# De l'intérêt d'une caractérisation rhéologique empirique et relative

P. Estellé[1], C. Michon[2,3], C. Lanos[1], J.L. Grossiord[4,5]

[1] *UEB, LGCGM EA3913, MTRheo, Insa/Université Rennes1, 3 rue du clos Courtel, BP 90422, 35704 Rennes cedex, France*

[2] *AgroParisTech, UMR1145 Ingénierie Procédés Aliments, 1 avenue des Olympiades, 91305 Massy, France*

[3] *INRA, UMR1145 Ingénierie Procédés Aliments, 1 avenue des Olympiades, 91305 Massy, France*

[4] *Université Paris-Sud 11, UMR 8612, Faculté de Pharmacie, 5 rue Jean Baptiste Clément, 92296 Châtenay-Malabry Cedex, France*

[5] *CNRS UMR 8612, Faculté de Pharmacie, 5 rue Jean Baptiste Clément, 92296 Châtenay-Malabry Cedex, France*

**Résumé** : De nombreux essais « empiriques » sont mis en œuvre en laboratoire, en usine ou sur chantier afin de qualifier et quantifier les propriétés rhéologiques d'un matériau. L'analyse repose le plus souvent sur la comparaison des propriétés mesurées sur un matériau de référence ou en utilisant des techniques de mesure étalonnées avec un fluide étalon. Cette synthèse présente certains de ces essais et leur principe d'utilisation. L'objectif est ici de sensibiliser le lecteur à l'exploitation des essais présentés afin d'accéder à des propriétés rhéologiques absolues (viscosité, seuil d'écoulement, …) ou à des propriétés moins intrinsèques mais suffisantes vis-à-vis d'un contrôle de production ou d'un ajustement d'un procédé de fabrication. Afin de guider les utilisateurs, une attention particulière est donnée aux hypothèses d'analyse de ces essais, leur interprétation, et aux précautions pratiques et théoriques à suivre

**Mots-clé** : Rhéologie relative et absolue, essais empiriques, viscosité, seuil

## 1. Introduction

La rhéologie permet d'étudier la relation entre la contrainte et la déformation (ou l'écoulement) d'un produit. La caractérisation de cette relation repose sur l'exploitation des résultats de tests expérimentaux plus ou moins complexes durant lesquels un échantillon de produit est soumis à une sollicitation (en effort/contrainte ou en déplacement), ce qui induit une réponse (en déplacement ou en effort/contrainte) qui est évaluée. Lorsque contrainte et déformation (et vitesse de déformation) sont calculables simplement à partir des sollicitations et des réponses expérimentales, on parle de rhéologie fondamentale. Quelques géométries simples permettent d'assurer une telle configuration : cône – plan, plan – plan, cylindre coaxiaux, capillaire [1,2]. Cependant, des limitations d'usage doivent être rappelées. Ainsi la géométrie imposée à l'échantillon doit rester compatible avec le volume élémentaire représentatif du matériau à tester. Par ailleurs, la taille de l'échantillon et la consistance des produits testés peuvent conduire à un dépassement des capacités d'essai de rhéomètres commerciaux.

En présence d'un matériau évolutif, le temps requis pour le conditionnement de l'échantillon peut également limiter l'intérêt d'une approche rhéologique rigoureuse. Le contrôle de production en ligne illustre bien cette problématique.

Il est donc courant pour un opérateur d'avoir recours à des techniques rhéologiques non fondamentales. Lorsqu'au moins une des grandeurs, contrainte ou déformation, ne peut pas être calculée moyennant des approximations acceptables (ou justifiées), on parle de rhéologie empirique.

Les méthodes empiriques sont par ailleurs couramment utilisées lorsque :

- les méthodes traditionnelles sont prises en défaut (glissement, thixotropie,…).
- l'objectif est de mimer un procédé de transformation afin de :
  - caractériser un produit dans des conditions plus réalistes de procédé. Il s'agit de méthodes mimétiques. On trouve par exemple : les pétrins, les aéromètres, *etc.*…

- récolter des données utiles pour le scale-up et le dimensionnement d'installation.

o le contrôle ou la caractérisation par des méthodes simple sont impossibles (manque de temps, contrôle sur ligne,…).

o le prix d'une machine permettant d'accéder à la « rhéologie fondamentale » est trop élevé.

Des appareils spécifiques sont développés à l'échelle des laboratoires mais également en usine (contrôle de procédé et des produits en ligne), ou sur le terrain… Le qualificatif « empirique » ne doit pas être compris ici dans une acception négative. Il s'agit souvent d'évaluer les propriétés d'un matériau en référence à un autre matériau.

L'objectif de cette synthèse n'est pas de construire une présentation exhaustive des techniques empiriques élaborées dans différents secteurs d'application tels que l'agroalimentaire, la cosmétique, la galénique, ou le génie civil pour ne citer qu'eux. Plus modestement, nous proposons de hiérarchiser ces méthodes en s'appuyant sur quelques exemples emblématiques choisis en particulier en raison de leur utilisation fréquente et/ou en raison de leur champ d'applications étendu.

Nous verrons ainsi que les méthodes empiriques peuvent être utilisées pour caractériser les propriétés non seulement d'écoulement mais aussi de plasticité, de consistance, de viscoélasticité...

Outre le fait de sensibiliser les lecteurs à une approche empirique qui est encore très souvent utilisée dans certains cas et pour certaines applications, un des objectifs de cette synthèse est également de guider l'opérateur aguerri à une caractérisation relative vers un dépouillement plus riche de ses données expérimentales. En effet, dans certains cas, des méthodes empiriques peuvent aussi déboucher sur une caractérisation rhéologique absolue.

Les machines empiriques peuvent être classées en deux grandes catégories. La première fait appel à un objet qui se déplace dans le produit. La géométrie de l'objet et son mode de déplacement permettent d'évaluer certaines grandeurs telles que viscosité, seuil de mise en écoulement.

o De la pénétrométrie à la géométrie de chute : en pénétrométrie, un objet (cône, cylindre, aiguille, plateau, fil, lame, bille) se déplace en suivant un axe de translation : il plonge dans le produit poussé par une traverse mobile (déplacement imposé) ou sous son propre poids (effort imposé) suivant le dispositif. Lorsque le déplacement de la traverse est imposé, on mesure l'évolution de la force de réaction du produit. Lorsque l'objet se déplace sous l'effet de son poids on mesure la distance parcourue en un temps donné ou le temps pour parcourir une certaine distance, voire la distance d'arrêt de l'objet. Ces tests permettent d'accéder à une vitesse de chute ou à la configuration d'arrêt du mouvement, caractéristiques d'effets de viscosité ou de seuil de mise en écoulement.

o Des systèmes fonctionnant en mode rotatif aux mélangeurs : en mode rotatif, l'objet (système à ailette, cylindre, ancre, plateau, aiguille,…) est plongé dans le produit au préalable de manière à être complètement immergé. En fonction de l'appareil utilisé, le mobile peut :

- tourner à vitesse constante ou à vitesse croissante puis décroissante. Le couple de résistance induit par le produit compte tenu de ses propriétés est mesuré au niveau de l'axe de rotation.
- être mis en mouvement rotationnel du fait de l'application d'un couple au niveau de l'axe. La vitesse de rotation de l'axe est alors mesurée (tours / min).

Lorsque l'on souhaite dimensionner un mélangeur, l'objet et la cuve dans laquelle il tourne auront des formes et des dimensions respectives permettant de mimer un outil plus grand. Cette approche est exploitée dans les travaux menés par le groupe de L. Choplin [3].

Une telle configuration d'essai peut s'apparenter à une géométrie Couette. Elle est donc utilisée pour appréhender les effets de différentes grandeurs rhéologiques.

La seconde catégorie de machines empiriques correspond à des écoulements de produits générés par des actions externes telles que les actions gravitaires sans utilisation d'objet particulier immergé dans le produit. Les écoulements d'étalement ou de vidange relèvent de cette catégorie. Les mesures réalisées sont souvent plus difficiles à relier à des grandeurs rhéologiques.

o La vidange, une affaire de pression : lorsque un produit s'écoule dans un tuyau (incliné ou sous l'impulsion de la pesanteur) ou à travers un trou effectué en bas d'une cuve, petite ou grande, (effet de la pesanteur), il est possible de mesurer le temps nécessaire pour qu'un certain volume de produit se soit écoulé. Ceci permet de remonter à un débit de produit et donc, moyennant un ensemble d'hypothèses liées à la géométrie du problème à une vitesse de cisaillement équivalente. Ce paramètre, couplé à la mesure de pression générant l'écoulement, peut conduire à l'évaluation de grandeurs rhéologiques caractéristiques.

o De l'affaissement à l'écoulement sur des plans : ces tests consistent à évaluer les conditions d'écoulement et d'arrêt d'un volume de produit sous l'effet de son propre poids. Ces tests simples pouvant relever du démoulage d'un échantillon ou d'un écoulement sur plan incliné sont très adaptés à une approche comparative mais peuvent également permettre d'identifier différentes grandeurs rhéologiques, en particulier, le seuil de mise en écoulement.

Dans cette synthèse les modes de fonctionnement de certains tests empiriques utilisés dans différents domaines d'application sont évoqués.

Le principe d'utilisation des tests sélectionnés est présenté en regroupant les appareils selon le type de propriété rhéologique principale que l'on souhaite caractériser :

- Viscosité / aptitude à l'écoulement
- Propriétés plastiques / seuil d'écoulement
- Elasticité
- Viscoélasticité
- Propriétés texturales

Pour chaque propriété rhéologique principale, les tests de caractérisation relevant des deux catégories d'essais évoquées précédemment sont décrits. Les relations entre les grandeurs mesurées et les grandeurs rhéologiques sont rappelées en précisant le champ d'hypothèses de dépouillement associé. Le tout est complété par l'analyse des erreurs de procédure et d'interprétation qu'il convient de ne pas commettre.

L'analyse critique des résultats obtenus en exploitant de tels essais doit permettre à l'utilisateur de valider son interprétation rhéologique. Quelques exemples sont détaillés à la fin de cet article dans le cas de l'essai Brookfield, du test TPA, et de la géométrie cylindrique de Couette.

## 2. Caractérisation des propriétés rhéologiques

### 2.1. Viscosités ou comment caractériser l'aptitude à l'écoulement

Les opérateurs sont souvent confrontés à l'estimation de la fluidité ou de la consistance d'un produit. La grandeur rhéologique généralement retenue pour transcrire cette propriété est la viscosité. Ce terme générique recouvre cependant différentes définitions selon que la mise en écoulement nécessite d'atteindre une contrainte seuil, que la fluidité évolue ou non en fonction de la vitesse de cisaillement (par exemple en fonction d'un débit). On peut ainsi distinguer la viscosité newtonienne, la viscosité plastique et la viscosité apparente.

Estimer cette aptitude à l'écoulement nécessite de produire un écoulement dont on mesure un débit ou une vitesse caractéristique et une grandeur représentative d'un effort.

#### 2.1.1. Viscosimètre à bille ou pénétrométrie

Ces viscosimètres sont des appareils simples et faciles à manipuler dont le principe est le suivant : une bille sphérique se déplace lentement sous l'action de la pesanteur dans le liquide de viscosité $\eta$ à mesurer. Il peut s'agir :

o d'une chute libre verticale sans contact avec les parois du viscosimètre (*viscosimètre à chute de bille*).

o ou d'une chute guidée dans un tube incliné, la sphère roulant sur la paroi cylindrique du tube (*viscosimètre à bille roulante*).

L'échantillon est contenu dans un tube de mesure en verre, entouré d'une enveloppe reliée à un bain thermostaté à circulation, qui permet une régulation précise de la température. La bille chute au sein de l'échantillon à partir de sa position de départ en haut du tube, et atteint presque instantanément sa vitesse limite qui est mesurée par chronométrage du temps de passage entre deux repères placés à distance connue. Ce temps peut être utilisé directement en tant que mesure relative dans le but de comparer les réponses de différents fluides. Dans ce cas, les effets d'une différence de masse volumique du fluide ou de sa viscosité sont couplés. La loi de Stokes correspondant à la chute d'une bille dans un milieu visqueux newtonien infini permet d'identifier la contribution des différents paramètres :

$$V = g.D^2.\Delta\rho/(18.\eta) \qquad (1)$$

où g est la constante d'accélération gravitationnelle, V est la vitesse de chute de la bille de diamètre D. $\eta$ est la

viscosité newtonienne du produit et Δρ la différence de masse volumique entre la bille et le produit. Dans le cas où le diamètre du tube n'est pas suffisamment grand devant D, il convient de réviser cette équation par exemple en introduisant un coefficient d'appareil.

Il faut noter que le viscosimètre à chute libre est rarement utilisé, en raison de l'instabilité de la trajectoire verticale. On préfère employer un viscosimètre à bille roulante dont l'inclinaison par rapport à la verticale garantit le contact constant de la bille avec la paroi du tube.

Sous l'effet des forces qui lui sont appliquées (pesanteur, poussée d'Archimède, force de frottement visqueux de Stokes, réaction de la paroi), la bille atteint rapidement une vitesse limite. Le calcul de la viscosité dérive de l'équation de Stokes et est effectué à partir de la mesure du temps de chute de cette bille en utilisant l'équation :

$$\eta = K.\Delta\rho.t \qquad (2)$$

K est une constante d'appareil, t représente le temps de chute de la bille entre 2 repères.

Cette relation est ainsi valable aussi bien pour une chute libre verticale que pour une chute guidée dans un tube incliné, les deux configurations étant définies par des valeurs différentes de la constante d'appareil K.

Mais il faut souligner que les équations (1) et (2) ne s'appliquent en toute rigueur que dans le cas d'un liquide newtonien puisque le cisaillement est inhomogène dans l'échantillon. L'emploi de cette équation dans le cas de liquides non-newtoniens conduit à une caractérisation relative qui permet cependant une comparaison entre les liquides, pourvu que le même dispositif expérimental (même tube, inclinaison, bille) soit utilisé.

Une alternative au viscosimètre à bille consiste à remplacer la bille par un mobile pesant cylindrique. Un écoulement cisaillant annulaire se déclare donc entre le tube externe fixe (rayon $R_2$) et le mobile (rayon $R_1$). F est le poids du mobile immergé dans le fluide se déplaçant à la vitesse $v_1$ sur une longueur h. On peut donc relier la viscosité newtonien du fluide testé selon :

$$\eta = \frac{1}{K}\frac{F}{v_1 h} \qquad (3)$$

Où

$$K = \frac{2\pi(1+x^2)}{(1+x^2)\ln x + 1 - x^2} \qquad (4)$$

Et

$$x = R_2 / R_1 \qquad (5)$$

K est un coefficient purement géométrique. Sachant que $v_1$ = dh/dt, la pente de $h^2(t)$ est directement proportionnelle à l'inverse de la viscosité. En posant b = $dh^2/dt$ et C = 2F/K, l'équation (3) se réduit à l'équation (6).

$$\eta = \frac{C}{b} \qquad (6)$$

Cette méthode semble particulièrement adaptée à la caractérisation de fluides de grande viscosité [4], toujours dans l'hypothèse d'un comportement rhéologique purement visqueux newtonien.

