

Rhéométrie :
comment mesurer les
grandeurs rhéologiques ?

Deux familles de dispositifs classiques :

Viscosimètre capillaire ou à bille roulante

Rhéomètre rotatif

Analyse rhéologique d'un produit

*Est-ce que le produit est très peu visqueux ? Est-ce une solution diluée ?
Est-ce un semi-solide ?*

— Pour une solution diluée dont la viscosité est proche de celle de l'eau +
nécessité d'une bonne précision de mesure :

Viscosimètre capillaire ou à bille roulante **(pour fluide newtonien uniquement)**

(avec éventuellement vérification du caractère newtonien
au rhéomètre rotatif avant mesure au viscosimètre capillaire)

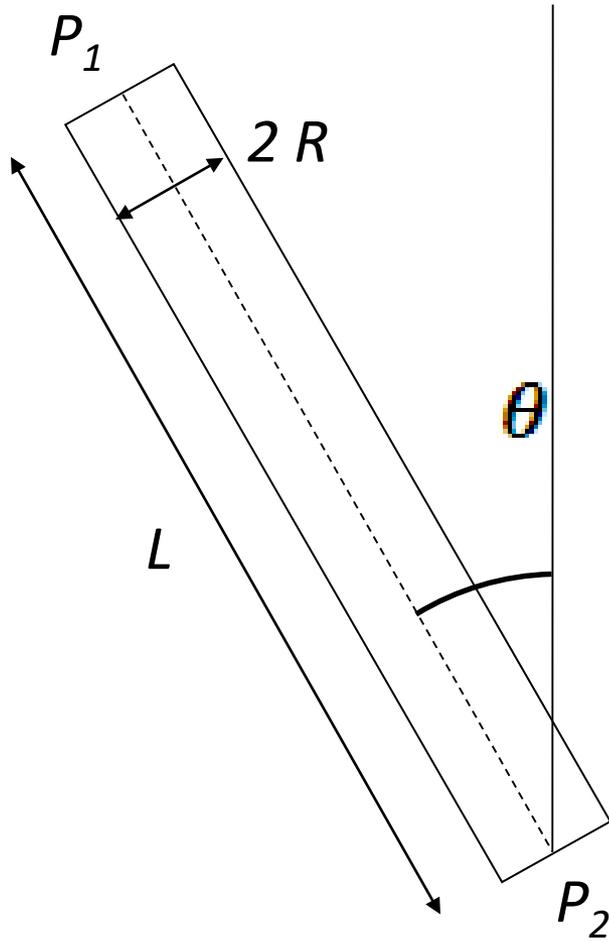
— Pour un produit visqueux newtonien :

Viscosimètre capillaire, à bille roulante ou viscosimètre/rhéomètre rotatif (viscosimètre/rhéomètre rotatif si très visqueux)

— Pour un produit non-newtonien ou viscoélastique (donc pour un semi-solide) :

Viscosimètre/rhéomètre rotatif

Viscosimètre capillaire



Principe fondée sur la loi de Poiseuille,
pour un liquide newtonien

$$Q = \frac{\pi R^4}{8\eta} \left(\frac{P_1 - P_2}{L} + \rho g \cos \theta \right)$$

Avec $P_1 = P_2$ et $\theta = 0^\circ$: $Q = \frac{\pi R^4}{8\eta} \rho g$

soit, avec $Q = \frac{V}{t}$ et $K = \frac{\pi R^4}{8V} g$:

$$\eta = \rho K t$$

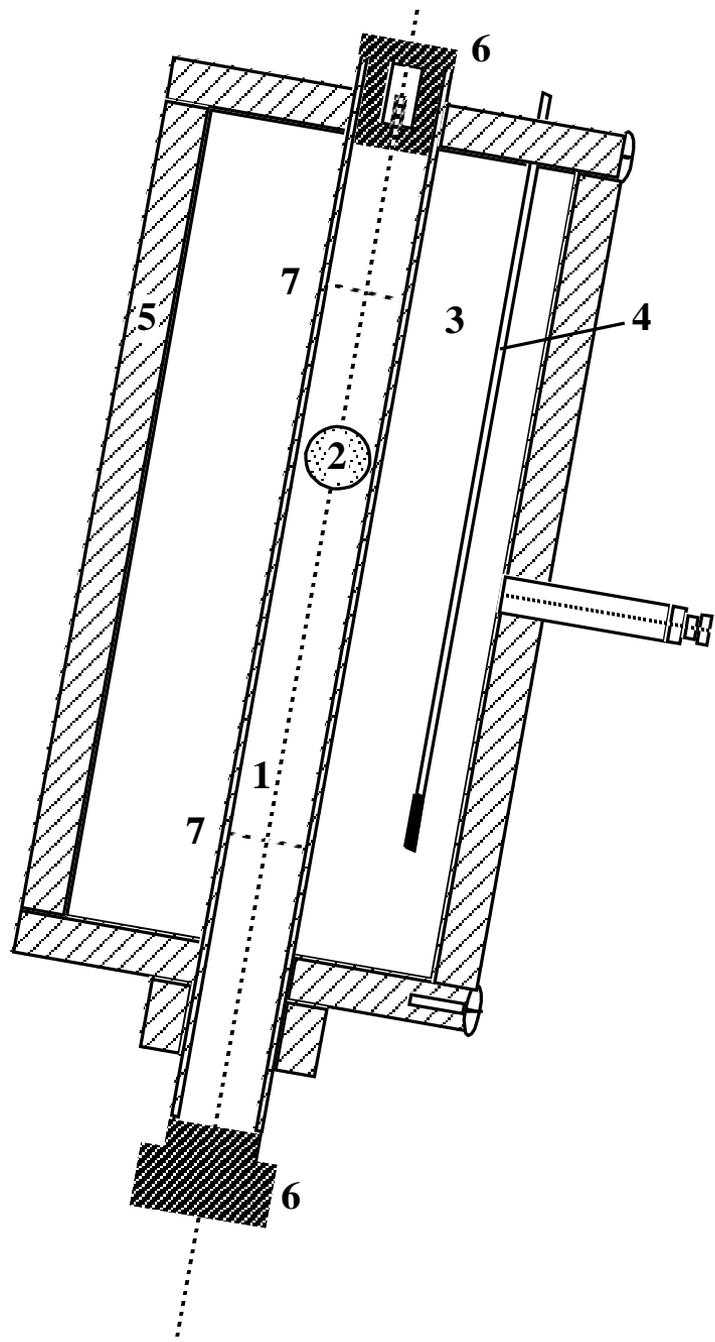
$$v = K t$$

Viscosimètre capillaire Ubbelohde



- Excellente précision
- Gamme de viscosité :
0,35 à 30 000 mm²/s
(pour un capillaire donné :
gamme de moins d'une décade de viscosité)
- Uniquement pour des liquides newtoniens
- 15-20 mL de liquide nécessaire
- Autre viscosimètre capillaire pour produits opaques ou moussants, faible volume (5 mL), etc.

