



THÈSE

UNIVERSITÉ PARIS-EST

ECOLE DOCTORALE DES SCIENCES, INGÉNIERIE ET ENVIRONNEMENT

Présentée par :

Hamid HAFID

pour obtenir le grade de

DOCTEUR

Spécialité : Matériaux et Structures

Sujet de la thèse :

Influence des paramètres morphologiques des granulats sur le comportement rhéologique des bétons frais : étude sur systèmes modèles

Jury composé de :

Rapporteur :	Christophe LANOS, Professeur des Universités - Université de Rennes 1
Rapporteur :	Éric WIRQUIN, Professeur des Universités - Université d'Artois
Directeur de thèse :	Nicolas ROUSSEL, Directeur de recherche - IFSTTAR
Co-directeur de thèse :	Guillaume OVARLEZ, chargé de recherche - UMR Navier
Conseiller d'études :	Fabrice TOUSSAINT - Lafarge Centre de Recherche
Conseiller d'études :	Pierre-Henri JEZEQUEL - Lafarge Centre de Recherche

Résumé

Les granulats naturels alluvionnaires sont utilisés actuellement à hauteur de 70 à 80% en volume dans la composition d'un béton et représentent désormais une ressource non renouvelable dont l'accessibilité diminue. Les formulations actuelles de béton visent à augmenter la part de granulats de roche massive concassés. Ces matériaux, de par leur histoire de fabrication, n'ont pas du tout la même morphologie. La substitution des granulats roulés par des granulats concassés affecte considérablement la mise en œuvre du matériau.

Dans un premier temps, nous étudions spécifiquement l'influence de la morphologie des granulats sur les propriétés d'empilement des grains. Nous montrons que, le facteur d'aspect des grains affecte fortement la compacité dense et lâche aléatoire. À l'inverse, pour des grains de facteur d'aspect identique, l'impact de la convexité sur la mesure de la compacité dense est faible.

Nous étendons, dans un deuxième temps, notre étude au comportement rhéologique de nos systèmes composés d'émulsion inverse et de sables monodisperses. Pour cela, nous construisons des courbes d'écoulement à l'échelle locale grâce à un imageur à résonance magnétique. Nous montrons que cette méthode est, de nos jours, la plus précise pour des mesures de viscosités, car elle prend en compte la migration et la localisation du matériau durant l'écoulement. Nous montrons également que le facteur d'aspect contrôle tout d'un point de vue rhéologique dans le régime où il n'y a pas de réseau percolé de contacts entre grains.

Mots clés : suspension, émulsion, sables, morphologie, compacité, rhéologie, seuil d'écoulement, consistance, imageur à résonance magnétique.

Abstract

Natural alluvial aggregates compose up to 70 at 80% of the volume of today's concrete and now represent for a non-renewable resource whose accessibility is reduced. Actually, concrete mix designs tend to increase the share of aggregate crushed rock mass. These materials have a very different morphology because of their manufacturing process. The substitution of rolled aggregates by crushed aggregates affects the concrete workability.

At first, we study specifically the influence of the morphology of the aggregates on the packing properties. We show that the aspect ratio strongly affects the dense and random loose packing. However, for particles of the same aspect ratio, the impact of the convexity of the measure of dense packing is low.

In a second step, we go further in our study by measuring the rheological behavior of our systems composed of inverse emulsion and monodisperse sands. To that purpose, we construct flow curves at the local scale thanks to a magnetic resonance imager. We show that this method is, nowadays, the most accurate for viscosity measurements because it takes into account the migration and location of the material during flow. We also show that the aspect ratio control everything of a rheological point of view in the regime where there is no percolated network of contacts between particles.

Keywords: suspension, emulsion, sand, shape, packing, rheology, yield stress, consistency, magnetic resonance imaging.

Remerciements

Je souhaite tout d'abord remercier chaleureusement mon directeur de thèse, Mr. Nicolas Roussel, de m'avoir accueillie dans son équipe et du soutien et qu'il m'a apporté tout au long de ces trois années.

Je remercie sincèrement Guillaume Ovarlez, mon co-Directeur de thèse, pour nos discussions et son analyse très fine des résultats.

J'aimerais remercier les membres du jury qui ont accepté d'évaluer mon manuscrit de thèse. Merci au Pr. Christophe LANOS (université de Rennes 1) et au Pr. Éric WIRQUIN (université d'Artois) d'avoir accepté d'être mes rapporteurs.

Je tiens également à remercier Pierre Henri Jezequel et Fabrice Toussaint, mes encadrants industriels, pour leur soutien et l'apport de leur point de vue industriel dans cette étude.

Il serait trop long d'énumérer toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réussite de ce mémoire, mais je tiens à remercier l'ensemble des permanents de l'IFSTTAR Paris plus particulièrement à toute l'ancienne équipe BCC et de l'UMR Navier que j'ai côtoyé tout au long de ces trois années.

Je voudrais également exprimer ma sympathie à tous mes collègues doctorants, et plus particulièrement avec les doctorants de l'UMR Navier, avec qui j'ai tissé de véritables liens d'amitié.

Merci à Jean-Daniel, Jérôme, Ingrid, Franck, Cédric et Benoit du temps et de l'énergie qu'ils m'ont consacrés.

Merci également à mes parents qui m'ont constamment soutenu pendant mes études et qui m'ont toujours encouragé à repousser mes limites.

Hamid

Sommaire

Introduction générale	12
1 Étude bibliographique	16
1.1 Bétons : compositions et utilisations.....	17
1.2 Granulats et conséquences sur le matériau	18
1.2.1 Granulats roulés et concassés.....	18
1.2.2 Conséquences du changement de granulats sur la fluidité d'un BAP	19
1.3 Rhéologie et techniques de rhéométrie classique	21
1.3.1 Généralités	21
1.3.2 Géométrie Couette cylindrique	21
1.3.3 Géométrie plan-plan.....	24
1.3.3.1 Généralités	24
1.3.3.2 Contraintes normales.	25
1.4 Loi de comportement	26
1.4.1 Fluide visqueux Newtonien	26
1.4.2 Fluide à seuil	27
1.4.2.1 Fluide de Bingham.....	27
1.4.2.2 Fluide d'Herschel-Bulkley.....	27
1.4.3 Pâte de ciment et thixotropie.....	28
1.5 Rhéomètres à béton existants.....	29
1.5.1 Descriptions des appareils de mesure	29
1.5.2 Effets perturbateurs dans les rhéomètres à béton.....	33
1.6 Granulats et empilement granulaire	34
1.6.1 Empilement granulaire sec.....	34
1.6.2 Propriétés d'empilement	35
1.6.2.1 Compacité dense aléatoire ϕ_m	35
1.6.2.2 Compacité lâche aléatoire ϕ_l	36
1.6.3 Compacité granulaire	37
1.6.3.1 Compacité expérimentale ou réelle ϕ	37
1.6.3.2 Passage de la compacité expérimentale ϕ à la compacité virtuelle β	37
1.7 Effet des inclusions sur le comportement rhéologique d'une suspension.	39
1.7.1 Inclusions sphériques monodisperses dans un fluide Newtonien	39
1.7.2 Cas d'inclusions polydisperses	42
1.7.3 Effet des inclusions sphériques pour différents fluides à seuil	42
1.7.4 Transition béton ordinaire/béton autoplaçant	43
2 Caractérisation des granulats	51
2.1 Matériaux et préparation	52
2.2 Caractérisation morphologique	53
2.3 Propriétés d'empilement	58
2.3.1 Compacité dense aléatoire ϕ_m	58
2.3.1.1 Protocole de mesure	58
2.3.1.2 Résultats expérimentaux	60
2.3.2 Compacité lâche aléatoire ϕ_l	62
2.3.2.1 Protocole de mesure	62
2.3.2.2 Résultats	63

2.4	Impact de la morphologie sur l'empilement granulaire.....	65
2.5	Viscosité intrinsèque.....	68
2.5.1	Introduction.....	68
2.5.2	Matériels et protocole	69
2.5.3	Résultats.....	70
3	Caractérisation rhéologique des matériaux	76
3.1	Matériaux étudiés.....	78
3.1.1	Émulsion	78
3.1.2	Préparation d'une suspension	80
3.2	Rhéologie macroscopique.....	80
3.2.1	Rhéomètre utilisé	80
3.2.2	Protocole de mesure du module élastique et du seuil d'écoulement	82
3.3	Rhéométrie par IRM	83
3.3.1	Résonance Magnétique Nucléaire (RMN).....	83
3.3.2	Rhéométrie couplée à l'imageur à résonance magnétique.....	86
3.3.3	Vélocimétrie par IRM	88
3.3.4	Profil de concentration.....	89
3.3.5	Loi de comportement en écoulement à l'échelle locale.....	90
3.3.5.1	Protocole de mesure.....	90
3.3.5.2	Construction d'une courbe d'écoulement à l'échelle locale	91
3.3.5.3	Exemple de construction de courbe d'écoulement	92
3.3.6	Prise en compte de la migration et de la localisation durant l'écoulement.....	94
3.3.6.1	Phénomène de migration et de sédimentation	94
3.3.6.2	Localisation du champ de vitesse	95
3.3.6.3	Reconstruction d'une courbe d'écoulement en tenant compte de la migration des particules.....	96
3.3.7	Problèmes expérimentaux.....	98
3.3.8	Études sur matériaux modèles, artefact de mesure	99
3.3.8.1	Mesures macroscopiques	100
3.3.8.2	Effet de la fraction volumique sur les artefacts	102
3.3.9	Extrapolation au mortier et béton	105
3.3.9.1	Description de l'appareil RhéoCAD®.....	105
3.3.9.2	Influence de la fraction volumique sur les mesures au RhéoCAD	107
3.4	Conclusion	111
4	Paramètres rhéologiques	116
4.1	Module élastique.....	118
4.1.1	Description qualitative.....	118
4.1.2	Effets des propriétés rhéologiques du fluide interstitiel.	119
4.1.3	Évolution du module élastique en fonction de la concentration	123
4.2	Seuil d'écoulement.....	126
4.2.1	Description quantitative.....	126
4.2.2	Effet de la concentration sur le comportement en écoulement.....	127
4.2.2.1	Comportement en écoulement	127
4.2.2.2	Influence des propriétés rhéologiques du fluide interstitiel	130
4.2.3	Évolution du seuil d'écoulement à différentes concentrations en particules ..	132
4.2.4	Relation entre le module élastique et le seuil d'écoulement.....	135
4.2.4.1	Approche d'homogénéisation de Chateau	135
4.2.4.2	Cas d'étude.....	135
4.2.4.3	Prise en compte du module après écoulement	137

4.3	Consistance d' Herschel-Bulkley.....	139
4.3.1	Suspensions de type Herschel-Bulkley ?	139
4.3.2	Suspension de particules non colloïdales dans un fluide d'Herschel Bulkley.....	142
4.3.3	Consistance d'Herschel-Bulkley en fonction de la fraction volumique en particule	144
4.3.4	Relation entre seuil d'écoulement et consistance	148
4.3.5	Impact de la consistance et du seuil d'écoulement sur nos suspensions.....	150
4.4	Conclusion	153
	Conclusion générale.....	156

Introduction générale

Dans le monde, avec trois tonnes par personne et par an, le béton est le matériau manufacturé le plus consommé. Cette position trouve sa justification dans le faible coût énergétique et donc économique lié à sa fabrication ainsi que dans la disponibilité de ses composants partout à la surface de notre planète. Cependant, dans un objectif de développement durable, une telle position en termes de fabrication et de consommation fait de la relation avec l'environnement de ce matériau une question majeure.

Dans le même temps, les granulats naturels alluvionnaires rentrant à hauteur de 70 à 80% en volume dans la composition d'un béton représentent désormais une ressource non renouvelable dont l'accessibilité diminue. Les formulations actuelles de béton visent à augmenter la part de granulats de roche massive concassé. Ces matériaux, de par leur histoire de fabrication, n'ont pas du tout la même morphologie.

Par ailleurs, les déchets de démolition de bâtiments en béton qui, en région Île-de-France par exemple, s'élèvent à plusieurs millions de tonnes sont, au pire, transportés de plus en plus loin de la capitale pour être enterrés ou, au mieux, recyclés comme matériau de remblais à faible valeur ajoutée dans le domaine du terrassement routier. L'évolution anticipée des volumes de bétons en fin de vie indique clairement que, lorsque les bâtiments construits massivement dans les années 50-80 arriveront en fin de vie, les volumes de béton à recycler seront tels qu'ils ne pourront pas être entièrement utilisés en sous-couche routière.

Les granulats recyclés et les granulats de roche massive concassés ont pour point commun d'être constitués de particules dont la forme ne résulte pas d'une érosion lente comme dans le cas des granulats naturels alluvionnaires. Ils sont ainsi constitués de particules souvent anguleuses et présentant une rugosité de surface importante.

L'influence de cette morphologie sur les propriétés d'empilement des grains et sur le comportement à l'état frais des bétons est extrêmement forte mais peu étudiée dans la littérature. Nous cherchons donc dans ce travail à corréler la morphologie aux propriétés d'empilement puis de corréler les propriétés d'empilement à la rhéologie du mélange.

Dans une première partie, nous commençons par illustrer notre problématique dans le cas d'un béton Auto Plaçant dans lequel nous substituons un granulat naturel roulé par un granulat concassé. Après avoir constaté l'effet majeur de cette substitution, nous rassemblons les connaissances existantes nous permettant de traiter ce sujet. Nous rappelons tout d'abord

les principales lois de comportement permettant de décrire l'écoulement d'un matériau ainsi que les techniques de rhéométrie permettant d'identifier les paramètres de ces lois. Nous décrivons ensuite les rhéomètres spécifiques permettant de mesurer le comportement à l'état frais d'un béton et montrons que l'accès à une valeur de viscosité pour ce type de matériaux reste très difficile malgré les progrès récents dans ce domaine. Puis, nous rappelons les principales notions permettant de décrire l'empilement d'une espèce granulaire polydisperse. Nous revenons enfin à l'échelle d'une suspension d'un fluide non Newtonien contenant des inclusions pour rassembler les principaux résultats de la littérature.

À partir de ces résultats, nous définissons notre problématique. Nous choisissons d'étudier des particules de sables monodisperses de morphologie variable dans un fluide modèle d'Herschell Buckley. Pour pallier aux difficultés de la mesure d'une viscosité dans le cas de suspensions de particules non colloïdales, nous décidons d'utiliser la vélocimétrie par IRM pour accéder à la loi de comportement réelle et locale du matériau.

Dans une deuxième partie, nous caractérisons nos particules de sable. Nous mesurons des paramètres morphologiques tels qu'élongation et convexité. Nous étudions par ailleurs l'influence de différents protocoles de mesure de l'état de compaction dense et aléatoire de nos particules. Nous mesurons par ailleurs la viscosité intrinsèque de nos particules. Enfin, nous discutons de l'influence des paramètres morphologiques sur les propriétés d'empilement.

Dans une troisième partie, nous caractérisons les propriétés rhéologiques de nos matériaux et mélanges. Nous présentons tout d'abord l'émulsion dans laquelle les particules de sable sont introduites ainsi que les protocoles rhéométriques utilisés pour la caractériser. Nous présentons ensuite le principe de la vélocimétrie par IRM et la méthodologie permettant la reconstruction d'une courbe d'écoulement locale. Nous décrivons le traitement des données brutes permettant la prise en compte de la migration et de la localisation durant l'écoulement. Par extrapolation de nos constatations aux bétons et mortiers, nous suggérons une explication quant à l'origine des disparités existantes entre rhéomètres à bétons. Enfin, nous comparons nos mesures locales à un outil de rhéométrie industriel.

Enfin, dans une quatrième et dernière partie, nous étudions l'effet de la morphologie des grains sur le comportement rhéologique de la suspension. Dans un premier temps, nous nous focalisons sur le seuil et le module d'élasticité du mélange émulsion / sable. Nous comparons nos mesures à des modèles tirés de la littérature et discutons de l'influence couplée des

contacts directs entre particules et de l'anisotropie liée à la mise en écoulement sur la réponse de nos systèmes. Nous étudions ensuite l'influence de particules sur le comportement de la suspension en écoulement permanent. Nous comparons l'amplification de la viscosité du mélange à l'amplification de son seuil d'écoulement. Enfin, nous discutons de l'influence des paramètres morphologiques et des propriétés d'empilement des grains sur cette amplification.

Chapitre 1

Etude bibliographique

Sommaire

1	Étude bibliographique	17
1.1	Bétons : compositions et utilisations.....	17
1.2	Granulats et conséquences sur le matériau.....	18
1.2.1	Granulats roulés et concassés.....	18
1.2.2	Conséquences du changement de granulats sur la fluidité d'un BAP.....	19
1.3	Rhéologie et techniques de rhéométrie classique.....	21
1.3.1	Généralités.....	21
1.3.2	Géométrie Couette cylindrique	21
1.3.3	Géométrie plan-plan	24
1.3.3.1	Généralités.....	24
1.3.3.2	Contraintes normales.....	25
1.4	Loi de comportement	26
1.4.1	Fluide visqueux Newtonien.....	26
1.4.2	Fluide à seuil	27
1.4.2.1	Fluide de Bingham	27
1.4.2.2	Fluide d'Herschel-Bulkley	27
1.4.3	Pâte de ciment et thixotropie.....	28
1.5	Rhéomètres à béton existants	29
1.5.1	Descriptions des appareils de mesure.....	29
1.5.2	Effets perturbateurs dans les rhéomètres à béton	33
1.6	Granulats et empilement granulaire	34
1.6.1	Empilement granulaire sec	34
1.6.2	Propriétés d'empilement	35
1.6.2.1	Compacité dense aléatoire ϕ_m	35
1.6.2.2	Compacité lâche aléatoire ϕ_l	36
1.6.3	Compacité granulaire	37
1.6.3.1	Compacité expérimentale ou réelle ϕ	37
1.6.3.2	Passage de la compacité expérimentale ϕ à la compacité virtuelle β	37
1.7	Effet des inclusions sur le comportement rhéologique d'une suspension.....	39
1.7.1	Inclusions sphériques monodisperses dans un fluide Newtonien	39
1.7.2	Cas d'inclusions polydisperses.....	42
1.7.3	Effet des inclusions sphériques pour différents fluides à seuil	42
1.7.4	Transition béton ordinaire/béton autoplaçant.....	43

1 Étude bibliographique

1.1 Bétons : compositions et utilisations

Les bétons ordinaires sont un mélange de quatre éléments. Le ciment qui sert de liant hydraulique, de l'eau, de sables et granulats. Les granulats sont classés en fonction de leurs tailles : fins (sables) de taille inférieure à 4 mm et grossiers (gravillons) de taille supérieure à 4 mm (figure 1.1). Nous avons donc un mélange composé de particules polydisperses et de formes différentes. Ils constituent le squelette granulaire et garantissent la résistance mécanique du béton. Ce type de béton, qui est très bien maîtrisé, nécessite d'être vibré pour une mise en place optimale dans les coffrages à géométrie complexe. Les bétons ordinaires sont assez visqueux. Ils ont donc l'inconvénient d'être difficilement pompables.

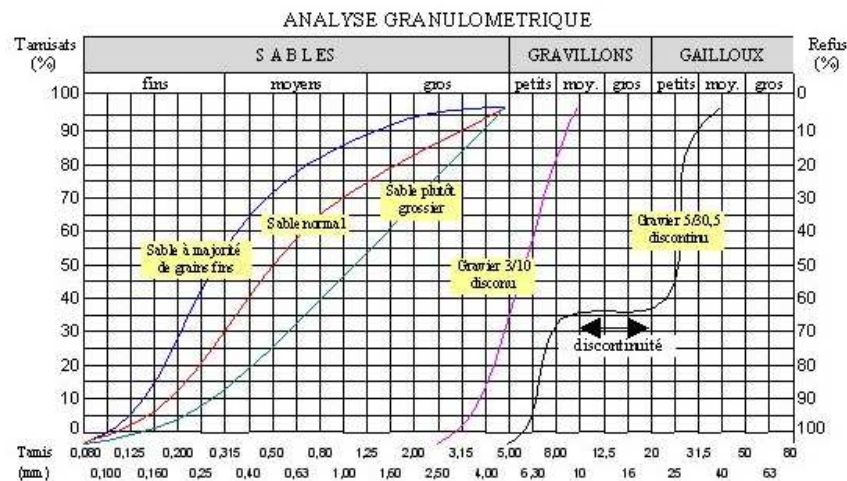


Figure 1.1 - Courbes granulométriques typiques pour différents granulats constituant un béton.

Afin de remédier à ces problèmes, de nouveaux bétons font leur apparition. Les bétons autoplaçants (BAP) ont ainsi été découverts en 1988 au Japon par [Okamura et Ouchi 1999]. Ce sont des bétons très fluides lors de l'écoulement (figure 1.2). Ils se mettent en place simplement sous leur propre poids et ne nécessitent aucune vibration. Ils éliminent donc les nuisances sonores lors d'un chantier. Grâce à leur grande fluidité lors de l'écoulement, la mise en œuvre des BAPs se fait plus rapidement que des bétons ordinaires. Le coulage peut s'effectuer dans des zones fortement ferraiillées. De plus, leur qualité de parement (aspect de surface) est très bonne comparée à celle d'un béton ordinaire. Les performances du produit

fini, les conditions de travail des ouvriers et les coûts de production de l'entreprise sont donc améliorés [Walraven 2003].



Figure 1.2 - Coulage d'une dalle en béton autoplaçant.

1.2 Granulats et conséquences sur le matériau

1.2.1 Granulats roulés et concassés

Dans le domaine du génie civil, ce type de matériau existe sous deux formes :

- Les granulats roulés : ce type de granulat se trouve principalement dans les fleuves et les rivières, ils ont des formes sphériques. En France, on est actuellement en pénurie de granulats roulés alluvionnaires, le principal gisement étant actuellement aux Pays de la Loire¹.
- Les granulats concassés issus de roches broyées à l'aide d'un concasseur : ce procédé d'obtention induit des granulats de forme aléatoire et irrégulière. Le procédé de concassage crée des plans de rupture préférentiels. L'ouvrabilité de bétons formulés à partir de ces granulats est souvent moins bonne. Par contre, on obtient une meilleure adhérence entre les éléments du béton et les armatures avec ce type de granulat.

¹ Selon UNPG (Union Nationale des Producteurs de Granulats), 2011, Livre blanc – Carrières et granulats, pour un approvisionnement durable des territoires,

1.2.2 Conséquences du changement de granulats sur la fluidité d'un BAP

Dans cette section, nous montrons l'impact d'un sable roulé (sable Saint Bonnet) et d'un sable concassé (sable Montlouis) sur les propriétés d'écoulement d'un BAP. Le BAP de référence est un béton autoplaçant de chez Lafarge composée de gravillons Saint Bonnet, de sable Saint Bonnet, fillers calcaire *BL200* de chez *MEAC*[®] et de superplastifiant de marque *Glenium 27*[®]. Afin de comparer les deux types de sable, nous avons recomposé, à l'aide de tamis, la granulométrie de sable de Saint Bonnet pour obtenir la même granulométrie que le sable Montlouis (figure 1.3).

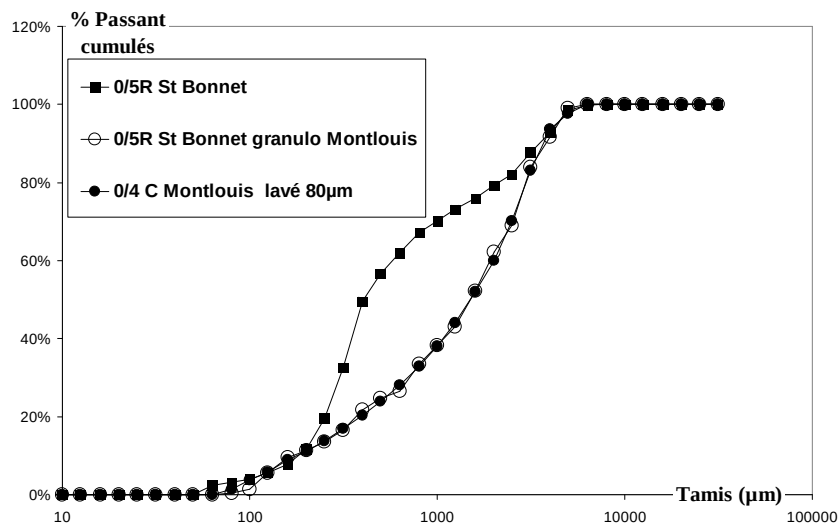


Figure 1.3 - Sable Saint Bonnet recomposé pour obtenir une granulométrie identique au sable Montlouis.

Nous pouvons à présent comparer nos deux formulations sachant que la granulométrie du sable Saint Bonnet est identique à celle du sable Montlouis avec le même volume de pâte. La seule variation provient donc du type de sable ajouté dans notre BAP. Nous avons utilisé deux essais couramment utilisés dans le génie civil pour déterminer la fluidité d'un béton. Le premier consiste à mesurer le temps d'écoulement du béton. Il s'agit de l'essai V-Funnel ou O-Funnel. Dans notre étude, nous avons choisi d'utiliser un O-Funnel qui est le test standard à *Lafarge Centre de Recherche* (figure 1.4b). Le second essai est un essai d'étalement ou *slump flow* à l'aide d'un cône d'Abrams (figure 1.4a).



(a)



(b)

Figure 1.4 - Dispositif de mesure de la fluidité d'un béton : essai d'étalement (slump flow) au cône d'Abrams (a), essai O-Funnel (b).

Nous pouvons aisément constater que le BAP composé de sable roulé a des propriétés d'ouvrabilité plus intéressantes que le BAP composé de sable concassé. Nous obtenons un facteur de 1,63 sur le diamètre d'étalement (figure 1.5) et un temps 10 fois plus important pour un essai au O-Funnel.



(a)



(b)

Figure 1.5 - Essai d'étalement sur un BAP composé de sable roulé (a) et de sable concassé (b).

La conséquence sur les propriétés rhéologiques due au changement de type de sable est très importante. Ces conséquences sont néfastes sur la mise en œuvre des bétons sur un chantier et peuvent entraîner un mauvais remplissage des bétons dans les structures ferrillées. Pour comprendre l'impact du changement de type de sable sur la fluidité d'un BAP, nous avons besoin d'étudier leurs comportements en écoulement et la forme des grains. Une étude rhéologique et une analyse morphologique des grains sont donc à faire pour comprendre l'écart important entre ces deux types de sables de morphologies différentes.

1.3 Rhéologie et techniques de rhéométrie classique

1.3.1 Généralités

Pour mesurer les différents paramètres rhéologiques d'un fluide tels que la viscosité, le seuil d'écoulement, le module élastique, on utilise un appareil de mesure appelé rhéomètre. Un rhéomètre mesure à la fois la contrainte et le taux de cisaillement d'un fluide en fonction du temps. La contrainte de cisaillement est une grandeur fondamentale en rhéologie. Elle est notée τ . Au cours d'un mouvement laminaire de cisaillement, deux couches se déplacent l'une par rapport à l'autre. Il apparaît à l'interface entre deux couches des forces de frottement qui s'exercent tangentiellement à la surface de la couche.

Pour mesurer la viscosité d'un fluide $\eta = \tau/\dot{\gamma}$, le rhéomètre à contrainte imposée applique une contrainte σ et mesure un taux de cisaillement $\dot{\gamma}$. Inversement, on appelle un rhéomètre à taux de cisaillement imposé, un rhéomètre qui applique un taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ et mesure une contrainte σ .

Les rhéomètres peuvent fonctionner à vitesse imposée par l'intermédiaire d'une boucle de rétroaction qui permet d'ajuster la contrainte appliquée à la vitesse désirée. La vitesse de rotation est proportionnelle au taux de cisaillement. Les coefficients de proportionnalité sont caractéristiques de la géométrie utilisée (Couette cylindrique, cône-plan, plan-plan ...).

Ici, nous passons en revue les différentes géométries utilisées dans le cadre de cette thèse.

1.3.2 Géométrie Couette cylindrique

La géométrie se compose de deux cylindres coaxiaux : un cylindre interne de rayon R_i et une cuve de rayon R_e avec une hauteur H . Le matériau est donc confiné entre un mobile fixe (la cuve) et un mobile tournant (cylindre interne). L'écoulement est généré par la rotation du cylindre interne. Un papier de verre est placé sur la cuve afin d'éviter les phénomènes de glissement. La rugosité du papier est équivalente ou supérieure aux tailles caractéristiques des particules les plus grosses. On appelle entrefer la différence entre R_e et R_i .

Le cylindre interne est souvent remplacé par un croisillon, aussi appelé outil vane. Il permet de minimiser le glissement du matériau à l'interface de la géométrie en créant un cylindre fictif avec une rugosité de la taille des particules [Coussot et Ancey 1999a].

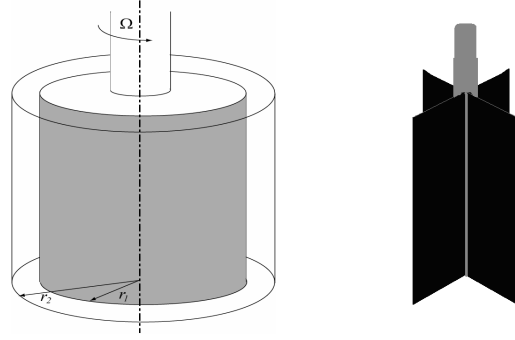


Figure 1.6- Représentation schématique d'une cellule de Couette et d'un outil vane [Fall 2008].

Dans l'hypothèse où le fluide ne subit aucun glissement à la paroi, le matériau est animé d'une vitesse angulaire variant de 0 pour le cylindre fixe à Ω pour le cylindre mobile. Pour des raisons de symétrie, la contrainte et le taux de cisaillement sont identiques. Ils varient et ne dépendent que de r et sont notés $\tau(r)$ et $\dot{\gamma}(r)$.

La détermination de la contrainte de cisaillement fait intervenir le couple exercé sur le cylindre interne. Le couple est obtenu par un moteur dont le moment par rapport à l'axe de rotation est noté :

$$C = r\tau(r)S \quad (1.1)$$

Où S est la surface de la couche du fluide à une distance r de l'axe.

La contrainte dans l'entrefer est donc donnée par la relation suivante :

$$\tau(r) = \frac{C}{2\pi r^2 H} \quad (1.2)$$

La contrainte n'est donc pas uniforme dans l'entrefer d'une cellule de Couette mais décroît en $1/r^2$ [Macosko 1994].

Si on considère un écoulement permanent d'un fluide Newtonien incompressible compris entre deux cylindres coaxiaux, le gradient de vitesse obtenu à partir des profils de vitesse s'écrit en coordonnées cylindriques :

$$\dot{\gamma} = r \frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) \quad (1.3)$$

L'équation de Navier-Stokes en coordonnées cylindriques s'écrit sous la forme :

$$0 = -\frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} (r^2 \tau_{r\theta}) \quad (1.4)$$

En effet, $\tau_{r\theta}$ est la seule composante non nulle du tenseur des contraintes, compte tenu des conditions limites, du non-glissement et de la symétrie du champ de vitesse $\vec{v} = v_\theta(r)\vec{u}_\theta$.

