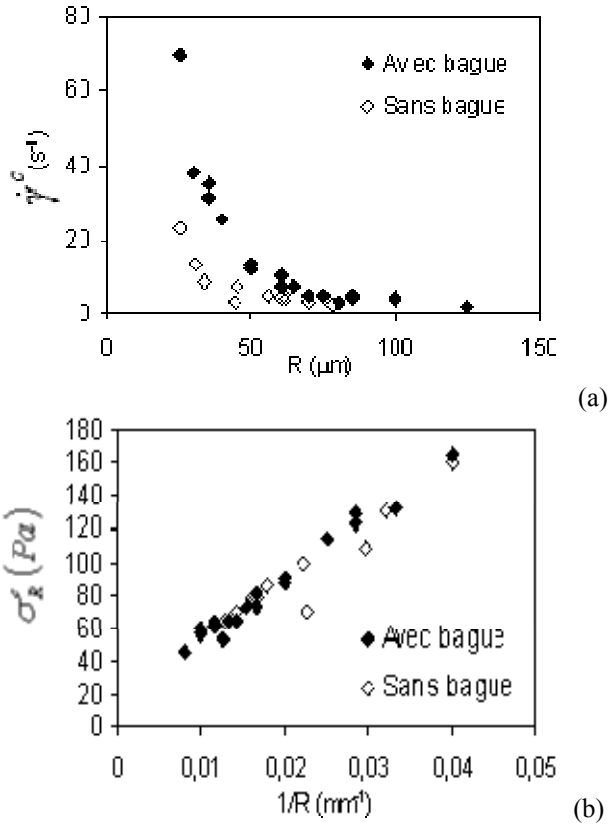


Figure 11. Evolution des taux de cisaillement critiques (a) et des contraintes critiques de rupture (b) du N234 dans le SBR en fonction de la taille des agglomérats. Essais réalisés dans la cellule de cisaillement contra-rotative en présence ou non de la bague de confinement.

Si les mesures effectuées se superposent bien en contrainte de cisaillement, cela n'est pas le cas en taux de cisaillement. Ces deux représentations des résultats pour le critère de rupture illustrent que le mécanisme de rupture a bien lieu au-delà d'une contrainte critique et non d'un taux de cisaillement. Trois des points mesurés sans la bague de confinement se situent en dessous du faisceau de courbe. Ces mesures ont peut-être été influencées par la présence de la zone d'instabilité donnant lieu à des taux de cisaillement plus faibles. Les mesures effectuées confirment la loi trouvée précédemment [11], avec une dépendance de la contrainte critique de rupture inversement proportionnelle à la taille des agglomérats.

Si les taux de cisaillement maxima atteints en l'absence de bague étaient de l'ordre de 20 s^{-1}, la présence de la bague de confinement, permettant de stabiliser l'écoulement, permet d'atteindre des taux de cisaillement allant jusqu'à 150 s^{-1} et donc d'étendre le champ d'application de cette technique à d'autres charges comme la silice ([12] et travaux en cours).

6. Conclusions

Le cisaillement d'un fluide à fort taux de cisaillement dans une géométrie plan-plan conduit à l'éjection de celui-ci ou au développement d'instabilités dans le cas d'un fluide viscoélastique. Nous avons montré que l'ajustement d'une bague autour de la cellule de cisaillement permet de contraindre la matière à rester dans l'entrefer et de réduire significativement les instabilités d'écoulement. Plus intéressant, nous avons montré qu'il existe une zone centrale d'écoulement suffisamment large dans laquelle l'écoulement est laminaire et stable et où il est possible de faire des observation optiques et des mesures. La présence de cette zone d'écoulement non perturbé a été validée par des observations de trajectoires de particules, des mesures de période de rotation et des mesures de viscosité sur une matrice fortement viscoélastique.

Nous avons utilisé la cellule contra-rotative munie de la bague de confinement pour refaire des mesures de dispersion de noir de carbone dans une matrice SBR. Les données obtenues avec et sans bague se superposent lorsqu'elles sont exprimées en contrainte. Ces mesures affirment donc le rôle de la contrainte sur le mécanisme de rupture et confirment la dépendance de la contrainte de rupture avec la taille des agglomérats pour le noir de carbone (contrainte inversement proportionnelle à la taille [11]).