### 2.1.2. Viscosimètres rotatifs

Le principe des viscosimètres rotatifs consiste toujours à mettre en écoulement l'échantillon par cisaillement entre une surface solide immobile (le stator) et une surface solide en rotation (le rotor). Les deux grandeurs expérimentales mesurées ou imposées sont le couple M et la vitesse angulaire du rotor Ω.

Dans le cas des géométries bien définies (cylindres coaxiaux et cône/plan), et à condition que l'entrefer dans lequel est réalisé le cisaillement soit suffisamment étroit, on peut considérer que le cisaillement est homogène dans tout l'échantillon. On peut alors exprimer la contrainte de cisaillement $\tau$ et la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ en fonction de M et Ω, par des relations du type :

$$\tau = AM \qquad (7)$$

$$\dot{\gamma} = B\Omega \qquad (8)$$

où A et B sont deux constantes d'appareil dépendant uniquement de la géométrie de cisaillement.

Si bien que la viscosité apparente pourra s'écrire sous la forme :

$$\eta = K\frac{M}{\Omega} \qquad (9)$$

où K=A/B est une constante d'appareil dépendant de la géométrie de cisaillement.

L'identification des constantes d'appareil A et B peut relever d'un calibrage sur un fluide étalon.

Les relations (7) à (9) permettent, en balayant une gamme de valeurs pour M et Ω de tracer des courbes d'écoulement $\tau - \dot{\gamma}$ ou $\eta - \dot{\gamma}$ et d'obtenir pour chaque valeur de la contrainte ou de la vitesse de cisaillement la valeur de la viscosité apparente correspondante. Ce principe de traitement des mesures constitue la base de

la viscosimétrie rotative. Nous ne développerons pas plus avant de telles configurations expérimentales qui sortent du cadre des tests empiriques et le lecteur intéressé par ce sujet est invité à consulter des ouvrages généraux de rhéométrie.

L'analogie entre la forme des courbes M-Ω et les rhéogrammes des produits testés peut constituer un outil de dépouillement empirique intéressant. Il est cependant tout à fait essentiel de bien faire la distinction entre la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ et la vitesse angulaire de rotation Ω, et cela bien que ces deux quantités aient la même dimension (elles s'expriment en général en $s^{-1}$), ce qui est la cause de nombreuses confusions. Seule la vitesse de cisaillement a une signification rhéologique.

De plus, rappelons que les relations (7) à (9) ne sont licites que dans la mesure où l'écoulement dans l'échantillon est considéré homogène. Cette condition reste à vérifier, en particulier en présence de fluides à seuil pour lesquels certaines configurations d'essai peuvent induire la formation de zones non cisaillées.

Si bien que les graphes $\eta - \Omega$ n'ont pas de signification rhéologique objective ou absolue, il s'agit de pseudo-rhéogrammes permettant seulement une caractérisation relative. Une analogie entre la forme des courbes M-Ω et les rhéogrammes des produits testés peut cependant apparaître. C'est le cas par exemple pour un fluide de Bingham dans certaines configurations d'essais. Dans une géométrie de type plan-plan (échantillon en cisaillement entre deux plateaux annulaires de rayon interne $R_1$ et de rayon externe $R_2$) [5], une relation linéaire entre paramètres rhéologiques (seuil de mise en écoulement $\tau_0$ et viscosité plastique $\mu$), paramètres géométriques et les paramètres de régression linéaire de la courbe M-Ω est identifiée.

$$\tau_0 = \frac{3M_0}{2\pi(R_2^{\,3} - R_1^{\,3})} \qquad (10)$$

$$\mu = \frac{2h(\partial M/\partial\Omega)}{\pi(R_2^{\,4} - R_1^{\,4})} \qquad (11)$$

Où h représente la distance entre les plateaux et $M_0$ le couple à vitesse de rotation nulle lorsque l'écoulement s'arrête.

Dans une géométrie de type cylindres coaxiaux toujours en présence d'un fluide de Bingham (cylindre interne de rayon $R_b$ et hauteur h ; cylindre externe de rayon $R_c$), le champ de cisaillement n'étant pas homogène, ce type d'analogie s'avère non systématique. Dans le cas où tout l'entrefer est cisaillé il y a analogie avec une relation linéaire du type :

$$\Omega = \left(\frac{M}{4\pi h\mu}\right)\left(\frac{1}{R_b^{\,2}} - \frac{1}{R_c^{\,2}}\right) - \frac{\tau_0}{\mu}\ln\left(\frac{R_c}{R_b}\right) \qquad (12)$$

L'analogie entre forme des courbes M-Ω et les rhéogrammes de fluides visqueux en loi puissance (consistance k) est elle systématique. Cette analogie permet d'estimer l'index d'écoulement « n » du fluide assez directement par les relations suivantes :

Pour une géométrie de type plan-plan, on obtient :

$$\frac{M(3+n)}{2\pi R^3} = k\left(\frac{\Omega R}{h}\right)^n \qquad (13)$$

Pour une géométrie de type cylindres coaxiaux, on a :

$$\Omega = \frac{n}{2k^{1/n}}\left(\frac{M}{2\pi h R_b^{\,2}}\right)^{1/n}\left[1 - \left(\frac{R_b}{R_c}\right)^{2/n}\right] \qquad (14)$$

#### 2.1.2.1 Géométries « Brookfield »

Ce type d'appareil correspond à une caractérisation relative qui est mis en œuvre le plus souvent dans les viscosimètres de type « Brookfield ». Les viscosimètres de ce type sont des appareils pilotés en vitesse de rotation, où une vitesse angulaire de rotation Ω est imposée, et où l'on mesure le couple résistant correspondant M (sur le rotor). Plus précisément, le couple de torsion est mesuré par la torsion d'un ressort calibré avec un transducteur rotatif.

Le rotor peut prendre différentes formes : aiguilles, cylindres, disques, croisillons tournant. Il est immergé dans le fluide à tester, placé simplement dans un récipient jouant le rôle de stator. Avec ce type de géométries « Brookfield », le cisaillement est inhomogène et ne peut être défini, si bien que, à la différence des viscosimètres mettant en œuvre des géométries absolues, il est impossible de définir une vitesse et une contrainte de cisaillement en fonction de M et de Ω. On continue cependant à utiliser des relations de type (7) et (8) (dans laquelle la constante K est préalablement étalonnée sur des liquides newtoniens de viscosité connue) pour déterminer une viscosité dite "Brookfield". Si cette viscosité est bien la viscosité réelle pour des liquides newtoniens, elle peut en différer très sensiblement pour des liquides non newtoniens. Et, surtout, dans le cas de comportements non newtoniens, elle n'a guère de sens, puisque les conditions de cisaillement ne sont pas définies.

Il existe deux grands types de mobiles (ou de viscosimètres) : les mobiles de type L (cylindres,

disques de diamètre et d'épaisseur variables, aiguilles) (Figure 1) pour des viscosités newtoniennes faibles à moyennes (de 3 à $2.10^6$ mPa.s ) et de type R (cloches et disques d'épaisseur négligeable et de diamètre variable) (Figure 2) pour des viscosités newtoniennes moyennes à élevées (de 20 à $13.10^6$ mPa.s).

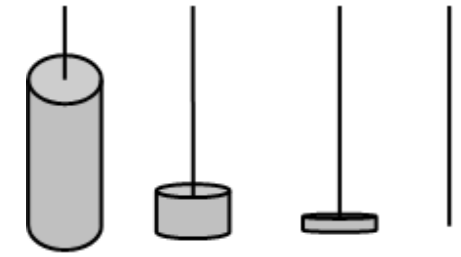


Figure 1 : Mobiles de type L

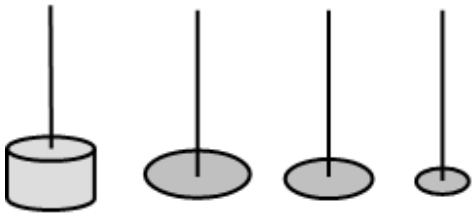


Figure 2 : Mobiles de type R

Il existe d'autres mobiles « Brookfield » adaptés aux échantillons de très forte viscosité, et proposés en option, en particulier des mobiles spéciaux en T avec déplacement hélicoïdal au sein de la structure afin de prévenir la formation de vides ou l'apparition de fractures.

Il faut également souligner que la plupart des viscosimètres de type Brookfield proposent des géométries absolues comme des associations cylindrique coaxiale et cône/plateau présentant un faible entrefer, si bien que le cisaillement peut y être considéré comme homogène et que les relations (7) et (8) peuvent y être appliquées. Le fonctionnement du viscosimètre ne diffère alors en rien sur le plan du principe des viscosimètres traditionnels. Il s'agit là d'un cas très particulier d'utilisation qui contredit en quelque sorte la philosophie « Brookfield » qui consiste à travailler directement dans le bécher de conditionnement, et qui est rarement utilisée.

Le lecteur pourra consulter avec profit la notice technique « Brookfield » qui définit en détail les différents mobiles et les différentes spécifications techniques de ces viscosimètres [6].

Ce mode de caractérisation relatif continue à être couramment pratiqué spécialement dans le contrôle de routine, dans les domaines pharmaceutiques, cosmétique, agroalimentaires…. Les géométries particulières (cylindres, disques, aiguilles, croisillons), ainsi que les caractéristiques mécaniques du rotor, qui ont été utilisées dès l'origine par la Société « Brookfield » sont définis par de nombreuses normes ASTM et ISO. Depuis que ce type de viscosimètre relève du domaine public, de nombreux fabricants se sont lancés sur le marché, tout en respectant scrupuleusement ces normes de fabrication.

### 2.1.2.2Ailette/mélangeur

Le mélange et la dispersion de systèmes afin de produire des matériaux complexes peuvent être réalisés à partir de géométries de forme variable : ancre [7], hélice [8], vane [9]. Ces géométries sont également utilisées pour évaluer ou suivre les propriétés rhéologiques des matériaux, en particulier durant les changements de phase ou les traitements thermiques. Pour aller au-delà d'une utilisation simplement comparative de ce type de tests, il convient d'établir une relation fiable (dans l'esprit des relations (7) et (8)) entre le couple et la vitesse de rotation de la géométrie et une contrainte et une vitesse de cisaillement caractéristique du cisaillement du fluide. Différentes méthodes ont été développées dans ce sens [10]. Ainsi, la vitesse de cisaillement est généralement reliée à la vitesse de rotation par une constante liée à la géométrie utilisée [11]. Cette constante s'obtient par une méthode de pente ou d'ajustement de viscosité [10]. Cette dernière solution requiert deux essais au moins (réalisés à des vitesses de rotation différentes) et dépend du comportement rhéofluidifiant du fluide utilisé. Une méthode plus récente est basée sur l'analogie de Couette [8, 12, 13]. Elle consiste à déterminer un rayon interne équivalent à celui d'un cylindre virtuel, qui permet d'obtenir un couple identique appliquée à la géométrie de mélange et au cylindre virtuel pour une même vitesse de rotation. Cette procédure requiert de définir au préalable la nature du comportement du fluide - généralement on sélectionne un modèle de type loi puissance – et de calibrer le système de mélange. L'évaluation du rayon interne virtuel est déterminée au préalable en utilisant un fluide newtonien de viscosité connue. Notons qu'il est possible de s'affranchir des limitations mentionnées ci-avant : pré spécification de la loi de comportement, étalonnage de la géométrie, essais préliminaires avec un fluide Newtonien, selon les résultats de [14], à condition que le fluide soit cisaillé le long d'une surface cylindrique bien définie. Pour plus de renseignements, le lecteur est renvoyé à la référence [3].

Comme nous venons de le voir, sortir d'une simple utilisation relative avec ce type de géométrie suppose

un travail minimum de calibration et de validation du protocole de dépouillement.

### 2.1.3. Etalement sur plan incliné

La technique du plan incliné, décrite par la figure 3, permet de déterminer la courbe d'écoulement d'un matériau [15], en multipliant les essais avec différents volumes et hauteurs d'échantillon. On trouve de nombreuses études dans les domaines du génie civil mais également de l'alimentaire. Le Consistomètre de Bostwick développé pour les produits de type confiture, crème, nappage … exploite ce type d'écoulement et fait partie des outils classiquement utilisés.

Il s'agit d'un plan incliné (figure 4) comprenant deux compartiments. Le premier (sur la gauche de la figure 4) est de surface carrée 5x5 cm et de hauteur 3,8 cm. Il est séparé du deuxième compartiment par une guillotine relevable de façon soudaine grâce à un levier mis sous tension. Le deuxième compartiment se situe dans le prolongement. Il mesure 5 cm de large, 24 cm de long et approximativement 2,5 cm de haut. Il comporte une série de graduations dessinées sur toute sa longueur tous les 0,5 cm.

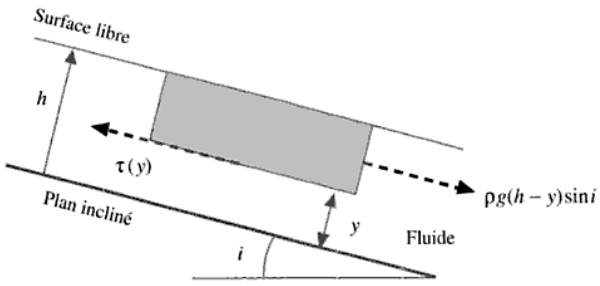



Figure 3 : Bilan et distribution des efforts s'exerçant au sein d'un fluide en écoulement à surface libre sur un plan incliné de longueur et largeur infinies (d'après [15])

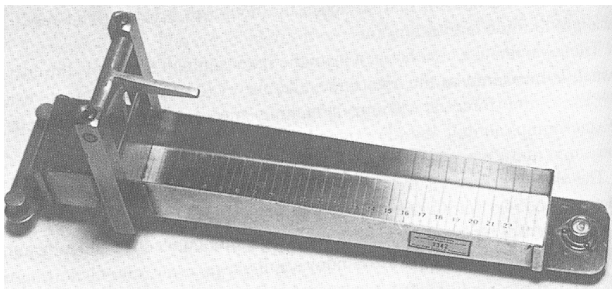


Figure 4 : Photo représentant un Consistomètre de Bostwick (d'après [16])

Pour réaliser un essai, la guillotine est maintenue en position base grâce au levier. Le compartiment 1 est rempli de produit. L'essai démarre au déclenchement de la remontée rapide de la guillotine, moment auquel l'expérimentateur déclenche son chronomètre. Le produit peut s'écouler sur le plan incliné. Au bout de 30 s le nombre de graduations recouvertes est compté. 5 cm correspondant au premier compartiment sont ajoutés pour obtenir la distance totale L). Une expression de L, donnée par Huppert en 1982 [17], s'écrit :

$$L = \xi_N \left( \frac{gq^3}{3\mu/\rho} \right)^{1/5} t^{1/5} \qquad (15)$$

Où $\xi_N$ prend une valeur théorique de 1,411 cm.g.s pour les fluides Newtoniens, g est la constante d'accélération gravitationnelle, q est le volume de fluide par unité de largeur, ν est la viscosité cinématique et t le temps. En élargissant au cas des fluides non Newtoniens et en réarrangeant les différents termes de la précédente égalité, il est possible de mettre en relation L et deux propriétés du fluide : la viscosité apparente η et la densité ρ [18] :

$$l = c\left( \frac{\eta}{\rho} \right)^{-1/5} \qquad (16)$$

Où c est une constante égale à $\xi_N[gq^3t)/3]^{1/5}$. La valeur de c est constante pour un temps d'expérimentation donné et vaut 0,0822 $m^{7/5}/s^{1/5}$ pour un temps de test standard pour le Consistomètre Bostwick, à savoir 30 s.