Viscosimètre à bille roulante



- 1 – tube
- 2 – bille
- 3 – chambre de thermostatisation
- 4 – thermomètre
- 5 – parois isolante
- 6 – bouchon
- 7 – traits de repérage

$$\eta = K (\rho_s - \rho) t$$

Viscosimètre à chute de bille

...mesures simples et rapides de fluides newtoniens !

Le nouveau viscosimètre Brookfield à chute de bille utilise le principe simple et précis d'Höppler pour connaître la viscosité de fluides newtoniens. Il mesure le temps nécessaire à la chute d'une bille soumise à la gravité dans un tube rempli avec l'échantillon à tester.

Modèle KF10 à angle fixe conformément à la norme DIN 53015

Gamme de viscosité:
0.5 à 70,000 mPa·s (cP)

Pivot monté sur roulement à billes
Permet une rotation simple et des mesures répétables.

Sonde de température

Lot de 8 billes
pour tester une large
variété d'échantillons.

Connexion à
un bain thermostaté à
circulation (optionnel)
pour le contrôle de la
température de
l'échantillon

Précision: 0.5% à 2.0%
(selon la bille utilisée)

Modèle KF20
à angle variable
pour une plus grande
plage de viscosité



Viscosimètre à bille roulante



Lovis 2000, Anton Paar

Excellente précision

Gamme de viscosité :
0,3 à 10 000 mPa.s
(trois capillaires suivant la viscosité
à mesurer)

Uniquement pour des liquides
newtoniens

Moins d'1 mL de liquide nécessaire

Rhéomètre rotatif



Rhéomètre rotatif



Rhéomètre rotatif

Grandeurs physiques imposées ou mesurées par un rhéomètre rotatif :

- le couple M (« torque » en anglais ; unité : N.m)
- la vitesse de rotation angulaire Ω (« angular velocity » en anglais ; unité : rad/s)

On a les relations suivantes :

$$\tau = AM$$

$$\dot{\gamma} = B \Omega$$

A et B sont des coefficients de proportionnalité dépendant de la forme et de la dimension de la géométrie utilisée.

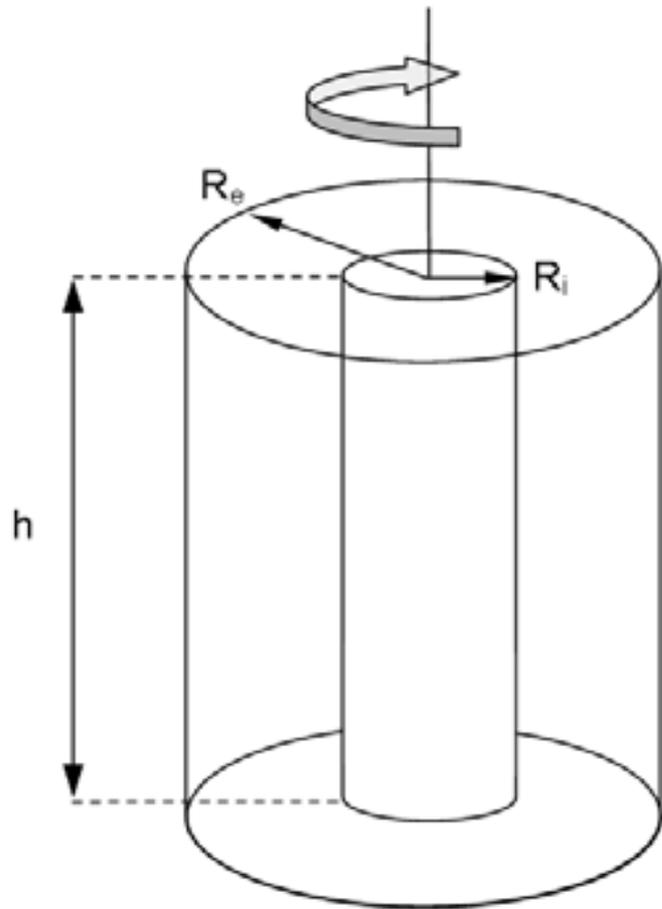
→ Nécessité d'un entrefer fin pour obtenir des mesures fiables (sinon, risque d'écoulement hétérogène), mais attention au risque de blocage s'il y a des particules trop grosses (condition pour éviter le blocage : entrefer > 5 fois le diamètre des particules)

Rhéomètre rotatif

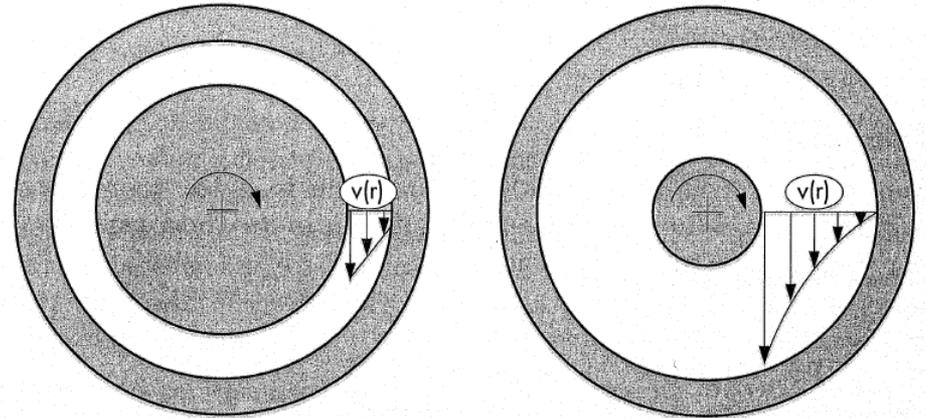
Appellation	HR 10
Constructeur	TA Instruments
Type	Rotatif à contrainte imposée
Gamme de couple	5 nN.m à 200 mN.m
Résolution angulaire	10 nrad

Rhéomètre rotatif

Géométrie de Couette cylindrique



Dans un Couette cylindrique, le profil n'est pas rigoureusement linéaire. La vitesse de cisaillement n'est pas homogène dans l'entrefer !



