

Le test de compression simple : mise en œuvre sur un analyseur de texture et exploitation en présence de fluides viscoplastiques

Patrice Estellé¹, Christophe Lanos¹, Yannick Mélinge¹, Colin Servais²

¹ *Groupe de Recherche en Génie Civil – Equipe Matériaux – INSA Rennes
CS 14315 – 20 avenue des Buttes de Coësmes – 35043 Rennes Cedex*

² *Centre de Recherche Nestlé CH-1000 Lausanne Suisse
patrice.estelle@insa-rennes.fr*

Reçu le 18 juillet 2002 – Version finale acceptée le 2 avril 2003

Résumé : Le comportement rhéologique de fluides complexes peut être identifié au moyen de l'essai de compression simple. Cette géométrie d'essai est ici mise en œuvre sur un analyseur de texture commercial. La qualification complète et les performances de l'appareil sont étudiées. De plus, la caractérisation du comportement de fluides viscoplastiques est envisagée par la construction d'un rhéogramme équivalent. Ce pseudo rhéogramme est élaboré en confrontant les données expérimentales d'un ensemble d'essais de compression à une solution analytique approchée d'un écoulement viscoplastique. La méthode d'interprétation est illustrée par la compression à différentes vitesses d'un gel en écoulement adhérent.

Mots-clé : Essai de compression simple, analyseur de texture, modèle viscoplastique, rhéogramme équivalent

Abstract : The rheological behaviour of complex fluids can be investigated by using simple compression test. This experimental geometry is implemented on commercial texture analyzer. Comprehensive study of the apparatus and its performances is carried out. More, behaviour characterisation of viscoplastic fluids consists here in building of equivalent flow curve. This pseudo-rheogram results from the fit of experimental data of several compression tests and an analytical solution of viscoplastic flow. Compression tests of gel in sticking flow introduce the method.

1. Introduction

L'interprétation du comportement rhéologique de fluides viscoplastiques, éventuellement très fermes, peut être réalisée au moyen de l'essai de compression simple [1-5]. Un tel essai est généralement mis en œuvre sur une presse de grande capacité. Nous proposons ici d'adapter cette configuration expérimentale sur un analyseur de texture commercial. La qualification complète du système expérimental développé est toutefois nécessaire avant d'entreprendre la caractérisation de fluides complexes avec cet appareil. L'influence des performances de l'analyseur de texture sur les résultats physiques est également étudiée.

Parallèlement à l'utilisation d'un analyseur de texture, une technique d'identification du comportement rhéologique du fluide testé est élaborée. Elle est basée sur la construction point par point d'un rhéogramme équivalent. Ce pseudo

rhéogramme est construit en confrontant les données expérimentales d'un ensemble d'essais de compression à une solution analytique approchée d'un écoulement viscoplastique de type Bingham. L'estimation des paramètres viscoplastiques est coordonnée à la détermination d'une vitesse de déformation moyenne.

Les résultats d'essais sur un gel cosmétique commercial testé à différentes vitesses de compression illustrent la méthode d'interprétation des données expérimentales. Le tracé du pseudo rhéogramme du gel permet l'identification de son comportement.

2. Essai de compression

Afin de répondre aux besoins spécifiques de qualification et de caractérisation complète et systématique de différents fluides complexes, l'analyseur de texture est adapté de façon à reproduire un essai de compression simple (figure

1). Un tel essai consiste à comprimer un échantillon de fluide placé entre deux plateaux parallèles, circulaires (de rayon R), coaxiaux (non rotatifs) et animés d'un mouvement de translation.

L'état de surface des plateaux est également un paramètre de l'essai. L'utilisation de plateaux striés impose un écoulement adhérent. Des plateaux lisses peuvent engendrer un écoulement glissant avec frottement à l'interface.

Durant un essai, l'effort de compression F (N) nécessaire au rapprochement des plateaux est enregistré. Son évolution dépend de la hauteur h (m) entre les plateaux et de la vitesse constante de compression \dot{h} (ms^{-1} ; paramètre imposé positif).