### 2.1.4. Mesure de pression dans une conduite

En présence d'un écoulement de fluide dans une conduite fermée, la mesure d'un gradient de pression peut constituer un outil de caractérisation suffisant. L'avantage principal de cette technique est qu'elle est adapté à du contrôle en ligne. Par contre, pour être totalement opérationnelle, elle requiert également l'évaluation du débit associé à l'écoulement.

Le dépouillement de ces mesures repose sur l'exploitation des relations développées dans le cadre de la rhéométrie capillaire. L'hypothèse de base consiste à considérer que l'écoulement reste en régime laminaire et que cet écoulement est adhérent aux parois.

Les équations caractéristiques de l'écoulement capillaire résultent de l'équation de conservation de la masse et d'une équation d'équilibre. Elles permettent d'estimer la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}_w$ (équation de Rabinovitsch-Mooney) et la contrainte de cisaillement à la paroi du tube $\sigma_w$ :

$$\dot{\gamma}_w = f(\sigma_w) = \left(\frac{3Q}{\pi R^3}\right) + \sigma_w \left(\frac{d(Q/(\pi R^3))}{d\sigma_w}\right) \quad (17)$$

$$\sigma_w = \frac{(\delta P)R}{2L} \quad (18)$$

Où R est le rayon du capillaire, Q le débit volumique et $\delta P / L$ le gradient de pression. L'équation de Rabinovitsch-Mooney peut se réécrire sous la forme :

$$\dot{\gamma}_w = \left(\frac{3n'+1}{4n'}\right)\Gamma \quad (19)$$

avec $\Gamma = 4Q/\pi R^3$ et $n' = \frac{d(\ln \sigma_w)}{d(\ln \Gamma)}$ (20)

Ces dernières relations sont particulièrement adaptées à la caractérisation des fluides en loi puissance pour lesquelles « n' » est égal à l'index d'écoulement.

L'utilisation de ces équations n'est pas aisée et réclame d'évaluer la perte de charge dans le capillaire pour de nombreuses valeurs de débit. Une utilisation simplifiée de ce type d'écoulement consiste à évaluer la viscosité équivalente du fluide testé en utilisant la solution de l'écoulement obtenue dans le cas d'un fluide Newtonien. Dans ce cas une relation linéaire apparait entre le gradient de pression et la viscosité (équation de Poiseuille-Hagen) :

$$Q = \frac{\pi(\delta P)R^4}{8L\eta} \quad (21)$$

La mesure de pression est généralement réalisée à l'aide de capteur de pression (en fait des capteurs de déformation constitués d'une membrane souple sur laquelle est faite la mesure) placés en affleurement de la surface du tube. Cette technologie, adaptée à une mesure sur fluide, peut s'avérer totalement inefficace dans le cas des fluides à seuil pour lesquels la contrainte normale à la paroi peut s'avérer différente de la pression.

La mesure de débit peut techniquement être plus difficile à réaliser. Il est courant de s'appuyer sur les performances des pompes de mise en circulation pour étalonner cette mesure ou sur les conditions de vidange d'une trémie tampon.

Pour différents types de fluides industriels il peut être suffisant d'utiliser un appareil manuel (voir figure 5) pour assurer un contrôle de production. Le capillaire est dans ce cas un tube en verre vertical reliant deux réservoirs. Le gradient de pression est induit par le poids de la colonne de fluide. Le temps de vidange d'un volume connu de fluide permet d'évaluer la viscosité newtonienne du fluide testé. Le réservoir supérieur de l'appareil est rempli par aspiration. Un calibrage à l'aide d'un fluide étalon est une fois de plus nécessaire.



Figure 5 : Exemples de rhéomètre capillaires « manuels »

Une amélioration considérable de la technique de mesure consiste à réaliser les mesures de gradient de pression sur deux tubes présentant des diamètres différents.

Cette double mesure peut permettre d'évaluer indirectement la valeur de la viscosité apparente ou d'appréhender d'éventuels phénomènes de glissement du fluide aux parois, remettant en cause les hypothèses de dépouillement.

### 2.1.5. Coupe Ford, cône de Marsh

Différents essais correspondent à une mise en écoulement gravitaire d'un échantillon contenu dans un récipient ouvert à sa base. Les formes de récipient coniques sont les plus utilisées. Généralement, le réservoir conique est lié à un ajutage formé d'une partie tubulaire. L'opérateur va simplement mesurer le temps de vidange d'un volume spécifié de produit. Ce test, très facile à mettre en œuvre, est très utilisé en cosmétique et dans le domaine du génie civil pour évaluer la fluidité de crèmes et coulis.

Ce type d'appareil intègre les coupes de viscosité (voir figure 6), ou coupes consistométriques, qui sont des outils simples et économiques utilisés pour les contrôles rapides de viscosité en production des huiles et des peintures par exemple et les cônes d'écoulement pour des coulis ou des suspensions minérales (cône de Marsh utilisé en génie civil décrit par la figure 7).




Figure 6 : Exemples de coupes de viscosité

La relation entre le temps de vidange et la viscosité newtonienne $\eta$ du fluide (de masse volumique $\rho$) repose sur l'étude de l'écoulement considéré comme étant un écoulement de type Poiseuille (dans la partie tubulaire située sous le réservoir).

$$t = \alpha\eta / \rho g \qquad (22)$$

Où t est le temps de vidange et $\alpha$ est une fonction de la géométrie de l'appareil et de l'échantillon dans ses configurations initiale et finale. L'utilisation d'un fluide Newtonien étalon permet d'identifier la valeur de $\alpha$. La mesure du temps de vidange permet alors d'estimer la viscosité apparente d'un fluide quelconque. Afin de valider la mesure, l'essai peut éventuellement être répété en changeant le diamètre de la zone tubulaire (la longueur reste en général constante).

Le fait d'utiliser un réservoir conique dont l'angle d'ouverture est trop important peut induire une perturbation de l'écoulement à l'entrée de l'ajutage et ainsi affecter le dépouillement.

Identifier l'expression analytique de $\alpha$ n'est pas trivial mais dans certaines configurations, la relation a pu être identifiée voire généralisée à l'étude de fluides non newtoniens.

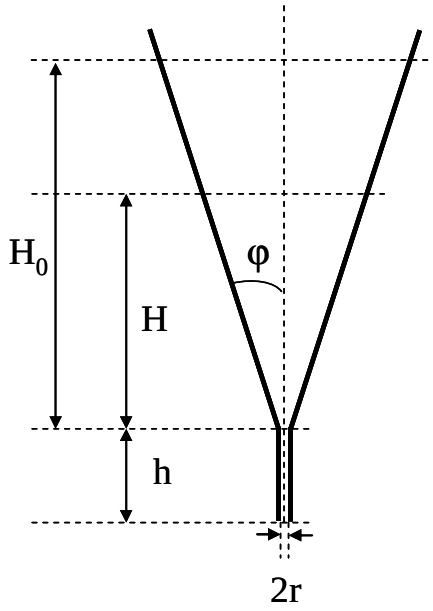



Figure 7 : Géométrie du cône de Marsh

Ainsi, le coefficient $\alpha$ caractéristique du cône de Marsh a été validé par [19] pour un fluide newtonien et s'extrait de l'équation (23).

$$t = \frac{8\eta}{\rho g r^3 \tan\varphi}\left(\left(1+\frac{3\tan\varphi}{r}\right)\left(\tan^2\varphi(H_0-H)\left(\frac{H_0+H}{2}+h\right)\right.\right.$$
$$\left.-2\tan\varphi(h\tan\varphi-r)(H_0-H)+(h\tan\varphi-r)^2\ln\left(\frac{H_0+h}{H+h}\right)\right) \qquad (23)$$
$$\left.-\frac{r^3}{h\tan\varphi-r}\left(\ln\left(\frac{H_0\tan\varphi+r}{H\tan\varphi+r}\right)-\ln\left(\frac{H_0+h}{H+h}\right)\right)\right)$$

La relation (22) doit être reconsidérée en présence de fluides à seuil. En exploitant les mêmes hypothèses et en considérant que le débit de fluide n'évolue pas trop durant l'essai, [20] propose une solution pour l'étude de la vidange d'un fluide de Bingham dans le cône de Marsh (seuil de mise en écoulement $\tau_0$ et viscosité plastique $\mu$) :

$$t = \alpha\mu /(\rho - \beta\tau_0) \qquad (24)$$

où $\alpha$ et $\beta$ sont des paramètres retraduisant la géométrie de l'essai. L'expression analytique de ces paramètres n'est pas triviale.

L'analyse de la vidange du cône de Marsh en présence de fluides d'Herschel-Bulkley (seuil de mise en écoulement $\tau_0$, consistance k et index d'écoulement n) est proposée par [21]. La vitesse moyenne d'écoulement en sortie d'ajutage est estimée par la relation (25) :

$$\overline{V} = \frac{nr}{3n+1}\left[\alpha\frac{\rho g r}{2k}.\frac{h+H}{h}\right]^{1/n} f\left(\frac{r_0}{r}\right) \qquad (25)$$

Où H est la hauteur de fluide dans la partie conique de l'appareil au temps t et,

$$\alpha = \frac{1-1{,}1\dfrac{\tau_0}{\rho g h\tan\varphi}}{1+\dfrac{r}{3nh\tan\varphi}} \qquad (26)$$

$$r_0 = \frac{2\tau_0}{\rho g + \dfrac{\Delta p}{h}} \qquad (27)$$

$$\rho g + \frac{\Delta p}{h} = \alpha\rho g\left(1+\frac{H}{h}\right) \qquad (28)$$

$$f\left(\frac{r_0}{r}\right) = \left[1+\left(\frac{2n}{2n+1}\right)\frac{r_0}{r}+\frac{2n^2}{(n+1)(2n+1)}\left(\frac{r_0}{r}\right)^2\right]\left(1-\frac{r_0}{r}\right)^{\frac{n+1}{n}} \qquad (29)$$

L'intégration de cette vitesse entre deux hauteurs de fluides différentes dans l'appareil est à relier au temps de vidange.

Sur le plan pratique, la pesée en continue du matériau s'écoulant de l'appareil permet de mieux ajuster ces modèles aux enregistrements.

Dans tous les cas présentés ci-dessus, l'interprétation des essais relève d'une logique d'ajustement de la réponse expérimentale sur des modèles analytiques plus ou moins pertinents. Ces tests de vidange ne permettent pas d'aller plus avant dans l'identification du comportement rhéologique du fluide testé.

## 2.2. Propriétés plastiques / seuil d'écoulement

La mise en écoulement de certains fluides nécessite de les solliciter avec un niveau de contrainte suffisant. On parle alors de seuil de mise en écoulement. Il convient cependant de distinguer différents phénomènes.

Ainsi la contrainte de cisaillement nécessaire à la mise en écoulement d'un fluide resté au repos peut s'avérer très différent de la contrainte de cisaillement mesurée à l'arrêt de l'écoulement. Certains utilisateurs distinguent ainsi un seuil statique, d'un seuil dynamique.

Par ailleurs, la contrainte requise pour créer l'écoulement peut être affectée par l'état de surface sur lequel l'écoulement est généré. Une rugosité insuffisante du plan de contact peut induire un glissement avec frottement qui peut s'apparenter à un seuil de mise en écoulement. On parlera alors de préférence d'un seuil de friction.

Estimer cette aptitude à l'écoulement nécessite de mesurer un effort associé à la mise en écoulement ou à l'arrêt de l'écoulement. Différentes configurations d'essais sont utilisées pour caractériser plus ou moins empiriquement cette propriété.

### 2.2.1. Mesure de seuil par pénétrométrie

Il existe deux catégories de pénétromètres : les pénétromètres à chute libre et les pénétromètres contrôlés, encore appelés analyseurs de texture. Ce sont des appareils d'utilisation simple, qui permettent la caractérisation de la résistance de l'échantillon à la pénétration d'un mobile. Les premiers pénétromètres ne comprenaient qu'un seul mobile fixé à une tige (cône de Malher), ou possédaient une tige guidée par un support et sur laquelle pouvaient se fixer différents types de mobiles (Figure 8) Dans ce dernier cas l'enfoncement dans la préparation peut être lu sur un cadran. De nos jours, pour une meilleure reproductibilité et justesse de la mesure, des dispositifs électriques peuvent équiper certains appareils. Ils indiquent le temps de la mesure et permettent d'afficher la profondeur d'enfoncement, exprimée généralement en dixièmes ou centièmes de millimètres. Le mobile est le plus souvent de forme cylindrique (de diamètre important pour la back extrusion, jusqu'à un diamètre très faible pour l'essai de prise à l'appareil de Vicat), mais aussi de formes hémisphérique ou conique.

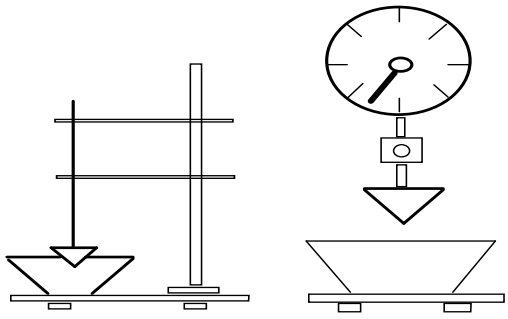


Figure 8 : Pénétromètres à chute libre : exemple d'un cône de Mahler

Ce type d'analyse concerne les corps solides, pâteux ou semi-solides pour lesquels une caractérisation relative est suffisante. Elle est souvent utilisée lorsque les analyses viscosimétriques sont difficiles à mettre en œuvre, en particulier lorsque le produit offre une mauvaise adhérence en cisaillement, ou encore lorsque les propriétés rhéologiques du produit dépendent de

façon critique des traitements mécaniques antérieurs. Il faut noter que ce type de test ne débouche en aucun cas sur les valeurs de grandeurs rhéologiques de cisaillement classiques, à part celle évoquée ci-dessous. La consistance du produit, encore appelée dureté, peut être définie par la mesure de l'enfoncement du mobile dans certaines conditions opératoires.

La technique la plus courante est d'imposer un effort F (masse d'un mobile de forme choisie par exemple) et de mesurer la profondeur d'enfoncement h de ce mobile à l'arrêt qui correspond à une phase d'équilibre.