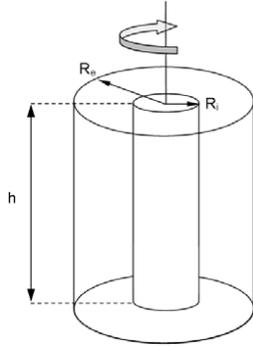
Plus l'entrefer est fin, plus on s'approche d'un profil linéaire. Condition pour avoir un profil quasi-linéaire :

$$(R_i/R_e)^2 \geq 0,85$$

$$\text{soit } R_i/R_e \gtrsim 0,92$$

Rhéomètre rotatif

Géométrie de Couette cylindrique



$$\tau = \frac{M}{4 \pi h} \left(\frac{R_e^2 + R_i^2}{R_e^2 R_i^2} \right)$$

$$\dot{\gamma} = \frac{R_e^2 + R_i^2}{R_e^2 - R_i^2} \Omega$$

Avantages :

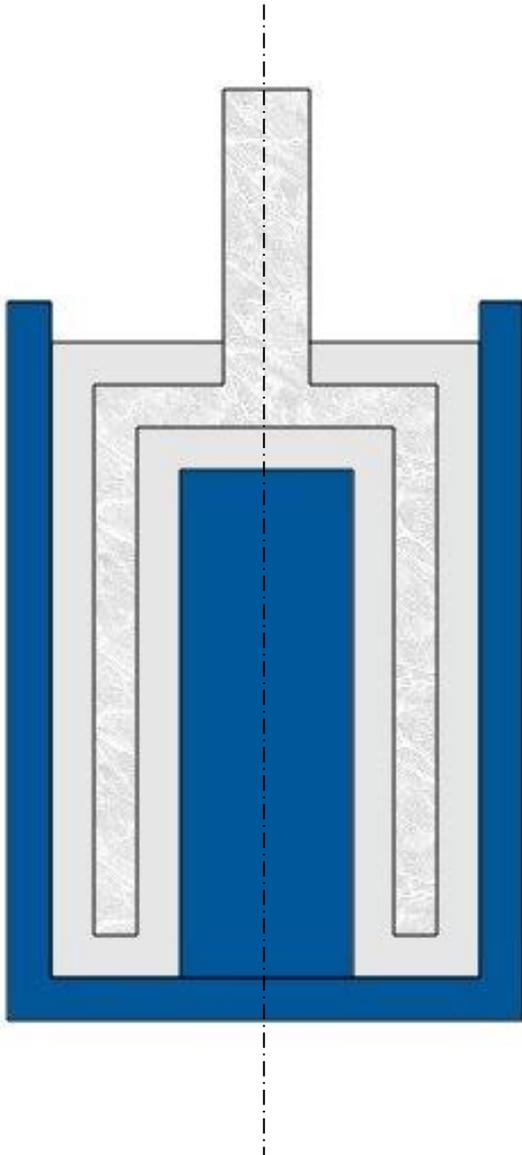
- Grande surface de contact entre la géométrie et le liquide, donc possibilité de mesurer des viscosités faibles.
- Il y a toujours un contact entre le liquide et la géométrie, alors qu'en cône-plan ou en plan-plan, le liquide peut plus facilement s'éjecter sur les côtés à fort taux de cisaillement, et le contact entre le liquide et la géométrie peut être plus difficile si le liquide s'étale bien sur le plan statique inférieur.

Inconvénients :

- Nécessité d'utiliser un volume important de liquide.
- Impossibilité de mesurer des contraintes normales à l'écoulement.
- Sédimentation ou crémage marqués pour des suspensions non isodenses (particules de densité différente de celle du solvant).

Rhéomètre rotatif

Géométrie de Couette cylindrique à double entrefer



Même avantages et inconvénients qu'avec un Couette cylindrique :

+ : plus grande surface de contact

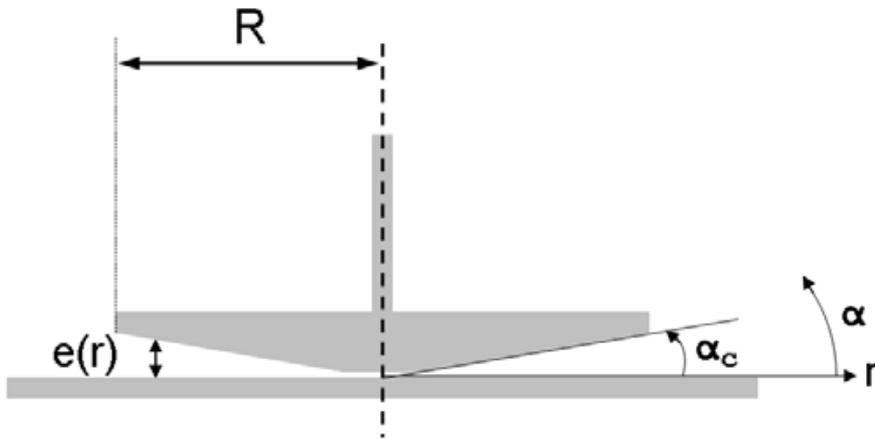
– : nettoyage plus difficile

Rhéomètre rotatif Géométrie cône-plan

Avantage essentiel :

$$\dot{\gamma}(r) = \frac{v(r)}{e(r)} = \frac{r \Omega}{e(r)} = \frac{\Omega}{\tan \alpha_c}$$

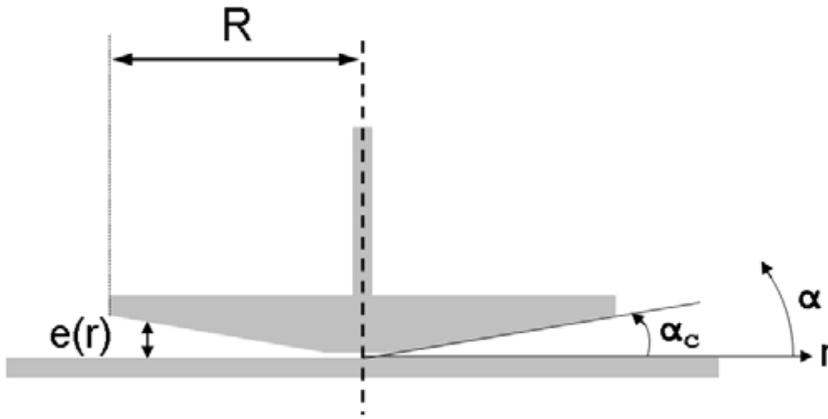
Le taux de cisaillement est constant sur toute la surface du cône !