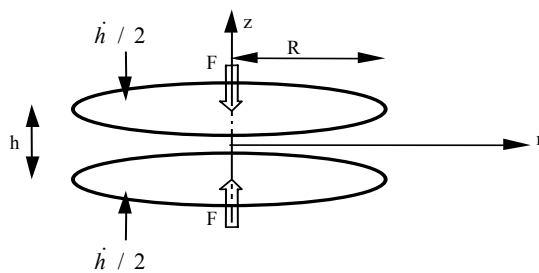


Figure 1 : géométrie de l'essai de compression simple

L'écoulement ainsi généré est non uniaxial et non viscosimétrique. Deux configurations de tests sont couramment exploitées. Soit l'échantillon occupe complètement et en permanence le volume entre les plateaux : l'essai est dit à rayon constant. Soit le diamètre des plateaux reste toujours supérieur au diamètre de l'échantillon : l'essai est dit à volume constant. L'expression des résultats expérimentaux est exploitée dans le repère global $F^*(h/R)$ [1] construit à partir des enregistrements de F et de h :

$$F^* = \frac{Fh}{\pi R^3} \quad (1)$$

3. Dispositif expérimental

3.1 Description

L'analyseur de texture est une presse de traction compression de faible capacité. Cet appareil, couplé à la gamme de sondes proposée par le constructeur (poinçon, cône, contact ponctuel, ...), est généralement utilisé dans l'industrie pour évaluer une réponse mécanique directement liée à la structure superficielle ou interne du matériaux testé. Il se compose d'une embase fixe intégrant le système moteur-régulateur et le plateau inférieur. Le plateau supérieur est fixé sur un bras mobile à un degré de liberté. L'instrumentation comprend un

capteur de force (de 25 kg dans notre configuration) reliant le plateau supérieur au bras mobile, et un système de contrôle du déplacement du bras (comptage de pas du moteur pas à pas). Une procédure d'étalonnage de l'appareil détermine ses performances et ses limites d'utilisation, ainsi que l'influence de ces paramètres sur les résultats physiques.

Notre analyseur de texture (TA-XT2i) est adapté pour reproduire un essai de compression simple. Afin de symétriser l'appareil, le plan de travail original de l'analyseur de texture est aménagé d'une base supplémentaire. Cette base permet le montage d'un plateau identique au plateau supérieur (figure 2). L'aménagement de l'appareil est conçu pour garantir une installation simple, sûre, et rapide des différentes géométries d'essais.

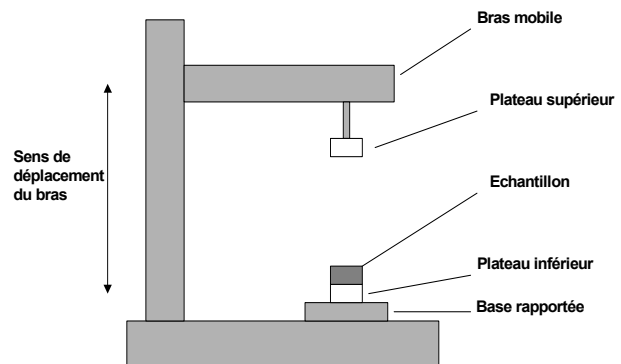


Figure 2 : schéma de principe de l'analyseur de texture

3.2 Etalonnage de l'instrumentation

L'étalonnage de l'instrumentation vise principalement à vérifier les lois de passage entre la tension délivrée par chaque capteur et la grandeur physique, l'hystérésis et la répétabilité de la mesure. L'étalonnage du système de mesure du déplacement est réalisé au moyen d'un comparateur (micromètre). La mesure répétée d'une distance de consigne est réalisée. Différentes géométries d'essai (masse associée) et différentes vitesses de compression sont testées. Les résultats indiquent que le déplacement affiché par l'analyseur de texture est fiable au 100^{ème} de mm.