Les équations de Navier-Stokes peuvent être simplifiées sous la forme suivante :

$$v_\theta = ar + \frac{b}{r} \quad (1.5)$$

Les constantes a et b sont déterminées par les conditions limites de non-glissement. Le profil de vitesse d'un fluide Newtonien dans une cellule de Couette est donc :

$$v_\theta(r) = \omega r \frac{(R_2/r)^2 - 1}{(R_2/R_1)^2 - 1} \quad (1.6)$$

Et l'expression exacte du taux de cisaillement d'un fluide Newtonien dans une cellule de Couette est la suivante :

$$\dot{\gamma}(r) = \left(\frac{2\omega R_1^2 R_2^2}{R_2^2 - R_1^2} \right) \frac{1}{r^2} \quad (1.7)$$

Nous venons de voir que la contrainte et le taux de cisaillement ne sont pas uniformes dans une cellule de Couette [Guyon et al. 2001]. Un rhéomètre conventionnel ne peut qu'imposer ou mesurer des valeurs globales de la contrainte et du taux de cisaillement pour un fluide Newtonien $\tau(r) = \eta \dot{\gamma}(r)$. La contrainte moyenne et le taux de cisaillement moyen sont calculés de la façon suivante :

$$\langle \tau \rangle = \frac{1}{R_2 - R_1} \int_{R_1}^{R_2} \frac{C}{2\pi h r^2} \frac{1}{r^2} dr = \frac{C}{2\pi h} \frac{1}{R_2 R_1} \quad (1.8)$$

$$\langle \dot{\gamma} \rangle = \frac{1}{R_2 - R_1} \int_{R_1}^{R_2} \frac{2\omega R_1^2 R_2^2}{R_2^2 - R_1^2} \frac{1}{r^2} dr = \frac{2\omega R_1 R_2}{R_2^2 - R_1^2} \quad (1.9)$$

Dans le cas d'un fluide non Newtonien, la loi réelle de comportement du matériau $\tau = f(\dot{\gamma})$ est différente de celle donnée par le rhéomètre $\langle \tau \rangle = f(\langle \dot{\gamma} \rangle)$. Toutefois, lorsque la cellule de Couette présente un faible entrefer, c'est-à-dire que $R_1 - R_2 \ll R_1$, on peut confondre le comportement macroscopique donné par le rhéomètre avec les comportements rhéologiques locaux non Newtoniens. On peut alors développer les équations ci-dessus au premier ordre :

$$\begin{cases} \tau \approx \frac{C}{2\pi h R_1^2} \\ \dot{\gamma} \approx \frac{R_1 \omega}{R_2 - R_1} \end{cases} \quad (1.10)$$

Ces expressions sont utilisées par le rhéomètre pour calculer la viscosité apparente $\eta = \tau/\dot{\gamma}$

1.3.3 Géométrie plan-plan

1.3.3.1 Généralités

La deuxième géométrie utilisée dans ce travail est une géométrie plan-plan. La géométrie plan-plan est constituée de deux disques coaxiaux horizontaux espacés par un entrefer donné. L'entrefer est réglable par l'utilisateur (figure 1.7).

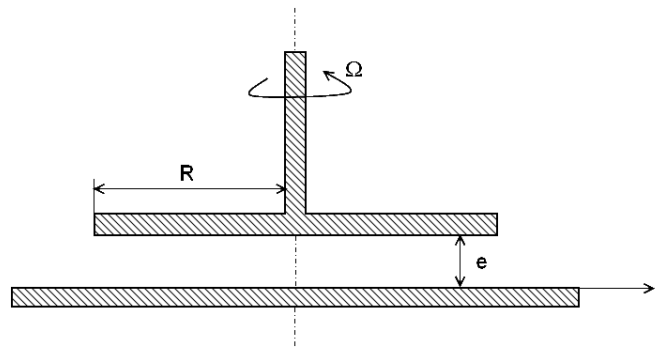


Figure 1.7 - Géométrie plan-plan (vue de coupe).

Cette géométrie présente un avantage pour des matériaux granulaires, car l'entrefer est ajustable. On peut donc choisir un entrefer très supérieur à la dimension des plus grosses particules présentes dans le matériau. On évite ainsi un blocage granulaire durant l'écoulement. Le disque possède une rugosité de surface pour éviter le glissement à la paroi. Il peut être sablé, strié, ou couvert de papier de verre. Dans nos études nous avons utilisé une géométrie plan-plan striée (figure 1.8).



Figure 1.8 - Photographie d'une géométrie plan-plan striée.

Le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ et la contrainte σ varient selon la distance r à l'axe de rotation, l'entrefer e et la vitesse de rotation Ω . Le taux de cisaillement s'écrit :

$$\dot{\gamma}(r) = \frac{r\Omega}{e} \text{ et } \dot{\gamma}(r = R) = \frac{R\Omega}{e} \quad (1.11)$$

Nous avons le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ qui varie de zéro quand $r = 0$ à $R\Omega/e$ lorsque $r = R$.

Le taux de cisaillement peut être aisément varié en modifiant l'entrefer e .

La contrainte τ est constante le long de l'entrefer, mais varie en fonction de r . Lorsque $r = R$, elle s'écrit pour un fluide Newtonien [Macosko 1994], sous la forme :

$$\tau(r = R) = \frac{2C}{\pi R^3} \quad (1.12)$$

C étant le couple de rotation (N.m).

Pour un fluide en général, la contrainte s'écrit sous la forme [Macosko 1994] :

$$\tau(r = R) = \frac{C}{2\pi R^3} \left(3 + \frac{d \ln C}{d \ln \dot{\gamma}}(r = R) \right) \quad (1.13)$$

Le terme $\frac{d \ln C}{d \ln \dot{\gamma}}(r = R)$ vaut 1 dans le cas d'un fluide Newtonien et n pour un fluide en loi puissance. Pour un fluide à seuil, ce terme est négligeable [Coussot et Ancey 1999a, Coussot 2005].

La viscosité apparente est déduite directement de la contrainte à un taux de cisaillement donné.

1.3.3.2 Contraintes normales.

La géométrie plan-plan permet aussi de mesurer des contraintes normales. Lorsque l'on applique un cisaillement simple dans la direction 1 dans le plan (1,2), un tenseur des contraintes τ est associé. Elle s'écrit, dans un repère orthonormé où 1, 2 et 3 sont les directions des axes, sous la forme [Agassant et al. 1996] :

$$\tau = \begin{bmatrix} \tau_{11} & \tau_{12} & 0 \\ \tau_{21} & \tau_{22} & 0 \\ 0 & 0 & \tau_{33} \end{bmatrix} \quad (1.14)$$

Nous avons donc des contraintes normales à l'écoulement d'un fluide généré par l'application d'une contrainte de cisaillement. Dans le cas d'un écoulement stationnaire, deux cas de figure se présentent.

Dans le cas simple d'un fluide Newtonien, les contraintes prennent les valeurs suivantes :

$$\tau_{12} = \tau_{21} = \dot{\gamma} \times \eta \quad (1.15)$$

η est viscosité du fluide

$$\tau_{11} - \tau_{22} = 0 \text{ et } \tau_{22} - \tau_{33} = 0 \quad (1.16)$$

τ_{12} est la contrainte de cisaillement tangentielle.

Le milieu est donc isotrope avec $\tau_{11} = \tau_{22} = \tau_{33} = -P_H$. P_H est la pression hydrostatique du système.

Dans le cas d'un fluide viscoélastique, le tenseur des contraintes est identique à celui d'un fluide Newtonien. Cependant, l'application d'une contrainte de cisaillement engendre des différences de contraintes normales. Nous avons donc $\tau_{11} - \tau_{22}$ et $\tau_{22} - \tau_{33}$ non nulles. Cela entraîne une anisotropie durant l'écoulement.

On peut en tirer deux grandeurs rhéologies qui sont deux différences de contraintes normales N_1 et N_2 . Avec $N_1 = \tau_{11} - \tau_{22}$ et $N_2 = \tau_{22} - \tau_{33}$.

Expérimentalement, la différence $N_1 - N_2$ est souvent positive (N_2 étant très faible). Dans le cas de suspensions concentrées, la différence de contraintes normales est due à la dilatance de Reynolds [Zarraga et al. 2001].

1.4 Loi de comportement

1.4.1 Fluide visqueux Newtonien

Dans le cas d'un fluide Newtonien, la contrainte τ est proportionnelle au gradient de vitesse. Le coefficient de proportionnalité est appelé viscosité dans le cas d'un fluide Newtonien et viscosité apparente dans le cas d'un fluide non-Newtonien. Elle s'écrit sous la forme :

$$\tau = \frac{dF}{dS} = \eta \frac{\partial v}{\partial t} \quad (1.17)$$

Il est à noter que la viscosité η (Pa.s) est aussi appelée viscosité dynamique par opposition à la viscosité cinématique, notée ν (m²s⁻¹). Cette dernière est égale au rapport de la viscosité dynamique η par la masse volumique du fluide ρ étudié.

$$\nu = \eta / \rho \quad (1.18)$$

1.4.2 Fluide à seuil

De nombreux matériaux du génie civil sont des suspensions concentrées de particules de tailles et de formes différentes dans un fluide (bétons, boues de forage et naturelles [Ancy et Jorrot 2001], plâtres frais ...).

On parle de comportement de fluide *à seuil* lorsque le fluide se déforme de façon élastique pour des faibles sollicitations ou faibles contraintes. Au-delà d'une certaine contrainte, dite *contrainte seuil* ou *seuil d'écoulement*, le matériau a un comportement de liquide visqueux, s'écoule et se déforme de façon irréversible.

On présente par la suite, plusieurs lois de comportement fréquemment utilisées pour décrire un fluide à seuil.

1.4.2.1 Fluide de Bingham

C'est la représentation la plus simple qui donne la relation suivante entre contrainte τ et taux de cisaillement simple $\dot{\gamma}$:

$$\tau = \tau_c + \eta_p \dot{\gamma} \quad (1.19)$$

où τ_c est la contrainte seuil et η_p la viscosité plastique. En pratique le modèle de Bingham s'applique généralement pour une gamme de taux de cisaillement limités et la contrainte seuil obtenue par extrapolation de la courbe d'écoulement à $\dot{\gamma} = 0$ est souvent difficile à déterminer correctement.

1.4.2.2 Fluide d'Herschel-Bulkley

Il est caractérisé par trois paramètres (τ_c : contrainte seuil, η_{HB} : consistance, n : indice de fluidité ou exposant d'Herschel-Bulkley) :

$$\tau = \tau_c + \eta_{HB} \dot{\gamma}^n \quad (1.20)$$

A titre d'exemple, l'exposant d'Herschel-Bulkley équivaut à 0.5 [Chateau et al. 2008] pour une émulsion.

On représente schématiquement dans la figure 1.9, les courbes d'écoulement (évolution du gradient de vitesse en fonction de la contrainte) associées aux lois décrites ci-dessus.

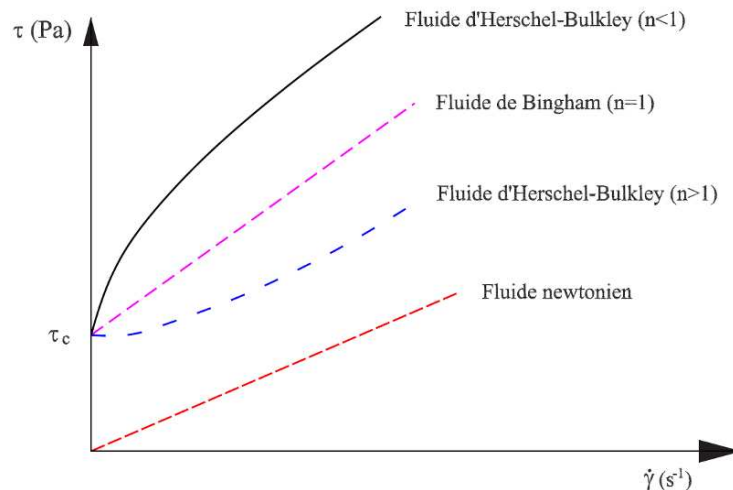


Figure 1.9 - Relation entre le gradient de vitesse et la contrainte pour différents types de fluides. Figure extraite de [Vu 2010].

1.4.3 Pâte de ciment et thixotropie

La pâte de ciment est un mélange relativement simple composé d'eau et de ciment. Les proportions du rapport eau sur ciment E/C varient entre 0,30 et 0,85 [Kikukawa 1990]. La granulométrie d'un ciment varie de quelques unités à une centaine de microns. Certains minéraux comme des fillers, des fumées de silices, des cendres volantes sont ajoutés afin d'obtenir des propriétés spécifiques à la formulation des bétons.

[Mujumdar et al.] a défini la thixotropie comme une « déstructuration réversible de la structure particulaire sous cisaillement, la structure formée au repos étant souvent (mais non nécessairement) associée à un seuil d'écoulement.

Pour un fluide à seuil, la thixotropie se caractérise, au repos ou lorsque la contrainte est inférieure à la contrainte seuil, par une augmentation du module élastique en fonction du temps de repos. Lorsque la contrainte est supérieure à la contrainte seuil, le matériau s'écoule et la viscosité se met à diminuer (figure 1.10) pour un matériau solide. L'évolution temporelle de la viscosité est la signature de l'évolution de la structure interne. Il y a compétition entre la structuration et la déstructuration durant l'écoulement.

Le comportement du matériau dépend donc du temps, de l'histoire d'écoulement et des propriétés physico-chimiques du matériau. L'effet d'hydratation du ciment donne une irréversibilité de l'évolution du matériau. Cependant, l'hydratation du ciment se produit lentement durant la période dormante. Les matériaux cimentaires présentent des aspects thixotropes à des intervalles de temps assez court.

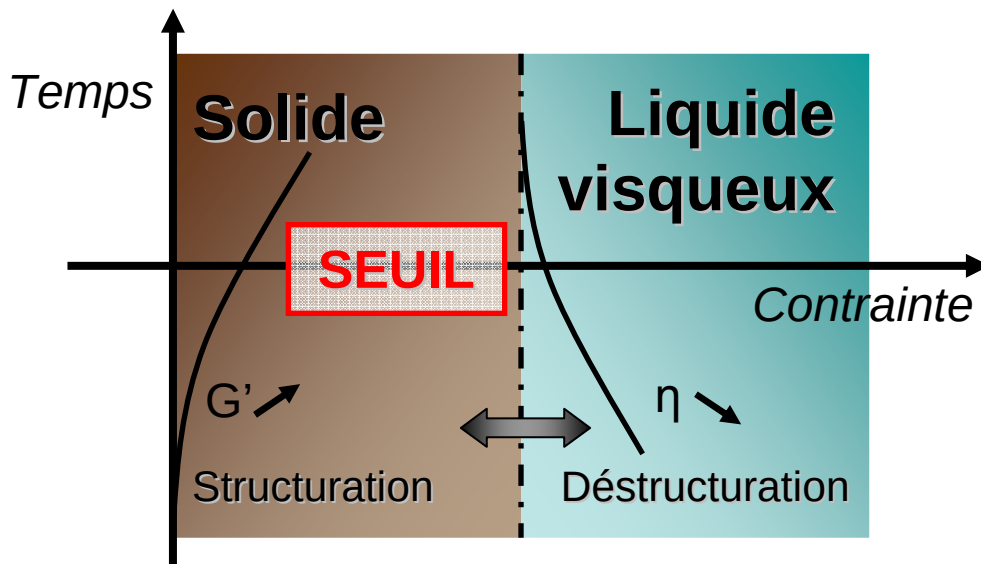


Figure 1.10 - Schéma de principe du comportement d'un fluide à seuil thixotrope. Figure extraite de [Mahaut et al. 2009].

1.5 Rhéomètres à béton existants

1.5.1 Descriptions des appareils de mesure

Les rhéomètres peuvent être classés en trois catégories :

- rhéomètres agitateurs-malaxeurs (Two-point test, IBB)
- rhéomètres à cylindres coaxiaux (BML, Cemagref)
- rhéomètre plan-plan (BT Rhéom)

Le premier rhéomètre à bétons fut créé en 1987, il s'agit du Two-point-test [Tattersall et al. 1979] (figure 1.11). Il mesure les paramètres rhéologiques du béton frais en le

considérant comme un fluide de Bingham. La relation entre le couple appliqué C et la vitesse de rotation de l'outil N est sous la forme :

$$C = g + hN \quad (1.21)$$

Une corrélation entre la loi de Bingham et l'équation 1.21 est faite pour relier g le seuil d'écoulement et h la viscosité plastique.



Figure 1.11 - Rhéomètre Two-point-test [Domone et al. 1996].

Le BT Rhéom [Hu et al.] est un rhéomètre développé par le LCPC au début des années 1990. Un outil plan-plan est inséré dans ce rhéomètre sachant que le plan supérieur est en rotation alors que le plan inférieur est fixe (figure 1.12). Il peut contenir 7 litres environ. L'avantage de ce rhéomètre est que les paramètres rhéologiques sont calculés et obtenus directement en unité fondamentale. Il n'est pas nécessaire de calibrer l'appareil. Il est donc le seul rhéomètre susceptible de mesurer la viscosité plastique d'un béton. Les inconvénients sont liés à la géométrie de mesure qui entraîne une usure du joint d'étanchéité (à changer lors de chaque essai), de la mise en place et de la difficulté d'utilisation de ce rhéomètre.



Figure 1.12 - Rhéomètre à béton BT Rhéom.

La rhéologie des bétons frais est une mesure scientifique calculée à partir du couple et de la vitesse de rotation. Il existe des mesures plutôt empiriques qui permettent de mesurer l'ouvrabilité d'un béton. Il y a un lien étroit entre les mesures réalisées à l'aide d'un rhéomètre et ces essais empiriques. Il existe de nombreuses méthodes pour caractériser l'ouvrabilité d'un béton. L'essai de référence sur chantier ou dans les centrales à béton reste la mesure d'affaissement et d'étalement du béton frais au cône d'Abrams. Cette méthode est la plus simple et la moins coûteuse.

Le rhéomètre BML est un rhéomètre à cylindre coaxial avec une rotation du cylindre extérieur. Les cylindres sont munis de lamelles parallèles à leur axe (figure 1.13). Cette géométrie permet une meilleure adhérence du matériau aux outils et limite le glissement à la surface des cylindres. L'inconvénient est une mesure de gradient de vitesse peu précise du fait de sa géométrie qui crée des zones mortes entre les lamelles. La consommation de béton est importante au cours d'un essai (17 litres).



Figure 1.13 - Rhéomètre BML.

Le Rhéomètre du Cemagref [Coussot 1993] est un rhéomètre à cylindres coaxiaux avec une rotation du cylindre interne contrairement au BML. Il a été utilisé à l'origine dans le domaine de la géotechnique, plus précisément dans la mesure rhéologique des boues et des laves torrentielles. Il peut contenir une quantité remarquable par rapport aux autres rhéomètres (500 litres). La large dimension de ce type de rhéomètre (entrefer d'environ 20cm entre les deux cylindres coaxiaux) permet d'étudier des suspensions ayant des particules de grandes tailles (figure 1.14). Cet avantage est aussi un inconvénient, car il engendre une localisation et

une migration importante. La quantité de béton à fabriquer est importante pour effectuer un essai.



Figure 1.14 - Rhéomètre à béton du Cemagref (*photo : Philippe Coussot Cemagref*).

L'IBB est un rhéomètre développé en 1994 [Beaupré 1994]. Il provient de la modification de l'outil du Two-point-test en un outil-mélangeur planétaire en forme de H (figure 1.15). Il peut mesurer les paramètres rhéologiques de divers bétons jusqu'à des affaissements de 25 mm).



Figure 1.15 - Rhéomètre à béton IBB [Chapdelaine 2007]

Le tableau suivant présente une comparaison des principaux rhéomètres à bétons existants dans le marché :

Rhéomètre	Géométrie de mesure	Contenance (en L)	Type de bétons mesurés
Two-point test	Outil-mélangeur	10	Aff > 100 mm
BML	Cylindres coaxiaux	17	Pâte de ciment, BAPs, BO
BTRhéom	Plan-plan	7	Aff > 100 mm
Cemagref	Cylindres coaxiaux	500	-
IBB	Mélangeur planétaire en H	21	Aff > ou égal à 20 mm

Tableau 1.1 - Comparaison entre différents rhéomètres à béton.

Le tableau 1.2 présente des ordres de grandeur des paramètres rhéologiques pour différents types de matériau [Banfill 2003, Wallevik 2003]:

	Pâte	Mortier	BAP	Béton ordinaire
Contrainte seuil τ_c (Pa)	10-50	10-100	50-200	400-1500
Viscosité plastique η_{pl} (Pa.s)	10^{-2} -1	1-5	20-150	50-100

Tableau 1.2 - Ordres de grandeur des paramètres rhéologiques pour différents types de matériau.

1.5.2 Effets perturbateurs dans les rhéomètres à béton

Un descriptif détaillé des problèmes liés à l'utilisation d'un rhéomètre à béton et des effets perturbateurs existent dans la littérature [Coussot et Ancey 1999b].

Concernant la dimension de l'entrefer, un compromis doit être fait entre un fort entrefer (au minimum dix fois plus grand que le diamètre moyen des particules selon [Coussot et Ancey 1999b]) et un faible entrefer permettant un cisaillement homogène du béton.

La sédimentation peut affecter les mesures rhéologiques. Pour s'affranchir de cet artefact de mesure, il faut un compromis entre un seuil faible qui induit de la sédimentation et un seuil trop fort conduisant à une faible sédimentation, mais à une difficulté de mise en œuvre importante.

Un autre effet perturbateur dans un rhéomètre à béton est la migration des particules induite par le cisaillement vers les zones de faible cisaillement [Leighton et Acrivos 1987, Phillips et al. 1992] et plus récemment [Ovarlez et al. 2006, Hafid et al. 2010].

Le taux de cisaillement varie selon le procédé et génère un écoulement plus ou moins complexe au sein de la structure. On peut voir dans le tableau 1.3 des ordres de grandeur extraits de [Barnes et al. 1989, Roussel 2006].

Type de procédé	Taux de cisaillement maximum (s^{-1})
Extrusion	100
Malaxeur à béton	10 à 60
Pompage	20 à 40
Camion toupie	10
Coulage	10
BT Rheom	15
BML	10
Two-point test	5
Sédimentation	10^{-3}

Tableau 1.3 - Taux de cisaillement maximum pour différents types de procédés.

1.6 Granulats et empilement granulaire

1.6.1 Empilement granulaire sec

Dans un matériau granulaire, les grains sont des particules solides « rigides » ou très peu déformables. La pression de confinement est ainsi toujours faible par rapport à la résistance mécanique ou au module d'Young élastique des grains. Ces particules sont typiquement de taille supérieure à $100\mu m$ [Brown et Richards 1970, Nedderman 1992, Guyon et Troadec 1994, Duran 1997, Rao et Nott 2008]. Pour des particules plus fines, typiquement entre $1\mu m$ et $100\mu m$, on parle plutôt de poudre. Dans ce cas de figure, les interactions de Van der Waals sont prédominantes. Enfin pour des particules encore plus petites (entre 1 nm et $1\mu m$), on est dans le domaine des colloïdes où l'agitation thermique n'est plus négligeable.

Les interactions entre les grains et le milieu environnant sont négligeables devant les interactions directes entre grains.

Dans le cadre de ce travail, nous étudions l'empilement granulaire pour des particules supérieures à 100 μm .

1.6.2 Propriétés d'empilement

Trois états de compaction reproductibles ont été identifiés dans la littérature pour des sphères uniformes: *compacité lâche aléatoire* ϕ_l , *compacité dense aléatoire* ϕ_m , compacité maximale ϕ_M .

1.6.2.1 Compacité dense aléatoire ϕ_m

Des assemblages de grains solides en présence de fluide (sols saturés, ciment frais, enrobé bitumineux ...) sont présents dans de nombreux matériaux du génie civil. La compacité de ces grains, c'est-à-dire le volume du matériau occupé par les particules solides est utilisé pour caractériser l'état de ces matériaux. La compacité est utilisée pour tenter de prédire leur comportement à l'écoulement et devient ainsi une aide pour caractériser sa formulation. On se réfère souvent à la *compacité dense aléatoire* ϕ_m qui est implicitement liée à la géométrie des grains. Ainsi pour l'aide à la formulation des bétons [De Larrard 1999], on corrèle la viscosité plastique d'un béton à base de granulats roulés à partir de la mesure de la mesure de compacité (cf. section 1.4.7).

La compacité dense aléatoire est un paramètre empirique utilisé pour caractériser la fraction volumique maximum d'un objet solide quand il est tassé de façon aléatoire. Il n'a pas de définition précise. Il est défini statistiquement et les résultats sont empiriques. Avec des particules sphériques, la compacité maximale est classiquement estimée à une valeur légèrement inférieure à 0,64 [Cumberland et Crawford 1987, Bideau et Hansen 1993]. Elle peut atteindre des valeurs de 0,74 pour des particules ellipsoïdes² [Donev et al. 2004]. Il est à noter que la compacité dense aléatoire d'empilement n'est pas à confondre avec la compacité maximale d'empilement ϕ_M . Cette dernière, souvent non mesurable, équivaut à un arrangement parfait de particules avec une énergie maximale apportée au système (figure 1.16). Des modèles dans la littérature proposés par [Stovall et al. 1986] et amélioré par la suite par [De Larrard 2000] prennent en compte la polydispersité d'un mélange granulaire. La

² La mesure de la compacité a été réalisée sur des M&N's® candies.

mesure de la compacité dense aléatoire ϕ_m pour des particules monodisperse ne peut être prédite mais doit être mesurée.

1.6.2.2 Compacité lâche aléatoire ϕ_l

La compacité lâche aléatoire ϕ_l est bien définie dans la littérature mais est difficile à mesurer en pratique. Elle est généralement associée à l'état de compaction le plus lâche possible et mécaniquement stable (figure 1.16). La compacité lâche aléatoire sous gravité se situe autour de 0,60 pour des sphères lisses. Elle est légèrement variable avec les conditions de compaction [Scott 1960, Scott et Kilgour 1969]. Cette fraction d'empilement a depuis été largement acceptée. Elle est considérée comme une fraction volumique de transition d'un état liquide vers un état vitreux pour un système de sphères dures [Pusey et al. 1989, Shapiro et Probst 1992, Zhu et al. 1997] et aussi une fraction de déclenchement de la dilatance [Onoda 1990].

Pour des particules de petite taille (inférieures à 100 μm), les particules sont cohésives. Cela implique des forces de Van der Waals et électrostatiques importantes. Ces forces sont moins importantes avec l'augmentation de la taille des particules [Yang et al. 2002, Yu et al. 2003]. Cette remarque souligne le fait que les forces interparticulaires sont importantes dans la mesure de ϕ_l . Ces forces peuvent interagir avec d'autres forces et affecter l'état d'empilement final.

Ce paramètre est très important dans la compréhension des phénomènes rhéologiques. C'est pour cela qu'il faudra donner un sens rhéologique à ce paramètre et lier ce paramètre à la fraction volumique de divergence de la viscosité dans le chapitre 4.

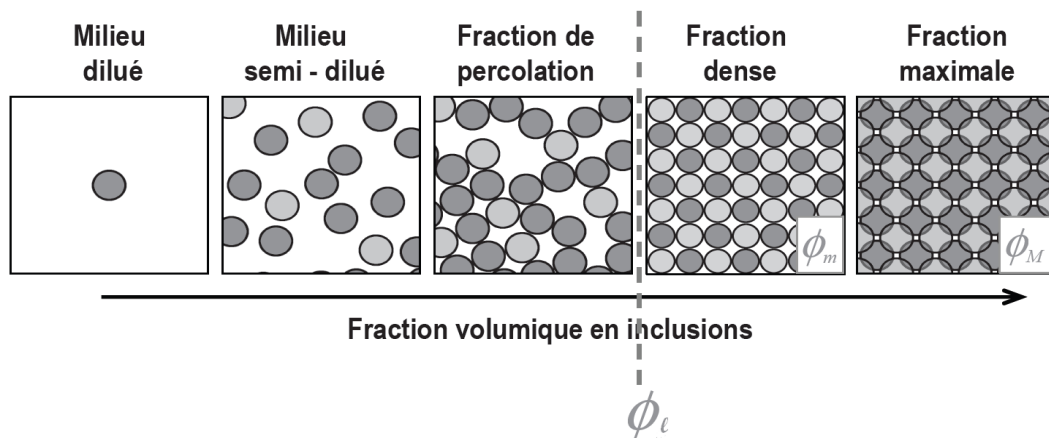


Figure 1.16 - Fractions volumiques de transition [Yammine et al. 2008].

1.6.3 Compacité granulaire

Le Modèle d'Empilement Compressible (MEC) est basé sur la notion de compacité. Ce modèle développé au LCPC en 1999 par [De Larrard 1999] permet de prédire la compacité d'un squelette granulaire. Elle constitue une caractéristique d'entrée dans la logiciel *BétonLab Pro 2*³.

On distingue deux types de compacité, l'une dite expérimentale et une autre résiduelle.

1.6.3.1 Compacité expérimentale ou réelle ϕ

Dans le cas des sables et des gravillons avec un $D_{\max} > 80\mu\text{m}$, la compacité réelle peut être mesurée en utilisant différents procédés (Déversement, piquage avec tige, vibro-compactage ...). Chacun de ces procédés est caractérisé par un indice de serrage. L'expérience montre que l'empilement est plus compact (indice de serrage élevé) avec la méthode de vibro-compactage décrite dans [Sedran 1994]. Il assure donc un serrage maximum (indice de serrage égal à 9).

Voici ci-dessous, un tableau récapitulatif des différents indices de serrage K en fonction du mode de mise en place pour un remplissage à sec.

Procédé de remplissage	Déversement [Cintre 1988]	Piquage avec tige [Khanta Rao 1993]	Vibration [Joisel 1952]	Vibro-compactage [De Larrard 2000]
K	4,1	4,5	4,75	9

Tableau 1.4 - Indice de serrage en fonction du mode de mise en place.

1.6.3.2 Passage de la compacité expérimentale ϕ à la compacité virtuelle β .

La compacité virtuelle β est la compacité maximale que pourrait atteindre des particules monomodales en arrangeant ses grains un à un de façon optimale, sans effet de paroi. Il en résulte que l'indice de serrage K tentera vers l'infini. Dans le cas d'un mélange polydisperse, la compacité propre virtuelle du mélange est la compacité maximale théorique (sans effet de paroi). Elles sont obtenues pour un indice de serrage K (énergie de serrage

³ Outil d'aide à la formulation des bétons

infinie). On distingue deux compacités virtuelles pour une pâte cimentaire. La relation entre l'indice de serrage et la compacité virtuelle s'écrit sous la forme

$$K = \frac{1}{\frac{\beta}{\phi} - 1} \quad (1.22)$$

Pour obtenir les compacités virtuelles à partir des compacités expérimentales ϕ , plusieurs effets interviennent :

a) l'effet de desserrement

Cet effet est observé lorsque l'on place, dans un empilement de gros grains, quelques grains fins isolés qui ne sont pas capables de remplir les porosités causées par les gros grains (figure 1.17).