En pratique, angle α_c compris entre $0,5^\circ$ et 4° (au-delà, l'écoulement risque d'être hétérogène).

Plus l'angle α_c est petit (et donc plus l'entrefer est fin), et plus le taux de cisaillement atteignable est grand.

Rhéomètre rotatif Géométrie cône-plan



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

$$\dot{\gamma} = \frac{\Omega}{\tan \alpha_c} \approx \frac{\Omega}{\alpha_c}$$

avec α_c petit

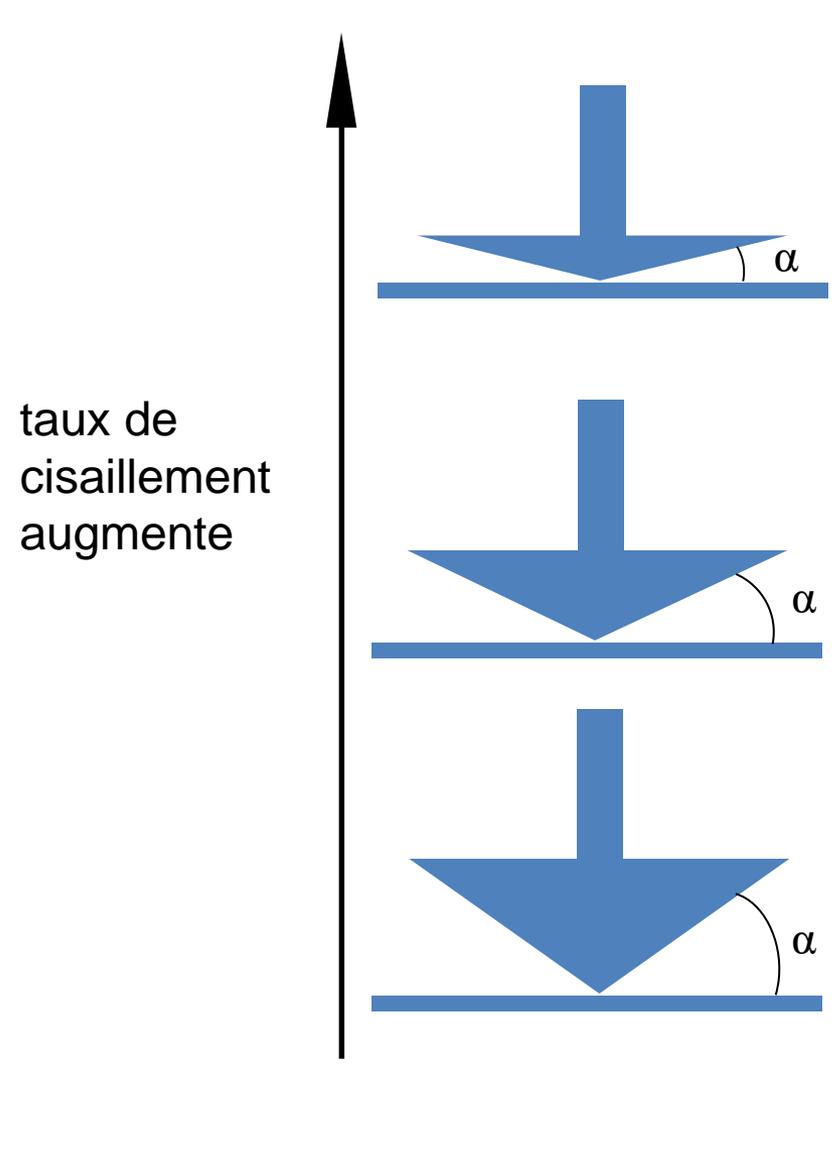
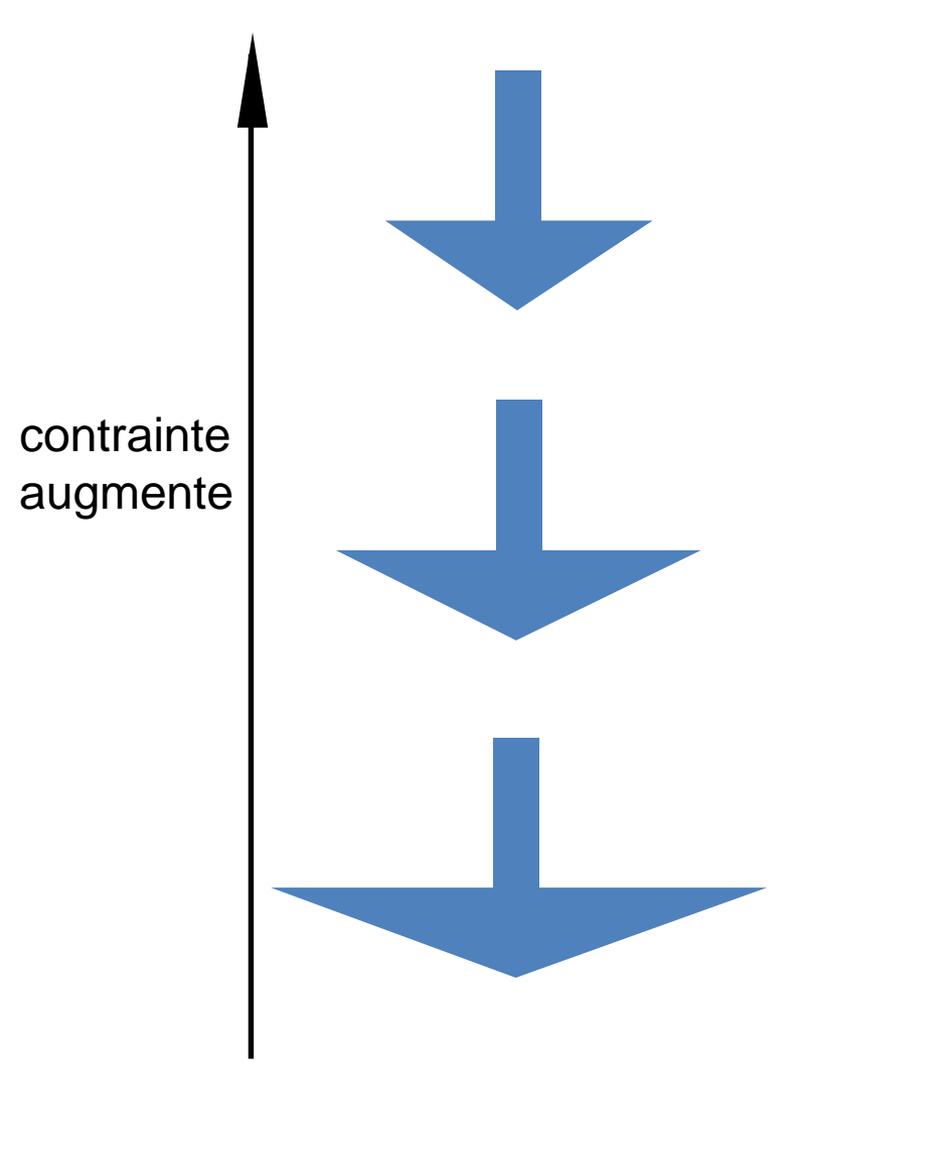
Avantages :