Une alternative consiste à réaliser un essai de chute (pénétrométrie dynamique). Le mobile pesant est alors placé à l'affleurement de l'échantillon puis lâché pendant une durée définie par l'expérimentateur (en fonction de résultats préliminaires et des caractéristiques de l'appareillage) qui est liée à la dureté du produit testé. Cette durée est en général de quelques secondes. On mesure alors l'enfoncement de l'objet. Dans ce cas, la mesure ne correspond pas à un équilibre statique et elle ne reflète pas uniquement des effets de seuil de mise en écoulement. L'exploitation de ce type de mesure ne peut être que comparative.

Dans le cas des essais statiques, un premier groupe de tests correspond à ceux pour lesquels la pénétration du mobile est essentiellement localisée à la surface du produit testé (essai de pénétration de cône sur du bitume, des argiles…). Dans le cas d'un mobile cylindrique s'enfonçant dans un matériau plastique de seuil $\tau_0$, l'effort de pénétration peut être estimé par :

$$F = (\pi + 2)\tau_0 S \qquad (30)$$

Où S est la surface de contact (surface de la base du cylindre). Si l'enfoncement du mobile reste réduit, l'effort F peut être corrigé en tenant compte de l'immersion (principe d'Archimède). Si l'enfoncement du mobile devient trop important, des effets de friction latérale doivent être pris en compte.

Un second groupe de test correspond au cas où le mobile est largement immergé dans le fluide à tester. Les effets de friction latérale sont alors dominants. En considérant un cisaillement simple du matériau à proximité du mobile et que la contrainte de cisaillement dans cette même zone égale le seuil d'écoulement à l'arrêt du mobile, le bilan des actions s'exerçant sur la partie immergée du mobile permet d'estimer le seuil d'écoulement du matériau [15].

Dans le cas d'un mobile de forme conique d'angle $\theta$, le seuil de mise en écoulement dépend de l'effort normal de pénétration F (représentant le poids du cône ou incluant ce poids) et de la profondeur d'enfoncement h. Il prend alors la forme suivante :

$$\tau_0 = \frac{F\cos^2\theta}{\pi h^2 \tan\theta} \qquad (31)$$

Dans le cas d'un mobile cylindrique on obtient simplement :

$$\tau_0 = \frac{F}{2\pi r h} \qquad (32)$$

Où r représente le rayon du mobile. Cette relation n'est valide que si h >> r de façon à limiter les effets de pointe. La mesure de l'effort requis pour deux enfoncements différents du mobile permet de s'affranchir de ces effets de pointe.

Selon les conditions de mouvement à la surface de l'outil (et donc selon la rugosité de la surface du mobile), l'effort mesuré peut être relié à un seuil de friction ou un seuil de cisaillement.

L'expression du seuil de cisaillement pour d'autres formes de mobile peut être trouvée dans [22], ainsi que la comparaison des valeurs de seuils estimées par pénétrométrie à celles obtenues par ultrasons. De telles équations restent licites dans la mesure où la profondeur de l'échantillon est suffisante pour négliger les effets de fond.

Une alternative aux essais de pénétration consiste à utiliser l' « essai à la plaque ». Cet essai consiste à immerger dans un fluide au repos une plaque rugueuse. En mode statique [23,24], l'essai consiste à suivre l'évolution de la masse apparente de la plaque au cours du temps qui est liée à la réponse en contrainte de la plaque sous l'action du matériau : du fait des déformations du matériau au repos liées à des mouvements et des réarrangements locaux de particules, la masse apparente de la plaque immergée varie avec le temps. Le seuil de cisaillement du matériau, son évolution sous structuration (pour les matériaux cimentaires par exemple), ainsi que le taux de sédimentation peuvent ainsi être évalués. Ce type d'essai est simple de mise en œuvre et ne requiert qu'une balance de précision. Il est également assez bien corrélé aux mesures de seuil d'écoulement au vane test, décrit au paragraphe 2.2.3. D'autre part, ce type d'essai peut être étendu à d'autres formes d'objet immergé, tels qu'un cylindre ou un assemblage plus complexe [25]. Le lien entre essai à la plaque et pénétrométrie est également développé dans [26]. En mode dynamique [27-29], la plaque est tirée verticalement à vitesse contrôlée à l'extérieur du réservoir contenant le matériau, ou inversement la plaque est fixe et le réservoir se déplace verticalement

vers le bas. Le principe de l'analyse de l'essai est similaire au mode statique (bilan des actions s'exerçant sur la plaque), mais il faut dans la configuration dynamique tenir compte des effets de bord sur les parties supérieure et inférieure de la plaque. Dans ce mode, la valeur de seuil estimée semble affectée par la rugosité de la plaque, ainsi que par la nature du fluide testé [29]. Ce type d'essai s'avère adapté à la caractérisation de fluides fermes ou présentant des occlusions macroscopiques tels que les bétons ou certains fluides agro-alimentaires.

### 2.2.2. Rétro-extrusion

La rétro-extrusion est une extension des tests de pénétrométrie. Le principe de l'essai de rétro-extrusion consiste à générer l'écoulement d'un matériau placé entre deux cylindres coaxiaux, le cylindre externe étant fixe, le cylindre interne se déplace à vitesse constante et induit l'écoulement du matériau dans l'entrefer défini par les surfaces latérales des deux cylindres. La courbe expérimentale ainsi obtenue lie la force de pénétration du cylindre interne à la distance parcourue par ce même cylindre ou au temps de l'essai [30]. Les travaux de Osorio et Steffe [31] ont montré que les propriétés de relaxation des fluides à seuil peuvent être utilisées selon le principe suivant : le cylindre interne est stoppé en fin de course. Sans autre sollicitation externe la composante visqueuse de l'effort se relaxe comme le montre la figure 9. Après cette phase de relaxation, un palier d'effort est atteint dont l'expression, décrite sur la figure 9, dépend seulement du seuil d'écoulement du matériau, de sa masse volumique et de la géométrie d'essai (rayon et profondeur d'enfoncement du cylindre interne, respectivement notés a et L). Il faut noter que cette relation est valable sous des conditions d'adhérence du matériau aux parois des cylindres.

L'essai de rétro-extrusion permet également de caractériser des produits hétérogènes. Le passage dans l'entrefer annulaire d'éléments de consistance différente dispersés dans le milieu continu, entraîne une variation verticale de la force de résistance. Une courbe bruitée est obtenue dont l'amplitude du bruit indique l'écart de consistance entre milieu continu et milieu dispersé et la quantité des variations brusques, peut être reliée à la concentration en éléments dispersés. Les applications courantes sont : les mousses (pâtes céréalières aérées liquides, crème fouettées), les dispersions de particules solides (évaluation de la cuisson du riz, de la semoule, des petits pois).

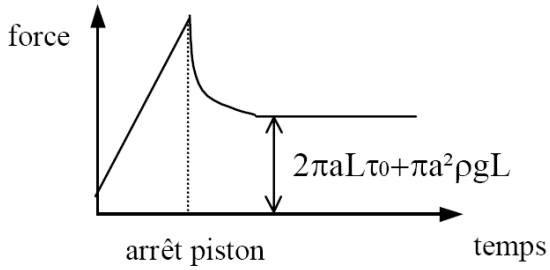



Figure 9 : Principe de l'essai de relaxation permettant d'évaluer le seuil de mise en écoulement d'un matériau au moyen d'un essai de rétro-extrusion (d'après [30]).

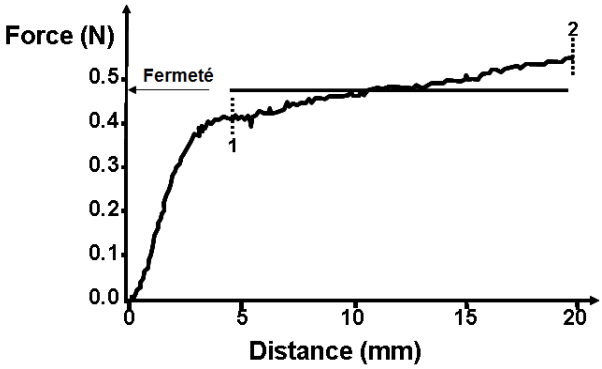



Figure 10 : Courbe de rétro-extrusion obtenue sur une crème fouettée.

La figure 10 montre une courbe obtenue pour une crème fouettée contenant 150% d'air. Une analyse globale de l'enregistrement repose sur l'identification du niveau moyen de la force calculé entre 1 et 2 qui est relié à la capacité de la crème fouettée à conserver les formes imprimées lors de l'extrusion avec une poche à douille. Des analyses complémentaires montrent que, en dessous d'un niveau de 0,4 N, la crème s'affaisse. Les variations observées autour de la courbe moyenne entre 1 et 2 sont d'autant plus importantes que le niveau d'aération est élevé et que les bulles sont de taille hétérogène.

### 2.2.3. Mesure de seuil par mobile tournant : « vane test »

La géométrie vane, constituée de 4 ou 6 pales de faible épaisseur, associée au protocole d'essai décrit ci-après, est la plus utilisée pour déterminer le seuil (statique) de mise en écoulement des fluides à seuil [32-39]. Elle fut à l'origine utilisée pour mesurer la cohésion des sols [40]. Elle présente les avantages suivants : les effets de déstructuration du matériau avant essai, au moment de l'enfoncement de l'ailette, sont réduits du fait de sa géométrie, les effets de glissement à l'interface ailette/matériau sont limités.

Le principe de l'essai permettant d'évaluer le seuil d'écoulement consiste à cisailler le matériau à une vitesse de rotation faible et constante, généralement inférieure à 1 tr/min [32] dans un large entrefer pour s'affranchir des effets de bord. La courbe résultante est donnée par la figure 11 et met en évidence 3 phases. Le couple (ou la contrainte) augmente linéairement, atteint un maximum, puis décroit. La première phase correspond à une réponse quasi réversible du matériau (phase élastique), le maximum correspond au seuil d'écoulement du matériau et la dernière phase est liée à la déstructuration du matériau sous cisaillement. Notons que le pic est d'autant plus marqué que le matériau est apte à se structurer au repos (forme de thixotropie). En l'absence de ce phénomène, le couple (ou la contrainte) tend vers une valeur constante après la phase élastique. C'est ce palier qui définit alors le seuil de mise en écoulement.

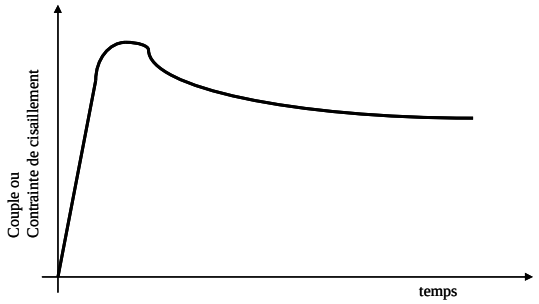



Figure 11 : Allure de la réponse en contrainte (ou en couple) d'une ailette tournant à vitesse lente et constante dans un fluide à seuil.

La mise en œuvre d'un tel essai étant simple, il faut souligner cependant certains points. Le seuil d'écoulement peut être sensible à la vitesse de rotation de l'ailette. Le choix des dimensions de l'ailette réside dans un compromis entre la gamme de couple de l'appareil utilisé et la consistance du matériau. En effet, les dimensions de l'ailette doivent être suffisantes pour mesurer un couple résistant à la périphérie de l'ailette, sans que le couple mesuré ne dépasse la gamme de l'appareil. Une utilisation comparative de ce test est courante. Elle se limite généralement à la comparaison du couple maximum ou de la complaisance mesurés pour différents produits. Il est cependant possible d'estimer la contrainte seuil de mise en écoulement.

Le calcul de la valeur de contrainte repose sur les considérations suivantes : le matériau est cisaillé le long d'une surface cylindrique définie par les dimensions, hauteur h et diamètre D, de l'ailette, et la répartition de contrainte est uniforme le long de cette surface cylindrique. Son expression est donnée par l'équation (33). Le seuil d'écoulement correspond à la contrainte calculée pour la valeur maximale de couple évoquée précédemment.

$$\tau = \frac{2M}{\pi D^3}\left(\frac{h}{D} + C\right)^{-1} \qquad (33)$$

Le terme C correspond au cisaillement sur les parties supérieure et inférieure de l'ailette, quand celle-ci est complètement enfoncée dans le matériau. Dans ce cas, C = 1/3. Si l'ailette affleure la surface de l'échantillon, C prend la valeur 1/6. Il faut souligner que cette expression, par analogie de Couette et en négligeant la contribution des effets de fond se réduit à l'expression de la contrainte s'exerçant sur le rotor d'une géométrie à cylindres coaxiaux [38, 41, 42]. L'utilisateur peut également réaliser la mesure avec deux outils vane de hauteurs différentes pour s'affranchir de l'estimation de C.

### 2.2.4. Etalement sur plan incliné

Le système avec un plan incliné (voir paragraphe 2.1.3) est également souvent utilisé pour déterminer le seuil d'écoulement des matériaux. En considérant un écoulement permanent et uniforme, et en négligeant les effets de bords, l'évolution de la contrainte tangentielle au sein du fluide dépend de la distance à la paroi, et est constante pour une hauteur donnée. Si bien qu'un bilan des efforts s'exerçant sur une épaisseur de fluide h distant d'une hauteur y par rapport au plan incliné (voir la figure 3) donne l'expression suivante :

$$\tau = \rho g (h - y) \sin i \qquad (34)$$

Dans le cas d'un fluide à seuil d'écoulement, il existe une hauteur critique (pour un angle donné) au-delà de laquelle peut se produire l'écoulement, et inversement il existe un angle critique (pour une hauteur donnée) permettant d'engendrer l'écoulement. L'exploitation de l'équation (34) permet alors d'évaluer le seuil d'écoulement du matériau en mesurant simplement la hauteur de la couche de matériau à l'arrêt de l'écoulement. Les tests peuvent être répétés pour différentes valeurs de l'inclinaison du plan de travail.

### 2.2.5. Affaissement et étalement

L'essai d'affaissement, généralement réalisé au cône d'Abrams [43] ou au mini-cône pour les pâtes de ciment et les mortiers, trouve son origine dans l'industrie cimentaire, et fut longtemps utilisé pour évaluer la maniabilité et l'ouvrabilité des bétons. Le principe de l'essai consiste à remplir un moule tronconique de matériau. Ce moule est ensuite soulevé et le matériau s'écoule sous l'effet de la gravité sur une plaque métallique. D'un point vue pratique, on mesure ce que l'on appelle l'affaissement, c'est-à-dire la

variation de la hauteur de l'échantillon (hauteur initiale de l'échantillon moins hauteur finale mesurée après l'arrêt de l'écoulement). Les professionnels proposent quatre classes de consistance du béton (de ferme à fluide) en fonction de la valeur de l'affaissement. Ces classes de consistance sont directement liées aux conditions de mise en œuvre du béton.

Afin de sortir d'une exploitation simplement comparative, de nombreux auteurs se sont intéressés à cet essai de façon à relier l'affaissement au seuil d'écoulement du matériau [44-50]. Les résultats les plus récents permettent d'estimer le seuil d'écoulement (statique) suivant l'équation suivante, qui n'est valide que si l'affaissement est grand devant le rayon final de l'échantillon après l'arrêt de l'écoulement, et en négligeant les effets d'inertie [49, 50]:

$$\tau_0 = \frac{\rho g h}{\sqrt{3}} \qquad (35)$$

ρ désigne la masse volumique du matériau testé et h la hauteur de l'échantillon à la fin de l'essai.