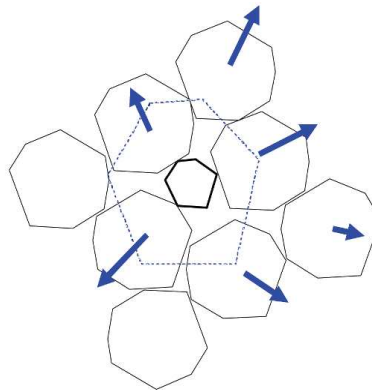


Figure 1.17 - Effet de desserrement exercé par un grain fin dans un empilement de gros grains.

b) l'effet de paroi du granulat et de l'environnement (contenant)

La prise en compte de l'effet de paroi est détaillée par [De Larrard 1999]. Avec le Modèle d'Empilement Compressible, l'approche de [Ben Aim 1970] reste valable. Elle consiste à utiliser une perturbation d'un volume V_p située à une distance $d/2$ de la paroi pour des grains de taille d (figure 1.18). Dans cette zone perturbée, la compacité devient $k_w \beta$. Afin de prendre en compte l'effet de paroi causé par le contenant, la valeur de la compacité moyenne pour tout le récipient s'écrit :

$$\beta = \frac{\phi}{\left(1 - (1 - k_w) \frac{v}{V}\right)} \quad (1.23)$$

Où $\frac{v}{V}$ représente le rapport entre le volume perturbé par la paroi et le volume total.

Dans le cas d'un contenant cylindrique de diamètre D , ce rapport s'écrit :

$$\frac{v}{V} = \frac{D^2 - (D - d)}{D^2} = 2 \frac{d}{D} - \frac{d^2}{D^2} \quad (1.24)$$

Le coefficient traduisant la forme des granulats k_w (0,88 pour des granulats roulés, 0,73 pour des granulats concassés selon [De Larrard 2000] et 11/16 pour des granulats sphériques selon le modèle de [Ben Aim 1970]).

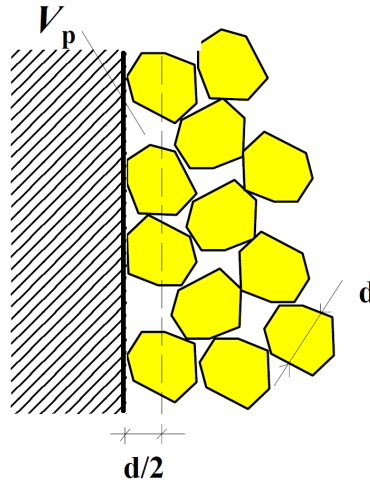


Figure 1.18 - Effet de paroi au voisinage du contenant.

1.7 Effet des inclusions sur le comportement rhéologique d'une suspension.

1.7.1 Inclusions sphériques monodisperses dans un fluide Newtonien

L'ajout de particules dans un fluide modifie le champ de vitesse d'un écoulement et crée une dissipation d'énergie supplémentaire. Cet ajout d'énergie a pour conséquence une augmentation de la viscosité. La figure 1.20 nous montre différents modèles trouvés dans la littérature classée dans l'ordre chronologique de leur publication.

Ces modèles sont représentés en fonction de la fraction volumique solide ϕ ; la compacité dense aléatoire ϕ_m , la viscosité du fluide interstitiel η_0 et la viscosité intrinsèque $[\eta]$ de la suspension. La viscosité intrinsèque peut être mesurée dans le cas d'une suspension très diluée. Pour accéder à la valeur de la viscosité intrinsèque, on détermine graphiquement la limite vers laquelle tend le rapport η/η_0 lorsque la concentration c tend vers zéro :

$$[\eta] = \lim_{c \rightarrow 0} \left(\frac{\eta_{red}}{c} \right) \quad (1.25)$$

La viscosité intrinsèque équivaut à 2,5 pour des sphères.

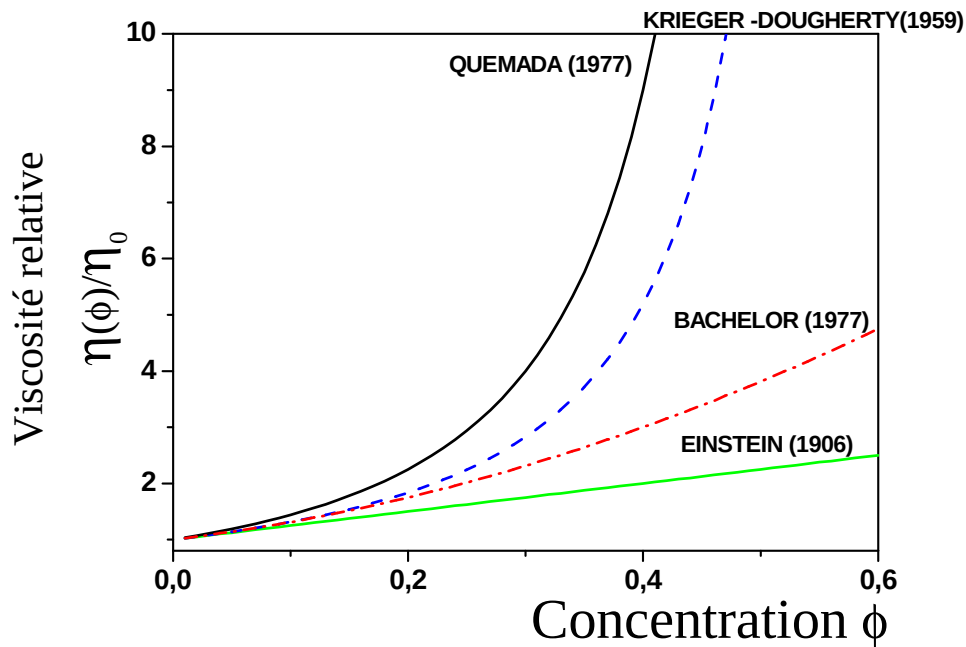


Figure 1.19 - Relation entre viscosité relative et concentration pour les principales expressions dans la littérature.

Auteurs	Expression	Remarques
EINSTEIN (1906)	$\eta/\eta_0 = 1 + [\eta]\phi$	Particules sphériques avec $0 \leq \phi \leq 0,01$
EILERS (1941)	$\eta/\eta_0 = \left(1 + \frac{1,25\phi}{1 - \phi_{\max}}\right)^2$	Particules sphériques
De BRUIJN (1942)	$(\eta/\eta_0)^{-1} = 1 - [\eta]\phi + 1,552\phi^2$	Particules sphériques
MOONEY (1951)	$\eta/\eta_0 = \exp\left(\frac{[\eta]\phi}{1 - \phi_{\max}}\right)$	Particules sphériques
ROSCOE (1952)	$\eta/\eta_0 = (1 - 1,35\phi)^{-K}$	Particules sphériques
KRIEGER et DOUGHERTY (1959)	$\eta/\eta_0 = \left(1 - \frac{\phi}{\phi_{\max}}\right)^{-[\eta]\phi_{\max}}$	Particules sphériques
THOMAS (1965)	$\eta/\eta_0 = 1 + 2,5\phi + 10,05\phi^2 + A \cdot \exp(B \cdot \phi)$	$A = 2,73 \cdot 10^{-3}$, $B = 16,6$ $\phi \leq 0,6$ pour des particules sphériques
FRANKEL et ACRIVOS (1967)	$\eta/\eta_0 = 1 + \frac{9}{8} \frac{\left(\frac{\phi}{\phi_{\max}}\right)^{1/3}}{1 - \left(\frac{\phi}{\phi_{\max}}\right)^{1/3}}$	Particules sphériques
CHONG et al. (1971)	$\eta/\eta_0 = \left(1 + 0,75 \cdot \frac{\frac{\phi}{\phi_{\max}}}{1 - \frac{\phi}{\phi_{\max}}}\right)^2$	Particules sphériques
QUEMADA (1977)	$\eta/\eta_0 = \left(1 - \frac{\phi}{\phi_{\max}}\right)^{-2}$	Particules sphériques
BACHELOR (1977)	$\eta/\eta_0 = 1 + [\eta]\Phi + [\eta]^2 \Phi^2$	Particules sphériques avec $0 \leq \phi \leq 0,1$ [Saunders 1961]
MILLS (1985)	$\eta/\eta_0 = \frac{1 - \phi}{\left(1 - \frac{\phi}{\phi_{\max}}\right)^2}$	Particules sphériques
KODA et FURUSE (1985)	$\eta/\eta_0 = \frac{1 + 0,5k\phi - \phi}{(1 - k\phi)^2 (1 - \phi)}$	$k = 1 + 0,6\phi$ pour des particules sphériques

Figure 1.20 - Relations de viscosité des suspensions diluées et concentrées.

1.7.2 Cas d'inclusions polydisperses

[Farris 1968] propose un modèle de viscosité multi-échelle qui découple les tailles de différentes sphères rigides. L'équation pour exprimer la viscosité de la suspension peut être écrite sous la forme :

$$\eta/\eta_0 = \left(1 - \frac{\phi_p}{\alpha_p}\right)^{-k\alpha_p} \cdot \left(1 - \frac{\phi_c}{\alpha_c}\right)^{-k\alpha_c} \cdot \left(1 - \frac{\phi_g}{\alpha_g}\right)^{-k\alpha_g} \quad (1.26)$$

Dans le cas d'un béton, ϕ_p , ϕ_c , ϕ_g représentent les concentrations volumiques solides découplées des classes des particules fines de silice, de ciment et de granulats.

$\alpha_p, \alpha_c, \alpha_g$ représentent les concentrations volumiques d'empilement maximum des particules fines de silice, de ciment, de granulats.

L'inconvénient de ce modèle est l'absence de prise en compte des interactions entre les différentes classes granulaires. De plus, la plupart des mélanges à base de ciment ont des granulométries continues. La coupure en un petit nombre de classes élémentaires est alors arbitraire.

1.7.3 Effet des inclusions sphériques pour différents fluides à seuil

Il a été montré [Mahaut et al. 2008] que le seuil d'écoulement adimensionné $\tau_c(\phi)/\tau_{c0}$ est indépendant des origines physico-chimiques du seuil d'écoulement du matériau si les particules ont purement une contribution mécanique au comportement du fluide. Un exemple est montré sur la figure 1.21 pour différentes suspensions composées de particules sphériques à des tailles de 80, 140 et 350 μm dans une pâte de ciment, du carbopol, de la bentonite et une émulsion. L'émulsion a donc le même comportement rhéologique qu'une pâte cimentaire. Ce dernier présente un effet thixotrope.

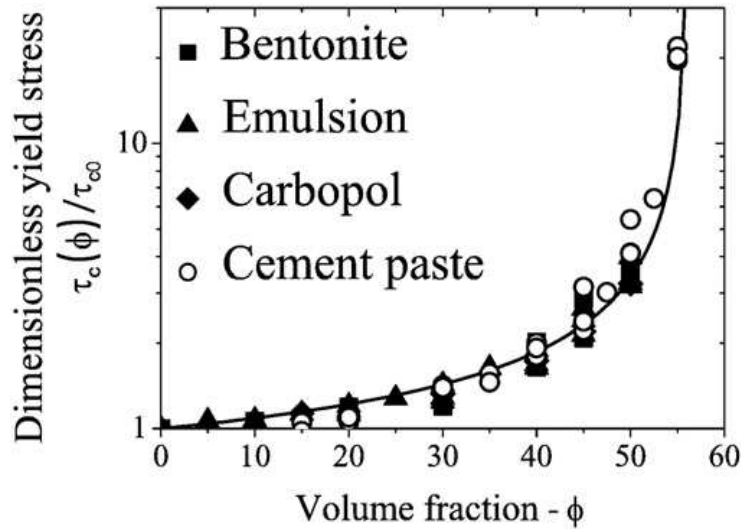


Figure 1.21 - Seuil d'écoulement adimensionné en fonction de la concentration en particule pour différent fluide à seuil [Mahaut et al. 2008].

1.7.4 Transition béton ordinaire/béton autoplaçant

De façon plus quantitative, des travaux [De Larrard et Ferraris 1998] ont été réalisés sur différents systèmes. La figure 1.22 représente la viscosité plastique en fonction du rapport volume solide (mélange désaéré) et compacité dense aléatoire ϕ_m . Il a été montré que les résultats expérimentaux se regroupent sur une courbe unique quelle que soit la nature du mélange (mortiers ou bétons, avec ou sans superplastifiant, avec ou sans fumée de silice). Cette courbe a pour équation :

$$\eta/\eta_0 = \exp \left[26,75 \left(\frac{\phi}{\phi_m} - 0,7448 \right) \right] \quad (1.27)$$

L'erreur moyenne en valeur relative est de 27% pour la viscosité plastique et de 1% en valeur absolue pour le paramètre de compacité.

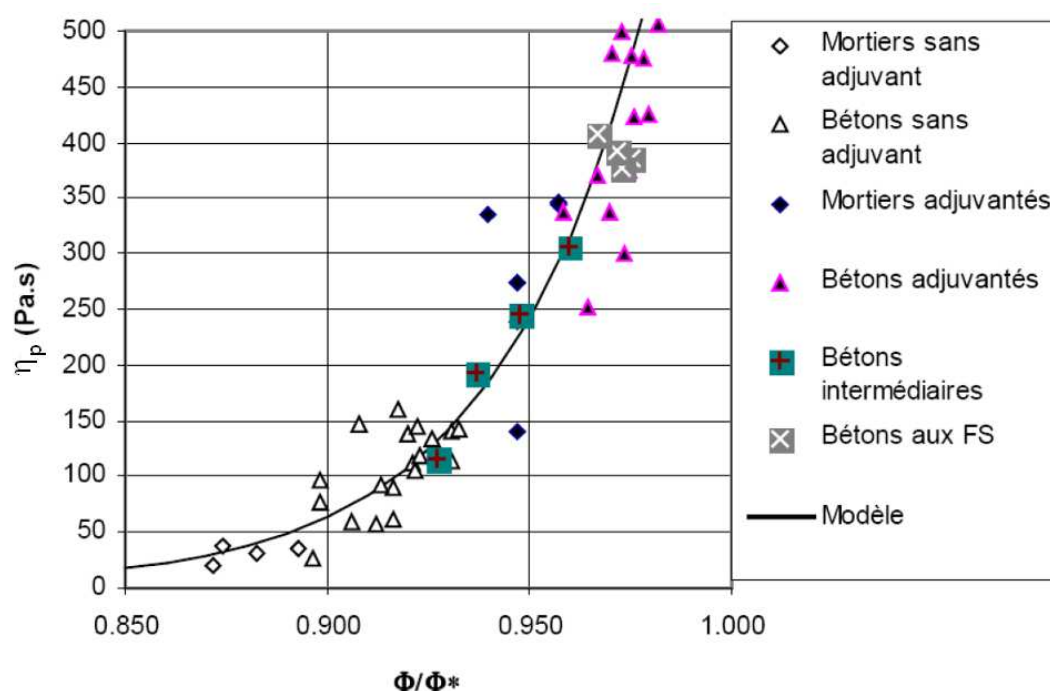


Figure 1.22 - Relation entre viscosités plastiques et leur concentration solide relative [De Larrard et Ferraris 1998].

Des travaux ont été réalisés par [Yammine et al. 2008] sur des Bétons à Haute Performance⁴ (BHP) utilisés pour la construction du viaduc de Millau en faisant varier la proportion de squelette granulaire dans le mélange. La fraction volumique maximale de compaction du squelette granulaire avec les proportions de ce type de béton est de 84 %⁵. Les contraintes seuil ont été extrapolées à partir de mesures d'étalement (slump flow) ou de mesure à la LCPC-Box⁶ selon la fluidité du béton.

⁴ Les bétons à hautes performances sont des bétons ayant une compacité plus importante que les autres avec des quantités de particules fines élevées pour combler les moindres espaces. Leur principale caractéristique à l'état durci est une résistance en compression très supérieure à celle des bétons ordinaires.

⁵ Fraction volumique calculée à l'aide du logiciel RENE LCPC.

⁶ Outil de mesure pour caractériser le seuil d'écoulement pour des bétons de fluidité faible [Rousel 2006 (d)].

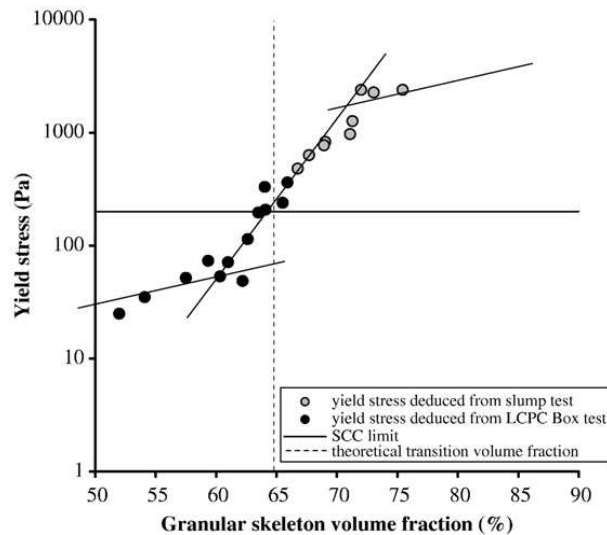


Figure 1.23 - Contrainte seuil d'un béton en fonction de la fraction volumique en agrégats
Figure extraite de [Yammine et al. 2008].

Dans la figure 1.23, nous pouvons observer trois régimes :

- Pour des fractions volumiques granulaires comprises entre $50\% < \phi_{solide} < 60\%$, les interactions entre les particules sont majoritairement hydrodynamiques. Elles dominent les contacts directs entre grains. La contrainte seuil augmente légèrement avec la fraction volumique en inclusion granulaire.
- Pour des fractions volumiques granulaires comprises entre $60\% < \phi_{solide} < 70\%$, une augmentation importante de la contrainte seuil est observée. Cette augmentation est due au frottement et à la friction entre les particules. Un réseau de contacts frictionnels percolés se forme au sein du matériau.
- Pour des fractions volumiques granulaires $\phi_{solide} > 70\%$, les seuils d'écoulement sont très élevés, d'une centaine de Pascals à un peu plus d'un millier de Pascals. Les contacts directs entre grains sont nombreux. Les interactions entre particules sont probablement de types frictionnels. Une variation de 10% de fraction volumique granulaire fait évoluer le seuil du béton d'environ deux ordres de grandeur.

La limite sur la fraction volumique en granulats entre un béton autoplaçant et un béton ordinaire est de 65% dans ce cas. Les auteurs associent cette transition à la compacité lâche aléatoire ϕ_l .

Références bibliographiques

Agassant J. F., Avenas P., Sergent J. P., Vincent M. : La mise en forme des matières plastiques, *Technique & documentation*, 3ème éditions PARIS, 1996.

Ancey C. and Jorrot H. : Yield stress for particle suspensions within a clay dispersion, *Journal of Rheology*, (45) p297, 2001.

Banfill P.F.G. : The rheology of fresh cement and concrete - a review, *In 11th International Cement Chemistry Congress*, 2003.

Barnes H.A., Hutton J. F., and Walters K.: An introduction to rheology, *Elsevier*, 1989.

Beaupré D. : Rheology of High Performance Shotcrete, *PhD thesis, University of British Columbia, Canada*, 1994.

Ben Aim R. : Etude de la texture des empilements de grains. Application à la détermination de la perméabilité des mélanges binaire en régime moléculaire, intermédiaire, laminaire, *Thèse d'Etat de l'université de Nancy*, 1970.

Bideau D. and Hansen A., editors. *Disorder and Granular Media*, *Elsevier*, 1993.

Chapdelaine F. : Étude fondamentale et pratique sur le pompage du béton, *Thèse d'Etat de l'université de Laval, Candana*, 2007.

Chateau X., Ovarlez G., Trung K.L. : Homogenization approach to the behavior of suspensions of non-colloidal particles in yield stress fluid, *Journal of Rheology*, (52) pp.489-506, 2008.

Cintre M. : Recherche d'un mode opératoire de mesure de compacité de mélanges vibrés à sec de classe élémentaire de granulats, *Rapport du LRPC de Blois*, 1988.

Coussot P. : Rheophysics of pastes, suspensions and granular materials. *Wiley Interscience*, 2005.

Coussot P. and Ancey C. : Rheophysical classification of concentrated suspensions and granular pastes. *Phys. Rev.* (59) p.4445, 1999a.

Coussot P. and Ancey C. : Rhéophysique des pâtes et des suspensions, *EDP Sciences*, 1999b.

Coussot P. : Rhéologie des boues et laves torrentielles - Etudes de dispersions et suspensions concentrées, *Thèse de doctorat de l'Institut National Polytechnique de Grenoble, et Etudes du Cemagref*, 1993.

Cumberland D.J. and Crawford R.J. : The Packing of Particles. *Elsevier Amsterdam*, 1987.

De Larrard F., Ferraris C.F. : « Rhéologie d'un béton frais remanié » II : Relations entre compositions et paramètres rhéologiques , *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, 1998.

De LARRARD F. : Concrete Mixture-Proportionning: a scientific approach, *E & FN SPON*, 1999.

De Larrard F. : Structures granulaires et formulation des bétons, *Numéro Ouvrages d'art OA 34. LCPC*, 2000.

Domone P.L, and Chai H.W. : Design and testing of self-compacting concrete, *Proceedings of the international conference on Production Methods and workability of concrete*, Scotland, pp. 223-236, 1996.

Donev A., Cisse I., Sachs D., Variano E.A, Stillinger F.H, Connelly R., Torquato S., Chaikin P. M. : Improving the Density of Jammed Disordered Packings using Ellipsoids, *Science Magazine*, (303) pp.990-993, 2004.

Duran J.: Sables, poudres et grains, *Eyrolles sciences*, 1997.

Fall A. : Rhéophysique des fluides complexes : Ecoulement et Blocage de suspensions concentrées, *Thèse d'Etat de l'université Paris 7*, 2008.

Farris R.J. : Prediction of the viscosity of multimodal suspensions from unimodal viscosity data, *Transaction of the society of rheology* (12) pp.281-301, 1968.

Ferraris C.F, De larrard F. : Testing and modelling of fresh concrete rheology , *National Institue of Standards and Technology NISTIR*, (59), 1998.

G. D. Scott and D. M. Kilgour : The density of random close packing of spheres, *British Journal of Applied Physics* (2) pp.863-864, 1969.

Guyon E., Hulin J. P., Petit L. : Hydrodynamique physique, *EDP Sciences /CNRS Édition*, 2001.

Guyon E., Troadec J.P : Du sac de billes au tas de sable, *Éditions Odile Jacob*, 1994.

Hafid H., Ovarlez G., Toussaint F., Jezequel P.H, Roussel N. : Estimating measurement artifacts in concrete rheometers from MRI measurement on model materials, "Design, Production and Placement of Self-Consolidating Concrete", *Proceedings of SCC2010, Montreal, Canada*, 2010.

Hu C., De Larrard F., Sedran T., Boulay C., Bosc F., Defiorenne F. : Validation of bt rheom, the new rheometer for soft-to-fluid concrete, *Materials and Structures* (29) pp.620-631, 1996.

Joisel A. : Compositions des bétons hydrauliques, *Annales de l'ITBTP Série : Béton et béton armé* (58), 1952.

Khanta Rao V.V.L., Krishnamoorthy S. : Aggregate mixture for least void content for use in polymer concrete, *Cem. Con. Agg*, (15) pp.97-107, 2001.

Kikukawa H. : Rheological studies on fresh concrete using admixtures, *Proceedings of the international conference on "Admixtures for concrete : Improvement of properties*, RILEM. Barcelona, pp. 34-50, 1990.

Leighton D. and A. Acrivos : The shear-induced migration of particles in concentrated suspensions, *Journal of Fluid Mechanics* (181) pp. 415–439, 1987.

Macosko C.W.: Rheology Principles, Measurements, and Applications, *VCH Publishers* - 1994.

Mahaut F. : Comportement rhéologique de suspensions de particules non colloïdales plongées dans des fluides à seuil, *Thèse d'Etat de l'université de Paris-Est*, 2009.

Mahaut F., Mokéddem S., Chateau X., Roussel N., Ovarlez G. : Effect of coarse particle volume fraction on the yield stress and thixotropy of cementitious materials, *Cement and Concrete Research* (38) pp.1276–1285, 2008.

Mujumdar A., Beris A.N., Metzner A.B. : Transient phenomena in thixotropic systems, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* (102) pp.157-178, 2002.

Nedderman R.M. : Statics and kinematics of granular materials, *Cambridge University Press*, 1992

Okamura H., Ouchi M. : Self-Compacting Concrete, development, present use and future, *Proceedings of the First International RILEM Symposium of Self-Compacting Concrete*, RILEM publication, 1999.

Onoda G.Y. and Liniger E. G. : Random loose packings of uniform spheres and the dilatancy onset, *Phys. Rev. Lett.* (64) p.2727, 1990.

Roussel N.: A thixotropy model for fresh fluid concretes : Theory, validation and applications, *Cement and Concrete Research* (36) pp.1797-1806, 2006.

Ovarlez G., Bertrand F., Rodts S. : Local determination of the constitutive law of a dense suspension of noncolloidal particles through magnetic resonance imaging, *Journal of Rheology* (50) pp.259-292, 2006.

Phillips R. J., Armstrong R. C., Brown R. A., Graham A. L., Abbott J. R. : A constitutive equation for concentrated suspensions that accounts for shear-induced particle migration, *Phys. Fluids* (4) pp.30-40, 1992.

Pusey P. N., Van Megen W., Bartlett P., Ackerson B. J., Rarity J. G., Underwood S. M. : Structure of crystals of hard colloidal spheres, *Phys. Rev. Lett.* (63) pp.2753-2756 (1989).

R. L. Brown, J. C. Richards. Principles of Powder Mechanics, *Pergamon Press*, 1970.

Rao K.K., Nott P.R. : An introduction to granular flow, *Cambridge University Press*, 2008.

Saunders F. L. : Rheological properties of monodisperse latex systems I. Concentration dependence of relative viscosity , *J. Colloid Sci.* (16), 1961.

Scott G. D. : Packing of spheres: Packing of Equal Spheres, *Nature London* (188) p.908, 1960.

Sedran T., De Larrard F. : RENE LCPC : Un logiciel pour optimiser la granularité des matériaux du génie civil, *Bulletin de Liaison du LCPC* (194), 1994

Stovall T., De Larrard F. et Buil M. : Linear packing model of grain mixtures, *Powder Technology* (48) pp.1-12, 1986.

Tattersall G.H. and Bloomer S.J. : Further development of the two-point test for workability and extension of its range, *Magazine of Concrete Research* (31) pp.202-210, 1979.

Vu T. :Rhéologie des suspensions non newtoniennes, *Thèse d'Etat de l'université de Paris-Est*, 2010.

Wallevik O. H. : Rheology : a scientific approach to develop self-compacting concrete. In *Proceedings of international RILEM Symposium on Self- Compacting Concrete*, Reykjavik, Islande, (33) pp.23-32, 2003.

Walraven J. C : Structural aspects of self-compacting concrete, *Proceedings of the international RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete*, Reykjavik Islande, (33) pp.15-22, 2003.

Yammine J., Chaouche M., Moranville M., Roussel N. : Form ordinary rheology concrete to self compacting concrete: A transition between frictional and hydrodynamic interactions, *Cement and concrete research* (38) pp.890-896, 2008.

Yang R.Y., Zou R. P., Yu A. B. : Voronoi tessellation of the packing of fine uniform spheres, *Phys. Rev.* (65) p.41302, 2002.

Yu A.B., Feng C.L., Zou R.P., Yang R.Y. : On the relationship between porosity and interparticle forces, *Powder Technol.* (130) pp.70-76, 2003.

Zarraga I.E, Davide A.H, and Leighton D.T. : Normal stresses and free surface deformation in concentrated suspensions of noncolloidal spheres in a viscoelastic fluid, *Journal of Rheology* (45) p.1065, 2001.

Zhu J., Li M., Rogers R., Meyer W., Ottewill R. H., Russel W. B. : Crystallization of hard-sphere colloids in microgravity, *Nature London* (387) pp.883-885, 1997.

Chapitre 2

Caractérisation des granulats

Dans ce second chapitre, nous nous intéresserons à la caractérisation des granulats secs. Nous présenterons les matériaux utilisés dans notre travail. Nous caractériserons nos matériaux d'un point de vue morphologique et d'empilement granulaire. Nous tenterons ensuite de corréler les paramètres morphologiques aux propriétés d'empilement. Nous déterminerons enfin la viscosité intrinsèque pour des suspensions composées de deux sables de morphologie différente. Le but de ce chapitre sera d'extraire des corrélations entre des valeurs d'empilements granulaires et de morphologie dans le but d'étudier l'impact de la morphologie et de l'empilement granulaire sur les propriétés rhéologiques qui seront étudiées dans le chapitre 4.

Sommaire

2	Caractérisation des granulats.....	52
2.1	Matériaux et préparation	52
2.2	Caractérisation morphologique	53
2.3	Propriétés d'empilement	58
2.3.1	Compacité dense aléatoire ϕ_m	58
2.3.1.1	Protocole de mesure	58
2.3.1.2	Résultats expérimentaux	60
2.3.2	Compacité lâche aléatoire ϕ_l	62
2.3.2.1	Protocole de mesure	62
2.3.2.2	Résultats	63
2.4	Impact de la morphologie sur l'empilement granulaire	65
2.5	Viscosité intrinsèque	68
2.5.1	Introduction	68
2.5.2	Matériels et protocole	69
2.5.3	Résultats	70

2 Caractérisation des granulats

2.1 Matériaux et préparation

Nous nous sommes intéressés à quatre types de sables différents :

- Un sable roulé désigné par S_1 issu de l'exploitation de Bernières-sur-Seine.
- Un sable semi-concassé désigné par S_2 issu de la carrière du Boulonnais
- Deux sables concassés désignés par S_3 et S_4 issus respectivement du gisement de la Noue (Palvadeau) et de Montlouis.

Dans un premier temps, afin de nous affranchir du paramètre de polydispersité variant d'un sable à l'autre comme le montre la figure 2.1, nous tamisons nos sables et travaillons sur trois tranches granulaires distinctes et indépendantes (160-200 μm , 315-400 μm , 800-1000 μm).

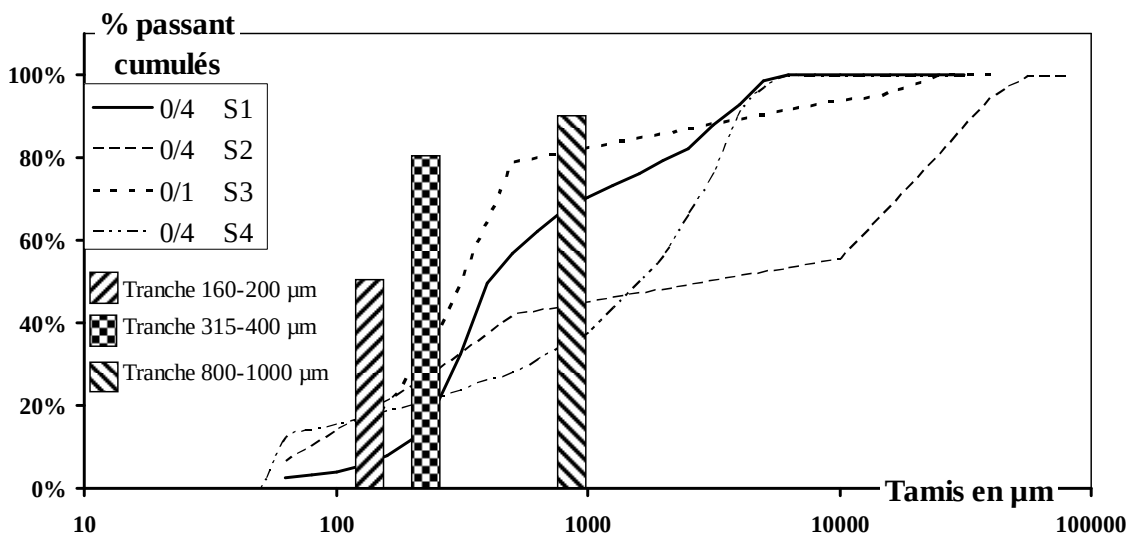


Figure 2.1 - Courbes granulométriques et tranches granulaires des sables S_1 , S_2 , S_3 et S_4 .