- Taux de cisaillement constant sur toute la surface de la géométrie.
- Peu de liquide requis pour les mesures.
- Mesure possible de la contrainte normale à l'écoulement.

Inconvénients :

- Surface de contact plus réduite qu'en Couette cylindrique ou en double entrefer.
- Risque de blocage de particules dans la troncature ou dans l'entrefer. Critère : risque de blocage si troncature du cône-plan < 5 fois le diamètre des particules. Dans l'idéal, plan-plan OK si troncature > 10 fois le diamètre des particules.

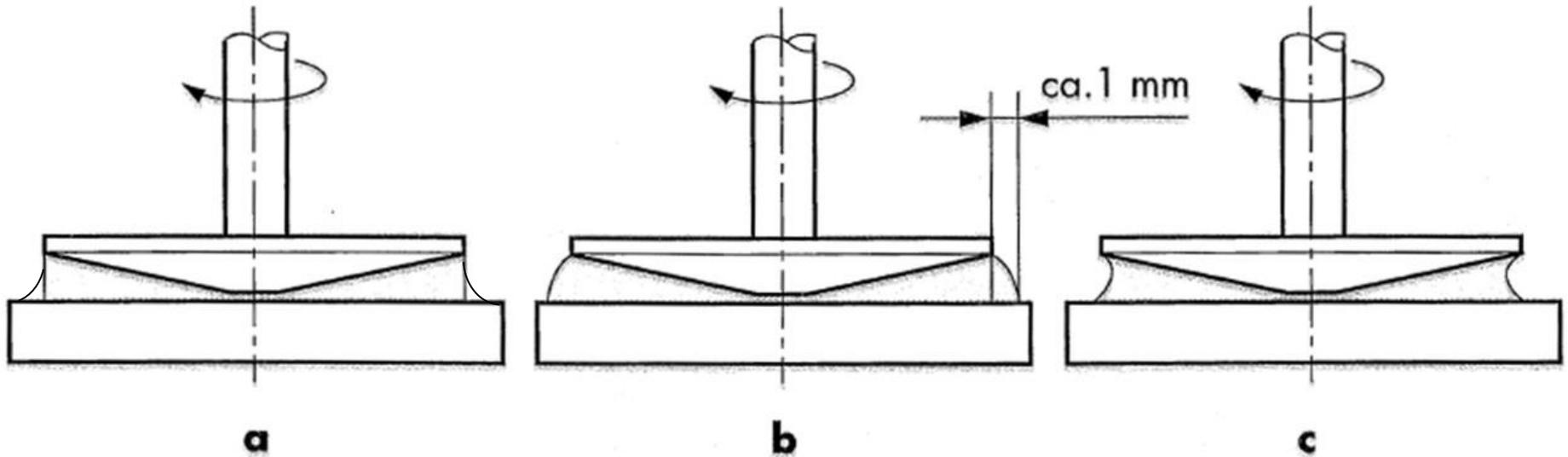
Rhéomètre rotatif Géométrie cône-plan



Chargement de l'échantillon

- 1) Chargement de l'échantillon au centre du plateau
 - Attention à la reproductibilité du chargement (manière de placer l'échantillon, quantité déposée, temps de dépôt, etc.)
 - Eviter de cisailer l'échantillon lors de la prise de l'échantillon dans le récipient-mère et lors du chargement sur le plateau
- 2) Descente de la géométrie jusqu'à l'entrefer adéquat
- 3) Arasement du surplus d'échantillon
- 4) Mise en température de l'échantillon (typiquement, 5 minutes)
- 5) Lancement de la mesure

Remplissage de l'entrefer pour un cône-plan



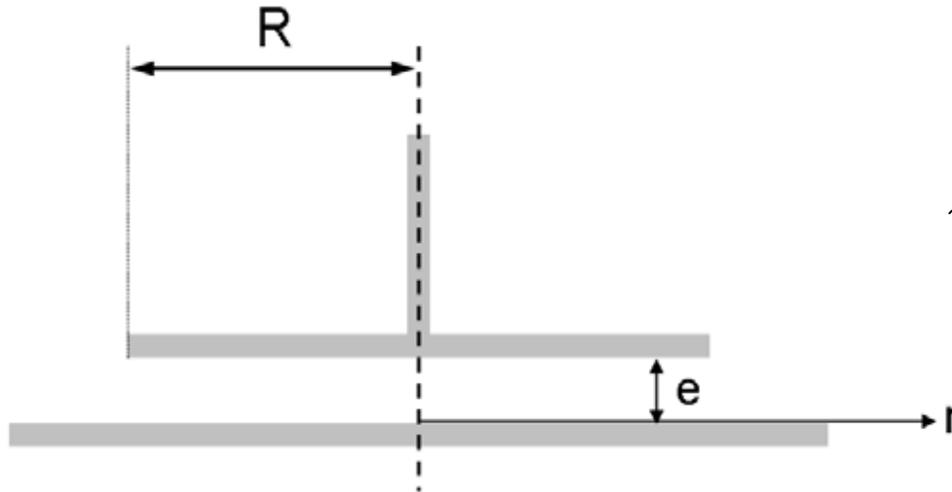
a : remplissage correct

b : excès (boursofflure) → surestimation de la viscosité

c : défaut de produit (creusement) → sous-estimation de la viscosité

Rhéomètre rotatif

Géométrie plan-plan



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

$$\dot{\gamma}(R) = \frac{R \Omega}{e}$$

Avantages :