L'étalonnage du capteur d'effort permet en moyenne de vérifier la loi d'étalonnage. Cependant le test de répétabilité réalisé sur la gamme d'effort du capteur montre que l'erreur associée à cette mesure ne devient inférieure à 1% qu'à partir de 100g. Ce résultat est illustrée par la figure 5. Sur cette figure la gamme d'effort est volontairement inférieure à la gamme complète du capteur. En effet, au delà de 1000g, l'erreur sur le capteur est négligeable.

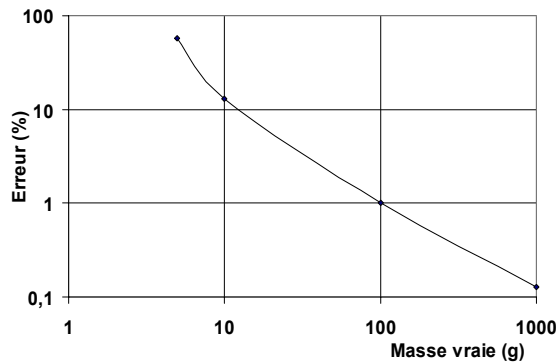


Figure 3 : étalonnage du capteur d'effort – erreur sur la valeur d'effort enregistrée

En conclusion, il est nécessaire de reconsidérer la valeur par défaut du seuil d'effort de détection proposé dans l'application du logiciel de pilotage de l'appareil. Ce seuil d'effort est généralement utilisée pour identifier une position de contact (par exemple sonde/échantillon). Un seuil d'effort trop faible conduirait à une erreur importante, pénalisant la mesure de la hauteur de l'échantillon.

3.3 Etalonnage du montage

3.3.1 Déformation du bras mobile

La constitution de l'appareil, avec le montage du bras mobile en porte à faux sur la colonne de guidage, impose un étalonnage du système. Le but de cette procédure est de quantifier le déplacement de la géométrie de mesure correspondant à la gamme d'effort accessible. Pour ce faire, les plateaux sont mis au contact. Un test de compression est ensuite réalisé jusqu'à ce que l'effort maximal admissible soit atteint. La vitesse de compression est identique à celle d'un essai. Cette procédure permet de quantifier les effets de déformation de l'analyseur de texture (figure 4). La courbe résultante est retranchée à la courbe d'un essai réalisée à vitesse identique. Cette correction conduit à l'évaluation réelle de h durant l'essai. L'importante déformation du bâti en fin d'essai justifie une telle correction. De plus, ce traitement permet de s'affranchir des aléas induits par l'utilisation du seuil d'effort minimum de détection. D'autre part, la déformation du bras mobile peut conduire à une perte de parallélisme des plateaux, et ainsi rompre les symétries de l'écoulement. En présence d'un échantillon, le domaine d'exploitation de la courbe caractéristique $F^*(h/R)$ doit être limitée par une borne inférieure en h/R afin que, le long du diamètre des plateaux, la variation de hauteur engendrée par la déformation de l'appareil reste faible. Le choix de cette borne peut être conditionné par la consistance du fluide testé.