Le tamisage consiste à séparer le sable en différentes tranches granulaires à l'aide d'une série de tamis d'ouverture connue. On appelle tamisat (ou passant) la partie du matériau qui traverse le tamis et refus celle qui y est retenue (figure 2.2). Dans le cas d'une coupure 800-1000 μm , nous avons utilisé deux tamis, l'un d'ouverture de 1000 μm et l'autre de 800 μm . Le sable retenu pour une tranche granulaire 800-1000 μm est le passant du tamis de 1000

μm et le refus du tamis de $800\ \mu\text{m}$. Afin d'optimiser le rendement de tamisage, le tamisat du tamis de $800\ \mu\text{m}$ est utilisé pour la tranche granulaire suivant $315\text{-}400\ \mu\text{m}$. Le tamisat du tamis de $315\ \mu\text{m}$ est utilisé pour la tranche granulaire $160\text{-}200\ \mu\text{m}$.

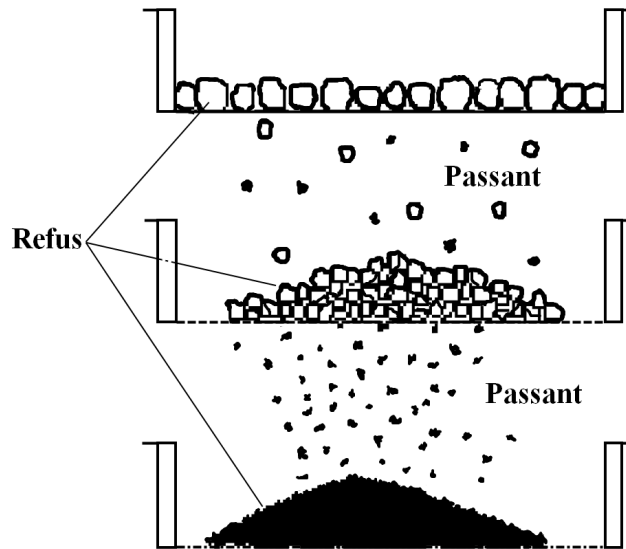


Figure 2.2 - Procédure de tamisage

Après avoir obtenu nos tranches granulaires, nous passons nos échantillons aux ultrasons durant 30 min dans le but d'éliminer les particules fines qui ont adhéré aux plus grosses particules durant le tamisage. Ce processus de lavage, dans de l'eau distillée, est reproduit trois fois pour s'assurer de l'absence de particules fines dans nos échantillons. Le sable humide est ensuite séché à l'aide d'une étuve à une température de 105°C pendant 24 heures¹.

2.2 Caractérisation morphologique

Après avoir préparé nos échantillons de sable, nous caractérisons leur morphologie. D'après les observations microscopiques (figure 2.3), nous pouvons observer visuellement une différence morphologique entre les grains roulés, semi-concassés et concassés. Nous constatons leurs différences en termes d'aspect de surface et de forme avant une analyse plus approfondie.

¹ Comme l'indique la norme NF ISO 11464 anciennement appelée NF X 31-101.

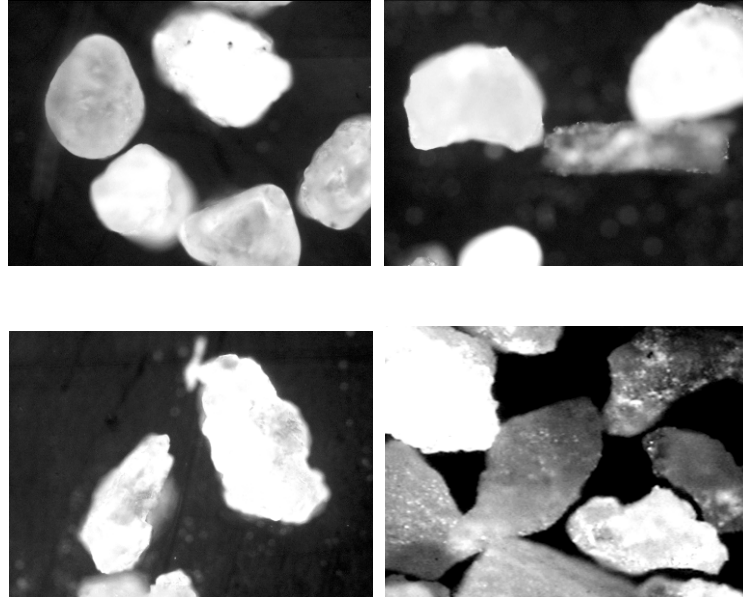


Figure 2.3 - Formes des grains étudiés (315-400 μm), de gauche à droite et de haut en bas, S_1 (sable arrondi naturel), S_2 (sable semi-concassé), S_3 (sable concassé) et S_4 (sable concassé).

Nous étudions ensuite trois paramètres morphologiques classiques. Ces paramètres sont la circularité, le facteur d'aspect et la convexité.

- **La circularité** est une mesure de « l'écart à un cercle parfait ». La circularité est définie par la relation :

$$Cir. = \frac{4\pi \times Surface}{Périmètre^2} \quad (2.1)$$

- **Le facteur d'aspect** est défini par le rapport entre l'axe maximal $D_{\max}$ et l'axe minimal $D_{\min}$ d'une ellipse (figure 2.4). Cette ellipse est ajustée pour avoir le meilleur accord possible avec la particule. Une particule élancée a un rapport $D_{\max}/D_{\min}$ élevé.

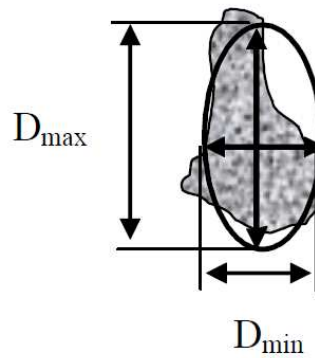


Figure 2.4 : Détermination $D_{\max}$ et $D_{\min}$ par ajustement entre une ellipse et une particule.

- **La convexité** est une mesure de rugosité de surface et de régularité de forme de la particule. Une particule lisse aura une convexité de 1, tandis qu'une particule très rugueuse ou très irrégulière aura une convexité de 0. La convexité est définie comme le rapport entre la surface convexe de Hull divisée par la surface réelle de la particule (figure 2.5). La surface convexe de Hull est définie par le plus petit polygone convexe qui peut contenir la région occupée par la surface de la particule.

$$\text{Convexité} = \text{surface particule} / \text{surface convexe}$$

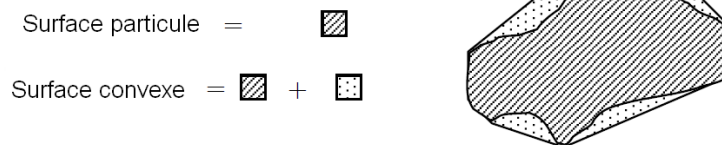


Figure 2.5 - Mesure de la convexité.

Nous présentons à titre d'illustration sous forme de tableau (tableau 2.1) des ordres de grandeur des différents paramètres morphologiques pour un type de granulat et des formes géométriques simples variables (cercle, carré, étoile, ellipse).

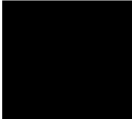
		Circularité	Facteur d'aspect	Convexité
Sphère		1	1	1
Carré		0,79	1	1
Etoile		0,25	1	0,48
Ellipse		0,6	3	1
Sable		0,7	1,4	0,92

Tableau 2.1 - Ordres de grandeur des différents paramètres morphologiques.

Les analyses de morphologie sont issues d'images prises par microscope optique sur un échantillon de sable enrobé de résine (figure 2.6a). La zone en pointillé correspond à la zone d'analyse. Sur cette zone, l'image est binarisée à l'aide du logiciel Paint.net® (figure 2.6 b). Le calcul des paramètres géométriques servant à calculer les morphologies de nos particules est fait à l'aide du logiciel d'analyse d'image ImageJ® (figure 2.6c). Il est à noter que certaines particules sur une image peuvent ne pas être traitées si elles sont trop proches d'une particule voisine.

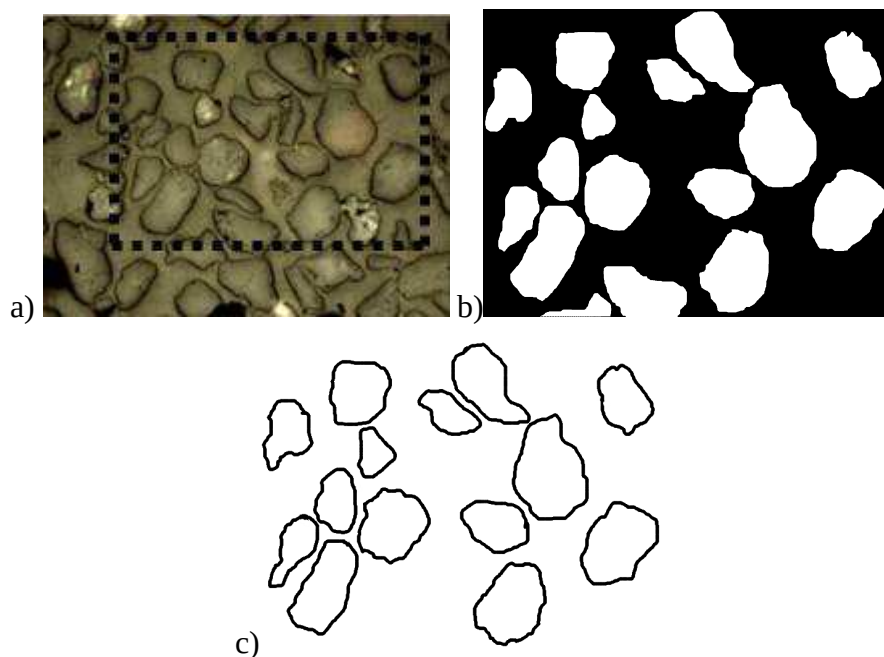


Figure 2.6 - Procédé d'analyse de la morphologie.

Nous avons réalisé ce procédé sur tous nos échantillons de sable. Sur chaque matériau, 120 particules sont caractérisées pour obtenir des paramètres morphologiques caractéristiques de nos échantillons. L'écart-type moyen est de 0,07 pour la circularité, 0,3 pour le facteur d'aspect et 0,02 pour la convexité. La forte dispersion du facteur d'aspect peut être notée.

	Circularité	Facteur d'aspect	Convexité
S ₁ 160-200 μm	0,74	1,52	0,95
S ₁ 315-400 μm	0,74	1,49	0,96
S ₁ 800-1000 μm	0,71	1,46	0,94
Valeur moyenne S ₁	0,73	1,49	0,95
S ₂ 160-200 μm	0,57	1,86	0,89
S ₂ 315-400 μm	0,59	1,93	0,92
S ₂ 800-1000 μm	0,60	1,83	0,91
Valeur moyenne S ₂	0,59	1,87	0,91
S ₃ 160-200 μm	0,45	2,20	0,84
S ₃ 315-400 μm	0,43	1,70	0,84
S ₃ 800-1000 μm	0,46	1,81	0,88
Valeur moyenne S ₃	0,45	1,90	0,85
S ₄ 160-200 μm	0,41	2,04	0,81
S ₄ 315-400 μm	0,49	2,06	0,86
S ₄ 800-1000 μm	0,54	2,34	0,87
Valeur moyenne S ₄	0,48	2,15	0,85

Tableau 2.2 - Récapitulatif des valeurs de circularité, de facteur d'aspect et de convexité.

Nous observons clairement que l'origine des granulats affecte les paramètres morphologiques. Le sable S_1 (roulé) est le sable dont la forme des grains se rapproche le plus de celle d'une sphère, vient ensuite le sable S_2 (semi-concassé), S_3 (concassé) et enfin S_4 (concassé). Nous avons bien un impact de la façon dont le sable a été généré sur sa morphologie.

2.3 Propriétés d'empilement

2.3.1 Compacité dense aléatoire ϕ_m

2.3.1.1 Protocole de mesure

La méthode de mesure consiste à remplir de façon aléatoire un contenant avec le matériau et lui apporter une énergie de compactage. Nous étudions ici l'influence du mode de compactage. Nos essais sont réalisés pour quatre types de sables. Le sable S_1 est un sable naturellement arrondi, le sable S_2 est un sable semi-concassé et les sables S_3 et S_4 sont des sables concassés. Plusieurs méthodes de mesure ont été utilisées lors de notre étude :

- Une vibration basse fréquence forte amplitude est effectuée par tapotage d'un volume de sable dans une éprouvette graduée jusqu'à obtenir un volume constant. Le tapotage se fait à l'aide d'un cylindre plein en bois. L'éprouvette graduée est de diamètre 42 mm et de hauteur 230mm (figure 2.7a).

- Une vibration haute fréquence faible amplitude est effectuée par vibration d'un volume de sable dans un bécher gradué à l'aide d'une table vibrante. La durée de vibration est de 2 minutes. Après 2 minutes de vibrations, nous n'observons plus d'évolution du volume compacté. Le bécher est de diamètre 96 mm et de hauteur 60 mm. (figure 2.7b).

- Une application d'une masse + vibration haute fréquence faible amplitude est effectuée par vibration d'un volume de sable dans un bécher gradué à l'aide d'une table vibrante et application d'une masse égale à 627,21g sur la surface supérieure du matériau. Pour une application d'une masse trop importante, le sable risque de se fragmenter lors du compactage. Le contenant a un diamètre de 50 mm pour une hauteur de 73,30 mm. (figure 2.7c).

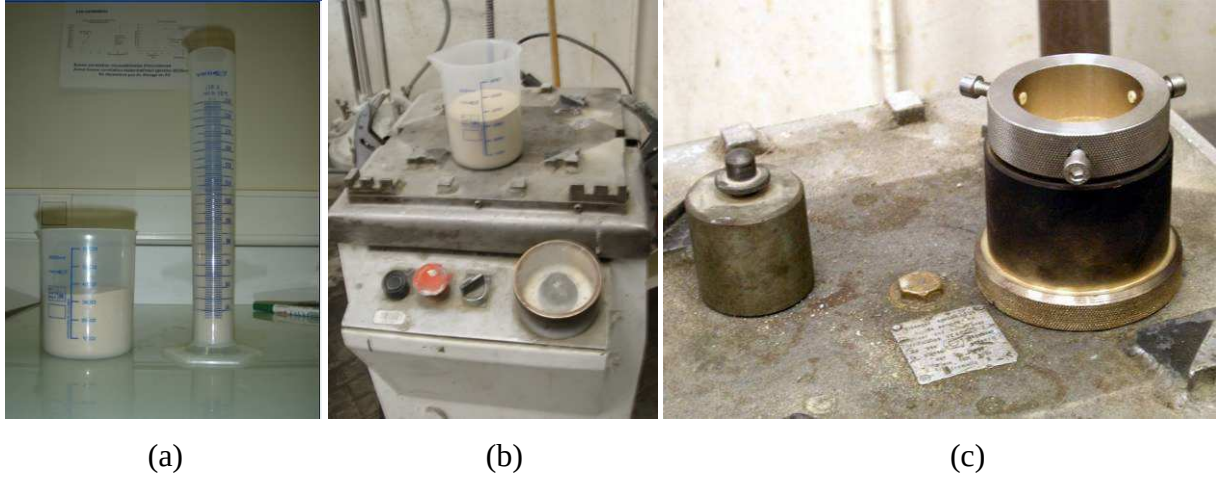


Figure 2.7 - a) : Récipients utilisés pour nos mesures de compaction. b) Table vibrante. c) Masse + contenant.

La compacité dense aléatoire ϕ_m se calcule de la manière suivante :

$$\phi_m = \frac{V_{sable}}{V_{occ}} \quad (2.2) \quad \text{avec} \quad V_{sable} = \frac{m_{sable}}{\rho_{sable}} \quad (2.3)$$

Le volume occupé par le sable sans vide entre les particules est noté V_{sable} . Ce volume correspond au rapport entre la masse de sable m_{sable} et sa densité volumique ρ_{sable} .

Le volume occupé par les particules après compaction est noté V_{occ} .

La masse volumique ρ_{sable} des différents sables est calculée à partir de la masse sèche du sable dans un volume V_1 d'eau. L'ajout du sable entraîne une élévation du volume liquide V_2 . Un schéma représentatif est montré dans la figure 2.8.

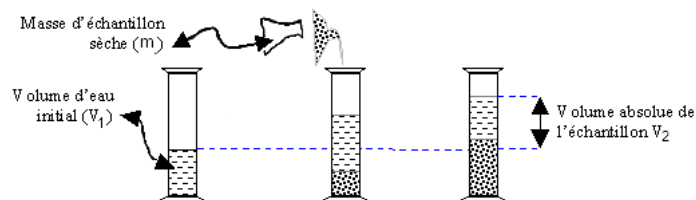


Figure 2.8 - Protocole de mesure d'une masse volumique de sable.

La masse volumique s'écrit donc:

$$\rho_{sable} = \frac{m}{V_2} \quad (2.4)$$

2.3.1.2 Résultats expérimentaux

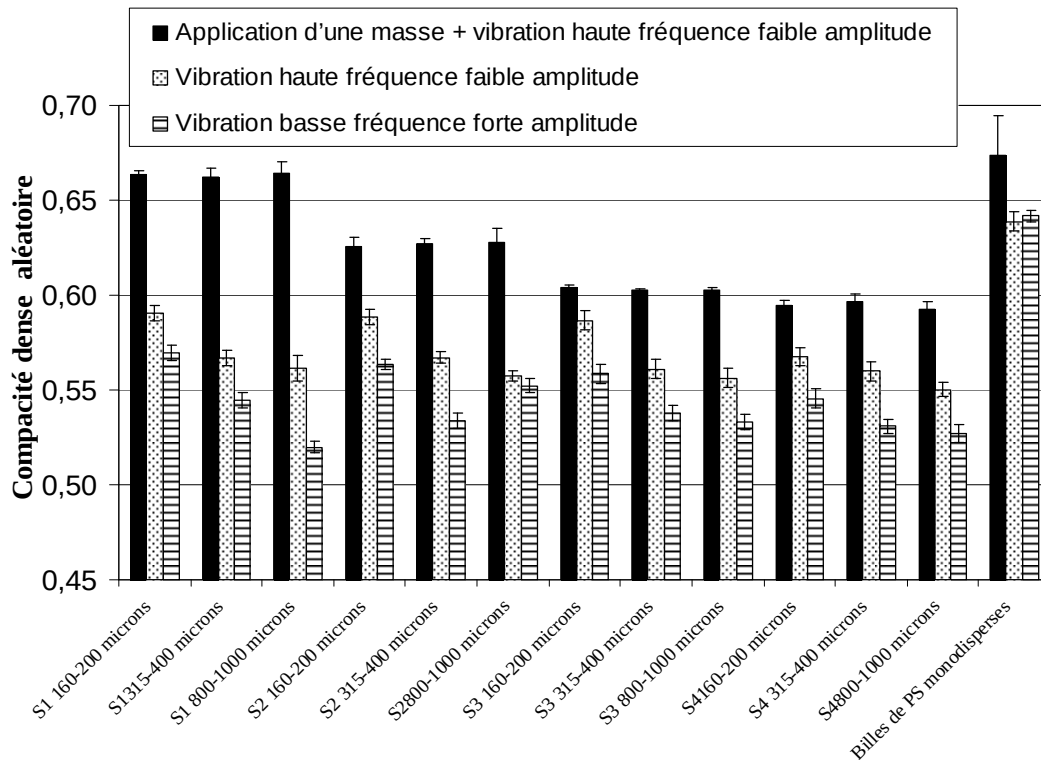


Figure 2.9 - Compacité dense aléatoire, résultats expérimentaux.

L'énergie apportée aux particules lors de la mise en place joue un rôle important dans la mesure de la compacité maximale. Le réarrangement des particules est plus important avec un apport d'énergie élevé (figure 2.9). Ces résultats sont en accord avec les indices de serrages obtenus par différents modes de mise en place pour un remplissage de granulats secs. En effet, l'indice le plus élevé obtenu par [De Larrard 2000], de l'ordre de 9, est bien le mode de mise en place par vibro-compactage. Il nous permet de calculer la compacité virtuelle ϕ_m^* pour un indice de serrage égal à 9 (figure 2.10).

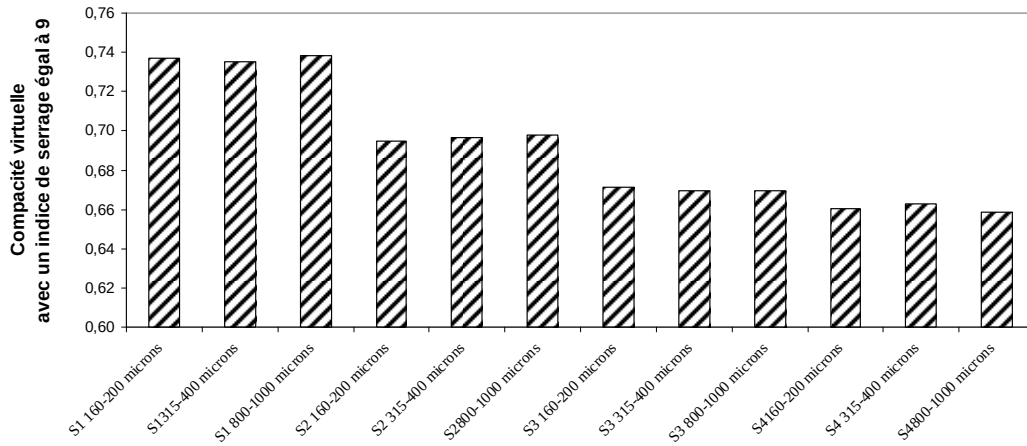


Figure 2.10 - Compacité virtuelle avec un indice de serrage de 9 pour nos échantillons de sable.

Cependant, la théorie de F.De Larrard prédit que $\frac{\phi}{\beta} = \frac{K}{K+1}$ (K étant l'indice de serrage) et donc que le ratio entre la compacité mesurée ϕ pour un essai et la compacité virtuelle β ne dépend que du protocole (*cf.* chapitre 1). Ce n'est pas ce que nous obtenons ici (figure 2.11). La forme du sable et la taille des grains semblent aussi jouer un rôle. À titre informatif K serait de l'ordre de 5 pour une vibration haute fréquence faible amplitude et 4 pour une vibration basse fréquence forte amplitude.

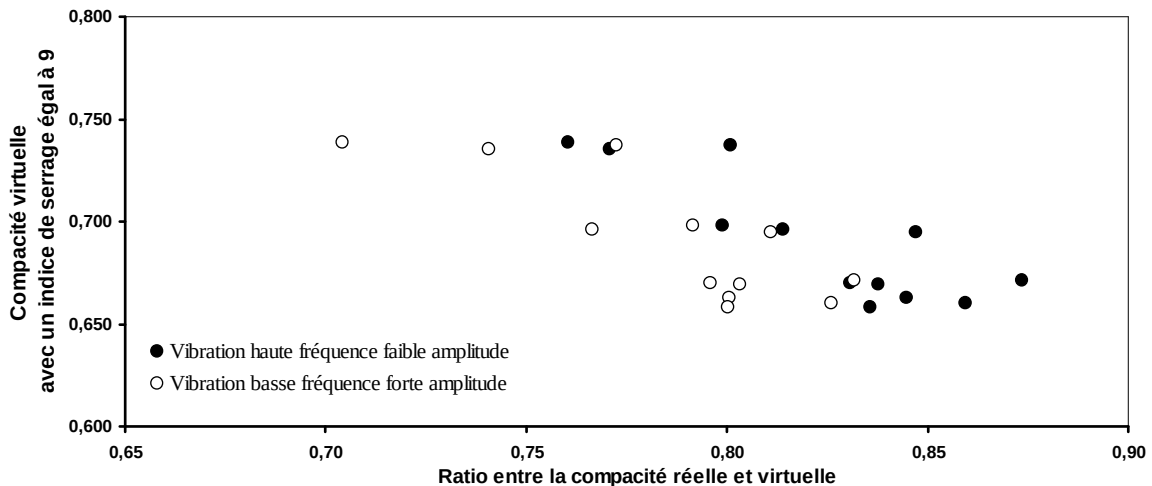


Figure 2.11 - Compacité virtuelle ϕ_m^* en fonction du ratio entre la compacité réelle et virtuelle pour deux modes de mise en compaction.

2.3.2 Compacité lâche aléatoire ϕ_l

2.3.2.1 Protocole de mesure

Cette compacité caractérise l'apparition d'un réseau de percolation dans nos matériaux. La question est comment mesurer la compacité lâche aléatoire en pratique. Le but est d'obtenir un réseau de contacts et de minimiser l'énergie cinétique des particules lors de la mise en place. L'idée retenue est de faire sédimenter nos particules dans un fluide visqueux newtonien.

Le fluide newtonien utilisé est le glucose de formule $C_6H_{12}O_6$. C'est une molécule très soluble dans l'eau. Nous pouvons donc le diluer dans l'eau distillée pour atteindre les viscosités désirées. Nous avons réalisé quatre dilutions à 64%, 70%, 79% et 86% qui ont, respectivement, les viscosités suivantes : 80 mPa.s, 132 mPa.s, 1 Pa.s et 5 Pa.s dans une salle à 20°C et 50% d'humidité.

La procédure utilisée consiste à introduire un certain volume de nos préparations de glucose dans une éprouvette graduée (figure 2.12a). Par la suite, nous introduisons un volume de sable dans notre fluide newtonien. Après avoir introduit le sable dans le fluide, nous mélangeons l'ensemble à l'aide d'un agitateur mécanique (figure 2.12b). Le mélange est obtenu à des vitesses de rotation de 60 tr/min pendant 2 min puis à 100 tr/min jusqu'à obtenir un mélange homogène (figure 2.12c). Nos particules de sables sédimentent ensuite vers le fond de l'éprouvette (figure 2.12d) jusqu'à former un réseau de percolation stable.

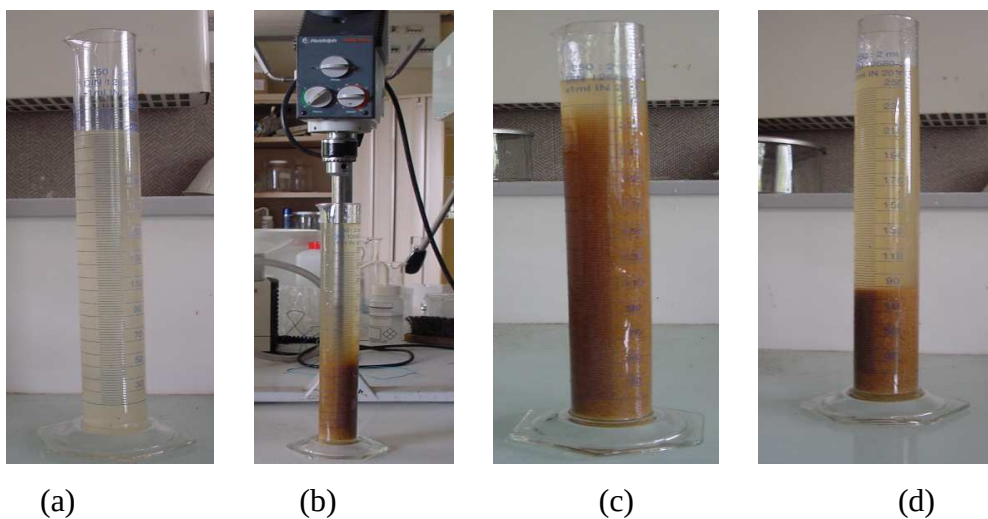


Figure 2.12 - a) Huile dans une éprouvette graduée, b) Agitation du mélange à l'aide d'un agitateur mécanique, c) Mélange homogène, d) Sédimentation des particules.

Nous observons dans nos suspensions de sables « monodisperses », initialement homogènes, une séparation en deux zones qui se produit lors de la sédimentation. Les deux zones sont clairement distinctes. Une zone de fluide clair (sans particule) apparaît ainsi en haut de l'éprouvette. Le front entre la zone clair et la zone de particule homogène présente un saut abrupt en concentration qui évolue au cours du temps comme le montre la figure 2.13.

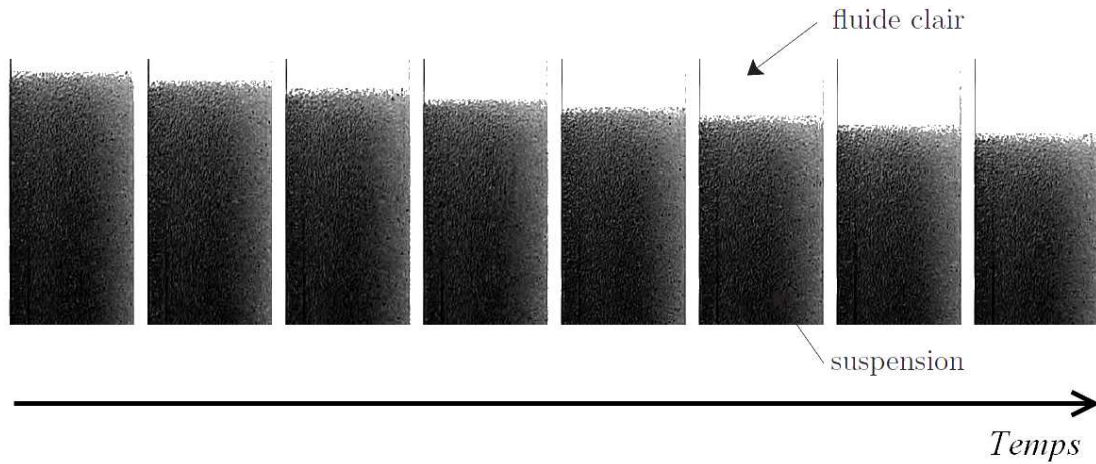


Figure 2.13 - Représentation d'images successives d'une suspension de sable en sédimentation dans une éprouvette graduée remplie de glucose.

2.3.2.2 Résultats

Comme cité précédemment, la sédimentation de nos particules se fait dans différents fluides visqueux (80 mPa.s, 132mPa.s, 1 Pa.s et 5 Pa.s) et dans l'eau distillée de viscosité 1mPa. Nous avons répété ces essais 20 fois par type de sable dans un fluide de viscosité donné afin d'obtenir une bonne répétabilité de nos résultats.

La sédimentation d'une particule sphérique, de rayon r dans un fluide incompressible, newtonien et de viscosité η_N a été résolue par Stokes en 1851. L'équation s'écrit sous la forme :

$$V_s = \frac{2r^2g(\rho_p - \rho_f)}{9\eta_N} \quad (2.5)$$

Avec ρ_p et ρ_f respectivement la densité de la particule et celle du fluide et g la gravité.