L'emploi de cette bague permet d'étendre le champ d'application du contra-rotatif vers des taux de cisaillement plus élevés (de l'ordre de 150-200 s^{-1}), ce qui permettra d'étudier d'autres systèmes.

Remerciements

Nous tenons à remercier A. Le Floc'h, S. Becker, F. Fournier et R. Hainault pour leur soutien technique sur le développement du système contra-rotatif.

Les travaux de thèse de V. Collin, C. Roux et I. Boudimbou ont été respectivement financés par la Communauté Européenne dans le cadre d'un projet du programme « Competitive and Sustainable Growth », par la Fondation des Industries Minérales, Minières et Métallurgiques (FI3M) et par les fonds de compétitivité des entreprises dans le cadre du projet DURAMAT du pôle de compétitivité AXELERA.

Les auteurs remercient les rapporteurs pour leurs suggestions.

Bibliographie

[1] Jeffery, G.B. The motion of ellipsoidal particles immersed in a viscous fluid. *Proc. Roy. Soc. London,* A 102, 161-178 (1922).

[2] Brenner, H. Dissipation of energy due to solid particles suspended in a viscous liquid. *Phys. Fluids*, 1, 338-346 (1958).

[3] Bikard, J., Ménard, P., Peuvrel-Disdier, E., Budtova, T., 3D numerical study of the behaviour of a spherical particle suspended in a Newtonian fluid and submitted to a simple shear*, J. Comput. Mat. Sci.*, 37, 517-525 (2006).

[4] Leblanc, J., *Rhéologie des élastomères et leur mise en forme* (Artel, Namur, 1996).

[5] Öztekin, A., Brown, R.A. Instability of a viscoelastic fluid between rotating parallel disks: analysis for the Oldroyd-B fluid, *J. Fluid Mech*., 255, 473-502 (1993).

[6] Mhetar, V., Archer, L.A. Slip in entangled polymer melts. 1. General features. *Macromol.,* 31, 8607-8616 (1998).

[7] Mhetar, V., Archer, L.A. Slip in entangled polymer melts. 2. Effect of surface treatment. *Macromol.,* 31, 8617-8622 (1998).

[8] Allal, A., Vergnes, B. Molecular interpretation of the "stick–slip" defect of linear polymers. *J. Non-Newt. Fluid Mech*., 164, 1–8 (2009).

[9] Snijkers, F., D'Avino, G., Maffetone, P.L., Greco, F., Hulsen, M., Vermant, J. Rotation of a sphere in a viscoelastic liquid subjected to shear flow. Part II. Experimental results. *J. Rheol.,* 53, 459-480 (2009).

[10] Ravindranath, S., Wang, S.Q., Steady state measurements in stress plateau region of entangled polymer solutions: Controlled-rate and controlled-stress modes. *J. Rheol*., 52, 957-980 (2008).

[11] Collin, V., Peuvrel-Disdier, E., Dispersion mechanisms of carbon black in an elastomer matrix, *Elastomery,* 9, 9-15 (2005).

[12] Roux, C. *Caractérisation in-situ des mécanismes de dispersion de la silice dans une matrice élastomère soumise à un cisaillement*. Thèse de Doctorat, MINES-ParisTech, Sophia-Antipolis (2008).

[Abridged English version]

Flow in a confined parallel plate geometry: validity of the geometry for the study of viscoelastic fluids and application to carbon black dispersion

The flow stability is a necessary condition for rheological measurements. This is also true in rheo-optics, technique which combines in-situ observation of the structure during the application of flow. In this paper, we show how a ring set around a parallel plate counter-rotating shear cell can reduce the development of flow instabilities during shear without changing the flow over a relatively wide area of the cell. Measurements of rotation periods of glass beads and steady rheology were performed to demonstrate the validity of this flow geometry. This shear cell was used to determine the criterion of rupture of carbon black filler in a polymer matrix. Measurements were performed in two flow conditions: with and without the ring. The results show that the dispersion criterion must be expressed via the hydrodynamic stress. The use of the ring ensures the possibility to extend the range of shear rates which can be studied in stable flow conditions.