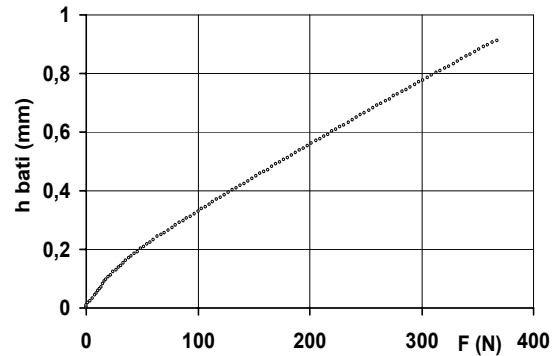


Figure 4 : courbe d'essai à vide

3.3.2 Influence de la température

La constitution de l'appareil et notamment l'installation de la motorisation sous le plateau inférieur impose des contrôles d'homogénéité de la température des plateaux. L'instrumentation des plateaux au moyen de thermocouples (type K, diamètre 0,2 mm) met en évidence une variation de température entre les plateaux (figure 5). L'évolution de la température des plateaux est enregistrée durant un temps d'utilisation d'une journée et sans la présence d'échantillon. Ce résultat montre une forte dérive de la température du plateau inférieur. La solution mise en place pour limiter les échauffements et réduire l'écart de température entre les plateaux consiste à faire circuler dans les plateaux un fluide provenant d'un bain thermostaté. Ce dispositif permet de réguler et de contrôler la température des plateaux, comme l'indique la figure 6. L'appareil est tout d'abord mis sous tension. Après cette phase de mise en chauffe, le système de régulation et une série de tests sans échantillon sont lancés simultanément. La température de consigne du bain thermostaté est de 24°C. Finalement, l'écart moyen de température entre les deux plateaux en phase de test est de 0,49°C. Cet écart est jugé satisfaisant pour entreprendre à présent la caractérisation rhéologique de différents fluides.

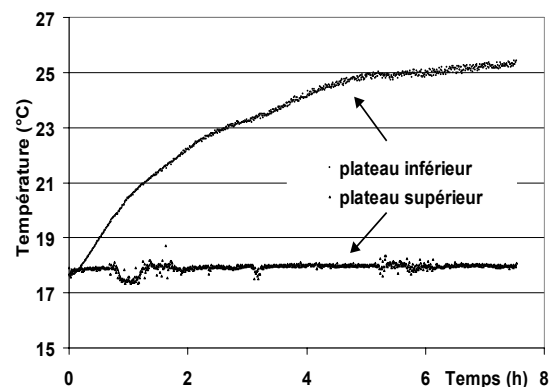


Figure 5 : contrôle de la température des plateaux

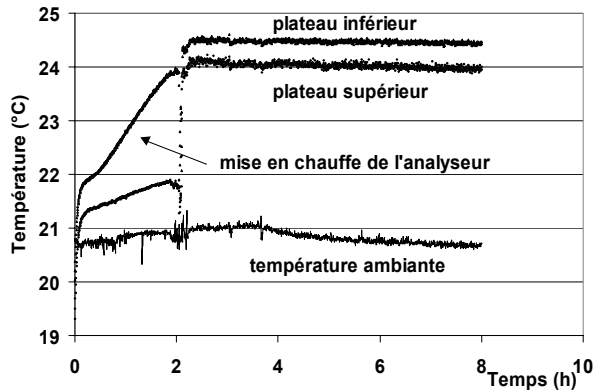


Figure 6 : régulation de la température des plateaux

3.4 Influence du dispositif expérimental sur l'identification du comportement d'un fluide

L'influence des caractéristiques de l'appareil sur les résultats d'essais est illustrée par l'étude du signal idéal de l'écoulement d'un fluide visqueux newtonien. L'expression de l'effort de compression d'un tel fluide, dans le repère global, est rappelée par l'équation (2) :

$$F^* = \frac{3\mu \dot{h} R}{2 h h} \quad (2)$$

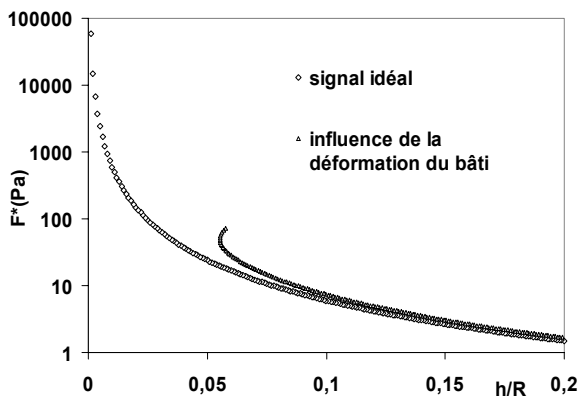


Figure 7 : Influence de la déformation de l'analyseur de texture sur la courbe caractéristique d'un signal idéal newtonien