La compacité lâche aléatoire ϕ_l varie en fonction de la viscosité du fluide. ϕ_l diminue lorsque la viscosité du fluide augmente, ce qui est en accord avec la loi de Stokes, la vitesse

de sédimentation de nos particules conditionnant le compactage de nos grains (figure 2.14). Expérimentalement, la vitesse de sédimentation des particules est plus faible que celle décrite par l'équation de Stokes. Ceci est dû à des interactions mutuelles entre particules et aux interactions entre les particules et la paroi. Expérimentalement, les valeurs de ϕ_l sont stables à partir d'une viscosité de 132 mPa.s pour des particules de tailles 160-200 μm , de 1 Pa.s pour des particules de taille 315-400 et d'une viscosité de 5 Pa.s pour des particules de taille 800-1000 μm . Au-delà de 5 Pa.s pour des particules de taille 800-1000 μm et de 1 Pa.s pour des particules de 315-400 μm , nous introduisons des bulles d'air dans nos suspensions durant le mélange, ce qui peut fausser nos mesures. Pour des particules sphériques monodisperses, nous obtenons un ϕ_l égal à 0.557 +/- 0,005 ; ce résultat est en accord avec la littérature [Onoda et Liniger 1990]. L'effet de paroi a été pris en compte sur toutes nos mesures avec le modèle de Ben Aïm avec un coefficient K_w égal à 11/16 (cf. chapitre 1).

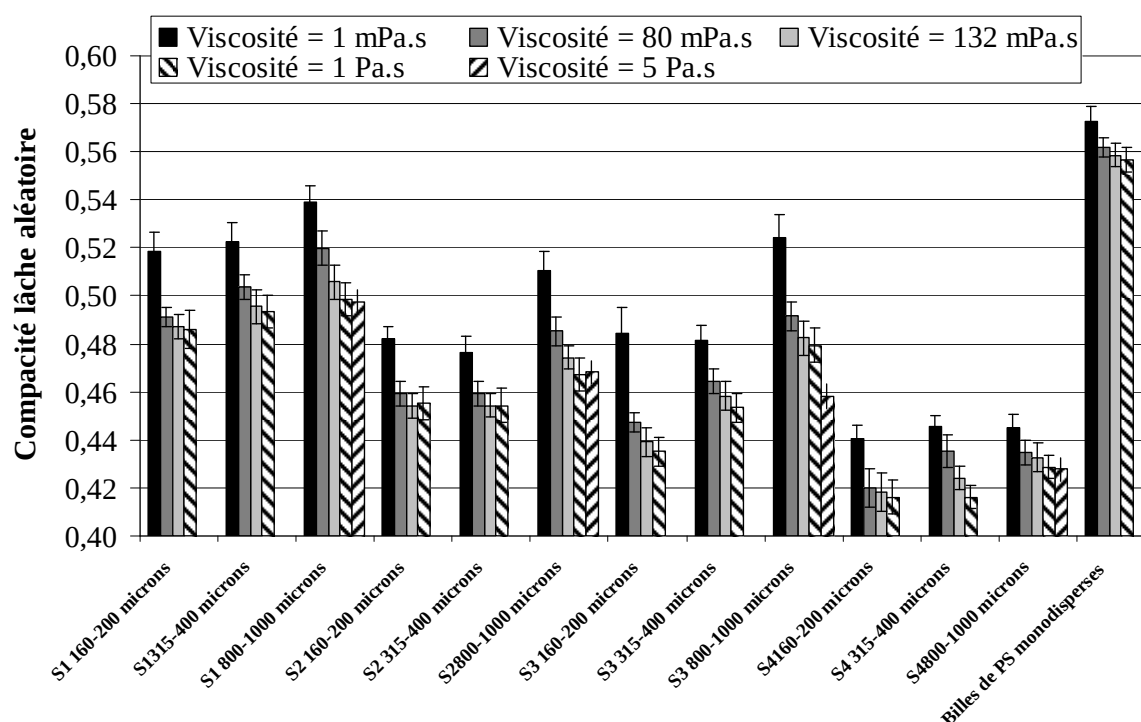


Figure 2.14 - Compacité lâche aléatoire, résultats expérimentaux.

Comme nous l'avons montré précédemment, le sable S_4 possède les propriétés morphologiques s'éloignant le plus d'une forme sphérique, que ce soit en terme de rugosité de surface, de rapport d'aspect ou de circularité. Les résultats expérimentaux (figure 2.14) montrent bien l'impact de la morphologie sur les valeurs de compacité lâche, la plus faible

valeur étant obtenue pour le sable S₄. Le réseau de percolation de nos particules dépend bien des caractéristiques morphologiques.

2.4 Impact de la morphologie sur l'empilement granulaire

Dans cette section, nous nous intéressons à la corrélation entre les paramètres morphologiques et d'empilement. Nous étudions, dans un premier temps, si dans le cas de nos sables, les trois paramètres morphologiques que sont le facteur d'aspect, la circularité et la convexité varient indépendamment.

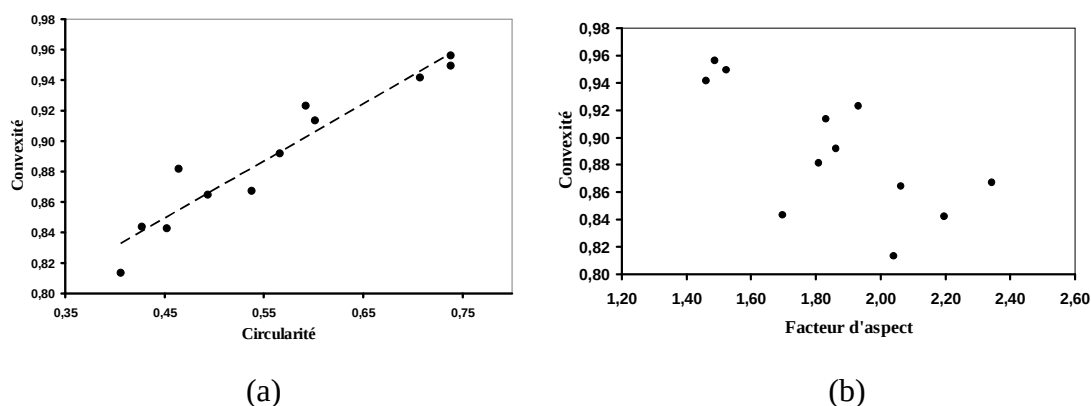


Figure 2.15 - Convexité en fonction de la circularité (a) et du facteur d'aspect (b) pour nos différents types de sable.

Pour nos particules, on observe clairement une proportionnalité entre la circularité et la convexité (figure 2.15a). Cela signifie que les irrégularités de surface causant un écart par rapport à une sphère sont des concavités. La surface circonscrite à la particule dans le cas d'une mesure de la circularité est sensiblement équivalente à la surface convexe de Hull dans une mesure de la convexité. Dans la suite de notre étude, nous allons nous concentrer sur le paramètre morphologique de la convexité et nous affranchir de la circularité de nos particules. Par contre, nous avons bien une indépendance entre le facteur d'aspect et la convexité (figure 2.15b) ; nous exploiterons dans la suite cette propriété pour distinguer l'impact de ces deux paramètres sur les propriétés rhéologiques des matériaux formulés.

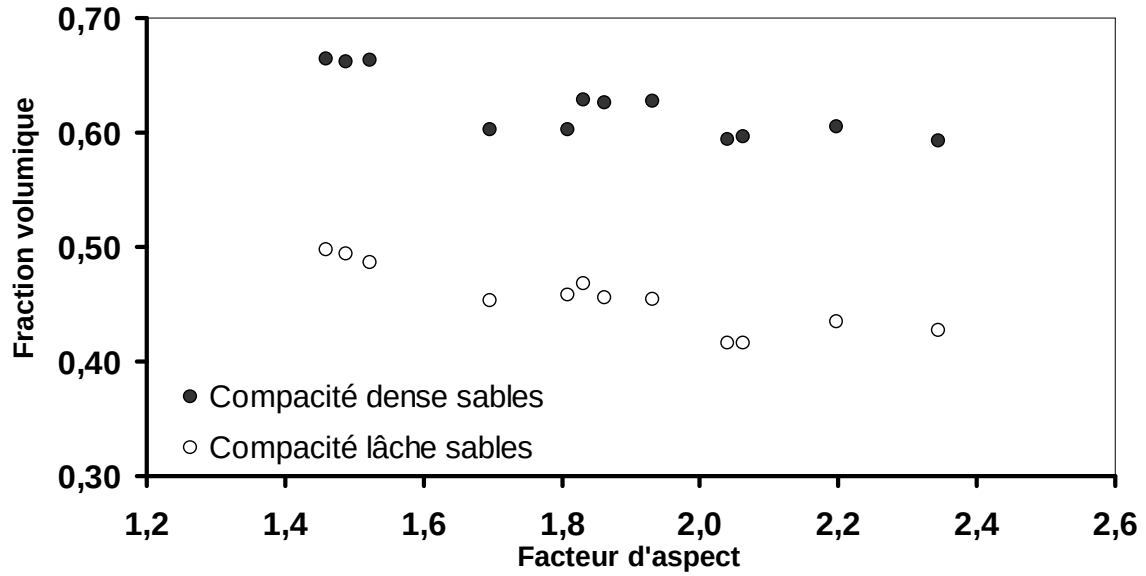


Figure 2.16 - Compacité dense et lâche en fonction du facteur d'aspect pour nos particules de sable.

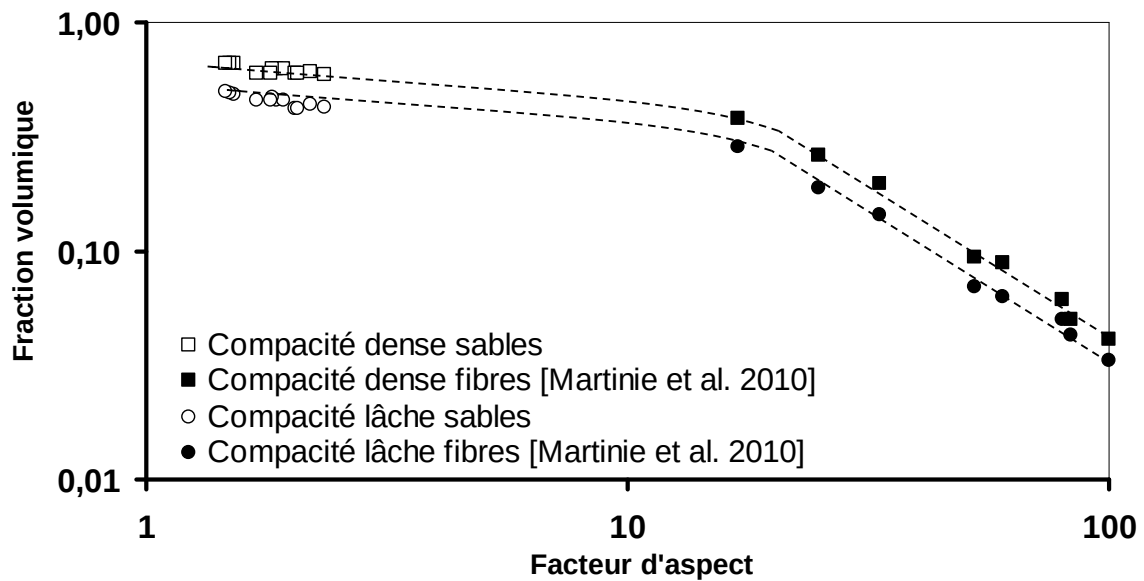


Figure 2.17 - Compacité dense et lâche en fonction du facteur d'aspect pour des fibres et nos particules de sable.

La figure 2.17 représente des compacités lâches et denses pour nos particules de sables et des fibres issues des travaux de [Martinie et al. 2010]. Dans le cas de fibres et sables, les résultats montrent une augmentation des compacités lâches et denses lorsque le facteur

d'aspect diminue. On remarque cependant une dépendance des fractions d'empilement au facteur d'aspect modéré pour nos particules de sable. Pour de faibles facteurs d'aspect, les valeurs d'empilement tendent vers celles des sphères. [Philippe 1996] exprime les fractions volumiques sous la forme $\phi_l = \alpha_l / r$ pour la compacité lâche et $\phi_m = \alpha_m / r$ pour la compacité dense. Les coefficients α_l et α_m sont respectivement égaux à 3,2 et 4 dans les travaux de [Martinie et al. 2010]. Ils sont représentatifs du nombre de contacts des fibres pour atteindre une structure d'un réseau lâche ou dense selon l'empilement étudié. On remarque que ces coefficients ne sont plus valables pour nos particules de sables. Cependant, malgré les erreurs de mesure des compacités, une tendance semble se dégager entre le facteur d'aspect et les compacités mesurées.

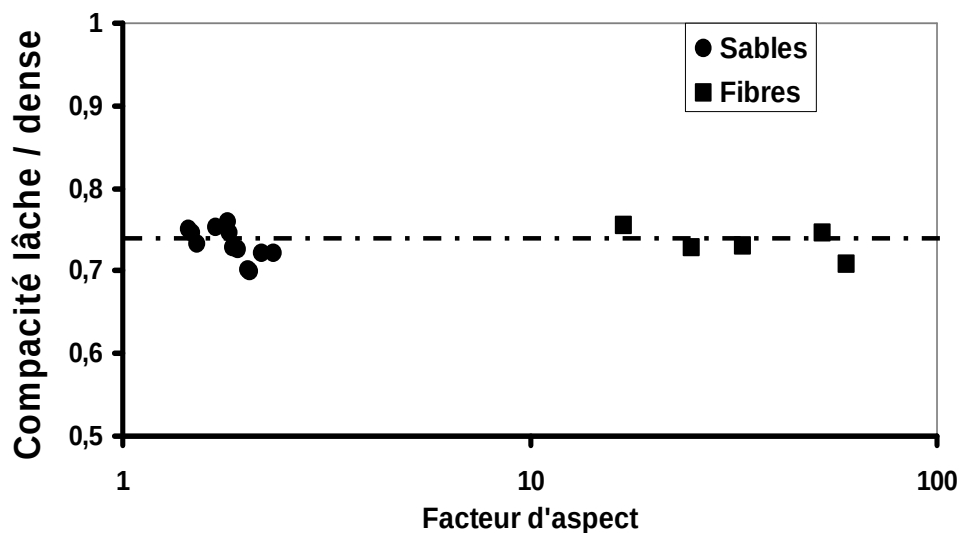


Figure 2.18 - Rapport entre la compacité lâche et dense en fonction du facteur d'aspect.

Il est intéressant de noter que le rapport entre la compacité lâche et dense ϕ_l / ϕ_m semble constant quelque soit le facteur d'aspect et le type de particule utilisé (figure 2.18). Ce ratio est du même ordre de grandeur dans le cas d'une inclusion sphérique.

Nous avons vu précédemment que le facteur d'aspect des grains affecte fortement les compacités denses et lâches aléatoires. Nous étudions ici des particules de même facteur d'aspect. Nous observons sur la figure 2.19, un impact faible de la convexité (défaut de surface) dans le cas de la mesure de la compacité dense. La ligne droite est utilisée pour guider l'œil. Ceci pourrait être dû à la contribution forte dans ce régime des contacts directs

entre grains pendant la mise en place de nos particules. La convexité intervient très peu dans la mesure de la compacité lâche qui semble être dictée uniquement par la forme macroscopique (facteur d'aspect) de nos grains. Ceci peut sembler naturel puisque les contacts dans ce régime transmettent moins d'efforts et pourraient être moins sensibles au paramètre de rugosité.

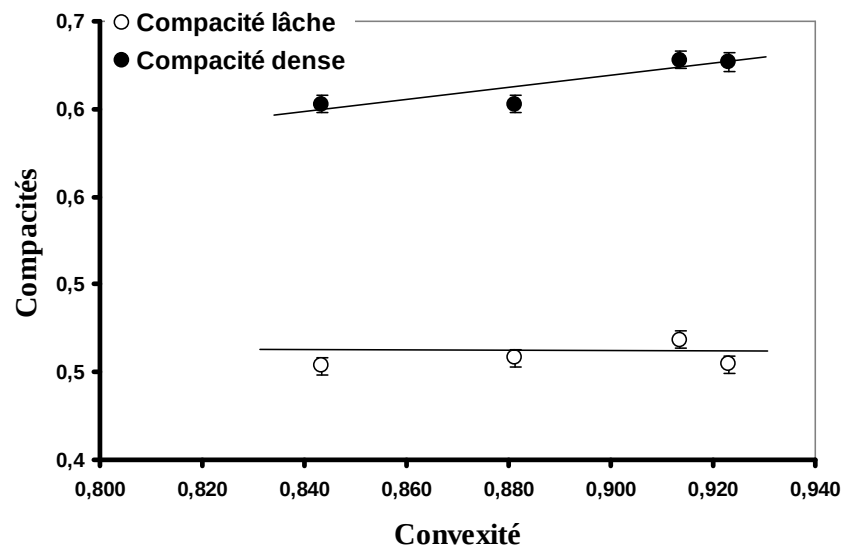


Figure 2.19 - Compacité lâche et dense d'empilement en fonction de la convexité, pour des particules de même rapport d'aspect égal à 1,8.

2.5 Viscosité intrinsèque

2.5.1 Introduction

Quand des particules sont suspendues dans un fluide homogène isotrope, la viscosité se trouve augmentée par l'ajout de particule. Dans le cas d'une suspension diluée, l'augmentation de la viscosité est fonction de la fraction volumique en particule ϕ . La relation entre la viscosité et la fraction volumique a été déterminée tout d'abord par Einstein pour des particules de forme sphérique [Einstein 1975] (*cf.* chapitre 1). Des années plus tard, une extension des travaux d'Einstein est apparue, il s'agit de la même équation au second ordre [Bachelor 1977] (*cf.* chapitre 1).

Nous savons déjà que la morphologie influe sur la viscosité intrinsèque. Des études ont montré que la viscosité intrinsèque a été obtenue analytiquement pour des sphères

[Einstein 1975], ellipsoïdes [Rallison 1978, Haber et al. 1984], longs cylindres [Brenner 1977].

L'objectif de ce travail est de voir l'influence du type de sable ajouté dans un fluide newtonien sur les valeurs de viscosité intrinsèque. Pour cela, nous avons utilisé deux sables, le sable S_1 et sable S_4 . Nous avons choisi ces deux sables, car ils ont des morphologies différentes, le premier étant un sable roulé et le second un sable concassé. Ces deux sables sont issus de deux sources de production différentes, le premier est prélevé directement des fleuves, tandis que le sable concassé est obtenu par broyage de roche massive.

2.5.2 Matériels et protocole

L'objectif des manipulations est d'effectuer des mesures précises de la viscosité. Avant de réaliser ces manipulations, il est important de définir un cadre expérimental concernant le rhéomètre utilisé, ses capacités en termes de sensibilité et les procédures qui seront utilisées. Le rhéomètre utilisé dans notre étude est le Physica MCR 301 (figure 2.20a). Nous avons utilisé une géométrie non conventionnelle, une hélice à double pas (figure 2.20b). Des expériences effectuées à *Lafarge Centre de Recherche (LCR)* ont montré que les hélices se comportent comme une géométrie Couette évidée et ne cisailent pratiquement pas au fond ou en surface. Des cuves de profondeur faible sont donc possibles en prenant en compte deux limites : le risque de coincement dû à la granularité et un effet de pompage insuffisant. Le volume de remplissage doit néanmoins être suffisant pour éviter le risque de vortex.



(a)



(b)

Figure 2.20 – a) Rhéomètre Physicia MCR 301 et b) outil de mesure à hélice double pas.

Toutes ces études ont été menées pour des particules modèles. Le fluide utilisé est un fluide newtonien. Nous avons choisi d'utiliser du glucose dilué à 73%. Le choix de ce fluide est dû à une facilité d'ajustement de la viscosité.

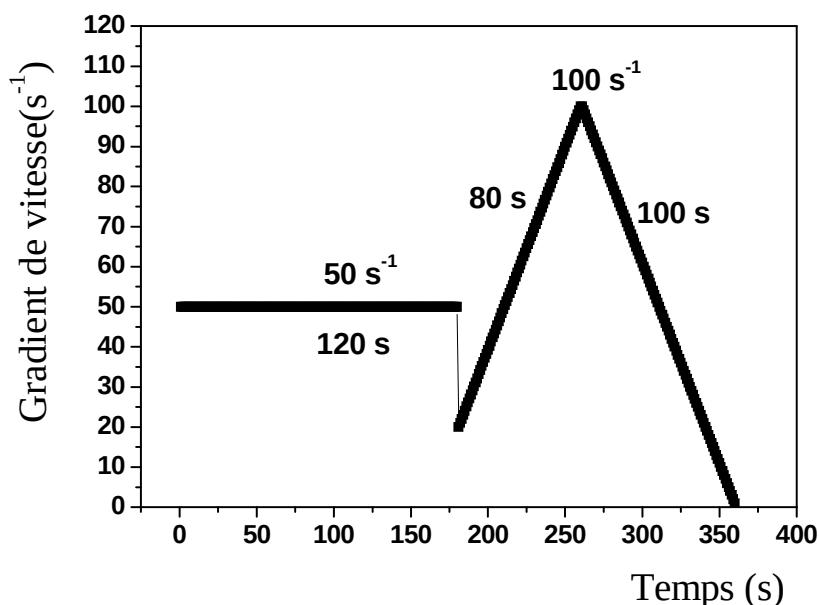


Figure 2.21 - Protocole de mesure.

Le protocole de mesure (figure 2.21) est un protocole standard. Nous appliquons un pré cisaillement de $50 s^{-1}$ pendant 180 secondes pour introduire notre suspension dans la cuve pendant la rotation de l'outil de mesure. Notre suspension diluée est injectée à l'aide d'une seringue. Ensuite, nous avons une montée en gradient de vitesse linéaire de $20 s^{-1}$ à $100 s^{-1}$ suivie d'une descente en gradient de vitesse de $100 s^{-1}$ à $1 s^{-1}$. La montée permet d'homogénéiser la suspension avant mesure. Nos résultats seront extraits de la descente en gradient de vitesse.

2.5.3 Résultats

Dans cette partie, nous montrons les résultats issus des séries de mesure de systèmes composées d'un fluide newtonien (glucose) et de sables S_1 et S_4 à une concentration de 5% en particules. Nous avons choisi cette fraction volumique, car nous voulons que les particules soient en régime dilué. Nous réalisons aussi des mesures de viscosité pour une concentration de 2%. À cette concentration, nous avons une mauvaise répétabilité due à une incertitude

importante lors de la pesée du sable et une mauvaise représentativité de nos échantillons de sable.

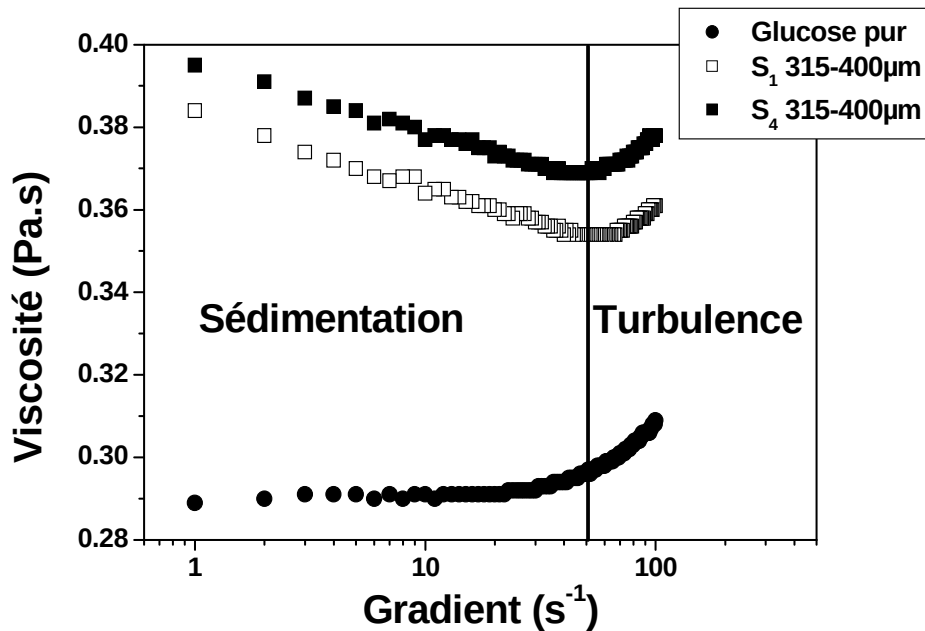


Figure 2.22 - Viscosité en fonction du gradient de vitesse pour des suspensions composées de glucose et de sable S₁ et S₄ de taille 315-400µm à 5% en particules et du glucose pur.

Nous observons dans la figure 2.22 plusieurs phénomènes. À fort gradient de vitesse, nous voyons clairement une augmentation de la viscosité, ce phénomène est dû à l'apparition d'un régime où les phénomènes inertiels deviennent importants. Pour du glucose pur, elle apparaît pour des gradients de vitesse de l'ordre de 50s⁻¹, en dessous de cette valeur, on observe clairement une stabilité de la viscosité. En revanche, ce plateau n'existe pas pour les suspensions S₁ et S₄ de taille 315-400 µm. Nous observons une augmentation de la viscosité lorsque le gradient de vitesse diminue, ceci est dû à la sédimentation des particules durant l'écoulement. L'outil n'est plus capable de rendre le système homogène. Les contributions de la sédimentation et du régime inertiel conduisent à surestimer la viscosité lors de la transition entre régime laminaire et inertiel. Le phénomène de sédimentation peut-être évité en augmentant la viscosité du glucose. Cependant, une viscosité du glucose importante entraîne une apparition de bulles d'air. Ces bulles d'air restent piégées dans le fluide et ne remontent que difficilement en surface, ce qui fausse nos mesures. Pour cette gamme de taille de particule, nous avons des difficultés à définir un plateau de viscosité. Par conséquent, nous n'avons pas pu calculer la viscosité intrinsèque $[\eta]$. Mais nous pouvons déjà dire que la viscosité de la suspension composée de sable S₄ est plus importante que celle du sable S₁.

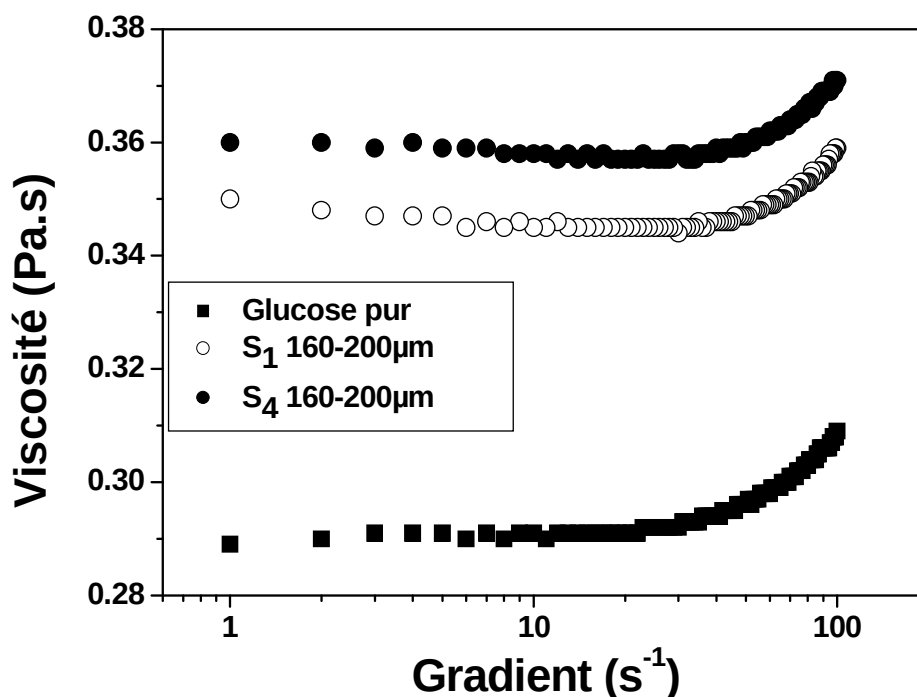


Figure 2.23 - Viscosité en fonction du gradient de vitesse pour des suspensions composées de glucose et de sable S₁ et S₄ de taille 160-200μm à 5% en particules et du glucose pur.

Sachant que nos particules de taille 315-400 μm sédimentent au cours de l'essai, nous avons utilisé des particules de plus petite taille (160-200μm). Nous avons réalisé les mêmes essais que dans le cas précédent. Nous avons obtenu les courbes issues de la figure 2.23. On remarque toujours le même phénomène à fort gradient de vitesse (50s⁻¹) pour le glucose. Cependant, à des gradients de vitesse entre 4 s⁻¹ et 30 s⁻¹, on observe un plateau de viscosité. C'est à cette valeur que nous allons déduire la viscosité intrinsèque $[\eta]$ à l'aide de la formule de Bachelor. Une très légère augmentation de la viscosité est observée à très faible gradient de vitesse. Ceci est dû à une légère sédimentation, car l'outil de mesure n'est plus capable d'homogénéiser la suspension. Comme dans le cas précédent, la viscosité composée de sable S₄ est plus importante que celle du sable S₁.

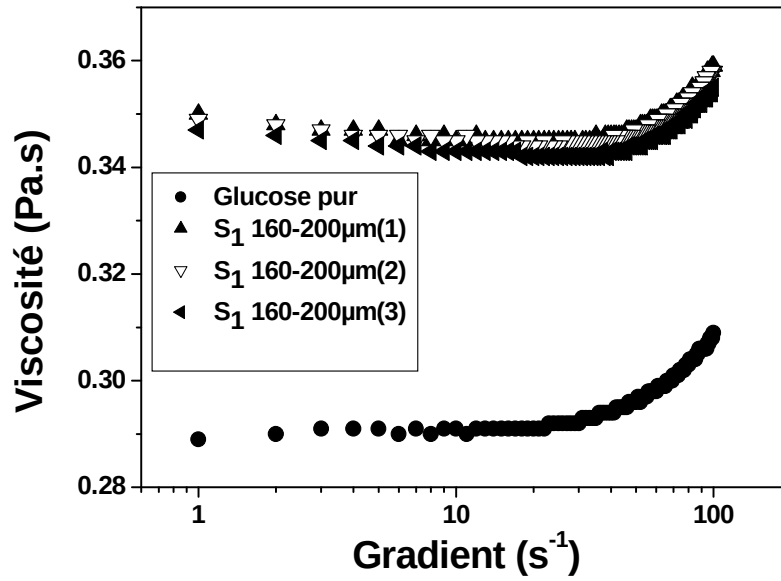


Figure 2.24 - Reproductibilité des mesures, cas de trois préparations différentes pour une suspension composée de glucose et sable S_1 .

Nous avons répété trois fois la même mesure sur une même suspension et trois mesures sur des préparations différentes. Nous avons donc une bonne reproductibilité de nos résultats comme le montre la figure 2.24 sur trois suspensions préparées indépendamment.

La viscosité intrinsèque pour le sable S_1 est égale à $3.27 \pm 0,07$ et de $3.71 \pm 0,12$ pour le sable S_4 . Nous avons donc une différence entre la viscosité intrinsèque d'un sable roulé et celle d'un sable concassé. De nombreuses études [Quemada 1977, Van der Vern 1989, Brady 1993, Bicerano 1999] ont montré que la viscosité intrinsèque $[\eta]$ d'une suspension composée de particules sphériques est située entre 2.5 et 2.7. Pour des fibres, la viscosité intrinsèque varie selon le rapport L/D , elle équivaut à 5.27 pour un rapport de 4 [Zhou 1995]. Nos résultats se situent entre celle d'une sphère et celle d'un cylindre de rapport 4.

Références bibliographiques

Batchelor G.K. : The effect of Brownian motion on the bulk stress in a suspension of spherical particles. *J. Fluid Mech.* (97) pp.83-97, 1977.

Bicerano J., Douglas J.F., Brune D.A., Macromol: Comparison of tensile and compressive elastic module, and prediction of effects of incomplete exfoliation and imperfect alignment on modulus : *J. Micromechanics of nanocomposites Chem. Phys.* (39) p561, 1999.