Une corrélation entre le seuil d'écoulement d'affaissement calculé selon l'équation (35) et celui obtenu par d'autres méthodes a pu être mis en évidence [50, 51].

Dans le cas de matériaux fluides, tels que les bétons modernes auto-plaçants si on se réfère à l'industrie cimentaire comme précédemment, on préfèrera procéder à une mesure de l'étalement plutôt qu'à un affaissement, comme le montre la figure 12-a. Dans ce cas, les classes de fluidité sont directement reliées au diamètre d'étalement. L'homogénéité au sein du matériau (ségrégation, instabilité de l'interface en périphérie) est un critère d'analyse complémentaire. Certains auteurs proposent de mesurer également le temps nécessaire pour que l'échantillon atteigne un diamètre nominal, l'idée étant d'apprécier la consistance du fluide à l'image de ce qui est réalisé avec le consistomètre Bostwick (voir la section 2.1.3).

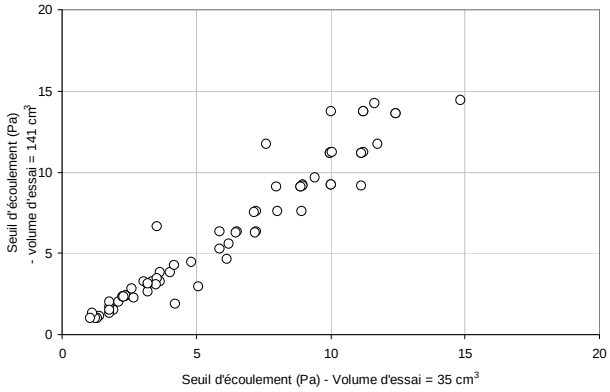
Dans cette configuration, le seuil d'écoulement (dynamique) du matériau est lié au rayon de l'étalement et au volume du cône par la relation suivante [15, 49] :

$$\tau_0 = \frac{225 \rho g V^2}{128 \pi^2 R^5} \qquad (36)$$

V est le volume de matériau, R est le rayon de la galette obtenue après arrêt de l'écoulement et ρ désigne la masse volumique du matériau testé.



(a)




(b)

Figure 12 : (a) essai d'étalement d'un béton auto-plaçant – (b) Seuils d'écoulement de pâtes de sulfate de calcium adjuvantées, influence du volume d'échantillon (les volumes utilisées ici sont de forme cylindrique).

Notons que cette relation, bien que dépendante du volume d'échantillon, ne dépend pas de la forme du volume utilisé (cône ou cylindre), à l'image des résultats de la figure 12-b. Il faut préciser également que la relation précédente n'est valide que si le diamètre de la galette (mesuré au moins dans deux directions perpendiculaires) est grand devant la hauteur finale de l'échantillon, et que si les effets de tension de surface (qui conditionnent l'arrêt de l'étalement) sont faibles devant le seuil de mise en écoulement, ce qui sera d'autant plus vrai si le seuil du matériau est important. Certains travaux intègrent cette contribution, sans qu'une relation puisse être généralisée pour l'instant [52, 53]. L'épaisseur (ou hauteur) de la galette formée devrait aussi être au moins égale à 5 fois la taille du plus gros grain composant le matériau, ce qui n'est souvent pas respecté dans le cas des bétons. Finalement, le cas d'un régime « intermédiaire » entre le régime d'affaissement et le régime d'étalement, pour lequel la hauteur et le diamètre d'échantillon à l'arrêt sont du même ordre de grandeur reste encore à étudier.

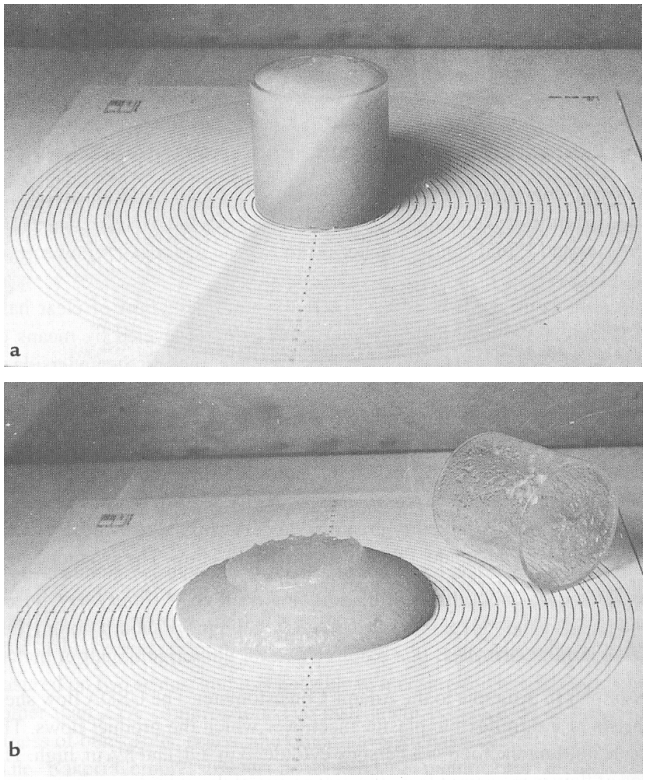



Figure 13 : Caractérisation de l'affaissement d'une purée de pomme réalisé à l'aide du consistomètre USDA (d'après [16])

Ce type d'essai est également adapté au domaine de l'alimentaire pour lequel le Consistomètre USDA a été développé [16]. Il s'agit d'une cible comportant des cercles concentriques dessinés à égale distance les uns des autres sur une feuille en plastique (Figure 13a). Le produit, compote ou gel laitier par exemple, est positionné dans un cylindre normé au centre de la cible. Au temps zéro, le cylindre est enlevé. Après un temps donné le nombre de graduation non couvertes par le produit est compté (figure 13b).

Ce type de mesure couple ainsi l'évaluation d'un seuil à des effets temporels qui peuvent correspondre à des effets de ségrégation, de démixion ou simplement de viscosité.

D'autres essais à surface libre, tels que la « boîte en L » [54] et la « boîte du LCPC » [55], basés sur les conditions d'arrêt de l'écoulement du matériau, permettent d'évaluer son seuil de mise en écoulement. Le principe de ces essais similaires consiste à verser une quantité de matériau dans un canal rectangulaire, le profil du matériau à l'arrêt dans le canal étant lié à son seuil d'écoulement. Ainsi à partir des mesures de hauteur du profil, en particulier aux extrémités de celui-ci, le seuil du matériau peut être évalué [54, 55]. Ces essais trouvent principalement leur application dans le domaine des matériaux cimentaires et peuvent être mis en œuvre sur chantier, comme l'essai au cône d'Abrams.

### 2.2.6. Rupture en traction

La mise en écoulement d'un matériau peut, dans certains cas, s'accompagner d'une fragmentation de l'échantillon. Ce type de réponse est fréquent en présence de fluides fermes. La figure 14 illustre le cas de la compression simple d'échantillons de pâte minérale essentiellement plastique (pâte céramique crue) entre deux plateaux parallèles. En périphérie des plateaux, l'échantillon se fracture. La notion de seuil de mise en écoulement s'avère insuffisante pour retraduire ce type de réponse.

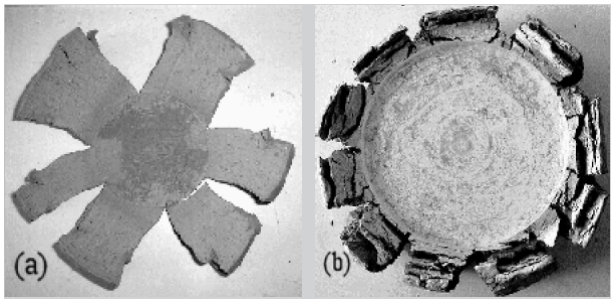



Figure 14 : exemple de rupture en traction en périphérie d'échantillons de pâte minérale comprimés (d'après [56])

Les effets de fracture sont généralement couplés à un état de pression nul ou négatif au sein du matériau. L'écoulement plastique n'est alors plus licite. Une contrainte de rupture du matériau en traction est nécessaire pour compléter la description rhéologique du comportement. Pour appréhender ce phénomène, il convient d'exploiter des tests permettant de solliciter le matériau en traction.

Comme le montre la figure 14, le test de compression peut indirectement renseigner l'opérateur sur la condition de fragmentation de l'échantillon (le nombre de fragments est un indicateur de fracture). Ce critère reste comparatif.

Un test simple reposant sur une extrusion verticale peut également être utilisé pour caractériser les conditions de fracture de l'échantillon (en particulier en présence de suspensions minérales très concentrées et extrudables). Les conditions de rupture en traction sont alors étudiées en analysant les longueurs des cylindres extrudés, rompant sous l'effet de leur propre poids [57].

Il convient de noter que les techniques d'identification d'une contrainte de rupture en traction caractéristique du phénomène et adapté à tout type de fluide sont peu développées.

Pour les produits les plus fermes, il est possible de soumettre un échantillon élancé à un test de flexion (flexion trois points ou quatre points). L'application des principes de la résistance des matériaux, reposant sur l'hypothèse d'un comportement élastique fragile, permet d'évaluer la contrainte de rupture en traction estimée pour la fibre la plus sollicitée par la flexion. Le lecteur est renvoyé vers les traités de mécaniques des milieux continus pour plus de détails.

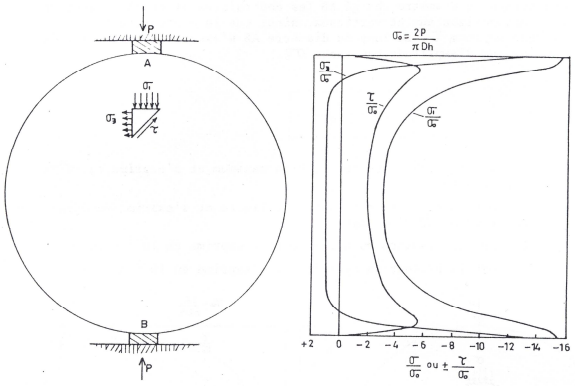


Figure 15: schéma de principe de l'essai de fendage et répartition des contraintes dans la section diamétrale (d'après [58]).

Une technique alternative de mesure de la contrainte de rupture en traction consiste à réaliser ce que l'on nomme un test de fendage. Un échantillon cylindrique de produit est placé entre deux couteaux sollicitant en compression deux génératrices du cylindre, diamétralement opposées (voir figure 15). Dans la section du cylindre, une contrainte de traction assez homogène est induite par le fendage. L'effort de compression diamétrale est relié à la contrainte de rupture en traction par la relation :

$$\sigma_{rt} = F/(\pi.R.h) \qquad (37)$$

Où R est le rayon de l'éprouvette cylindrique et h la longueur de l'échantillon. Cette relation n'est licite que dans la mesure où la largeur A du couteau en contact avec l'éprouvette reste comprise entre 0,36R et 0,44R [58].

Une variante de l'essai de fendage consiste à réaliser un essai de rupture en traction par serrage d'une éprouvette cylindrique par un fil tendu. La mesure de l'effort de traction sur le fil est reliée à la contrainte de rupture en traction par la relation identifiée par ajustement :

$$\sigma_{rt} = (0,9 + 0,12/( A/R +0,04)).F/(\pi.R^2) \qquad (38)$$

Cette relation n'est licite que dans la mesure où la largeur A du ruban ou du fil en contact avec l'éprouvette reste comprise entre 0,24R et 0,4R [58].

## 2.3. Thixotropie – sensibilité au cisaillement

Les fluides complexes peuvent voir leur structure interne évoluer en fonction des conditions de cisaillement. Des effets de structuration des composants lors de phases de repos ou de déstructuration lors des mises en écoulement sont fréquents. Ceci peut correspondre à des formations ou des ruptures d'amas, de flocs, d'enchevêtrements de particules ou de molécules pour des fluides présentant à certaines échelles un caractère multiphasique.

Ces phénomènes relevant de la thixotropie sont toujours difficiles à caractériser. Ils peuvent affecter tant l'évaluation des paramètres visqueux du produit (effet de structuration, de floculation–défloculation, d'orientation …) que l'évaluation des paramètres de seuil (relaxation des états de contraintes sur les différents phases constitutives du matériau, effets de ségrégation, cinétique de structuration…). Dans tous les cas la durée de sollicitation (de repos ou de cisaillement) est un facteur influant. L'interprétation des résultats d'essais empiriques peut donc être largement affectée par ces phénomènes.

La technique de mise en œuvre de l'échantillon, la définition des temps de repos et des cinétiques d'essai doivent être identifiées de façon à ne pas altérer la mesure par des effets de thixotropie trop marqués. L'opérateur doit donc rester vigilant lorsqu'il souhaite adapter un essai empirique validé dans un domaine d'utilisation à un autre secteur industriel. L'adaptation géométrique des essais doit ainsi définir des tailles d'échantillon qui restent en accord avec le volume élémentaire représentatif du produit à tester.

## 2.4. Elasticité et rigidité

Le domaine de caractérisation correspondant au domaine de déformation réversible du produit à caractériser est certainement celui pour lequel les études sont les plus nombreuses. Les développements sont généralement construits sur la base d'un comportement élastique homogène et isotrope.

L'hypothèse d'un comportement élastique linéaire constitue une base traditionnelle. Le comportement élastique est alors traduit par un module élastique (ou un module de cisaillement) et un paramètre caractéristique de la variation de volume sous l'effet de la sollicitation (coefficient de Poisson par exemple).

Identifier ces caractéristiques repose généralement sur la mesure du déplacement de l'échantillon soumis à une sollicitation.

Les tests les plus courants permettent de distinguer les essais pour lesquels l'échantillon est déformé sous l'effet d'un cisaillement, d'une compression ou d'une flexion (volume fini) des essais correspondant à une déformation de surface (volume infini).

Dans le premier cas, pour un matériau considéré comme étant élastique linéaire, la relation déplacement-effort est une fonction linéaire du module élastique faisant intervenir les paramètres géométriques du test. Cette fonction peut être identifiée pour certaines configurations d'essais ce qui permet une évaluation du module élastique par exemple.

Comparer les résultats de tests réalisés sur différents produits dans les mêmes conditions géométriques revient à comparer les modules des différents produits.

Parmi les tests réalisés ponctuellement sur la surface de l'échantillon, il convient de citer les tests de dureté de surface. Dans ce cas un indenteur monté sur ressort force la déformation de la surface (voir figure 15). La forme de l'indenteur peut être conique ou en tronc de cône. L'indenteur est appliqué en exerçant un effort qui comprime le ressort et impose une déformation de la surface. L'effort exercé est proportionnel à la déflexion de la surface sous l'indenteur.

Sur un plan pratique, le caractère élastique du matériau traduit une échelle de dureté qui correspond à l'effort exercé pour la mesure. On distingue différentes gammes de mesures et l'indenteur présente une forme spécifique pour chaque gamme de mesure.

Les duromètres Shore, particulièrement dédiés à la caractérisation des élastomères, sont construits sur ce principe. On distingue quatres gammes de mesures (duromètre Shore A à D).