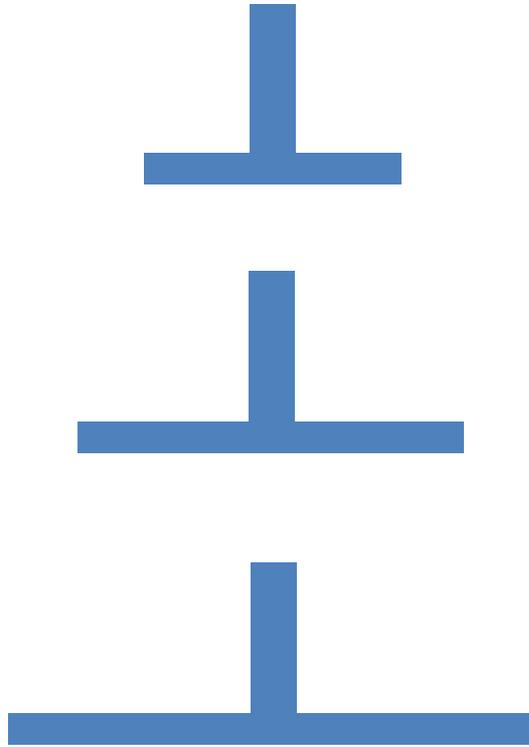
- Peu de liquide requis pour les mesures.
- Mesure possible de la contrainte normale à l'écoulement.
- Possibilité de faire varier l'entrefer, et donc de l'adapter pour l'étude des suspensions ou des matériaux fragiles. Entrefer recommandé : entre 0,5 et 2 mm.

Inconvénients :

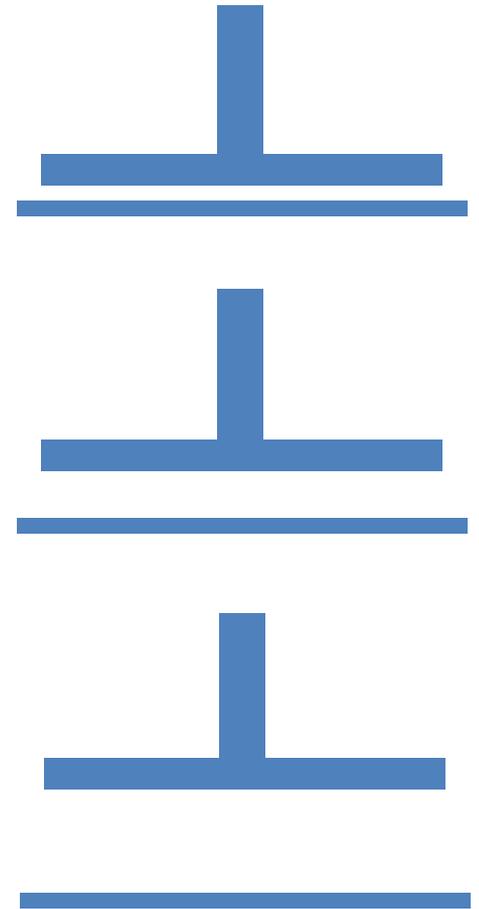
- Taux de cisaillement pas identique sur toute la surface de plan-plan, d'où un risque d'écoulement inhomogène du liquide (en pratique, le rhéomètre calcule une valeur moyenne du taux de cisaillement sur la surface du plan-plan).
- Surface de contact plus réduite qu'en Couette cylindrique ou en double-gap.

Rhéomètre rotatif Géométrie plan-plan

contrainte
augmente



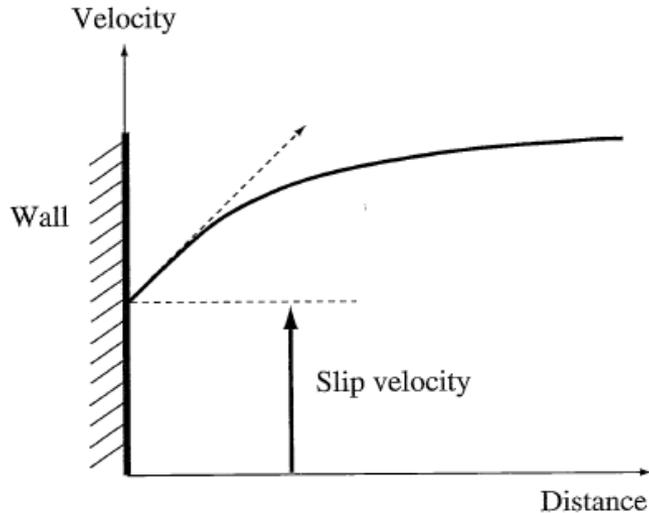
taux de
cisaillement
augmente



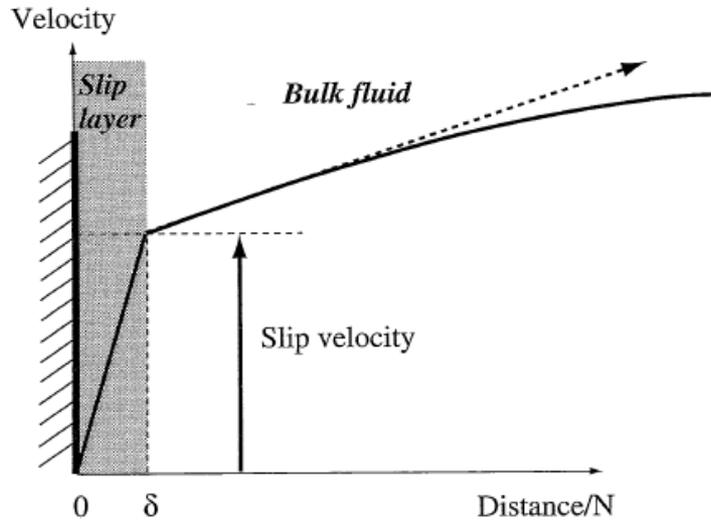
Quelle géométrie utiliser ?