Brady J.F. : The rheological behavior of concentrated colloidal dispersions, *Journal of Chemical Physics.* (99) pp.567-581, 1993.

Brenner H. : The constrained brownian movement of spherical particles in cylindrical pores of comparable radius, *Int. J. Multiphase Flow* (58) pp.312-356, 1977.

De Larrard F. : Structure granulaire et formulation des bétons , *Etudes et recherches des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, Ouvrage d'art OA 34, 2000

Einstein A. : Investigations on the Theory of Brownian motion, Dover, New York, 1975

Haber S., Brenner H. : Rheological properties of dilute suspensions of centrally symmetric Brownian particles at small shear rates, *J. Colloid Interface Sci.* (97) p496-514, 1984.

Martinie L., Rossi P., Roussel N. : Rheology of fiber reinforced cementitious materials: classification and prediction, *Cement and Concrete Research* (40) pp.226–234, 2010.

Onoda G.Y. and. Liniger E.G : Random loose packings of uniform spheres and the dilatancy onset *Phys. Rev. Lett.* (64) p2727, 1990.

Philipse A.P. : The random contact equation and its implications for (Colloidal) rods in packings, suspensions, and anisotropic powders, *Langmuir* (12) pp.1127–1133, 1996.

Quemada D., Rheol. of concentrated disperse systems and minimum energy dissipation principle *Acta Rheology* (16) pp.82-94, 1977.

Rallison J.M. : Creeping flow of dilute polymer solutions past cylinders and spheres, *J. Fluid Mech.* (84) p237,1978.

Van de Ven T.G.M., : Shear-induced deposition of colloidal particles on spheroids *Colloidal Hydrodynamics*, *Academic Press, London*, 1989.

Zhou H.X. : Calculation of translational friction and intrinsic viscosity. I. General formulation for arbitrarily shaped particles, *Biophysical. Journal.* (69) p2286, 1995.

Chapitre 3

Caractérisation rhéologique des matériaux

Dans ce chapitre, nous présenterons tout d'abord le fluide à seuil et le mode de préparation d'une suspension. Par la suite, nous présenterons l'instrumentation et la procédure de mesure utilisées pour des mesures rhéologiques macroscopiques telles que le seuil d'écoulement τ_c et le module élastique G' . Ces résultats seront présentés dans le chapitre 4.

Il a été montré [Ferraris et al. 2001] une disparité d'un facteur quatre pour le seuil d'écoulement et d'un facteur neuf pour la viscosité plastique d'un rhéomètre à l'autre. Le but de ce chapitre est de trouver une explication à cette disparité. Pour répondre à cette question, nous aborderons ce chapitre en trois parties. La première partie consistera à présenter l'instrumentation IRM (imageur à résonance magnétique). Nous décrirons son principe de fonctionnement. Pour cela nous expliquerons les techniques de mesure de vélocimétrie et de concentration. Nous présenterons aussi le dispositif expérimental de l'IRM ainsi que le protocole de mesure. Nous détaillerons le cheminement vers la reconstruction d'une courbe d'écoulement à l'échelle locale à partir de mesures de vélocité et de concentration en prenant en compte la migration des particules. La deuxième partie se focalisera sur l'étude à partir de matériaux modèles. Elle consistera à mettre en évidence les phénomènes de migration, de sédimentation et de localisation du champ de vitesse à l'aide de mesures IRM. Nous utiliserons aussi un rhéomètre conventionnel dans le but de comparer nos mesures issues de l'IRM. La troisième partie concernera l'extrapolation aux mortiers et bétons. Nous utiliserons un rhéomètre à mortier (RhéoCAD[®]). Le but sera de voir l'influence d'une mesure de viscosité au RhéoCAD avec celle de l'IRM.

Sommaire

3	Caractérisation rhéologique des matériaux	78
3.1	Matériaux étudiés	78
3.1.1	Émulsion.....	78
3.1.2	Préparation d'une suspension.....	80
3.2	Rhéologie macroscopique	80
3.2.1	Rhéomètre utilisé.....	80
3.2.2	Protocole de mesure du module élastique et du seuil d'écoulement.....	82
3.3	Rhéométrie par IRM.....	83
3.3.1	Résonance Magnétique Nucléaire (RMN)	83
3.3.2	Rhéométrie couplée à l'imageur à résonance magnétique	86
3.3.3	Vélocimétrie par IRM	88
3.3.4	Profil de concentration	89
3.3.5	Loi de comportement en écoulement à l'échelle locale	90
3.3.5.1	Protocole de mesure	90
3.3.5.2	Construction d'une courbe d'écoulement à l'échelle locale	91
3.3.5.3	Exemple de construction de courbe d'écoulement.....	92
3.3.6	Prise en compte de la migration et de la localisation durant l'écoulement.....	94
3.3.6.1	Phénomène de migration et de sédimentation.....	94
3.3.6.2	Localisation du champ de vitesse	95
3.3.6.3	Reconstruction d'une courbe d'écoulement en tenant compte de la migration des particules	96
3.3.7	Problèmes expérimentaux	98
3.3.8	Études sur matériaux modèles, artefact de mesure.....	99
3.3.8.1	Mesures macroscopiques.....	100
3.3.8.2	Effet de la fraction volumique sur les artefacts.....	102
3.3.9	Extrapolation au mortier et béton.....	105
3.3.9.1	Description de l'appareil RhéoCAD®	105
3.3.9.2	Influence de la fraction volumique sur les mesures au RhéoCAD	107
3.4	Conclusion.....	111

3 Caractérisation rhéologique des matériaux

3.1 Matériaux étudiés

3.1.1 Émulsion

La rhéologie sur un matériau cimentaire étant complexe par sa thixotropie d'un point de vue rhéologique, nous nous sommes intéressés dans notre étude à une émulsion inverse¹ qui est un fluide à seuil non thixotrope. Une émulsion est un mélange de deux phases non miscibles constituées d'une phase continue et d'une phase en forme de gouttelettes. Les émulsions sont constituées d'eau distillée, d'une huile et d'un tensio-actif. Dans le cas de l'émulsion inverse étudiée ici, la phase continue est constituée par une huile dodécane de formule $C_{12}H_{26}$. Cette huile de la famille des paraffines a pour avantage de ne pas s'évaporer et permet de réaliser des essais sur des matériaux stables au cours du temps. La phase dispersée est constituée de saumure² qui remplace l'eau distillée. Elle est composée d'eau et d'une solution de chlorure de calcium ($CaCl_2$) avec une concentration de 100 g/L. La saumure permet de limiter le vieillissement de l'émulsion par un mûrissement d'Ostwald³, car le $CaCl_2$ est insoluble dans la phase organique. La stabilité du mélange est aussi assurée par l'ajout d'un tensio-actif. Le tensio-actif utilisé est du Sorbitol MonoOléate ou Span 80 de formule $C_{24}H_{44}O_6$ de concentration 7 %. Ce fluide très visqueux permet de stabiliser l'interface eau/huile en diminuant la tension inter faciale entre les deux phases. Le Span 80 est une molécule amphiphile, c'est-à-dire qu'elle présente une affinité avec l'eau grâce à sa tête polaire hydrophile et une affinité avec l'huile grâce à sa chaîne carbonée hydrophobe (figure 3.1). Ce tensioactif a une balance hydrophile lipophile⁴ de 4,3, c'est-à-dire qu'il a une affinité prononcée pour l'eau et tend donc à former des émulsions inverses [Griffin 1954]. Cela permet donc la formation de gouttelettes d'eau dans de l'huile.

¹ On parle d'émulsion inverse quand la densité de la phase dispersée est inférieure à la densité de la phase continue

² Elle permet l'accroche de la tête hydrophile du Span 80.

³ Ce phénomène est dû à la différence de pression entre petites et grosses gouttes. Il y a alors transfert de molécules dans la phase fluide, car la phase dispersée est très légèrement soluble dans la phase continue.

⁴ Balance hydrophile lipophile ou HLB : caractérise les tensioactifs par différence entre longueurs de la chaîne carbonée et la taille de la tête polaire.

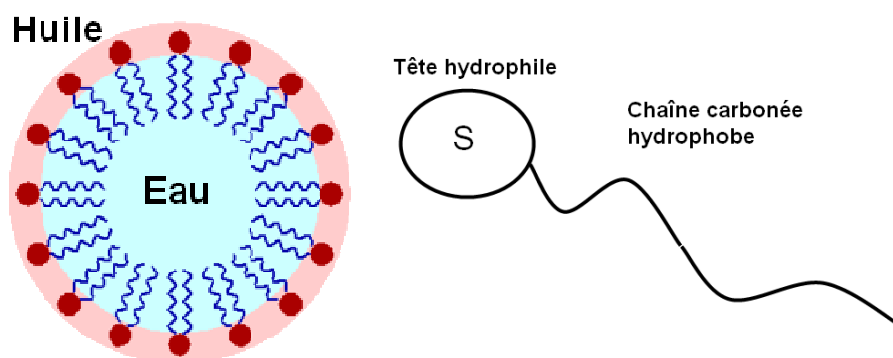


Figure 3.1 - Action (cf. <http://en.wikipedia.org/wiki/File:Micelle.png>) et représentation schématique du tensio-actif.

Le protocole de préparation d'une émulsion est complexe. Dans notre cas, nous avons utilisé un émulsificateur (le mixeur L4RT de Silverson) qui est composé d'une pale rectangulaire tournant à grande vitesse derrière un grillage cylindrique. L'huile est introduite dans un bécher et est mélangée avec le tensio-actif à faible vitesse (800tr/min). On prépare en parallèle notre saumure en introduisant une concentration de 100 g/L d'eau. On laisse la solution au repos 15 minutes. Ensuite, nous ajoutons petit à petit la phase à disperser en augmentant progressivement la vitesse de rotation de la pale jusqu'à une rotation de 6000 tr/min quand toute la saumure a été ajoutée. Après être arrivé à la vitesse de rotation désirée, le matériau est cisailé pendant 30 minutes. Cette vitesse, très importante, permet d'obtenir des tailles de gouttes de l'ordre d'une dizaine de micromètres. Des observations microscopiques montrent qu'à cette vitesse on obtient des gouttes de $7\mu\text{m}$ et de $9\mu\text{m}$ pour une vitesse de 5000 tr/min (figure 3.2). A la fin de la préparation, l'émulsion est homogène et stable dans le temps. On peut faire varier la concentration de la phase aqueuse pour faire varier le seuil d'écoulement. Avec des concentrations de 70 à 90 %, on fait varier le seuil de 5 à 100 Pa. Les propriétés de seuil et d'élasticité de ces matériaux proviennent de la tension de surface entre l'eau et l'huile [Larson 1999].

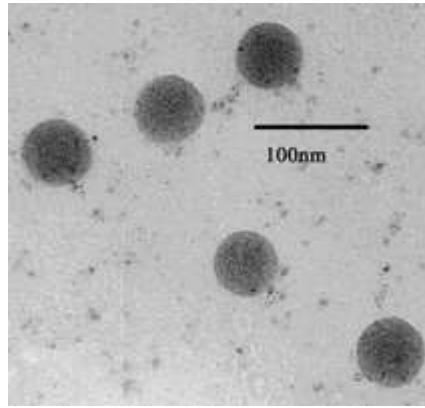


Figure 3.2 - Observation au microscope optique d'une émulsion.

3.1.2 Préparation d'une suspension

Des mesures macroscopiques ont été effectuées sur les suspensions de sables étudiées dans le chapitre 2. Des mesures de seuil d'écoulement et de module sont réalisées, dans le chapitre 4, pour différentes fractions volumiques en particules. Les fractions volumiques en particules étudiées varient de 0% à 45% pour du sable de S_1 et de 0% à 42% pour les sables S_2 , S_3 et S_4 .

L'émulsion est mélangée au sable jusqu'à obtenir un matériau homogène. Le mélange est obtenu par agitation manuelle à l'aide d'une spatule. Le matériau est ensuite placé dans la cuve puis mélangé une seconde fois. L'outil vane est inséré lentement pour éviter la déstructuration du matériau. L'intérieur de la cuve est recouvert de papier abrasif pour éviter le glissement aux parois.

3.2 Rhéologie macroscopique

3.2.1 Rhéomètre utilisé

Le matériel utilisé pour mesurer le seuil et le module de nos suspensions est un rhéomètre classique Bohlin C-VOR 200 (figure 3.3a). Les outils utilisés sont une cuve et un outil vane 6 pales. Les dimensions de ces outils dépendent de la taille des grains étudiés. Une géométrie vane ($h = 4.6 \text{ cm}$; $d = 2.5 \text{ cm}$) et une cuve ($h = 6 \text{ cm}$; $d = 3.7 \text{ cm}$) sont utilisées pour des suspensions avec des tailles de particules de $160\text{-}200 \text{ }\mu\text{m}$ et $315\text{-}400 \text{ }\mu\text{m}$ (figure 3.3b). La même géométrie vane ($h = 4.6 \text{ cm}$; $d = 4.6 \text{ cm}$) et cuve ($h = 7.7\text{cm}$; $d = 8.8 \text{ cm}$)

avec des dimensions plus importantes sont utilisées pour des suspensions avec une taille de particule de 800-1000 μm (figure 3.3c).

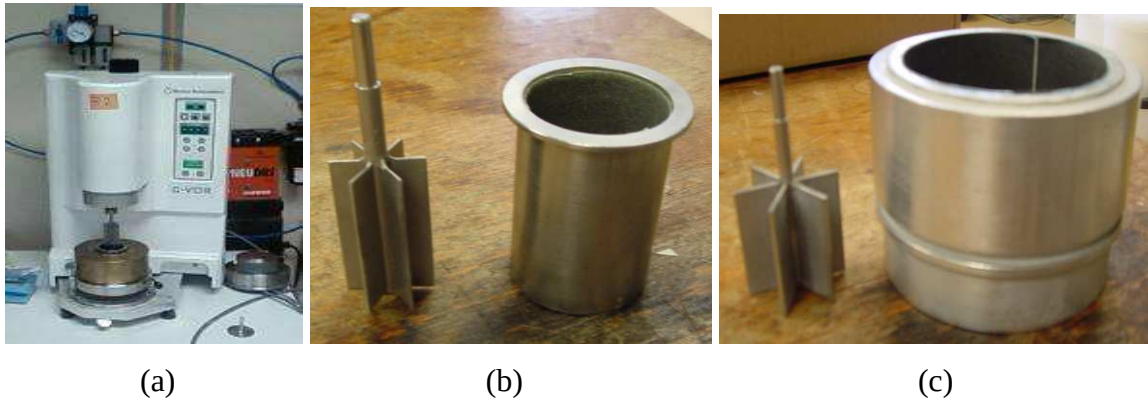


Figure 3.3 - a) grande géométrie vane insérée au Rhéomètre Bohlin C-VOR 200, b) petite géométrie vane + cuve, grande géométrie vane + cuve.

Le rhéomètre ne mesure pas directement les paramètres rhéologiques qui nous intéressent. On peut imposer un couple ou une vitesse angulaire selon la mesure du paramètre rhéologique désirée. Le couple est lié à la contrainte et la vitesse angulaire à celle du taux de cisaillement. Ils sont reliés par les relations suivantes:

$$\text{Contrainte d'écoulement} = C_1 * \text{Couple}$$

$$\text{Taux de cisaillement} = C_2 * \text{vitesse angulaire}$$

Avec C_1 et C_2 des coefficients de conversion.

$$C_1 = \frac{1}{2\pi r_a^2 H} \quad (3.1) \quad C_2 = \frac{2r_i^2 r_e^2}{r_a^2 (r_e^2 - r_i^2)} \quad (3.2) \quad \text{avec} \quad r_a = \frac{r_i + r_e}{2} \quad (3.3)$$

Où r_i : rayon intérieur. r_e : rayon extérieur. r_a : rayon moyen pour des géométries de Couette. Le coefficient C_1 vaut 24 640 pour la petite géométrie 6986.23 pour la grande géométrie. Le coefficient C_2 vaut 10.452 pour la petite géométrie, et 2.708 pour la grande géométrie.

3.2.2 Protocole de mesure du module élastique et du seuil d'écoulement

Concernant la mesure du module élastique, nous avons effectué des mesures classiques d'oscillations. Le matériau subit une déformation périodique en contrainte. La contrainte appliquée varie selon une loi de type :

$$\tau(t) = \tau_{\max} \cos(2\pi ft) \quad (3.4)$$

Avec $\tau_{\max}$ l'amplitude de contrainte maximum

Et f la fréquence d'oscillation

Si le matériau est purement élastique, la déformation résultante sera en phase avec la contrainte appliquée. On peut déterminer un module élastique G' à partir des mesures d'oscillations. Nous avons donc appliqué des faibles déformations pour étudier le comportement linéaire de nos matériaux. Pour cela, on effectue des essais d'oscillations à une fréquence de 2 Hz et des déformations inférieures à 10^{-5} . Nous observons sur la figure 3.4, représentant un essai d'oscillation avec balayage en déformation sur une suspension composée de sable S_3 de taille 160-200 μm , que le domaine linéaire du module élastique est bien observé à des déformations de quelques 10^{-5} . Ces déformations correspondent à des valeurs de contraintes appliquées inférieures à 0.5 Pa. Au-delà de cette déformation, le matériau se déstructure et le comportement n'est plus élastique linéaire. L'observation des signaux bruts correspondent à des oscillations en contrainte ou en déformation imposées directement mesurées par le rhéomètre. Si le signal sinusoïdal est déformé, cela indiquera un comportement non linéaire du matériau. Nous avons effectué ces essais de vérification pour les différents matériaux que nous étudions.

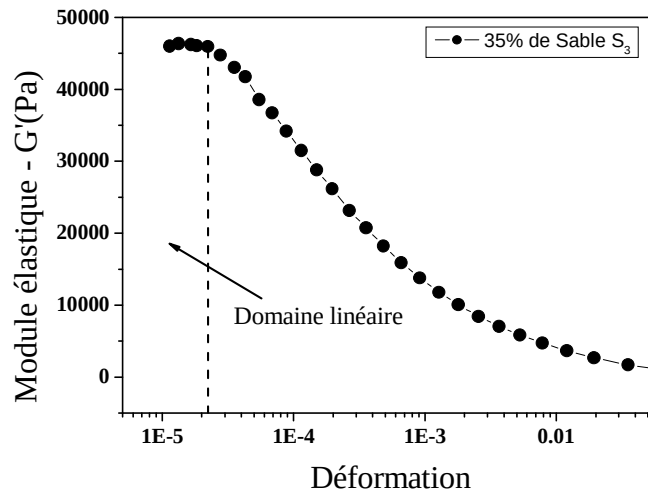


Figure 3.4 - *Module élastique en fonction de la déformation pour une suspension composée de 35 % de sable S_3 de taille 160-200 μm .*

En ce qui concerne la mesure de seuil, l'objectif est de mesurer le seuil d'écoulement de façon reproductible dans un état de départ isotrope et homogène. Pour cela, nous n'avons pas effectué de pré-cisaillement *in situ* dans la cuve du rhéomètre avec l'outil vane car celui-ci conduira à un matériau hétérogène dû à la migration des particules durant l'écoulement. Nous avons donc choisi une mesure de seuil en appliquant directement sur le matériau un très faible taux de cisaillement (0.05 s^{-1}). On mesure par la suite la contrainte en fonction de la déformation subie par le matériau (*cf.* Chapitre 4).

3.3 Rhéométrie par IRM

3.3.1 Résonance Magnétique Nucléaire (RMN)

La résonance magnétique nucléaire (RMN) consiste, dans notre cas d'étude, à mesurer l'aimantation résultante de l'excitation des noyaux d'hydrogène (^1H) sous l'action d'un champ magnétique et d'une onde électromagnétique excitatrice. Le champ magnétique est créé à partir d'un aimant supraconducteur (Magnex Scientific) refroidi à l'aide d'hélium et d'azote liquide. Le champ magnétique $\vec{B}_0$ créé par l'aimant est de 0.5 T. Le noyau d'hydrogène a un moment cinétique ou « spin » $\vec{S}$ associé à un moment magnétique $\vec{m} = \gamma \times \vec{S}$ où γ est le rapport gyromagnétique ($\gamma_H = 2,675 \cdot 10^8 \text{ rad.s}^{-1}\text{T}^{-1}$) [Abragam 1961]. La densité d'aimantation macroscopique occupant un volume V , avec N moments magnétiques

élémentaires, est définie par la relation suivante $\vec{M} = \frac{1}{V} \sum_i \vec{m}_i$. En l'absence de champ magnétique, les moments magnétiques sont orientés de façon aléatoire du fait de l'agitation thermique. A cet état, l'aimantation macroscopique est nulle. L'application d'un champ magnétique externe $\vec{B}_0$ entraîne un mouvement des spins. Les spins sont ainsi polarisés. Les moments magnétiques sont alignés avec le champ magnétique appliqué. Si le vecteur d'aimantation $\vec{M}$ est écarté de sa position d'équilibre, il revient vers l'équilibre en effectuant un mouvement de précession autour de $\vec{B}_0$ à une fréquence $\omega_0 = \gamma \times B_0$ (figure 3.5). Cette fréquence est appelée fréquence de Larmor.

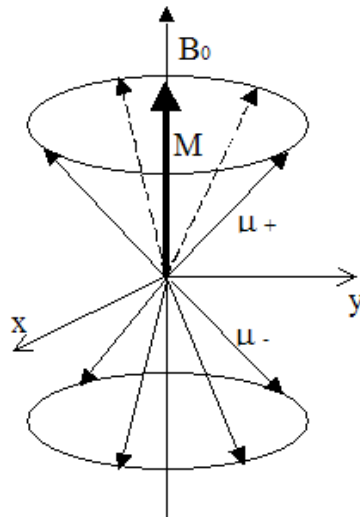


Figure 3.5 - Mouvement d'un moment magnétique en présence d'un champ magnétique $\vec{B}$ [Fall 2008].

Expérimentalement, on rend le moment magnétique hors équilibre en appliquant un champ électromagnétique $\vec{B}_1$ de fréquence ω_r appliqué dans le plan xOy (perpendiculaire au champ magnétique) pendant un temps T. Le moment magnétique macroscopique peut donc se dissocier en deux composantes, l'une longitudinale M_z et l'autre transversale M_{xy} (figure 3.6). A l'équilibre, M_{xy} est nulle et M_z a une valeur maximale. On peut appliquer une impulsion magnétique, de façon à ce que la composante longitudinale soit nulle et la composante transversale maximale.

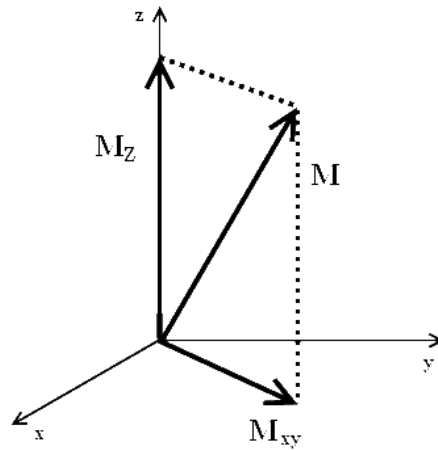


Figure 3.6 - Décomposition du vecteur $\vec{M}$ en composantes longitudinales et transversales.

La perturbation est maximale quand la fréquence de rotation ω_r du champ magnétique $\vec{B}_1$ est égale à la fréquence de Larmor ω_0 (condition de résonance). L'aimantation macroscopique peut alors être basculée dans le plan xOy . Lorsqu'on coupe le champ $\vec{B}_1$, $\vec{M}$ revient dans sa position d'équilibre, colinéaire à z . Le mouvement du vecteur aimantation lors du processus de relaxation décrit une spirale comme le montre la figure 3.7. L'aimantation longitudinale décroît avec un temps de relaxation T_1 tandis que l'aimantation transversale décroît avec un temps de relaxation T_2 (plus court).

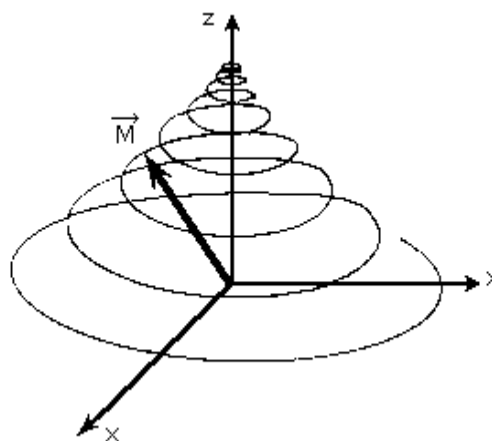


Figure 3.7 -Mouvement du vecteur aimantation lors du processus de relaxation.

Ce mouvement génère un signal électromagnétique radio-fréquence qui est capté en amplitude et en phase par une antenne de réception. Ce signal peut être localisé dans l'espace, en IRM, par superposition d'un faible champ hétérogène au champ magnétique principal [Callaghan 1991]. Le champ magnétique $\vec{B}_0$ devient $\vec{B}_0 + \vec{G} \cdot \vec{r}$, où $\vec{G}$ est le gradient de champ. La fréquence ω_0 devient donc $\omega_0(r) = \gamma \vec{B}_0 + \gamma \vec{G} \cdot \vec{r}$. La vitesse de précession dépend alors de r , le signal IRM peut donc être localisé spatialement. L'IRM permet donc d'obtenir des images ainsi que des mesures de vitesses de déplacements.

3.3.2 Rhéométrie couplée à l'imageur à résonance magnétique

L'IRM dispose de différents instruments permettant de créer, de détecter et d'analyser le phénomène de résonance magnétique. Il est composé :

- D'un aimant : de forme de cylindre creux, il permet de polariser les noyaux résonnants. L'aimant est supraconducteur, et refroidi à l'aide d'hélium et d'azote liquide. Le champ magnétique régnant à l'intérieur de l'aimant est le plus homogène possible. Il est positionné à mi-hauteur de la cuve (figure 3.8c).
- D'une antenne radiofréquence : de hauteur de 20 cm, elle délimite la zone de travail. C'est dans cette zone que l'on va introduire verticalement la géométrie de Couette. Elle a un double rôle, elle initie la précession nucléaire et détecte les variations de champ magnétique autour de l'échantillon.
- De bobines de gradient : elles permettent de créer un second champ magnétique plus faible pour décaler la précession du noyau d'hydrogène et ainsi déterminer leur position dans l'espace.

Par ailleurs, on dispose d'un rhéomètre. Le rhéomètre est inséré dans l'IRM. Il s'agit d'un rhéomètre de type Couette cylindrique (figure 3.8a). À l'aide d'un moteur et d'un arbre de rotation (figure 3.8b), il est capable d'imposer des vitesses de rotation de 0,01 à 100 tr/min. La géométrie est composée d'un cylindre interne mis en rotation dans une cuve statique. Les dimensions de la géométrie sont les suivantes : $R_i = 4,15$ cm, $R_e = 6$ cm, $H_{\text{cuve}} = 20$ cm, $H_{\text{cyl}} = 11$ cm. Le cylindre et la cuve sont recouverts de papier de verre pour éviter les effets de glissement aux parois. Il est à noter que le rhéomètre inséré ne peut pas mesurer le couple associé à une vitesse de rotation du cylindre interne. Pour remédier à ce problème, nous avons

mesuré le couple à l'aide d'un rhéomètre standard de marque commerciale Bohlin C-VOR 200 muni de géométrie identique.

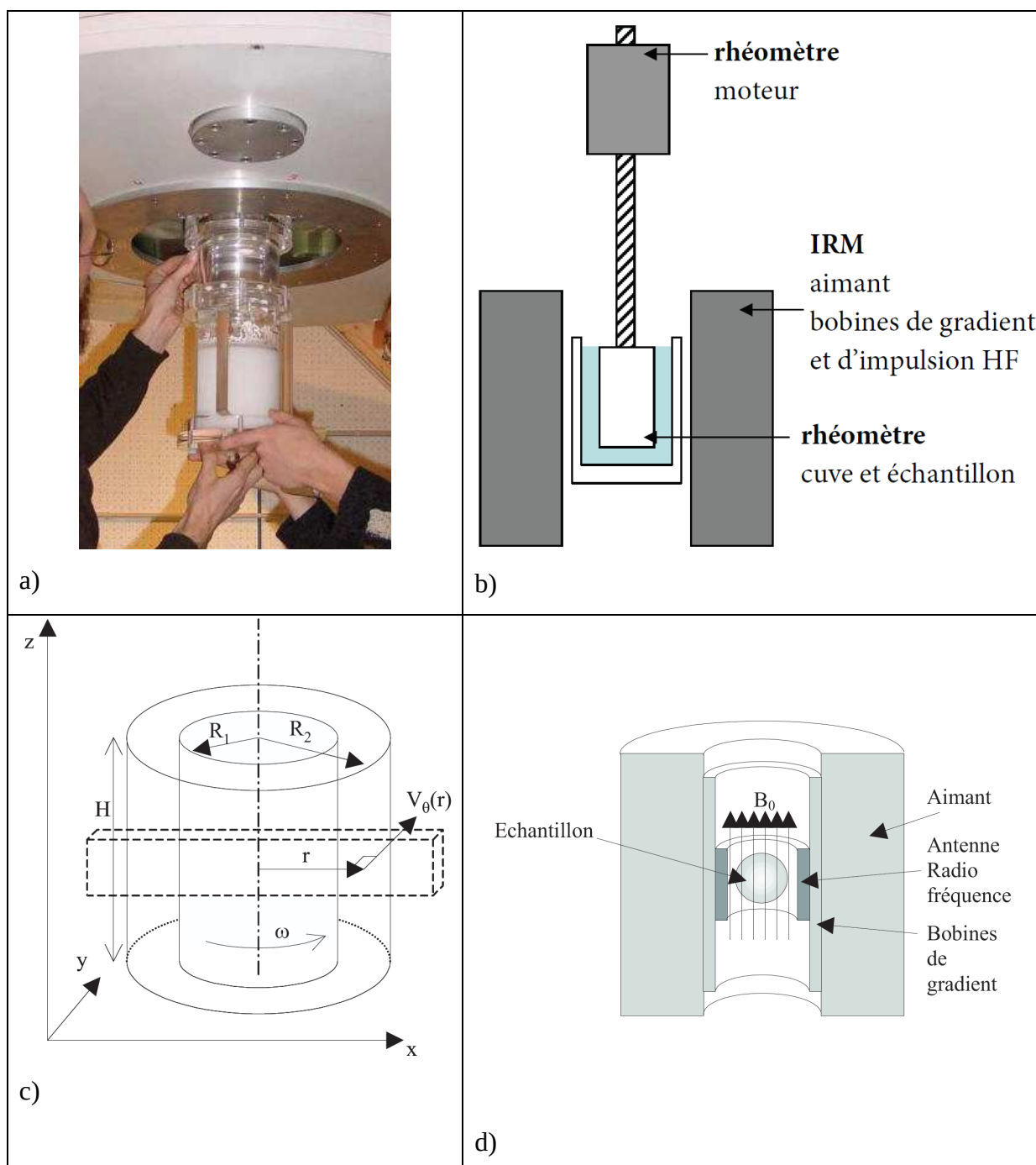


Figure 3.8 - a) Géométrie Couette insérée dans l'IRM. b) Dispositif IRM utilisé c) Représentation de la géométrie Couette et représentation de la position de l'aimant. d) Agencement des différents éléments. *Photos et images issues des travaux de S.Rodts.*

3.3.3 Vélométrie par IRM

Les principes de la séquence RMN utilisée pour la mesure des profils de vitesses ont déjà fait l'objet de descriptions détaillées dans la littérature [Raynaud et al. 2002, Rodts et al. 2004]. L'idée de ces différentes séquences est d'appliquer un gradient de champ $\vec{G}$ et un autre de même intensité avec une polarisation inverse en plus du champ magnétique (figure 3.9).