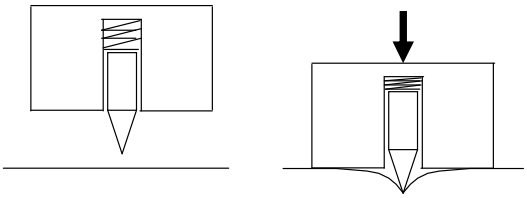


Figure 16 : Principe de fonctionnement d'un duromètre Shore pour évaluer la dureté (module élastique) d'un matériau.

## 2.5. Viscoélasticité

Les matériaux viscoélastiques, présentent des comportements typiques en mise sous contrainte puis recouvrance et en déformation/relaxation. Ainsi une contrainte est appliquée rapidement et est maintenue constante, la déformation d'un matériau viscoélastique continue à évoluer à une vitesse non constante. On parle de déformation retardée. Si la contrainte appliquée est ensuite annulée rapidement, la déformation tend à s'annuler. Par ailleurs, si une déformation est imposée rapidement puis est maintenue constante au cours du temps, la contrainte diminue : il y a relaxation du matériau viscoélastique.

Les méthodes en régime dynamique sont particulièrement adaptées à la caractérisation des produits viscoélastiques [59] mais les matériels permettant de réaliser ce type d'essais sont chers et demandent un bon niveau de connaissance en rhéologie pour être mis en œuvre correctement.

Une alternative consiste à utiliser les analyseurs de textures pour mesurer la force qu'il est nécessaire d'appliquer au mobile pour pénétrer d'une distance donnée dans la préparation. Aptes à travailler en charge ou décharge, ils permettent, au-delà d'une simple mesure de pénétration, d'avoir une information plus complète sur la texture de la préparation. Plusieurs appareils de ce type sont commercialisés (voir un exemple sur la figure 17). Ils diffèrent principalement par des performances plus ou moins étendues des forces et des déplacements mis en jeu, ainsi que du montage, à simple ou double colonne. Une gamme de mobiles est commercialisée, afin de répondre aux différentes normes utilisées par les industriels pour caractériser différents types de consistances.



Figure 17 : Exemple de pénétromètre contrôlé : analyseur de texture TA-HD

Les analyseurs de texture présentent différentes possibilités d'analyses. Les cycles de charge et de décharge, les tests de relaxation et les tests de fluage sont les plus utilisés. Le test TPA (Texture Profile Analysis), décrit plus précisément dans la section 3, est également réalisé avec ce type d'appareil. L'analyse de cet essai et les paramètres qui en sont déduits seront discutés de façon critique dans la dernière partie de cet article.

Les cycles de charge et de décharge permettent d'enregistrer l'évolution de la force en fonction du déplacement du mobile. Certaines informations sur le comportement rhéologique du produit peuvent être déduites de ce graphe :

o par une approche qualitative en fonction de la forme du cycle dont le profil renseigne sur le caractère élastique (profil symétrique, Figure 18), viscoélastique (profil asymétrique, Figure 19), adhésif et filant (profil de décharge caractérisé par des forces négatives, Figure 20).

o par une approche plus quantitative basée sur la détermination de certains paramètres, comme la force maximale à la charge, la force minimale à la décharge, les aires sous les courbes de charge et de décharge...

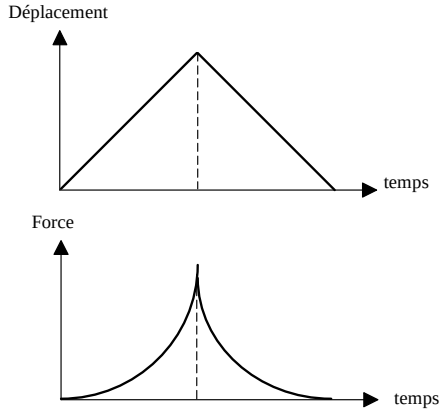



Figure 18 : Exemple de cycle charge-décharge symétrique (solide élastique)

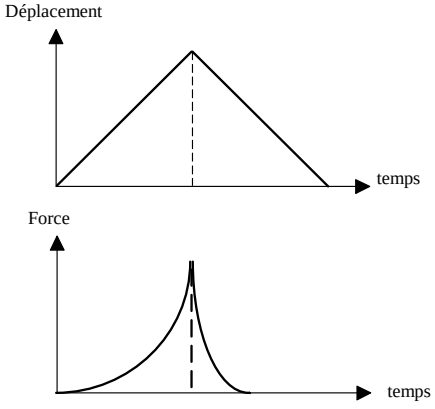



Figure 19 : Exemple de cycle charge-décharge asymétrique (matériau viscoélastique)

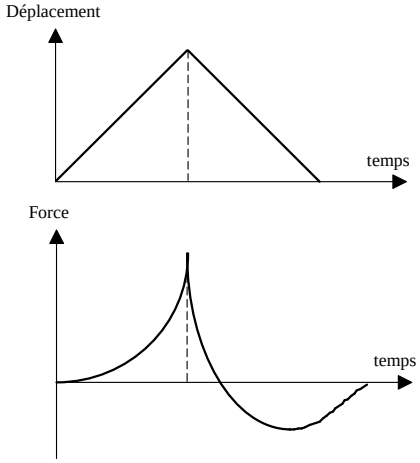



Figure 20 : Exemple de cycle charge-décharge d'un produit adhésif

Si une caractérisation plus précise du comportement rhéologique est recherchée, il est alors possible de procéder à des tests de relaxation et/ou de fluage. Les tests de relaxation consistent à imposer un déplacement constant et à enregistrer l'évolution de la force correspondante au cours du temps (Figure 20). Pour un comportement liquide, la force se relaxe en totalité selon une cinétique de type exponentielle. Pour un comportement solide, la force ne se relaxe pas (solide élastique parfait) ou seulement partiellement (solide viscoélastique).

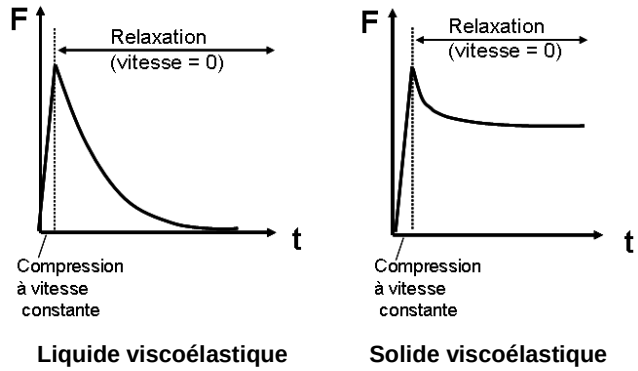



Figure 21 : Evolution de la force mesurée au cours d'un test de compression relaxation pour un liquide viscoélastique et un solide viscoélastique.

Les tests de fluage consistent à soumettre l'échantillon à une force maintenue constante et à enregistrer l'évolution du déplacement correspondant au cours du temps (Figure 22)

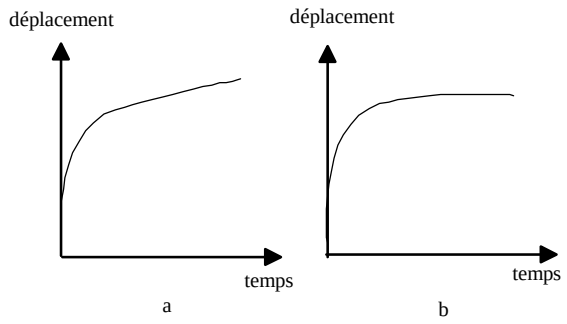



Figure 22 : Exemples de courbes de fluage - Comportements liquide viscoélastique (a) et solide viscoélastique (b)

Les pénétromètres contrôlés étant pilotés en déplacement, on peut donc considérer qu'ils sont plutôt destinés à mettre en œuvre des expériences de relaxation. Mais ils peuvent aussi, par asservissement du déplacement, fonctionner à force imposée, c'est à dire en fluage. Plus précisément, le mobile comprime l'échantillon jusqu'à ce que la force de compression soit égale à une valeur fixée au départ. L'enfoncement du mobile est alors piloté de façon à compenser toute éventuelle relaxation de la force de compression.

Le choix de l'instrument est conditionné par la nature et les propriétés texturales de l'échantillon et par l'objectif recherché. Si l'objectif est la stricte réalisation d'une mesure normalisée, il convient d'utiliser la procédure décrite dans la norme. Si l'objectif est un contrôle des propriétés texturales du produit, sans référence explicitée à une norme, l'instrument et le mode opératoire sont fonction de la nature du produit. Le recours à un pénétromètre à chute libre peut suffire dans le cas d'un produit aux propriétés essentiellement visqueuses tel qu'une vaseline. Si l'échantillon possède des propriétés élastiques ou viscoélastiques plus marquées comme par exemple des crèmes ou des pommades épaisses, des gels..., le recours à un analyseur de texture et à des tests de relaxation ou de fluage peut s'imposer. De même, la caractérisation des propriétés adhésives ou des seuils de rupture nécessitent l'utilisation d'un pénétromètre contrôlé.

Le problème du choix du principe de mesure et des paramètres de l'essai se pose dans le cas des pénétromètres contrôlés, en l'absence de normes explicites. Le choix est conditionné par la nature du matériau et l'application qui doit en être faite. C'est le choix le plus déterminant pour obtenir des résultats discriminants, précis, sensibles et reproductibles. Les tests les plus souvent utilisés sont les cycles de charge-décharge, les tests de relaxation et de fluage.

En l'absence de normes imposant le type de mobile, il est recommandé de choisir les géométries les plus simples, les plus faciles à analyser et à contrôler : cônes, cylindres, sphères. Lorsque le produit ne peut pas être mis en forme ou découpé, il peut être caractérisé directement dans son contenant. Il est alors indispensable, si l'on souhaite comparer deux essais, de les réaliser en utilisant le même mobile et de conditionner les produits dans les mêmes contenants (même effet de bords), avec le même niveau de remplissage (même effet de fond).

Pour les deux types d'appareil, ce sont des valeurs relatives qui permettent de comparer les propriétés de plusieurs échantillons mesurés dans les mêmes conditions. Il peut s'agir de mesures directes de :

- forces
- déplacements
- temps

ou de certains paramètres calculés à partir de ces mesures, tels que par exemple :

o la surface sous la courbe de décharge (lors de la phase décharge après un essai de compression) qui fournit un paramètre caractéristique de l'adhérence.

o le pourcentage de relaxation de la force après un temps défini (lors d'un test de relaxation) qui constitue un paramètre caractéristique de la viscoélasticité.

## 3. Analyse critique : quelques exemples

### 3.1. Exemple de la mesure de viscosité avec un Brookfield

Le mode d'interprétation des mesures de viscosité "Brookfield" a été détaillé dans 2.1.2.1. Les résultats présentés ci-après permettent de sensibiliser le lecteur à une exploitation judicieuse des données expérimentales ainsi obtenues.

Bien que non absolue, l'analyse Brookfield peut constituer une méthode de caractérisation relative, mais à condition d'être effectuée dans les mêmes conditions (même mobile, même récipient, même vitesse de rotation, même profondeur d'immersion...). Si ces conditions sont réunies, la méthode est pertinente, mais il serait illusoire de chercher des concordances entre les viscosités "Brookfield" et les viscosités objectives.

Pour illustrer ces différences essentielles entre caractérisation absolue et relative avec ce type d'appareil, les figures 23, 24 et 25 présentent les résultats des analyses effectuées sur un même échantillon de gomme xanthane (Rhodigel de chez Rhône-Poulenc) [60]. Les graphes des figures 23 et 24 illustrent bien la différence entre les rhéogrammes absolus $\eta - \dot{\gamma}$ et les pseudo-rhéogrammes $\eta - \Omega$ : ils représentent les variations de la viscosité apparente $\eta$ respectivement en fonction de $\dot{\gamma}$ et de $\Omega$, enregistrées avec un rhéomètre à

contrainte imposée RS100 (Haake) pour différentes géométries absolues (cône/plateau 20 mm/4°, 35 mm/0,5°, 60 mm/1°, et géométrie cylindrique coaxiale Z41). On observe bien que les rhéogrammes $\eta - \dot{\gamma}$ sont parfaitement superposables, alors que ce n'est pas le cas pour les graphes $\eta - \Omega$ qui diffèrent selon les géométries utilisées.

Il est donc tout à fait absurde de prétendre comparer les propriétés rhéologiques obtenues avec différentes géométries pour une même vitesse angulaire de rotation. Même en travaillant sur le même viscosimètre et avec différentes géométries absolues, cette comparaison serait aberrante. La même conclusion est évidemment valable lorsqu'on utilise des viscosimètres de type Brookfield. La figure 25 présente les pseudo-rhéogrammes $\eta - \Omega$ du même échantillon de gomme xanthane enregistrés d'une part avec des viscosimètres fonctionnant en mode absolu, le RS100 (Haake), le CSL100 (Carri-Med) et le VT500 (Haake) et d'autre part avec deux viscosimètres de type Brookfield (RhéoVisco L2 et Rhéosvisco M1). Là encore des écarts très importants sont enregistrés, qui se traduisent, pour une même vitesse de rotation par des variations relatives pouvant aller jusqu'à 700%.

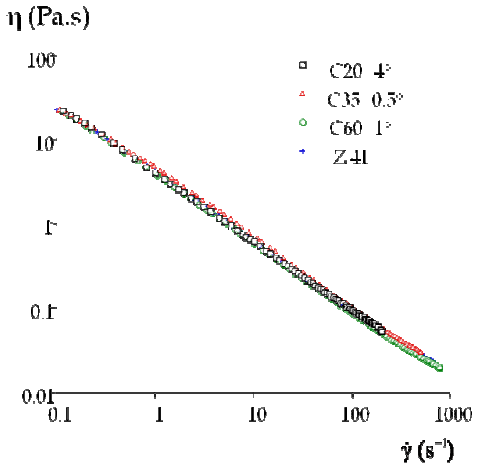



Figure 23 : Graphes $\eta - \dot{\gamma}$ d'un échantillon de gomme xanthane pour différentes géométries absolues

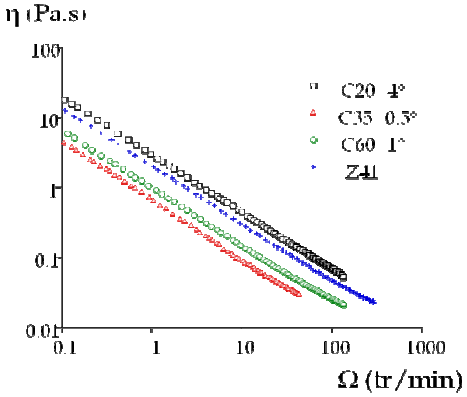



Figure 24 : Graphes $\eta - \Omega$ d'un échantillon de gomme xanthane pour différentes géométries absolues

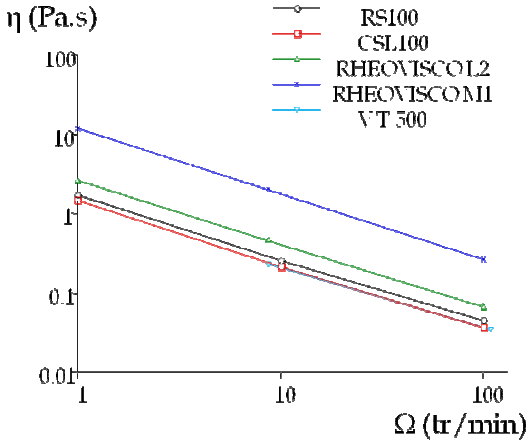



Figure 25 : Pseudorhéogrammes $\eta - \Omega$ enregistrés en viscosimétrie absolue et relative, pour un échantillon de gomme xanthane

Il faut cependant souligner que certaines conclusions qualitatives peuvent être déduites de l'analyse des pseudorhéogrammes $\eta - \Omega$, tant en mode absolu que relatif. A titre d'exemple, les graphes de la figure 26 font apparaître un comportement rhéofluidifiant, même lorsque ces analyses sont effectuées avec des géométries "Brookfield".