- Produit peu visqueux ou expériences à faible contrainte
 - grande surface de contact (Couette cylindrique, double entrefer, cône-plan ou plan-plan à large diamètre)
- Pour des produits pharmaceutiques, la plupart du temps, il y a peu de volume de liquide disponible : recours au cône-plan ou plan-plan.
- Un large diamètre permet d'avoir une plus grande surface de contact
- Un petit diamètre permet d'imposer une contrainte plus élevée
- Cône-plan à privilégier car taux de cisaillement constant sur toute la surface du cône. Un angle petit permet des taux de cisaillement plus élevé.
- Recours au plan-plan si :
 - troncature du cône-plan < 5 fois le diamètre des particules (risque de blocage)
 - le produit est très fragile (certains gels par exemple) et qu'il y a fracture au niveau de la troncature du cône.

Phénomène de glissement



(a)



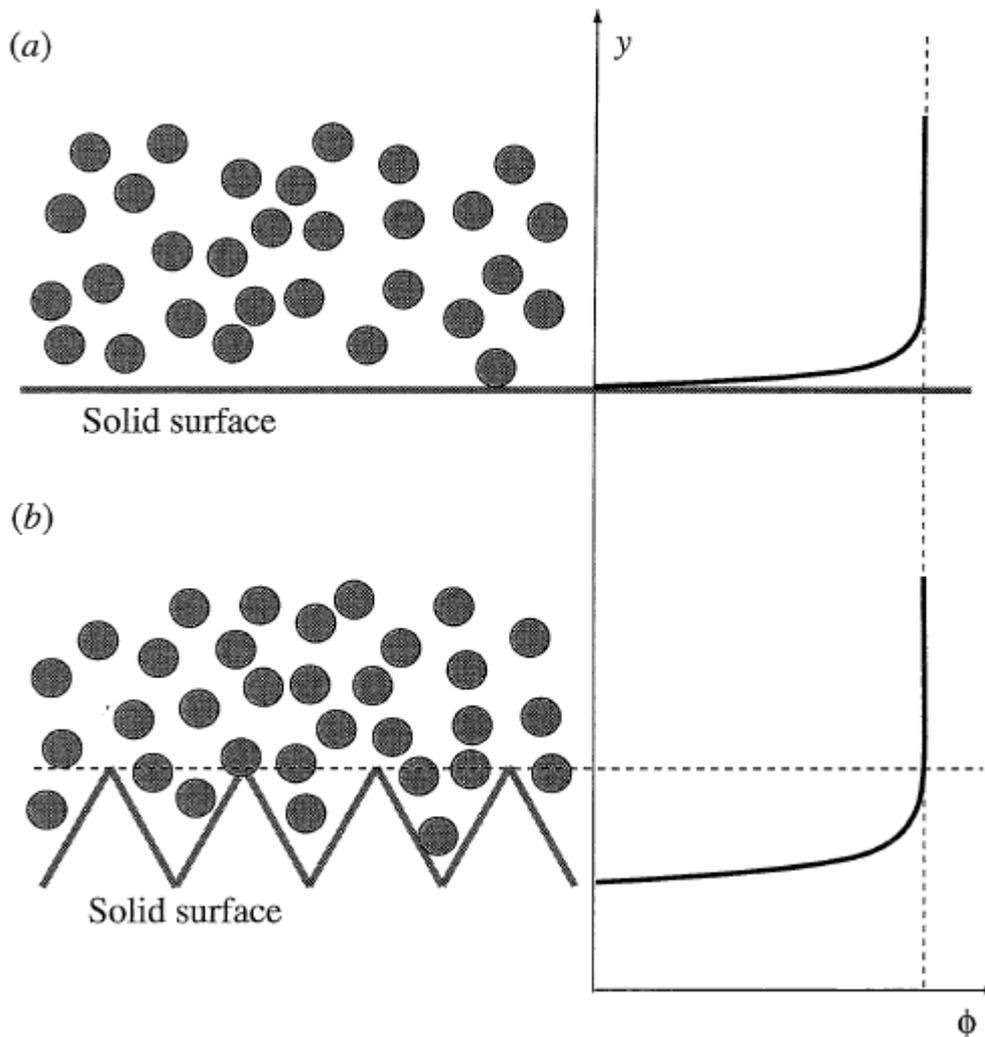
(b)

Observations :

a) Vitesse de glissement non nulle à la paroi : la condition de non-glissement n'est plus vérifiée.

b) En agrandissant la zone proche de la paroi, on observe un profil de vitesse très marqué dans une couche de fluide (« couche de glissement »).

Phénomène de glissement



- Dans la couche de glissement, il y a une diminution de la fraction volumique des particules.

(Dans le cas d'un polymère fondu, c'est la différence d'enchevêtrement entre les polymères à la surface et les polymères dans volume qui occasionne le glissement.)

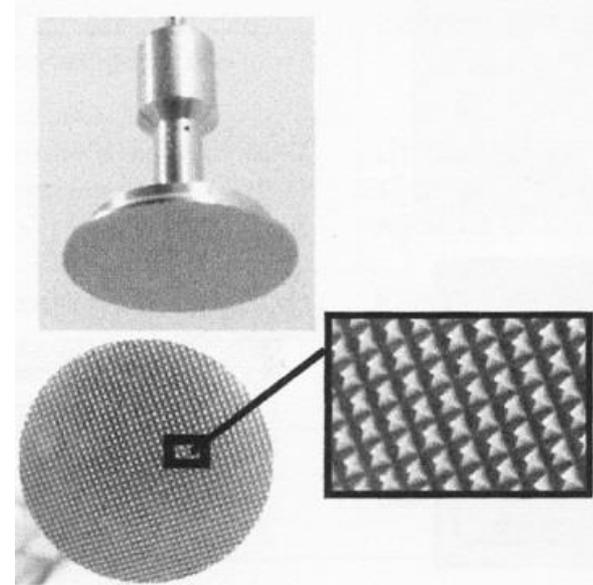
- Pour y remédier : utilisation d'une paroi rugueuse. Au niveau de l'enveloppe de la paroi rugueuse (en pointillé sur la figure), la fraction volumique reste inchangé.