Les paramètres retenus pour cet exemple sont $\mu = 1$ Pa.s, $R = 25$ mm, $\dot{h} = 1$ mm.s⁻¹. Le rapport h/R décroît de 1 à 0,001 avec un écart entre chaque point de 10^{-3} . L'enregistrement de l'essai de compression sur un tel fluide est simulé en cumulant au signal théorique, l'erreur sur le capteur d'effort, et la déformation du bras mobile de l'appareil. Comme le montre la figure 7, l'influence de la déformation est prépondérante en fin d'essai. La courbe intégrant cette déformée n'est plus caractéristique du signal idéal. En effet, la courbe se trouve déviée, puis tronquée, celle-ci ne rendant plus compte des

résultats de l'écoulement correspondant aux faibles valeurs de h/R .

L'erreur sur l'effort de compression, importante pour de très faibles valeurs de l'effort mesuré par le capteur, n'ont d'incidence qu'en début d'essai durant la phase de mise en écoulement de l'échantillon. Toutefois l'exploitation des données expérimentales ne prend pas en compte cette période de l'essai. En effet, l'écoulement n'est alors pas complètement stabilisé et symétrisé. Par conséquent, afin de permettre une caractérisation rhéologique adaptée et exacte du fluide testé, il est nécessaire de tenir compte systématiquement des spécificités techniques de l'analyseur de texture [6].

4. Modèle viscoplastique

4.1 Principe

Le principe d'interprétation des données expérimentales repose sur la formulation et l'utilisation d'un modèle analytique viscoplastique de type Bingham. Cette formulation est semblable dans son élaboration à celle proposée par Adams *et al.* [2,7]. Nous considérons cependant une condition limite de pression nulle à l'échappement des plateaux. La construction du modèle est ainsi basée sur l'association d'une composante plastique pure de seuil K_p couplant la dissipation d'énergie interne à l'écoulement et la dissipation associée au cisaillement à l'interface, d'une composante visqueuse μ (viscosité newtonienne) et d'une composante de frottement (paramètre αK) [8]. La réponse du modèle est la suivante :

$$F^* = \frac{2}{3} K_p + \frac{2}{\sqrt{3}} K_p \frac{h}{R} + \frac{3\mu\dot{h}}{2R} \left(\frac{R}{h}\right)^2 + \alpha K \frac{h}{R} \quad (3)$$

Cette expression combine la solution d'un écoulement visqueux newtonien à la solution d'un écoulement plastique. Selon la méthode d'identification inverse de Lanos [1, 9], les paramètres viscoplastiques μ et K_p , et le paramètre αK du modèle résultent de la corrélation optimale entre la solution analytique et la courbe expérimentale $F^*(h/R)$. Cependant, les paramètres sont ici déterminés pour s'adapter à chaque instant de l'essai à un triplet de points de la courbe expérimentale. Cette résolution est coordonnée à la détermination d'une vitesse de déformation moyenne $\dot{\gamma}$ [1] associée à chaque triplet. Son expression dépend de la géométrie de l'écoulement et des paramètres du comportement du fluide testé. L'identification des valeurs locales moyennes de la

vitesse de déformation $\dot{\gamma}$ et de la contrainte associée τ , en fonction des paramètres du modèle, aboutit à la construction point par point d'une courbe d'écoulement équivalente telle que

$$\tau = K_p + \mu\dot{\gamma} \quad (4)$$

4.2 Identification de $\dot{\gamma}$

L'expression de $\dot{\gamma}$ est calculée à partir des résultats de l'écoulement d'un fluide de Bingham soumis à un test de compression simple, comme l'ont proposé Lanos [1] ou Covey [3]. Dans ce cas, l'expression de la vitesse de déformation moyenne est la suivante [9] :

$$\dot{\gamma} = \frac{K_p}{\mu} \left(\frac{1}{2} \sqrt{\frac{3\beta + 8g}{12\beta}} - \frac{1}{4} \right) \quad (5)$$