## 3.2. Analyse de texture par le test TPA

L'objectif de cette section est d'illustrer comment les résultats d'un test empirique peuvent être utilisé par l'opérateur pour identifier différents paramètres discriminants et représentatifs du matériau testé ou du procédé de transformation étudié. L'exemple retenu, le test de Texture Profil Analysis (TPA), repose sur l'utilisation d'un texturomètre.

Ce test, mis au point pour la caractérisation de produits alimentaires, avait pour objectif initial de reproduire les déformations subies par le produit lors de la mastication et d'en tirer des paramètres

caractéristiques. Le premier appareil développé pour ce genre de tests est le Tendéromètre du MIT (Massachussetts Institute of Technology) qui simulait l'action de la mastication grâce à un anneau articulé. Ce prototype a été rapidement remplacé par une plaque plane fixée sur la traverse mobile d'une machine de traction compression. Le test TPA comporte deux compressions uniaxiales successives (75%-80% de la hauteur initiale de l'échantillon) séparées par un temps de relaxation.

Dès la création de ce test [61], la courbe obtenue (Figure 26), a été utilisée pour définir un certain nombre de paramètres de texture de l'aliment testé soit par mesure directe (pics 1 et 2, distance B) soit par calcul de surfaces (aires A3, A4 et A5). Ces paramètres n'ont quasiment pas évolué depuis l'origine du test et sont considérés pratiquement comme des normes.

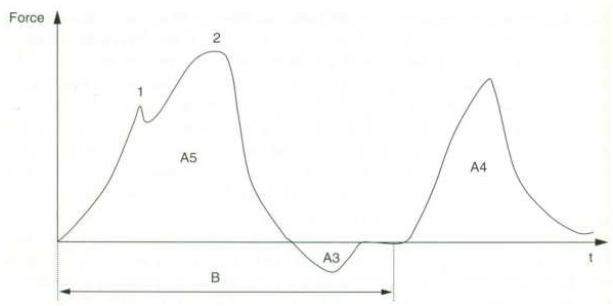



Figure 26 : Courbe type obtenue en profil de texture

Les paramètres extraits des courbes sont les suivants ([62], traduit de [61]) :

- Fracturabilité : force nécessaire à la 1ère rupture (pic 1)
- Dureté (ou fermeté) : valeur de la force maximale obtenue lors de la première compression (pic 2)
- Adhérence : travail nécessaire pour décoller le produit du mobile de compression (A3)
- Cohésion : force des liens internes au produit (A4/A5)
- Elasticité : retard à la récupération de la forme initiale (distance B – distance C, où la distance C est obtenue par le même test mené sur un produit inélastique)
- Cassant : forme des pics
- Masticatoire = Dureté x cohésion x élasticité
- Gommeux = dureté x cohésion

Ces définitions ont été proposées à partir d'essais de corrélations entre des résultats de tests sensoriels et des tests TPA.

Aujourd'hui largement utilisé en analyse de texture [63-66] sur une grande variété de produits (gels, pâte de biscuits, chair de poisson, fromage,…) pour sa facilité de mise en œuvre et les nombreux paramètres qu'il fournit, ce test pose néanmoins un certain nombre de problème qu'il convient de pointer :

1) les termes utilisés pour caractériser les grandeurs issues du test TPA sont des termes sensoriels dont la corrélation avec les tests instrumentaux a été démontrée sur quelques produits au moment de son développement dans les années 60. Ils sont loin d'être pertinents pour tous les produits. Gomez et al. [67] et Kim et al. [68] montrent ainsi la non pertinence des paramètres du TPA pour caractériser la perception sensorielle de cakes et de barres céréalières, respectivement.
2) les courbes obtenues sont rarement étudiées par les expérimentateurs avant la récupération des paramètres. Or en fonction du matériau étudié, le seuil de fracture est passé ou pas lors de la première compression. L'interprétation de la suite de la courbe ne peut pas être la même dans les deux cas.
3) certaines machines de traction compression ne fournissent pas les courbes brutes et se contentent de donner les valeurs de Pic 1, Pic 2, A3, A4 etc. Aucune vérification ne peut être effectuée sur la capacité du logiciel à correctement déterminer les paramètres.
4) certains des termes proposés peuvent porter à confusion. Ainsi la dureté ou fermeté pourrait être rapprochée d'un module d'Young sous réserve que le produit ne présente pas de propriétés rhéodurcissantes et qu'il n'ait pas passé son seuil de plasticité voire de rupture. Le terme élasticité se rapporte en général à un module d'élasticité mesuré aux petites déformations. Or dans le test TPA il est mesuré après le premier cycle qui est effectué en conditions au moins partiellement destructives dans la plupart des cas.

En conséquence, il est vivement recommandé de ne pas se précipiter vers ce test souvent « boite noire » et de bien réfléchir à la mise en œuvre d'un ou deux autres tests simples permettant d'accéder à des grandeurs sur les propriétés mécaniques des matériaux pertinentes par rapport à la question posée (compression aux petites déformation suivie d'une étape de relaxation suivie d'une compression aux grandes déformation, test d'adhésion).

Cet exemple d'interprétation d'un test empirique doit conduire le lecteur à bien définir quels sont ses objectifs avant d'utiliser un protocole expérimental préconditionné, même si son analyse reste comparative.

## 3.3. Courbes d'écoulement : cas des cylindres coaxiaux

Comme évoqué dans la partie 2.1.2 de cette synthèse, la géométrie Couette ou à cylindres coaxiaux est largement utilisée pour évaluer les courbes d'écoulement des matériaux et a fait l'objet de nombreux travaux [41, 69-83]. Pour les approches simplifiées décrites précédemment, nous avons systématiquement considéré que l'écoulement était globalement homogène. Or dans une telle géométrie, la vitesse de cisaillement n'est pas rigoureusement uniforme.

Affiner le dépouillement des enregistrements obtenus avec cette géométrie impose de revenir sur certaines hypothèses. Par exemple, les techniques de calcul de la vitesse de cisaillement à la paroi du cylindre interne reposent généralement sur des hypothèses simplificatrices liées à la taille de l'entrefer et au choix à priori de la loi de comportement rhéologique du fluide cisaillé. Certaines approches permettent néanmoins de s'affranchir de ces hypothèses. Nous allons donc évaluer quelle erreur est commise sur l'identification du comportement de fluides non-newtoniens lorsque l'on a recours à différentes expressions bibliographiques de la vitesse de cisaillement à la paroi du cylindre interne.

On considère une géométrie Couette de rayon interne $R_b$, de hauteur h et de rayon externe $R_c$. Le cylindre externe est fixe et le cylindre interne tourne avec une vitesse de rotation $\Omega$. Le fluide cisaillé est considéré incompressible, inélastique et en écoulement adhérent à la surface des cylindres. Les effets de bord, d'inertie ainsi que le cisaillement dans la partie basse du cylindre interne sont négligés. La contrainte de cisaillement $\tau_b$ s'exerçant sur le cylindre interne est directement liée au couple, M, indépendamment de la nature du fluide :

$$\tau_b(M) = \frac{M}{2.\pi.h.R_b^{\,2}} \qquad (39)$$

La vitesse de rotation s'exprime en fonction de la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ :

$$\Omega = \int_{R_b}^{R_c} \frac{\dot{\gamma}(r)}{r} dr \qquad (40)$$

Le tracé de la courbe d'écoulement repose alors sur l'évaluation des équations (39) et (40) à chaque instant de l'essai. Le problème majeur réside en particulier dans la détermination de la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$, dont on trouve de nombreuses expressions dans [41, 69-83].

Sans préjuger de la validité de ces différentes expressions, nous allons évaluer leur aptitude à correctement interpréter le comportement rhéologique du fluide cisaillé, selon la taille de l'entrefer, la nature supposé du fluide, la zone de fluide cisaillé ou non dans l'entrefer…

Les résultats décrits ci-après traduisent l'erreur de calcul de la vitesse de cisaillement estimée par rapport à sa valeur théorique en fonction de la contrainte de cisaillement. La figure 27 montre l'écart entre différentes solutions pour un fluide modèle en loi puissance ($\eta$ = 50 Pa.s$^n$; n = 0,3) dans le cas d'un entrefer étroit, $\alpha = R_c/R_b$ = 1,04. On constate sur cet exemple, la mise en défaut de la solution newtonienne (souvent utilisée par défaut), de la solution liée à un cisaillement homogène dans l'entrefer, pour lesquelles l'erreur relative est supérieure à 8%. La figure 28 montre l'écart entre différentes solutions pour un fluide modèle à seuil de type Casson (K = 100Pa ; $\mu$ = 1Pa.s) pour un entrefer plus large $\alpha = R_c/R_b$ = 2. On constate ici le très bon accord entre la solution exacte [72] et les solutions obtenues selon des procédures mathématiques plus complexes [69, 70]. D'autres solutions analytiques [71, 74, 80] donnent une estimation correcte de la vitesse de cisaillement dans l'entrefer, quel que soit le régime d'écoulement dans l'entrefer, le fluide passant ici d'un régime partiellement cisaillé à un régime complètement cisaillé.

La plupart des solutions évoquées dans les références citées ont également été comparées dans [80, 81], ainsi que dans le cas de mesures réalisées avec une géométrie vane en lieu et place d'un cylindre interne « plein », et ce pour différents type de fluides et taille d'entrefer [41].

Il ressort de cette illustration que, à l'image de ce qui a été dit vis-à-vis des mesures de viscosité "Brookfield", il convient de garder un œil critique sur les méthodes de dépouillement exploitées pour interpréter des données expérimentales obtenues avec une géométrie de type couette (ou vane). Le fait d'imposer le type de loi de comportement dans le dépouillement, comme c'est souvent le cas en présence de tests empiriques, peut être lourd de conséquence.

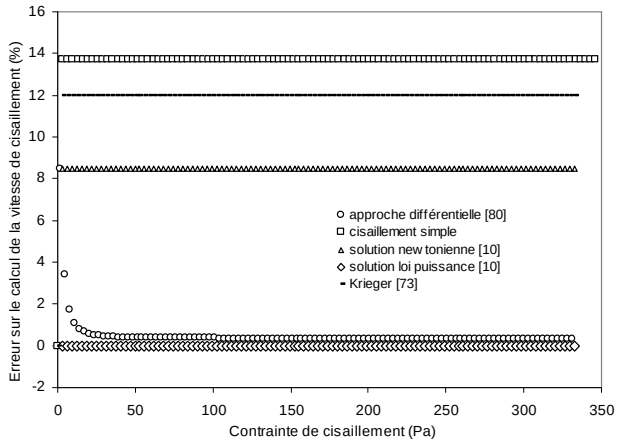



Figure 27 : comparaison des expressions de vitesse de cisaillement en géométrie Couette d'un fluide en loi puissance pour un entrefer étroit $R_c/R_b = 1{,}04$.

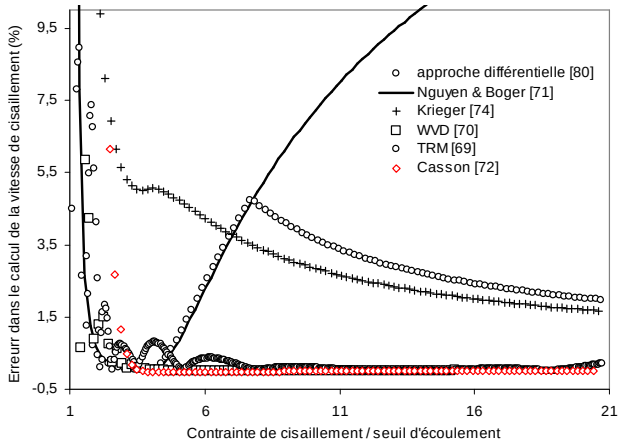



Figure 28 : comparaison des expressions de vitesse de cisaillement en géométrie Couette d'un fluide de Casson pour un entrefer $R_c/R_b = 2$.

## 4. Conclusion

De nombreux essais « empiriques », simples et rapides à mettre en œuvre, ont été développés et sont utilisés sur site de production, en contrôle qualité ou en laboratoire pour évaluer les propriétés des matériaux. Certains de ces essais, du fait de leur utilisation courante ou de leur champ d'applications étendu ont été décrits dans cette synthèse. Ils peuvent conduire à une évaluation relative des propriétés des matériaux, en comparaison à un matériau de référence ou étalon. Cette approche peut s'avérer suffisante vis-à-vis d'un contrôle de production ou de qualité. On constate par ailleurs qu'il est souvent possible d'accéder à des propriétés rhéologiques absolues (viscosité, seuil d'écoulement, …) à partir de ces mêmes essais sans recourir forcément à des calibrages fastidieux ou des protocoles de dépouillement rédhibitoires. Les hypothèses et les analyses permettant de parvenir à de tels résultats pour certains essais ont été présentées dans cette synthèse. Un certain nombre de précautions indispensables ont été pointées afin de permettre au lecteur de limiter les biais expérimentaux et les erreurs d'interprétation. Par ailleurs, un regard critique a été porté sur quelques tests régulièrement mis en œuvre, et qui, interprétés par des utilisateurs non avertis, peuvent conduire à des interprétations ou des comparaisons erronées.

Au-delà des considérations théoriques, et d'une caractérisation relative ou absolue, il convient de terminer cette synthèse en rappelant les principes du travail expérimental. Il est primordial de s'assurer de la reproductibilité des échantillons et de la mesure, et de la sensibilité du paramètre mesuré par rapport à la grandeur mesurée. Les protocoles utilisés doivent permettre de s'affranchir des effets d'opérateurs, et de maîtriser les conditions de mesure, en particulier la température. Il faut aussi pouvoir, le cas échéant, évaluer et corriger les erreurs liées aux appareils telles que leurs inertie et rigidité.


[1] Couarraze, G., Grossiord, J.L., *Initiation à la rhéologie.* 3ème édition. (Tec & Doc 2000).

[2] Grossiord, J.L., Coussot, P., *Comprendre la rhéologie*, EDP Sciences (2002).

[3] Choplin, L., Marchal, P., La rhéologie systémique ou une rhéologie au service d'un génie des procédés et des produits. *Rhéologie*, 12, 457-481 (2007).