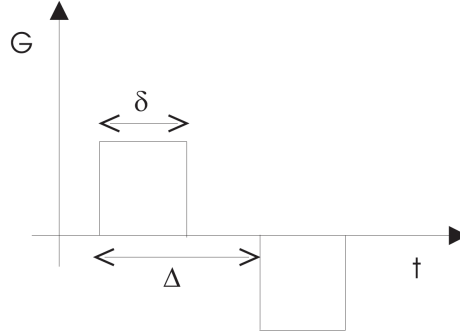


Figure 3.9 - Exemple simplifié d'une séquence RMN pour la mesure de vélocimétrie.

Une paire de gradients de « codage », d'amplitude G , de durée d et séparés par un temps Δ permettent d'introduire sur les profils un déphasage $\phi(r)$ qui dépend de la composante de vitesse $V_\theta(r)$. Le déphasage induit par le mouvement des spins s'écrit selon l'équation 3.5.

$$\phi(r) = \gamma \delta \times \Delta \times \vec{G} \cdot V_\theta(r) \quad (3.5)$$

La séquence utilisée pour mesurer nos profils de vitesse est décrite plus en détail dans [Hanlon et al. 1998, Raynaud et al. 2002, Rodts et al. 2004]. La durée de cette séquence est de l'ordre de quelques millisecondes (figure 3.10).

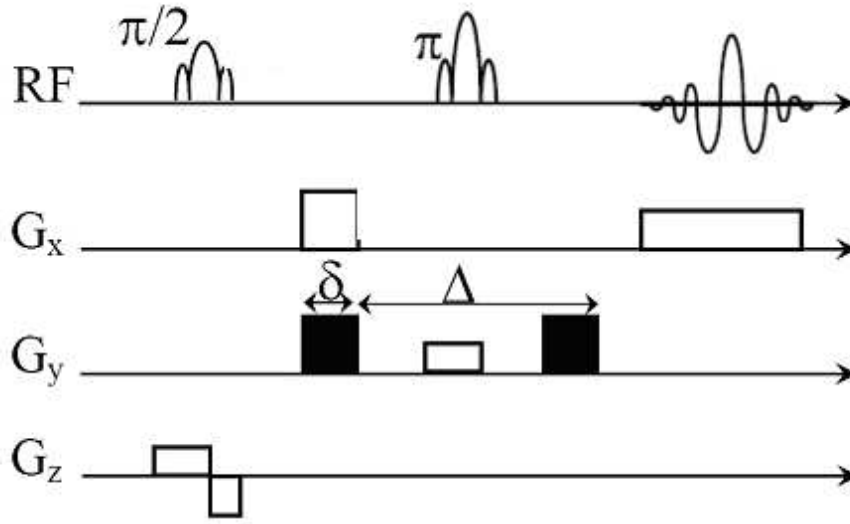


Figure 3.10 - Séquence RMN pour mesurer les profils de vitesse [Rodts 2004].

3.3.4 Profil de concentration

Expérimentalement, un profil de concentration est obtenu en 7min30. Le principe consiste à comparer les densités des protons du fluide et de la suspension. La mesure d'intensité des protons par RMN est représentative de la densité de protons dans l'échantillon, elle-même proportionnelle à la quantité de fluide présent dans la suspension. Ce principe est bien expliqué par [Ovarlez et al. 2006]. Cette mesure permet donc de remonter à la fraction volumique en particules. Dans le cas d'une géométrie Couette, le rapport est le suivant :

$$\phi(r) = \frac{I_0(r) - I_s(r)}{I_0(r)} \quad (3.6)$$

Où $I_0(r)$ est l'intensité du signal RMN du fluide interstitiel et $I_s(r)$ l'intensité du signal dans la suspension.

On peut donc obtenir, dans une géométrie Couette, des profils radiaux selon un axe r décrit sur la figure 3.11 et verticaux selon un axe z de la géométrie comme montré sur la figure 3.12. Plus tard, dans ce chapitre, ces profils nous serviront à mesurer la migration des particules en écoulement ainsi que la sédimentation des particules. La résolution de l'appareil est de l'ordre de $\pm 0.02\%$ pour de fortes concentrations ($\phi=50\%$) [Ovarlez et al. 2006].

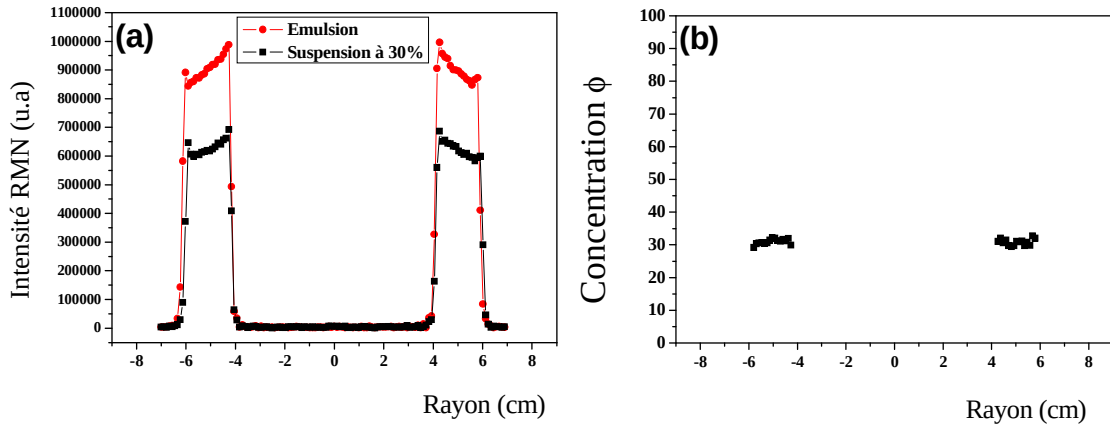


Figure 3.11 - a) Évolution radiale des signaux bruts d'intensité pour une émulsion pure et une suspension à 30% avec la même émulsion. b) Profil de concentration radiale obtenu par différence entre le signal de l'émulsion et celui de la suspension.

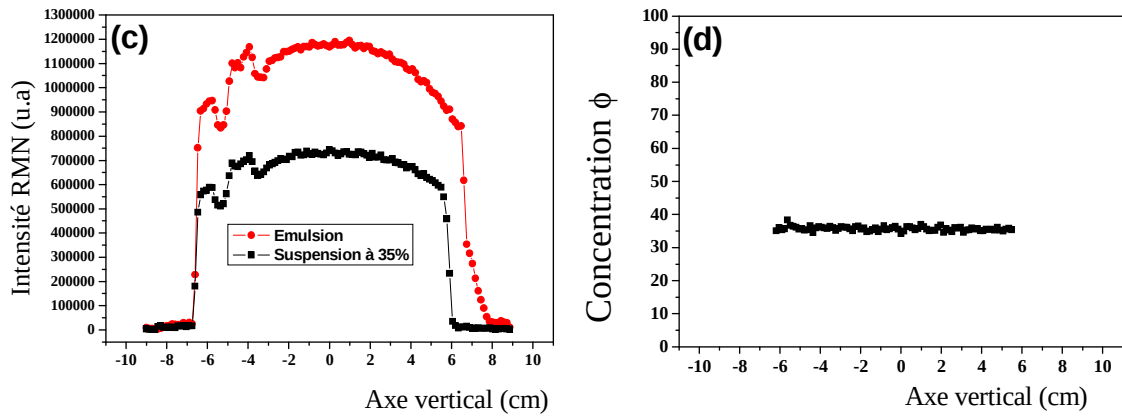


Figure 3.12 - a) Évolution verticale des signaux bruts d'intensité pour une émulsion pure et une suspension à 35% avec la même émulsion. b) Profil de concentration radiale obtenu par différence entre le signal de l'émulsion et celle de la suspension.

3.3.5 Loi de comportement en écoulement à l'échelle locale

3.3.5.1 Protocole de mesure

Le protocole expérimental est divisé en trois parties. Tout d'abord, une rampe de montée en vitesse de rotation de 4 à 100 tr/min (chaque palier de vitesse durant 20 secondes). Il est suivi par une rampe de descente en vitesse de rotation de 100 à 5 tr/min (figure 3.13). Dans le cas des billes de polystyrène, la vitesse de rotation de 100 tr/min entre les deux rampes est maintenue pendant une heure dans le but d'obtenir un état stationnaire de migration au sein de l'entrefer. Dans le cas des sables, cette étape est minimisée du fait de la

différence de densité volumique entre le fluide et les particules de sable. Elle pourrait induire une sédimentation de nos particules durant l'écoulement. Un profil de vitesse locale au sein de l'entrefer est mesuré pour chaque vitesse de rotation. Les profils de concentration le long de la direction radiale et verticale sont mesurés avant et après chaque vitesse de rotation sur le matériau au repos. Il est à noter que le rhéomètre à l'IRM n'est pas capable de mesurer un couple, les mesures de couple sont effectuées sur le rhéomètre standard suivant le même protocole et histoire d'écoulement. Ce protocole s'applique sur les expérimentations faites par IRM et par rhéométrie conventionnelle.

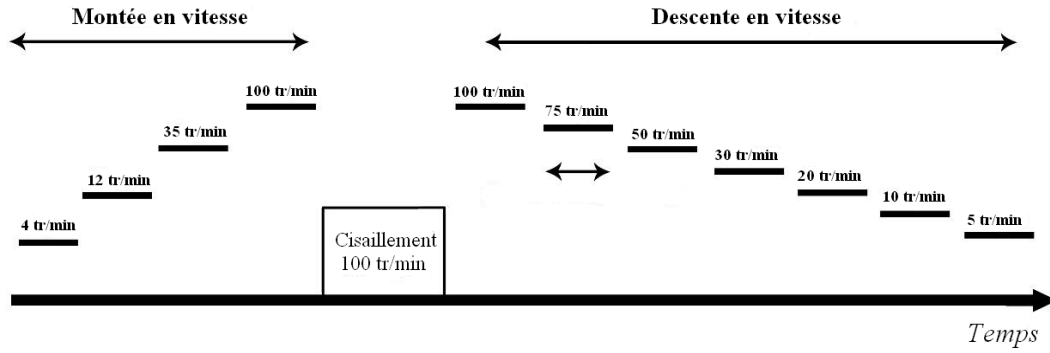


Figure 3.13 - Protocole expérimental et d'histoire d'écoulement dans les deux rhéomètres.

3.3.5.2 Construction d'une courbe d'écoulement à l'échelle locale

La construction d'une courbe d'écoulement à l'échelle locale se détermine en plusieurs étapes. La première étape est de déterminer la contrainte dans l'entrefer $\tau(r)$ en supposant que l'écoulement est à symétrie cylindrique. La distribution des contraintes de cisaillement dans l'entrefer est connue quel que soit le matériau. Elle est obtenue sous forme de mesure macroscopique et s'écrit :

$$\tau(r) = \frac{C}{2\pi H r^2} \quad (3.7)$$

où C est le couple appliqué sur le cylindre interne, r le rayon et H la hauteur du mobile. Le taux de cisaillement local est déduit à partir des profils de vitesse mesurés avec l'IRM. Il est calculé en utilisant la relation suivante:

$$\dot{\gamma}(r) = \frac{V(r)}{r} - \frac{dV(r)}{dr} \quad (3.8)$$

Dans un matériau hétérogène, la fraction volumique locale $\phi(r)$ est aussi mesurée (section 3.3.4). Connaissant les contraintes de cisaillement $\tau(r_i)$, le taux de cisaillement local $\dot{\gamma}(r)$ et la fraction volumique locale à un rayon donné r pour une vitesse de rotation donnée Ω en tr/min, on peut tracer la loi de comportement local $\tau(\dot{\gamma})$, valide pour des mesures de concentration locale $\phi(r)$, en utilisant le protocole de mesure décrit à la section 3.3.5.1 (figure 3.13).

3.3.5.3 Exemple de construction de courbe d'écoulement

Un exemple de construction d'une telle courbe est donné à la figure 3.14. En pratique, nous mesurons le couple en rhéométrie conventionnelle et la vitesse d'écoulement en évaluant le profil de vitesse à l'aide de l'IRM.

Le gradient de vitesse ou taux de cisaillement est calculé expérimentalement en associant les vitesses d'écoulement de la suspension par la méthode des différences des plus proches voisins. Connaissant la vitesse d'écoulement en tout point de l'entrefer $V(r_i)$, on en déduit le taux de cisaillement $\dot{\gamma}(r_i)$ pour chaque vitesse de rotation Ω du cylindre interne. Le taux de cisaillement est calculé à partir d'une discrétisation de l'équation 3.8 donnant le taux de cisaillement en fonction du rayon R dans une géométrie Couette :

$$\dot{\gamma}_i = \frac{V_j}{r_j} - \frac{V_{j+1} - V_{j-1}}{r_{j+1} - r_{j-1}} \quad (3.9)$$

Où V_j est la vitesse au point de rayon indexé j et R_j le rayon considéré.

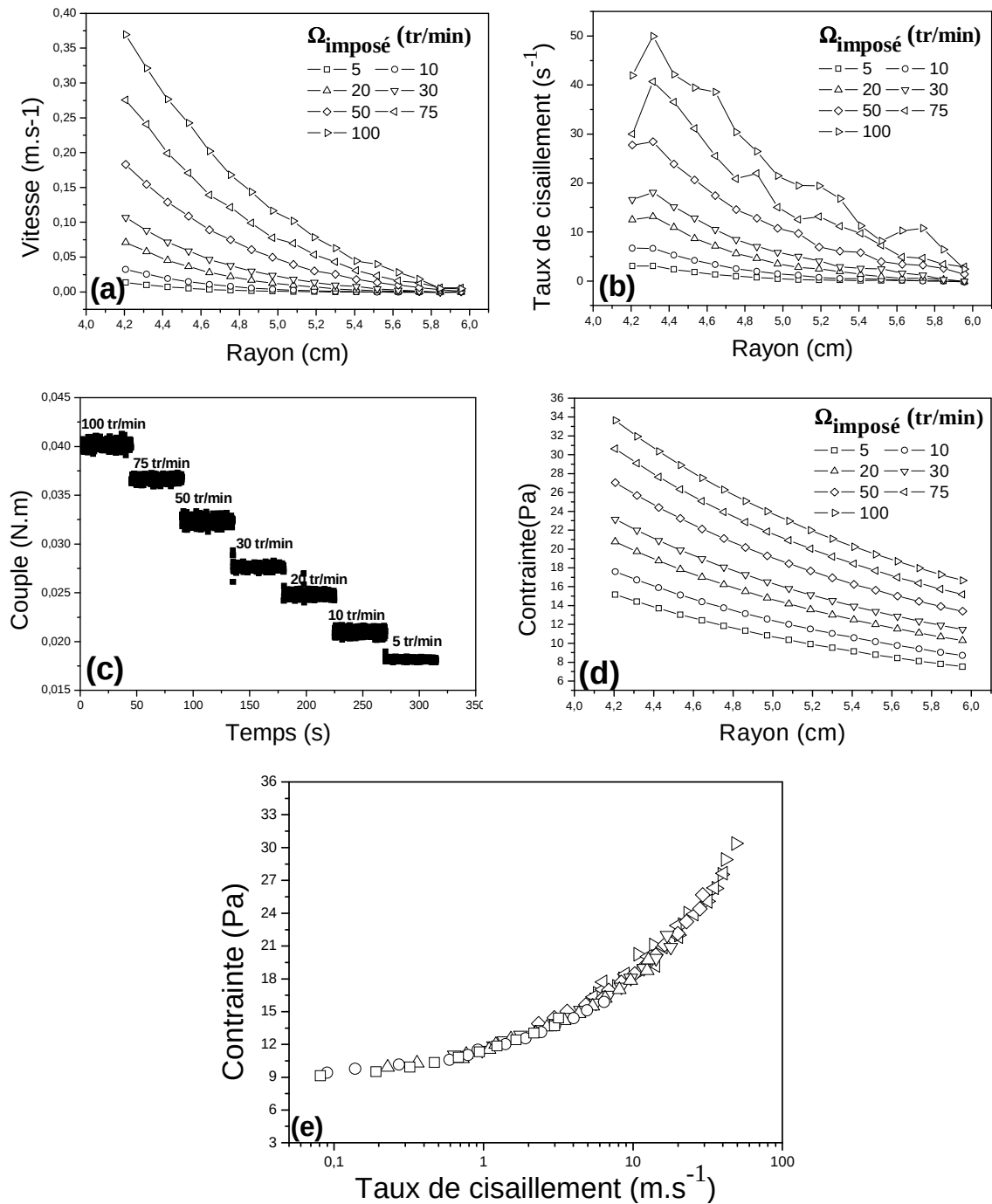


Figure 3.14 - Construction de la courbe d'écoulement : exemple d'une émulsion pure. (a) Vitesse d'écoulement de la préparation en fonction du rayon pour plusieurs vitesses de rotation du cylindre interne. (b) Gradient de vitesse déduit de la vitesse d'écoulement en fonction du rayon pour plusieurs vitesses de rotation du cylindre interne (Eq.(2.4)). (c) Couple mesuré pour plusieurs vitesses de rotation. (d) Contrainte déduite du couple en fonction du rayon pour plusieurs vitesses de rotation (Eq.(2.5)). (e) Courbe d'écoulement résultant des courbes (b) et (d).

3.3.6 Prise en compte de la migration et de la localisation durant l'écoulement

3.3.6.1 Phénomène de migration et de sédimentation

La rotation du cylindre interne provoque une migration des particules vers le cylindre externe (figure 3.15). Cette hétérogénéité radiale est plus présente pour les faibles concentrations. Par ailleurs, après chaque série de rotation, il est important de vérifier que la suspension ne sédimente pas.

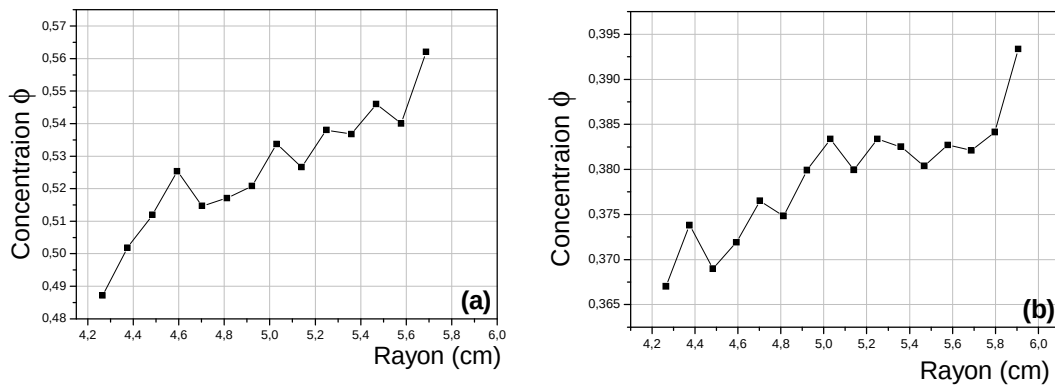


Figure 3.15 - Profils de concentration radiaux de la cellule à une suspension de 52% des particules de polystyrène bi-disperses dans une émulsion, après un écoulement d'une heure à 100 tr/min (a) et une suspension de sable S_2 de 38% après la rampe de montée en vitesse (b).

Il est souvent considéré dans la littérature que la migration dans les matériaux cimentaires est un phénomène progressif et qu'il est donc possible de mesurer le comportement du système avant toute migration des particules tout en ne perturbant pas les données mesurées. Ceci vient de la littérature de la migration dans les suspensions newtoniennes, où il a été en effet observé que c'est habituellement un phénomène diffusif lent [Leighton et Acrivos 1987, Abbott et al. 1991, Graham et al. 1991, Philipps et al. 1992, Nott and Brady 1994, Mills et Snabre 1995, Morris and Boulay 1999, Shapley et al. 2004]. Seules quelques études ont été menées dans des fluides viscoélastiques [Tehrani 1996, Huang and Joseph 2000, Lormand and Phillips 2004]. Toutefois, il a été récemment démontré qu'à très haute fraction volumique en particules, la migration peut être très rapide dans certains cas et ne peut donc pas être évitée [Ovarlez et al. 2006]. En cohérence avec ces dernières observations, dans nos expériences, nous avons observé que la migration se produit presque instantanément lors du cisaillement du matériau. En effet, à la fin de la première rampe, la suspension est déjà hétérogène (figure 3.15b), montrant que la migration se produit en moins

de 50 rotations du cylindre interne. Expérimentalement, ce phénomène se produit plus rapidement pour des suspensions à fortes fractions volumiques.

Après avoir observé la migration suivant la direction radiale de notre cellule de Couette, nous intéressons à l'observation de l'hétérogénéité suivant la direction verticale. Les profils de concentration selon la direction verticale de notre cellule de Couette ont été enregistrés après chaque rotation du cylindre interne. Ces profils sont présentés sur la figure 3.16.

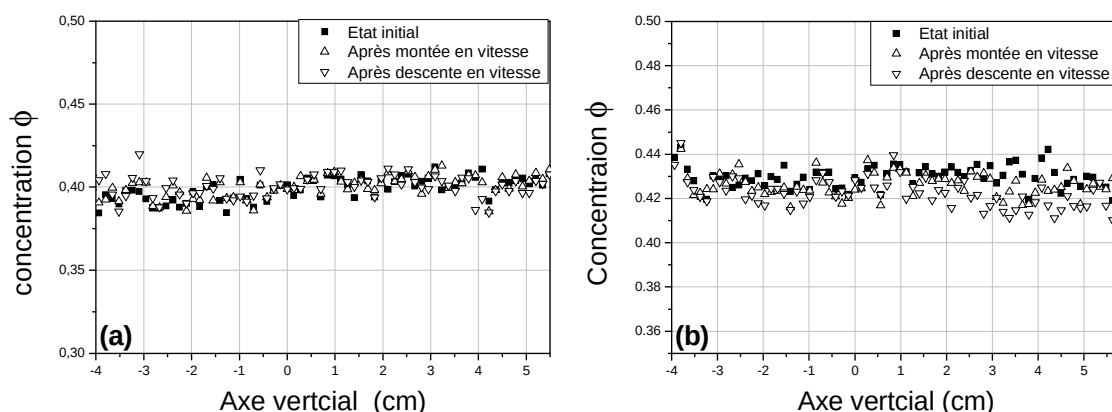


Figure 3.16 - profils verticaux de concentration le long de l'axe Z de la cellule à une suspension de 39% de S_1 sable dans une émulsion (a) et une suspension de 43% de sable S_2 (b).

La variation de la concentration des particules est induite par la sédimentation de la plupart des matériaux testés dans cette étude. Celle-ci est moins importante que celle induite par la migration radiale. Elle est, par exemple, négligeable sur la figure 3.16a et de l'ordre de 5% dans la partie supérieure de la cellule sur la figure 3.16b. On peut noter que, bien que les deux mélanges aient été stables au repos, la sédimentation sur la figure 3.16b se produit lors de l'écoulement.

3.3.6.2 Localisation du champ de vitesse

Nous avons représenté sur la figure 3.17 la vitesse tangentielle relative (*i.e* le rapport entre la vitesse tangentielle et la vitesse tangentielle à la surface du cylindre interne) en fonction du rayon dans l'entrefer pour une suspension de sable S_2 dans une émulsion. Il est d'abord possible d'observer que le glissement à la surface du cylindre interne est négligeable. On observe une diminution de la vitesse dans l'entrefer et l'existence de deux zones distinctes: une zone cisailée et une zone non cisailée. La frontière entre ces deux zones est

située à un rayon critique r_c , qui augmente avec la concentration en particules et la vitesse de rotation du cylindre intérieur.

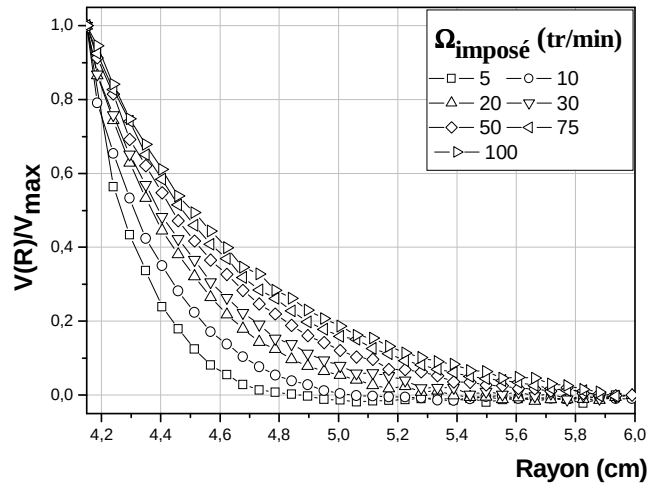


Figure 3.17 - Vitesse tangentielle en fonction du rayon dans l'entrefer pour une suspension composée d'émulsion et sable S_2 de taille 160-200 μm .

Le rayon critique est associé au seuil d'écoulement de la suspension [Coussot 2002]. Ainsi, à partir de la mesure du rayon critique, on peut remonter au seuil d'écoulement $\tau_y(\phi)$ par la relation suivant :

$$\tau_y(\phi) = \frac{C}{2\pi H r_c(\phi)^2} \quad (3.10)$$

3.3.6.3 Reconstruction d'une courbe d'écoulement en tenant compte de la migration des particules

Dans la section 3.3.5.3, nous avons vu la reconstruction d'une courbe d'écoulement dans un système homogène. Nous avons aussi mis en évidence, dans la section 3.3.6.1 et dans le cadre de nos essais expérimentaux, une migration des particules vers la zone non cisailée, ici, vers le cylindre externe d'une géométrie Couette. Dans notre protocole expérimental, nous avons mesuré des profils de concentration avant et après chaque série de rotation du cylindre interne, dans le but de vérifier la présence d'un état stationnaire de migration. Dans ce cas, le matériau devient hétérogène. Nous pouvons ainsi reconstruire une courbe d'écoulement en tenant compte de cette migration et obtenir à partir d'une seule concentration plusieurs courbes d'écoulement. Le procédé de reconstruction est le même que précédemment,

cependant, on sépare ici l'entrefer en plusieurs parties. On associe une portion d'entrefer à une concentration à peu près constante, et on reconstruit ainsi la courbe d'écoulement pour la concentration réelle en particule avec une marge d'erreur très faible.

Les profils de concentration nous permettent de déterminer les portions d'entrefer pour lesquelles on considère l'écoulement de la suspension homogène. On obtient donc une courbe d'écoulement à une concentration réelle et non pas à une concentration moyenne dans l'entrefer. Par exemple, à partir d'une suspension homogène de concentration initiale de 38% en particule, on a défini deux zones de concentrations respectivement de 37 et 38,5% (figure 3.18a).

On constate bien que les courbes reconstruites en tenant compte de la migration sont bien distinctes (figure 3.18c). Pour une concentration de 37%, on considère la partie de l'entrefer proche du cylindre interne. Dans cette portion de l'entrefer le matériau s'écoule sans phénomène de localisation pour des taux de cisaillement élevés (figure 3.18b). A l'inverse, pour des taux de cisaillement faibles, inférieurs à $3s^{-1}$, le phénomène de localisation est bien présent. Ceci a pour conséquence une difficulté d'extraction de la mesure du seuil d'écoulement. Au contraire, pour une concentration de 39%, nous obtenons peu de valeurs à fort taux de cisaillement et beaucoup de valeurs pour des taux de cisaillement faibles. Pour cette concentration, on peut extrapoler pour obtenir un seuil d'écoulement. En revanche la consistance est moins bien déterminée.

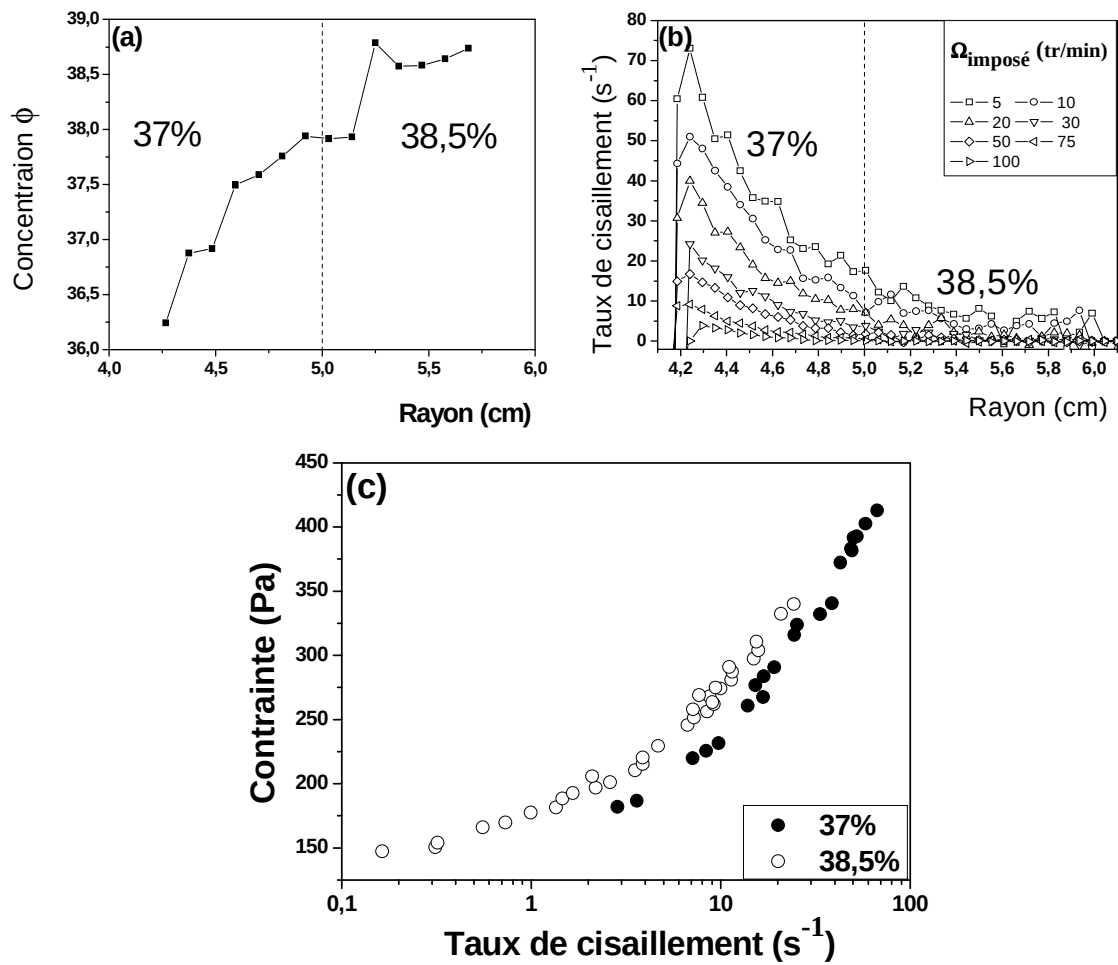


Figure 3.18 - Principe de reconstruction d'une courbe d'écoulement à l'échelle locale dans un matériau hétérogène. Cas d'une suspension homogène de 38% de sable S_2 . (a) Profil de concentration radiale dans l'entrefer pour une suspension homogène de 38% de sable S_2 et délimitation en deux parties des concentrations locales. (b) Profils de vitesse orthoradiale en fonction du rayon et découpés en deux zones. (c) Courbes d'écoulement résultants de ce découpage pour 37 et 38,5%.