β dépend des paramètres de comportement du fluide et de la géométrie de l'écoulement. Il est défini en fonction du nombre de Bingham g

$$\beta = \sqrt{2} \sqrt{(3g+2)} \left(\frac{1}{3} \tan^{-1} \left(\frac{2\sqrt{2}(3g+2)^{1/2} \sqrt{\frac{g}{(3g+2)^3}}}{3g\sqrt{(3g^2+6g+4)}} \right) \right) \quad (6)$$

Les valeurs de K_p et μ permettent l'estimation du nombre de Bingham, g , tel que :

$$g = \frac{\mu}{K_p} \frac{\dot{h}R}{h^2} = \frac{\mu}{K_p} G \quad (7)$$

L'évolution du rapport $\dot{\gamma}/G$ en fonction de g pour le cas du fluide de Bingham est indiquée par la figure 7. Les bornes de cette courbe correspondent au cas plastique ($\dot{\gamma}/G = 1/3$) et au cas d'un fluide visqueux newtonien ($\dot{\gamma}/G = (3/8)^{1/2}$).

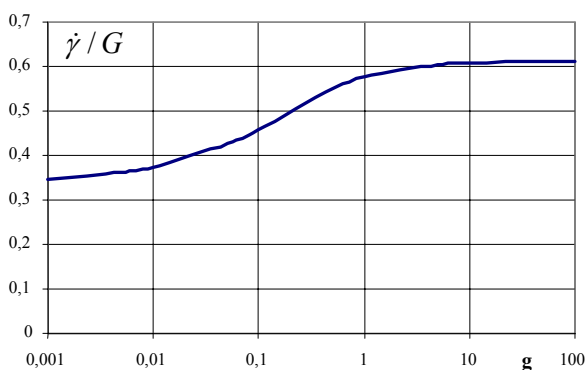


Figure 7 : fluide de Bingham, évolution de $\dot{\gamma}/G$ en fonction du nombre de Bingham, g [1].

5. Construction de la courbe d'écoulement équivalente d'un gel commercial

5.1 Procédure expérimentale

L'illustration de l'interprétation du comportement rhéologique d'un matériau par la construction d'une courbe d'écoulement équivalente est réalisée avec un gel cosmétique commercial. Pour cette étude, les plateaux, de 25 mm de rayon, sont striés. La hauteur initiale h_0 des échantillons est de l'ordre de 18 mm. Cependant, l'exploitation des enregistrements expérimentaux est effectuée à partir d'une hauteur équivalente à $h_0/2$. Cette précaution permet de s'affranchir d'éventuelles différences de hauteur initiale entre les échantillons testés [10]. Les essais sont réalisés à rayon constant, pour éviter les erreurs de centrage des échantillons, et pour trois vitesses de rapprochement du plateau supérieur : 0,2 mm.s⁻¹, 1 mm.s⁻¹, et 10 mm.s⁻¹. La gamme de vitesse de l'analyseur de texture est ainsi entièrement exploitée, ce qui permet dans notre analyse de couvrir une large gamme de vitesse de déformation moyenne.

vitesse de consigne (mm.s ⁻¹)	vitesse réelle (mm.s ⁻¹)
0,2	0,2
1	0,999
10	9,996

Tableau 1 : vitesses d'essai

Le tableau 1 confirme que les vitesses de consigne correspondent aux vitesses réelles du plateau supérieur. Chaque essai est répété trois fois pour s'assurer de la reproductibilité du test.

La figure 8 donne l'allure des résultats expérimentaux dans le repère global $F^*(h/R)$. Après une phase de mise en forme de l'échantillon (h/R élevé), l'enregistrement se stabilise sur une droite (cas des vitesses élevées, et pour $0,3 < h/R < 0,4$). Ensuite l'enregistrement quitte l'asymptote oblique pour atteindre de fortes valeurs de F^* pour de faibles hauteurs. La borne inférieure en h/R évoquée précédemment est fixée à 0,02.