[4] Bondeau, A., Huck, J., Mesure par pénétrométrie de viscosités élevées ($10^4$- $10^{11}$ Pl) à basse température (77-300 K), *Revue Phys. Appl.*, 18, 307-312 (1983).

[5] De Larrard, F., Szitkar, J.C., Hu, C., Joly, M., Design of a rheometer for fluid concretes, *RILEM Workshop Special Concretes Workability and Mixing*, 201-208 (1993).

[6] Brookfield Engineering Labs, *More Solutions to Sticky Problems: A Guide to Getting More From Your Brookfield Viscometer.*

[7] Anne-Archard, D., Marouche, M., Boisson, H.C., Hydrodynamics and Metzner–Otto correlation in stirred vessels for yield stress fluids, *Chem. Eng., J.*, 125, 15-24 (2006).

[8] Choplin, L., In situ rheological follow-up of food processes: application to emulsification and ice cream fabrication process, *Proceedings of the 2nd ISFRS, Zurich, Switzerland*, 63-68 (2000).

[9] Roos, H., Bolmsted, T.U., Axelsson, A., Evaluation of new methods and measuring systems for characterisation of flow behaviour of complex foods, *Appl. Rheol.*, 16,19-25 (2006).

[10] Steffe, J.F., *Rheological methods in food engineering process*, (2d Edition, Freeman Press, East Lansing, USA, 1996).

[11] Metzner, A.B., Otto, R.E., Agitation of non-Newtonian fluids, *AICh J*, 1, 3-10 (1957).

[12] Bousmina, M., Ait-Kadi, A., Faisant, J.B., Determination of shear rate and viscosity from batch mixer data, *J. Rheol.*, 43, 415-433 (1999).

[13] Ait-Kadi, A., Marchal, P., Choplin, L., Chrissemant, A-S., Bousmina, M., Quantitative analysis of mixer-type rheometers using the Couette analogy, *Canadian J Chem Eng*, 80, 1166-1174 (2002).

[14] Estellé, P., Lanos, C., Shear flow curve in mixing systems - A simplified approach, *Chem. Eng. Sci*, 63-24, 5887-5890 (2008).

[15] Coussot, P., *Rheometry of pastes, suspensions and granular materials*, Wiley (2005).

[16] Bourne M.. Food Texture and Viscosity – Concept and Measurement. Academic Press, New-York (1982).

[17] Huppert H.E. The propagation of two-dimensional and axisymmetric viscous gravity currents over a rigid horizontal surface. *J. Fluid Mech.*, 121 43-58 (1982).

[18] McCarthy, K.L., Seymour, J.D., A fundamental approach for the relationship between the bostwick measurement and Newtonian fluid viscosity. *J. Texture Studies*, 25 207-220 (1994).

[19] Le Roy, R., Roussel, N., The Marsh Cone as a viscometer: theoretical analysis and practical limits, *Materials and Structures*, 38, 275, 25-30 (2005).

[20] Roussel, N., Le Roy, R., The Marsh cone: a test or a rheological apparatus? *Cement and Concrete Research*, 35, 823-830 (2005).

[21] Nguyen, V.H., Remond, S., Gallias, J.L., Bigas, J.P., Muller, P, Flow of Herschel-Bulkley fluids through the Marsh cone, *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, 136, 128-134 (2006).

[22] Lootens, D., Jousset, P., Martinie, L., Roussel, N., Flatt R.J., Yield stress during setting of cement pastes from penetration tests, *Cement and Concrete Research*, 39, ,401-408 (2009).

[23] De Kee,, D., Turcotte, G., Fildey, K., Harrison, B., New Method for the Determination of Yield Stress, *J. Texture Stud.*, 10, 281-288 (1980).

[24] Amziane, S., Perrot, A. and Lecompte, T., A novel settling and structural build-up measurement method, *Meas. Sci. Technol.*, 19, 105702 (2008).

[25] Perrot, A., Amziane, S., Ovarlez, G., Roussel, N., SCC formwork pressure: Influence of steel rebars, *Cement and Concrete Research*, 39, 524-528 (2009).

[26] Sleiman, H., Perrot, A., Amziane, S., A new look at the measurement of cementitious paste setting by Vicat test, *Cement and Concrete Research*, 40, 681-686 (2010).

[27] Zhu, L., Sun, N., Papadopoulos, K., De Kee, D A slotted plate device for measurement static yield stress. *J Rheol* , 45, 1105–1122 (2001).

[28] Zhu, H., De Kee, D. Slotted-plate device to measure yield behavior of powders; FEM analysis. *Ind Eng Chem Res*, 45, 5375–5383 (2006).

[29] Zhang, M.-H., Ferraris, C.F., Zhu, H., Picandet, V. Peltz, M.A., et al., Measurement of yield stress for concentrated suspensions using a plate device, *Materials & Structures,*, 43, 47-62 (2010).

[30] Perrot A., Lanos C., Estellé P., Mélinge Y., Caractérisation rhéologique et tribologique d'un fluide viscoplastique à l'aide d'un essai de back-extrusion, *Rhéologie*, 9, 1-10 (2006).

[31] Osorio, F.A., Steffe, J.F. Evaluating H-B fluids with the back extrusion technique, *Rheol. Acta.* 23, 213-220 (1997).

[32] Barnes, H.A., Nguyen, Q.D.: Rotating vane rheometry – a review, *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, 98 1-14 (2001).

[33] Nguyen, Q.D., Boger, D.V. Yield stress measurement for concentrated suspensions, *J. Rheol.*, 27, 321-349 (1983).

[34] Prud'homme, R.K., Khan, S.A. *Foams. Theory, measurements and applications*, (Marcel Dekker, Inc., New-York, 1996).

[35] Rao, M.A., Steffe, J.F. Measuring yield stress of fluid foods, *Food Techn.*, 51, 50-52 (1997).

[36] Stokes, J.R., Telford, J.H. Measuring the yield behaviour of structured fluids, *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, 124, 137-146 (2004).

[37] Liddell, P.V., Boger, D.V. Yield stress measurement with the vane, *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, 63, 235-261 (1996).

[38] Barnes, H.A., Carnali, J.O. The vane-in-cup as a novel rheometer geometry for shear thinning and thixotropic materials, *J Rheol.*, 34, 841-866 (1990).

[39] Aldermann, N.J., Meeten, G.H., Sherwood, J.D. Vane rheometry of bentonite gel, *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, 39, 291-310 (1991).

[40] Cadling, L., Odenstad, S., Vane borer – An apparatus for determining the shear strength of clay soils directly in the ground, *Proc. Roy. Soc., Swed. Geotech. Inst.*, 2-7 (1950).

[41] Estellé, P., Lanos, C., Perrot, A., Amziane S., Processing the vane shear flow data from Couette analogy, *Applied Rheology*, 18, 34-37(2008).

[42] Mahaut, F., Mokéddem, S., Château, X., Roussel, N., Ovarlez, G., Effect or coarse particle volume fraction on the

yield stress and thixotropy of cementitious materials, *Cement & Concrete Reserach*, 38, 1276-1285 (2008).

[43] Annual Book of ASTM Standards. Designation: C 143/C 143M-97 Standard Test Method for Slump of Hydraulic-Cement Concrete, vol. 04.02, Concrete and Aggregates, ASTM, pp. 89–91 (1998).

[44] Murata, J., Flow and deformation of fresh concrete, *Rilem Materials & Structures*, 98 117-119 (1984).

[45] Schowalter, W.R., Christensen, G., Towards a rationalization of the slump test for fresh concrete: comparison of calculations and experiments, *Journal of Rheology*, 42, 865-870 (1998).

[46] Chamberlain, J.A., Clayton, S., Landman, K.A., Sader, J.E., Experimental validation of incipient failure of yield stress materials under gravitational loading, *Journal of Rheology*, 47, 1317-1330 (2003) .

[47] Pashias, N., Boger, D.V., Summers, J., Glenister, D.J., A fifty-cent rheometer for yield stress measurement, *Journal of Rheology*, 40 1179-1189 (1996).

[48] Saak, A.W., Jennings, H.M., Shah, S.P., A generalized approach for the determination of yield stress by slump and slump flow, *Cement & Concrete Research*, 34, 363-371 (2004).

[49] Roussel, N., Coussot, P., "Fifty-cent rheometer" for yield stress measurements: from slump to spreading flow, *Journal of Rheology*, 49, 705-718 (2005).

[50] Roussel,, N., , Correlation between yield stress and slump: comparison between numerical simulations and concrete rheometers results, *Materials and Structures* 39, 501-509 (2006).

[51] Lanos, C., Estellé, P., Vers une réelle rhéométrie adaptée aux bétons frais, *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, 13, 457-471 (2009).

[52] Flatt, R.J., Larosa, D., Roussel N., Yield stress measurements: spread test versus Viskomat, *Cement and Concrete Research*, 36, 99 – 109, (2006).

[53] Baux, C., Lanos, C., Estellé, P., Etalement de pâtes de sulfates de calcium adjuvantées, *43ème Colloque du Groupe Français de Rhéologie – Rhéologie et thermodynamique* (Palaiseau, France, 20-22 octobre, 2008).

[54] Nguyen, T.L.H., Roussel, N., Coussot P., Correlation between L-box test and rheological parameters of a homogeneous yield stress fluid, *Cement and Concrete Research*, 36, 1789-1796 (2006),

[55] Roussel, N., The LCPC BOX: a cheap and simple technique for yield stress measurements of SCC, *Materials and Structures*, 40, 889–896 (2007)

[56] Roussel, N., Lanos, C., Plastic fluid flow parameters identification using a simple squeezing test. *Applied Rheology*, 13, 132-141 (2003)..

[57] Lanos, C., Casandjian, C., Vuez, A., Caractérisation de la rupture en traction de pâtes d'argile. Rhéologie, Morphologie, Structure, 37ème colloque annuel du Groupe français de rhéologie, St Etienne, 257-263 (2002).

[58] Flepp, G., *Etude d'un essai de traction indirecte par serrage dans la boucle d'un fil*, Thèse de docteur ingénieur, Université Pierre et Marie Curie (Paris VI) – Ecole nationale supérieure des mines de Paris (1977).

[59] Ferryn, J.D., Viscoelastic Properties of Polymers, third edition, (J. Wiley and Sons, 1980).

[60] Grossiord, J.L., Bordi, D., Bouton, J., Iza M., Laurençon-Courteille F., Michaud P., Piccerelle P., Rodriguez F., Stachowicz M.., Etude comparative sur différents viscosimètres rotatifs des propriétés rhéologiques de gommes xanthane. Rapport de commission SFSTP, S.T.P. *Pharma Pratiques*, 6, 302-306 (1996).

[61] Bourne, M.C. A classification of objective methods for measuring texture and consistency of foods, *J. Food Sci.*, 31 1011-1015 (1966).

[62] Roudot, A. Rhéologie et analyse de texture des aliments. (Editions Tec et Doc, Lavoisier, Londres, 199p 2002).

[63] Manohar, R.S., Rao, P.H., Effects of sugars on the rheological characteristics of biscuits dough ond quality of biscuits, *J Sci. Food Agric.*, 75, 383-390 (1997).

[64] Wiles, J.L., Green, B.W., Bryant, R. Texture profile analysis and composition of a minced catfish product, *J. Texture Studies*, 35, 325-337 (2004).

[65] Lopez-Caballero, M.E., Gomez-Guillen, M.C., Perez-Mateos, M., Montero, P. A chitosan-gelatin blend as a coating for fish patties. *Food Hydrocolloids*, 19, 303-311 (2005).

[66] Adhikari, K., Cole, A., Grün, I, Heymann, H., Hsieh, F.H., Huff, H., Physical and sensory characteristics of processed cheeses manufactured by extrusion technology, *J. Sci. Food Agric.*, 89, 1428-1433 (2009).

[67] Gomez, M., Ronda, F., Caballero, P.A., Blanco, C.A., Rosell, C.M. Functionality of different hydrocolloids on the quality and shel-life of yellow layer cakes. *Food Hydrocolloids*, 21, 167-173 (2007).

[68] Kim, E.H.-J., Corrigan, V.K., Hedderley, D.I., Motoi, L., Wilson, A.J., Morgenstern, A.J. Predicting the sensory texture of cereal snack bars using instrumental measurements, *J. Texture Studies*, 40, 457-481 (2009).

[69] Yeow, Y.L., Woan, C.K., Pannie, P.P.T., Solving the inverse problem of Couette viscometry by Tikhonov regularization, *J. Rheology*, 44, 1335-1351 (2000)

[70] Ancey, C., Solving the Couette inverse problem using a wavelet-vaguelette decomposition, *J. Rheology*, 49, 441-460 (2005).

[71] Nguyen, Q.D., Boger, D.V., Characterization of yield stress fluids with concentric cylinder viscometers. *Rheol. Acta*, 26, 508-515 (1987).

[72] Kelessidis, V.C., Maglione, R., Modeling rheological behaviour of bentonite suspensions as Casson and Robertson-Stiff fluids using Newtonian and true shear rates in Couette viscometry, *Powder Tech.*, 168, 134-147 (2006).

[73] Krieger, I.M., Elrod, H, Direct determination of the flow curves of non-Newtonian fluids. II Shearing rate in the concentric cylinder viscometer, *J. Applied Physics*, 24, 134-136 (1953).

[74] Krieger, I.M., Shear rate in the Couette viscometer, *J. Rheology*, 12, 5-11 (1968).

[75] Yang, T.M.T., Krieger, I.M., Comparison of methods for calculating shear rates in coaxial viscometers, *J. Rheology*, 22, 413-421 (1978).

[76] Darby, R., Couette viscometer data reduction for materials with a yield stress, *J. Rheology*, 29, 369-378 (1985).

[77] Leong, Y.K., Yeow, Y.L., Obtaining the shear stress shear rate relationship and yield stress of liquid foods from Couette viscometry data, *Rheologica Acta*, 42, 365-371 (2003).

[78] de Hoog, F.R., Anderssen, R.S., Simple and accurate formulas for flow-curve recovery from Couette rheometer data, *Applied Rheol.* 16, 321-328 (2006).

[79] Joye, D.D., Shear rate and viscosity corrections for a Casson fluid in cylindrical (Couette) geometries, *J. Colloid Interface Science*, 267, 204-210 (2003).

[80] Estellé, P., Lanos, C., Perrot, A., Processing the Couette viscometry data using a Bingham approximation in shear rate calculation, *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, 154, 31–38,(2008).

[81] Estellé P., Lanos C., Mélinge Y., Perrot A., Couette rheometry from differential approach : comparative study and experimental application (GR20), XVth International Congress on Rheology (Monterey, California, USA, August 3-8, 2008).

[82] Kelessidis V., Maglione R., Shear rate corrections for Herschel-Bulkley fluids in Couette geometry, *Appl. Rheol.* 18, 34482 (2008).

[83] Chatzimina M., Georgiou G., Alexandrou A., Wall shear rates in circular Couette flow of a Herschel-Bulkley fluid, *Appl. Rheol.* 19,, 34288 (2009).