Φ : fraction volumique en particules = rapport entre le volume occupé par les particules et le volume total de la dispersion

Phénomène de glissement

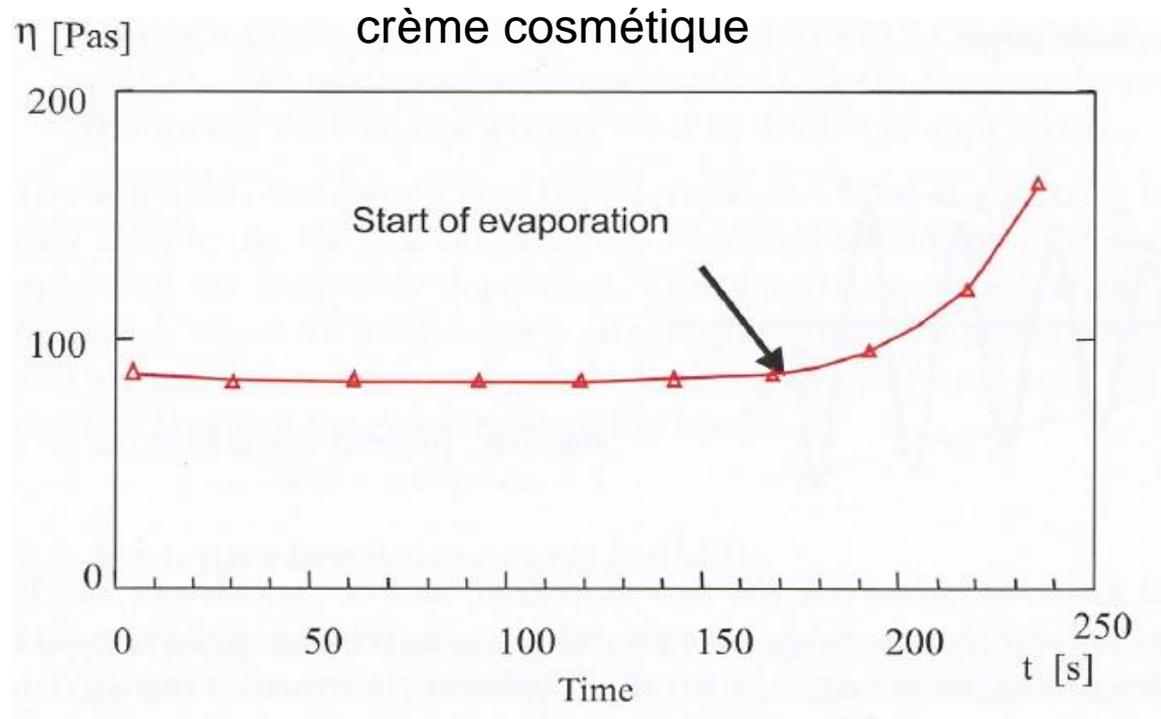


Géométrie « vane » (croisillon)



Plan-plan rugueux

Evaporation du solvant



Pour éviter l'évaporation du solvant :

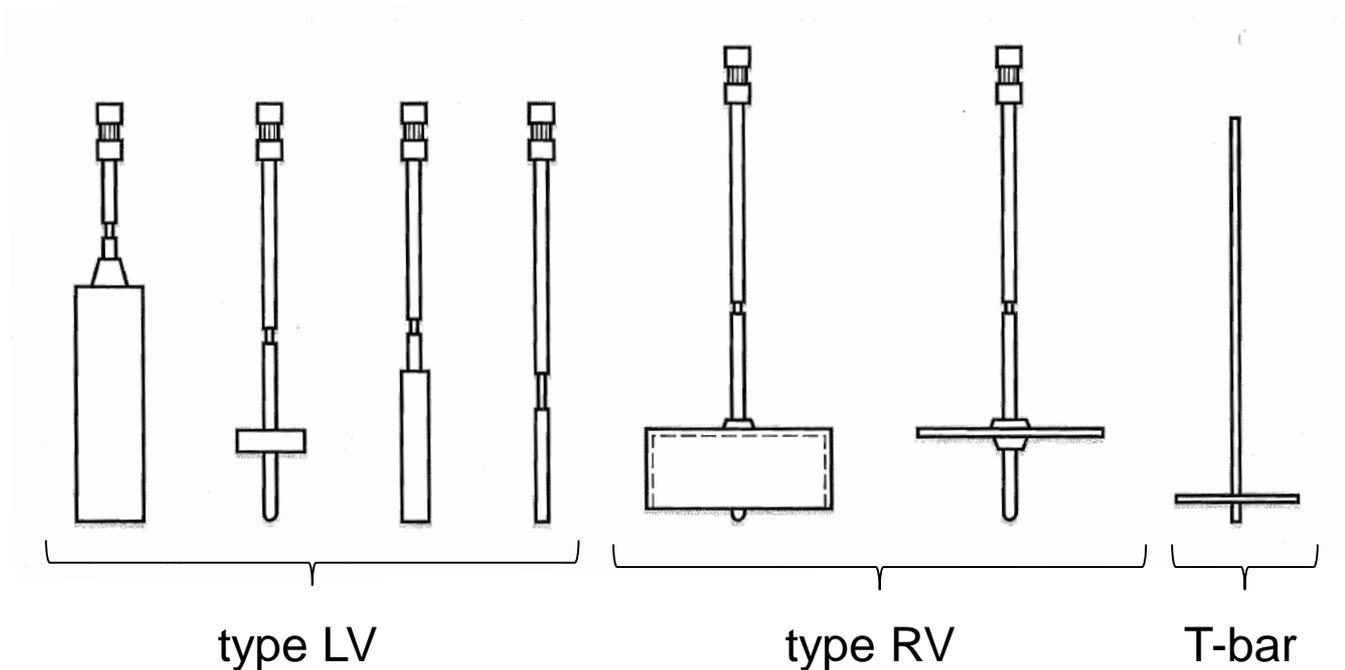
Cône-plan et plan-plan : utilisation d'une « cloche à solvant » (mais ne fait que retarder l'évaporation)

Couette cylindrique : dépôt d'un mince film de liquide non soluble sur l'échantillon (exemple : huile sur un échantillon aqueux)

Viscosimètre de type relatif

Pharmacopée Européenne : « broches » pour « viscosimètre de type relatif »

USP : « Spindles » for « relative rheometers » or « spindle viscometers »



Pas de contrôle de l'entrefer, qui est « infiniment grand »

→ $\dot{\gamma}$ n'est pas homogène dans l'entrefer

→ viscosité mesurée relative à la géométrie et au récipient contenant le produit

De préférence, usage pour le contrôle qualité (contrôle de routine)