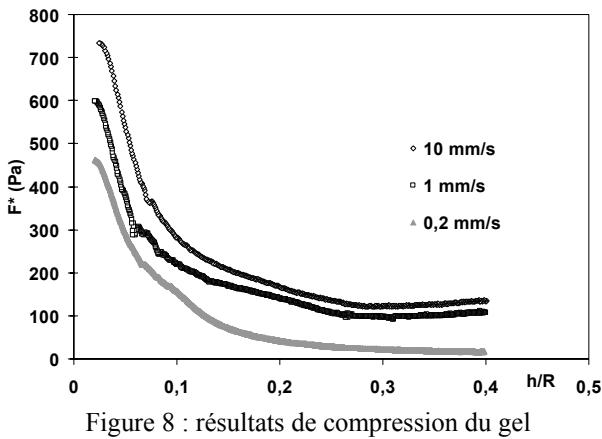


Figure 8 : résultats de compression du gel

5.2 Courbe d'écoulement équivalente du gel

Le rhéogramme déterminé par l'exploitation du modèle viscoplastique est présenté sur la figure 9. La courbe d'écoulement équivalente est construite par morceaux à partir de l'exploitation des essais de compression correspondant aux trois vitesses différentes. Pour chaque essai, le domaine de valeur de h/R utilisé ici correspond à $0,02 < h/R < 0,05$. Le rhéogramme équivalent obtenu permet en première approximation la caractérisation du gel testé et l'identification des paramètres d'une loi de comportement représentative. La courbe d'écoulement équivalente peut ainsi être ajustée par un comportement de type Herschel-Bulkley. La valeur du seuil de mise en écoulement est évaluée à 300 Pa. L'index d'écoulement est estimé à 0,475 et la viscosité à $320 \text{ Pa}\cdot\text{s}^{-n}$.

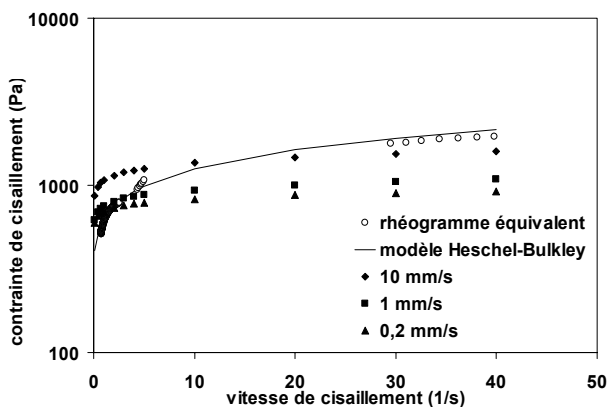


Figure 9 : courbe d'écoulement équivalente du gel

5.3 Discussion

Cette interprétation reposant sur l'exploitation d'un ensemble d'essais de compression peut être comparée aux résultats d'une approche globale plus traditionnelle. La recherche de la corrélation entre un modèle analytique, associant une composante plastique et une composante en loi puissance [1] (Eq.8), et les courbes $F^*(h/R)$ de chaque essai permet d'obtenir les paramètres de comportement

donnés par le tableau 2. Le domaine de valeurs de h/R exploitées reste identique à celui utilisé précédemment.

$$F^* = \frac{2}{3} K_p + \frac{2}{\sqrt{3}} K_p \frac{h}{R} + \frac{2\eta}{n+3} \left(\frac{2n+1}{2n} \right)^n \left(\frac{\dot{h}}{R} \right)^n \left(\frac{R}{h} \right)^{2n} \quad (8)$$

vitesse d'essai (mm.s ⁻¹)	K _p (Pa)	η (Pa.s ⁻ⁿ)	n
0,2	200	500	0,1
1	300	450	0,15
10	370	400	0,15

Tableau 2 : paramètres de comportement

Les paramètres ainsi identifiés ne sont pas indépendants de la vitesse de compression. Les rhéogrammes correspondant aux résultats obtenus pour chaque vitesse d'essai sont confrontés au rhéogramme équivalent (figure 9). Dans la gamme de vitesse de cisaillement représentative des deux essais les plus lents, les rhéogrammes obtenus par la méthode globale sont voisins du rhéogramme construit selon notre méthode. L'écart est plus important vis à vis des résultats obtenus avec la vitesse de compression la plus élevée. Notre méthode de tracé du rhéogramme équivalent permet ainsi d'identifier, pour chaque gamme de vitesse de déformation moyenne $\dot{\gamma}$ associée à chaque essai, la loi la plus représentative du comportement rhéologique du fluide testé.

6. Conclusions

Comme le présente cette étude, la configuration d'un essai de compression peut être implantée sur un analyseur de texture commercial. Il est toutefois nécessaire d'intégrer les performances de l'appareil dans le dépouillement des données. De plus, l'échauffement de l'appareil exige une instrumentation particulière du dispositif expérimental. Par conséquent, la qualification complète de ce système expérimental a été réalisée pour entreprendre au moyen de cet appareil la caractérisation rhéologique de fluides complexes. Pour envisager une interprétation systématique de l'essai de compression, notre analyse consiste à identifier les paramètres constitutifs d'un modèle viscoplastique de type Bingham. Ces paramètres permettent alors de construire point par point une courbe d'écoulement équivalente. La réalisation d'essais de compression pour des vitesses de rapprochement des plateaux différentes conduit à l'obtention d'une large gamme de vitesse de déformation moyenne. L'illustration d'un tel

traitement est donnée pour le cas d'un gel. Cette méthode de résolution doit à présent être affinée pour permettre l'identification précise du comportement de l'échantillon. Notre méthode doit notamment intégrer un calcul itératif sur les paramètres du modèle. Afin de valider complètement le modèle de dépouillement proposé, il convient également de comparer les résultats de la construction du rhéogramme équivalent avec le rhéogramme obtenu par un outil de rhéométrie classique.

Références

- [1] Lanos C., "Méthode d'identification non viscosimétrique de comportements de fluides", Thèse de doctorat, INSA, Rennes (1993).
- [2] Adams M.J., Edmondson B., Caughey D.G. and Yahya R., "An experimental and theoretical study of the squeeze film deformation and flow of elastoplastic fluids", *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 51, 61-78 (1994).
- [3] Covey G.H., and Stanmore B.R., "Use of the parallel-plate plastometer for the characterisation of viscous fluids with a yield stress", *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 8, 249-260 (1981).
- [4] Wilson S.D.R., "Squeezing flow of a Bingham material", *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 47, 211-219 (1993).
- [5] Sherwood J.D. and Durban D., "Squeeze flow of a power-law viscoplastic solid", *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 62, 35-54 (1996).
- [6] Campanella O.H. and Peleg M., "Squeezing flow viscosimetry for nonelastic semiliquid foods – Theory and applications", *Critical Reviews in Foods Science and Nutrition*, 42(3):241-264 (2002).
- [7] Adams M.J., Aydin I., Briscoe B.J. and Sinha S.K., "A finite element analysis of the squeeze flow of an elasto-viscoplastic paste material", *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 71, 41-57 (1997).
- [8] Lanos C., "Identification of the rheological behaviour of mineral paste by using compression test», XIIIth International Congress on Rheology, Cambridge, UK, Vol. 2, p.415-417 (2000).
- [9] Lanos C., Casandjian C., Laquerbe M., "Reverse identification method associate to compression test", XIIIth International Congress on Rheology, Cambridge, UK, Vol. 2, p.312-314 (2000).
- [10] Vuez A., Lanos C., "Le calcul d'erreur : un allié à la compréhension d'un phénomène", 3^{èmes} Rencontres Scientifiques de Génie Civil, Nantes, p.11-16 (1995).