3.3.7 Problèmes expérimentaux

Dans le cas de notre étude, nous avons utilisé une suspension composée de sable dans une émulsion inverse. La présence de limaille de fer dans les échantillons de sable a entraîné une perturbation du signal IRM, empêchant ainsi l'obtention de données propres. Pour remédier à ce problème, nous avons dû ôter la totalité de la limaille de fer présente à l'aide d'une tige aimantée. Cela a aussi eu pour conséquence une déstructuration de l'émulsion qui se sépare en phases distinctes. Afin de s'assurer de la stabilité de l'émulsion, il a ainsi fallu

préparer plusieurs gâchées d'émulsion, une gâchée servant pour un jour de manipulation. Une autre raison de la perturbation du signal IRM est la présence d'oxyde de fer dans nos échantillons de sable. Le signal IRM issu des profils de vitesse et de concentration est fortement bruité.

Un autre problème est obtenu avec des concentrations élevées. Le couple maximum que nous pouvons imposer au rhéomètre conventionnel est de 0.2 N.m, valeur atteinte très rapidement avec des concentrations élevées. Il a fallu diminuer la hauteur du cylindre interne pour les fortes concentrations.

Le rhéomètre et le moteur sont reliés par un arbre de trois mètres de hauteur. Une vitesse de rotation trop élevée entraîne un décentrage trop important du cylindre interne. Il entraîne aussi un décalage entre la position centrale de la cuve et celle de l'IRM. Dans notre cas, elle est de l'ordre de 0.05 cm. Ce décalage est bien pris en compte dans la mesure de profil de concentration et de vitesse.

Malgré toutes ces contraintes, nous avons pu mener à bien les manipulations et ainsi reconstruire des courbes d'écoulement à l'échelle locale en tenant compte de la migration des particules.

3.3.8 Études sur matériaux modèles, artefact de mesure

En raison de la difficulté intrinsèque de la mesure de viscosité et en raison du rôle fondamental du seuil d'écoulement au cours des procédés de coulée, la plupart des études portant sur les propriétés de nouveaux matériaux à base cimentaire se concentrent principalement sur le seuil statique et/ou dynamique [Roussel 2007a]. Ce paramètre peut être mesuré par des rhéomètres, mais aussi par des essais empiriques tels que l'essai d'étalement ou d'écoulement [Roussel et al. 2006, Roussel et al. 2005a], L-box [Nguyen et al. 2006, Roussel 2007b], mini cône [Roussel 2005b] ou l'écoulement en canal [Roussel et al. 2007b]]. Même si les résultats issus du cône de Marsh [Roussel et al. 2005c] ou du test de l'entonnoir en V sont parfois corrélés à la viscosité, seuls les rhéomètres donnent théoriquement accès à la valeur de la viscosité plastique. Toutefois, il a été récemment démontré que des artefacts se produisent lors des mesures de viscosité sur les systèmes contenant un fluide et des particules [Ovarlez et al. 2006, Ovarlez et al. 2010]. Par exemple, le cisaillement induit la migration ou la sédimentation des particules qui se produit dans l'entrefer [Ovarlez et al. 2006]. En outre, l'écoulement se localise fréquemment dans l'entrefer [Jarny et al. 2005, Jarny et al. 2008].

Ces artefacts peuvent induire en apparence un comportement non newtonien qui n'est pas représentatif du comportement réel du matériau. Ces artefacts, qui dépendent fortement du rhéomètre utilisé, pourraient être à l'origine de la grande disparité entre les valeurs des paramètres rhéologiques mesurées à l'aide de divers rhéomètres à béton [Ferraris et al. 2001, Ferraris et al. 2004]. Il a en effet été démontré [Ferraris et al. 2001, Ferraris et al. 2004] que cet écart peut atteindre un facteur 4 pour le seuil d'écoulement et un facteur 9 pour la viscosité plastique entre deux rhéomètres mesurant les propriétés d'un même matériau (figure 3.19). Il est toutefois possible ici d'éliminer ces artefacts et d'avoir accès à la loi de comportement locale et réelle. Pour cela, comme expliqué précédemment, on identifie le comportement rhéologique de la suspension étudiée en mesurant les vitesses locales et les concentrations locales de particules du matériau grâce à la technique de l'imagerie par résonance magnétique (IRM).

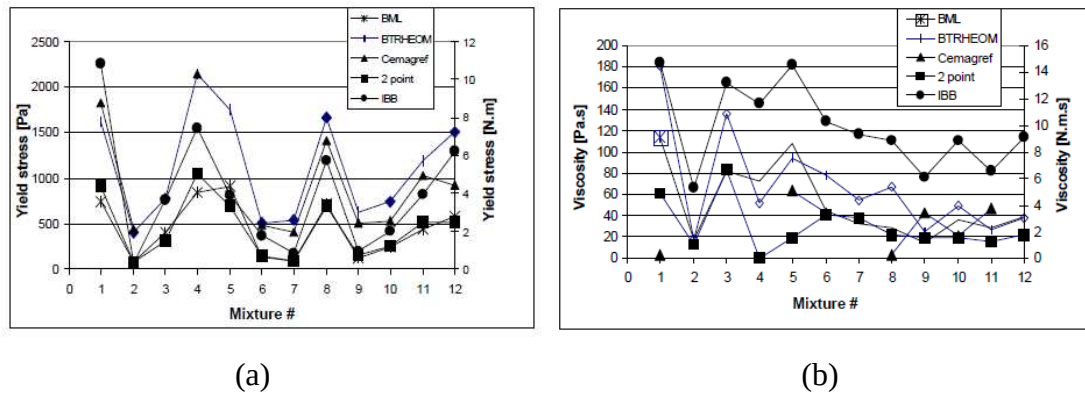


Figure 3.19 - Disparité entre les valeurs de seuil d'écoulement (a) ou de viscosité plastique (b) mesurées à l'aide de divers rhéomètres à béton [Ferraris et al. 2004].

Dans cette partie, nous comparerons les mesures macroscopiques et locales du comportement rhéologique des suspensions de particules de sable dans des fluides à seuil modèle (émulsions). Nous chercherons à illustrer les conséquences potentielles d'artefacts sur les mesures de la courbe d'écoulement des matériaux cimentaires.

3.3.8.1 Mesures macroscopiques

La manière classique de calculer la contrainte de cisaillement, le taux de cisaillement macroscopique et la vitesse de rotation consiste à a) calculer la contrainte de cisaillement à la surface du cylindre interne ($r = r_i$) en utilisant l'équation 3.10 ; b) calculer le taux de cisaillement comme $\dot{\gamma} = 2\pi\Omega / \delta$ où δ est l'écart entre le cylindre interne et externe dans une

géométrie Couette. La courbe d'écoulement obtenue est tracée sur la figure 3.21 pour une suspension contenant 38 % de sable S₂ dans une émulsion (figure 3.20).

Ces mesures macroscopiques peuvent être corrigées en utilisant la méthode proposée par [Nguyen et Boger 1987] afin de tenir compte de la zone localisée. Cette méthode a été utilisée pour des pâtes de ciment. Le taux de cisaillement est calculé à partir des mesures macroscopiques selon l'équation suivante:

$$2C \frac{d\Omega}{dC} = \dot{\gamma}(\tau(r_i)) - \dot{\gamma}(\tau(r_o)) \quad (3.11)$$

Ou encore

$$2\tau(R_i, \Omega) \times \frac{d\Omega}{d\tau(R_i, \Omega)} = \dot{\gamma}[\tau(R_i)] - \dot{\gamma}[\tau(R_o)] \quad (3.12)$$

Nous sommes ensuite sur une série de couples décroissants dans un rapport $\beta = (r_i / r_e)^2$. Ce rapport correspond au rapport entre les contraintes au cylindre interne et cylindre externe d'une géométrie Couette. Il est égal à 2.09. Comme, nécessairement un gradient de vitesse nul est associé à un couple nul, on a finalement [Jarny et Coussot 2002] :

$$\dot{\gamma}(\tau_i) = \sum_{p=0}^{\infty} \left(2\tau(R_i, \Omega) \times \frac{d\Omega}{d\tau(R_i, \Omega)} \right)_{\beta^p \tau_i} \quad (3.13)$$

L'application de cette méthode conduit à des lois de comportement corrigées et tracées sur la figure 3.20 et 3.21.

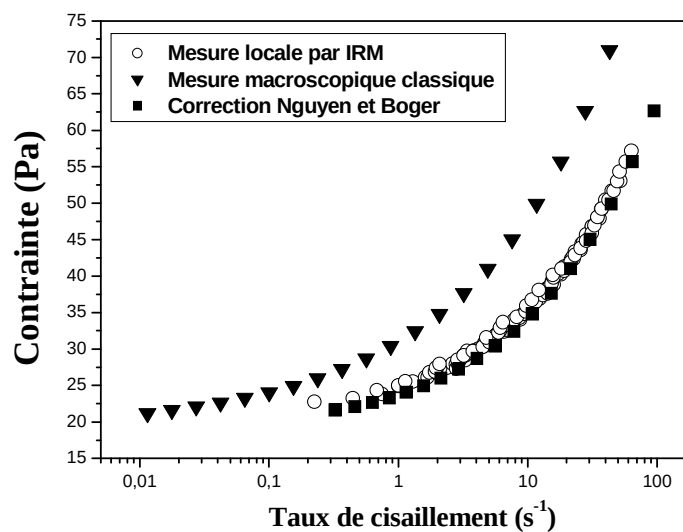


Figure 3.20 - Comparaisons entre les courbes d'écoulement macroscopique et à l'échelle locale dans le cas d'une émulsion pure.

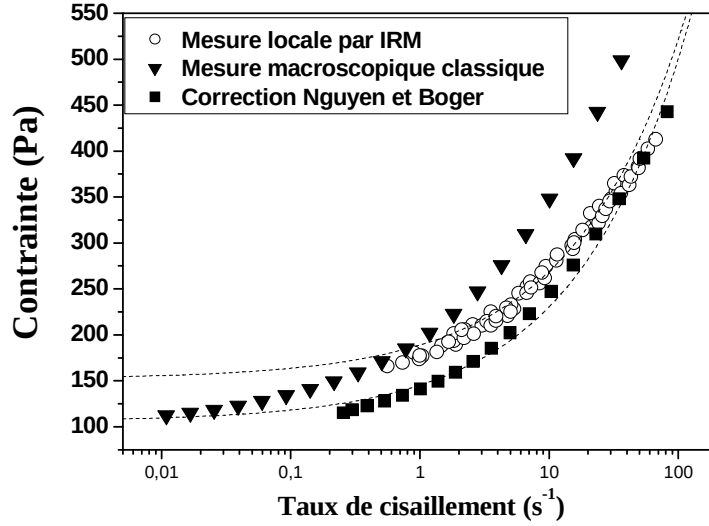


Figure 3.21 - Comparaisons entre les courbes d'écoulement macroscopique et à l'échelle locale dans le cas d'une suspension composée d'émulsion et 38% de sable S₂.

En appliquant cette méthode dans le cas d'une émulsion pure sans ajout de particule (figure 3.20), nous obtenons une superposition de la courbe d'écoulement macroscopique avec correction de la localisation et la courbe d'écoulement à l'échelle locale. Par contre quand on ajoute des particules dans cette émulsion (figure 3.21), les deux courbes d'écoulement ne se superposent pas. L'erreur entre la mesure locale et macroscopique est de l'ordre de 30% pour le seuil d'écoulement et de 20% pour la viscosité apparente pour des taux de cisaillement allant jusqu'à 10s⁻¹. L'origine de cet écart tient du fait que l'approche de Nguyen et Boger n'est valable que pour un matériau homogène, ce qui n'est pas le cas ici. Si le matériau est homogène, il peut en effet être établi que la mesure locale donne les mêmes valeurs dans le cas de mesure locale et macroscopique avec l'approche de Nguyen et Boger.

3.3.8.2 Effet de la fraction volumique sur les artefacts

Dans cette section, nous mettons l'accent sur l'effet de ces paramètres spécifiques sur les mesures du seuil d'écoulement et la viscosité apparente pour une gamme de fractions volumiques. Pour cela, nous avons ajusté nos données expérimentales avec le modèle d'Herschel-Bulkley $\tau_{c_{loc}}(\phi) + \eta_{HB_{loc}}(\phi)\dot{\gamma}^n$ pour des mesures locales et $\tau_{c_{macro}}(\phi) + \eta_{HB_{macro}}(\phi)\dot{\gamma}^n$ pour des mesures macroscopiques avec l'approche de Nguyen et Boger avec l'exposant d'Herschel-Bulkley n égal à 0,5 (figure 3.22).

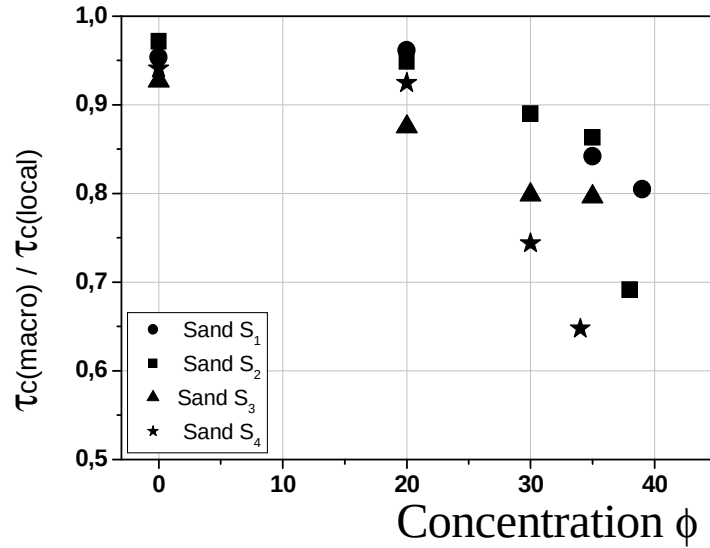


Figure 3.22 - Rapport entre le seuil d'écoulement macroscopique et le seuil d'écoulement local en fonction de la fraction volumique en particule (sable de taille 160-200 μm).

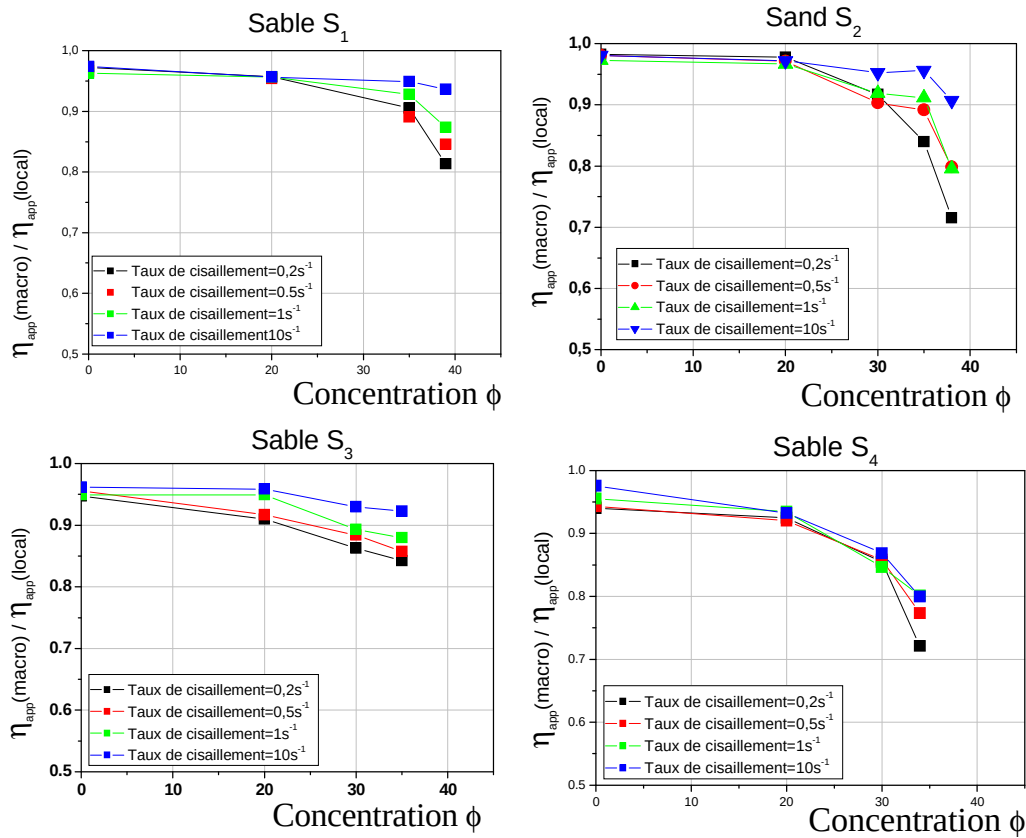


Figure 3.23 - Rapport entre la viscosité apparente macroscopique et la viscosité apparente locale en fonction de la fraction volumique en particule pour différent taux de cisaillement (sable de taille 160-200 μm).

Ce sont pour les fractions volumiques en particules plus élevées que les conséquences de la migration sur la mesure de la contrainte seuil ainsi que sur la viscosité plastique du

matériau sont les plus fortes. Dans le cas des plus fortes fractions volumiques en particules, l'erreur induite sur la mesure du seuil d'écoulement est de l'ordre de 20% (figure 3.22). Cette erreur semble toutefois augmenter fortement quand la compacité de nos particules tend vers la compacité maximale. Ceci est dû à la forte sensibilité des paramètres rhéologiques à la fraction volumique locale dans ces régimes.

Il est possible d'extrapoler à partir des résultats des figure 3.22 et figure 3.23 que, à l'approche de ϕ_{div} (i.e. fractions volumiques typiques d'un béton), l'erreur induite pourrait atteindre la valeur de l'ordre de plusieurs dizaines de pourcents dans le cas du seuil d'écoulement (figure 3.22) et un facteur d'ordre 20 dans le cas de la viscosité apparente. Cela signifie que la migration des particules, qui dépend fortement de la géométrie du rhéomètre, pourrait expliquer la divergence entre les rhéomètres à béton (figure 3.19). On pourrait penser qu'il n'y a aucune ségrégation des échantillons dans les rhéomètres à béton parce que le couple mesuré à une vitesse de rotation donnée avant et après la procédure d'essai est identique [Geiker et al. 2002] (figure 3.24). Cependant, nous avons vu dans nos expériences que la plupart de la migration se produit après quelques rotations du cylindre interne. Un test de ségrégation est habituellement fait après une série de mesure de couples, pour vérifier si le matériau a subi une migration ou sédimentation durant l'essai. Un protocole expérimental extrait de [Geiker et al. 2002] est montré ci-dessus. Ce type de protocole est souvent utilisé dans la littérature [Heirman 2008, Wallevik 2009]. On voit ici que le test ne prouve rien car la migration est quasi instantanée et a pu se produire préalablement au test (ici dans les 50 premières secondes de l'écoulement).

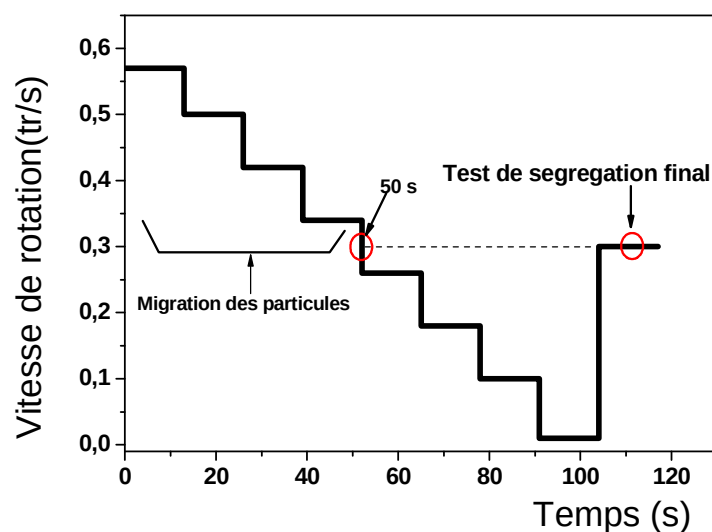


Figure 3.24 - Protocole de mesure utilisé couramment dans les rhéomètres à béton.

3.3.9 Extrapolation au mortier et béton

L'appareil utilisé dans les essais présentés ci-dessous est le Rhéocad. Il est souvent utilisé au sein du *LCR* pour caractériser les matériaux de chez Lafarge. Le but est de comparer des mesures de viscosités apparentes au Rhéocad avec une mesure locale faite par l'IRM à différentes concentrations.

3.3.9.1 Description de l'appareil RhéoCAD®

Le Rhéocad est un malaxeur instrumenté, développé en interne par *Lafarge Centre de Recherche* en coopération avec la société *CAD* (figure 3.25). Il permet d'effectuer des mesures rhéologiques avec des volumes plus importants qu'un rhéomètre classique. On peut l'utiliser pour des suspensions avec de plus grosses particules telles que des mortiers de béton. La taille des plus gros granulats admissibles est de 5 mm.



Figure 3.25 - Vue générale RhéoCAD400

- | | |
|--|-------------------------------------|
| (1) Boîtier de commande | (6) Levier de commande position bol |
| (2) Arrêt d'urgence | (7) Carter transparent |
| (3) Goupille de blocage bras support bol | (8) Bras support bol |
| (4) Marche/Arrêt | (9) Bol |
| (5) Affichage boîtier de commande | |

Ce type d'appareil ne mesure que la vitesse et le couple correspondant. Sa gamme de vitesse est comprise entre 0,01 tr/min et 250 tr/min. La géométrie utilisée pour nos expérimentations est une géométrie hélicoïdale qui possède une face lisse et une face rugueuse afin d'éviter le glissement (figure 3.26). Une pale racleuse est aussi utilisée pour homogénéiser la suspension durant l'essai. La cuve utilisée a une capacité de 2 litres.



Figure 3.26 - Géométrie hélicoïdale avec pale racleuse.

Le logiciel utilisé avec le Rhéocad n'est pas capable de faire lui-même des calculs de contrainte, gradient de vitesse et de viscosité. Pour remédier à ce problème, l'instrumentation a été calibrée afin d'obtenir des coefficients de conversion entre vitesse et gradient de vitesse, couple et contrainte. La calibration a été développée en interne par *Lafarge Centre de Recherche*. Nous avons vérifié la validité de la calibration de l'appareil avec nos mesures faites par IRM. Le fluide utilisé pour cette vérification est une émulsion inverse. D'après la figure 3.27, nous observons clairement que le Rhéocad est très bien calibré dans le cas de notre fluide à seuil.

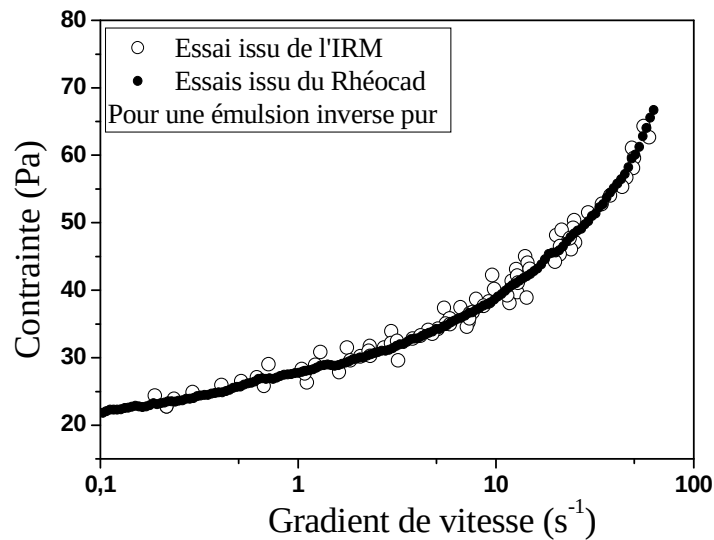


Figure 3.27 - Comparaison entre les courbes d'écoulement issues de l'IRM et du Rhéocad dans le cas d'une émulsion pure.

3.3.9.2 Influence de la fraction volumique sur les mesures au RhéoCAD

Nous avons vu précédemment que l'erreur de mesure de la viscosité induite par une géométrie Couette est due à la migration des particules durant l'écoulement. Ce phénomène de migration est irréversible et apparaît quasi instantanément.

Cette fois-ci, nous avons remplacé cette géométrie de mesure par une hélice double pas (figure 3.26) dans le but de minimiser le phénomène de migration. En effet, on s'attend à ce que la suspension soit malaxée durant l'écoulement, et ainsi obtenir une suspension homogène tout au long de l'essai.

Pour vérifier l'homogénéité de nos suspensions durant l'écoulement, nous avons réalisé deux procédures standard de mesure. La première avec un pré-cisaillement suivi d'une montée logarithmique en vitesse de 0,01 à 250 tr/min pendant 120 secondes et d'une descente logarithmique en vitesse de 250 à 0,01 tr/min pendant 120 secondes (figure 3.28a). La seconde procédure étant identique sans pré-cisaillement (figure 3.28b).

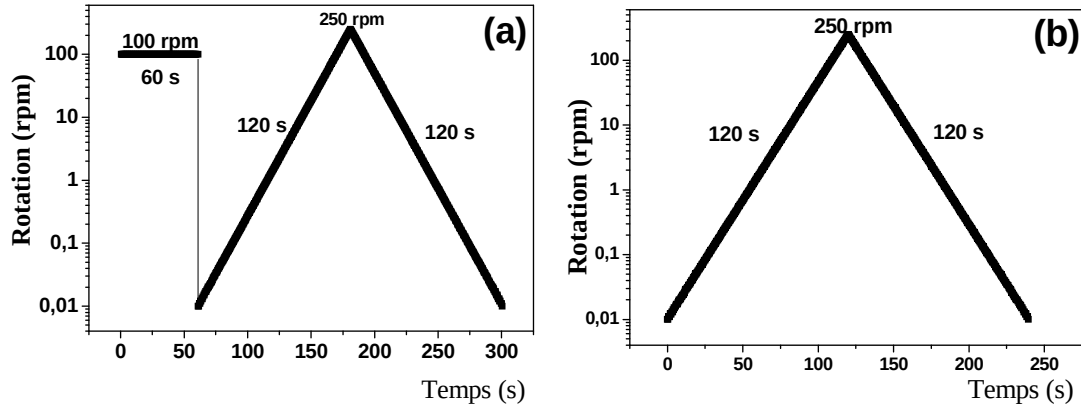


Figure 3.28 - Procédures de mesure a) avec pré-cisaillement b) sans pré-cisaillement.

Les premiers essais ont été réalisés avec un pré-cisaillement, c'est un protocole standard utilisé par *Lafarge Centre Recherche* pour ce genre d'essai sur mortier. Nous avons donc comparé les courbes d'écoulement issues de ce protocole avec les courbes d'écoulement à l'échelle locale issues des essais IRM. Les suspensions étudiées sont composées d'une émulsion inverse et de sables polydisperses de Seine (sable S_1) de taille 160-1000 μm à 20%, 30%, 35%, 40%, 45% en fraction volumique solide.

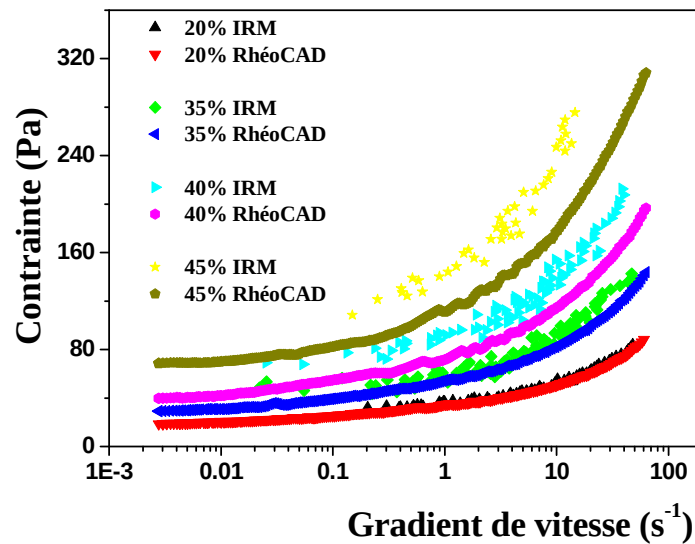


Figure 3.29 - Comparaison entre les courbes d'écoulement à l'échelle locale (IRM) et celle issues de mesures au RhéoCAD pour un protocole avec pré-cisaillement.

Nous observons dans la figure 3.29 un écart entre les courbes d'écoulement issues de mesures macroscopiques (RhéoCAD) et locales (IRM) pour les concentrations étudiées. Cet écart augmente avec la concentration en particules. Nous avons représenté cet écart d'une

façon différente en représentant dans la figure 3.30 le rapport entre la viscosité apparente macroscopique et locale à différentes fractions volumiques. On observe clairement que l'erreur de mesure induite par les mesures au RhéoCAD augmente avec la concentration en particules pour atteindre environ 25% pour une concentration de 45% en particules de sable S_1 de taille 160-1000 μm .

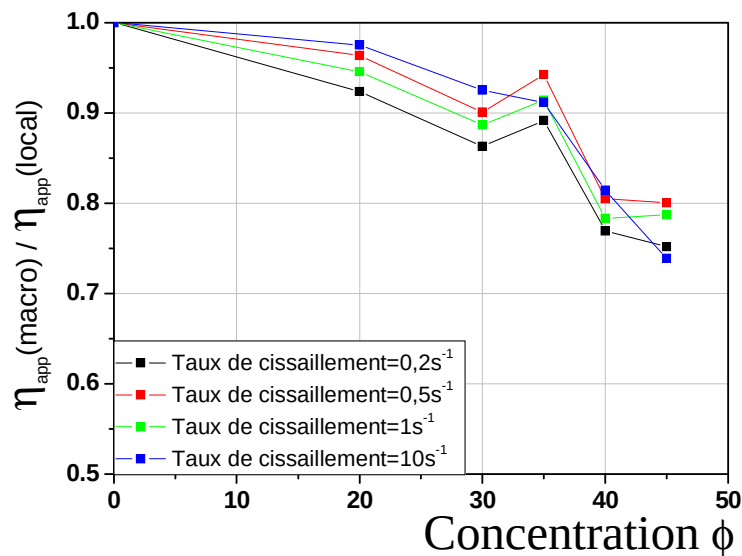


Figure 3.30 - Comparaison entre viscosités apparentes macroscopiques et locales.

L'écart entre une mesure de la viscosité locale et une mesure macroscopique peut être dû principalement à deux phénomènes. Le premier artefact de mesure peut être dû à la migration des particules induite par le cisaillement vers la paroi de la cuve (zone de plus faible cisaillement) comme dans le cas d'une géométrie Couette. Le second artefact de mesure peut être dû à un phénomène de glissement de la suspension dû à la circulation du matériau entre les pales. Ceci peut entraîner une mauvaise estimation du gradient de vitesse au sein de la géométrie. En particulier l'outil est seulement rugueux sur une des deux faces de la pale. De plus, [Ovarlez al. 2011] ont montré que la rotation d'un vane crée une zone sans particule près du cylindre interne « virtuel », comme observé dans la figure 3.31, on peut attendre le même phénomène de déplétion à proximité des pales de notre outil, ce qui se traduit par un glissement.

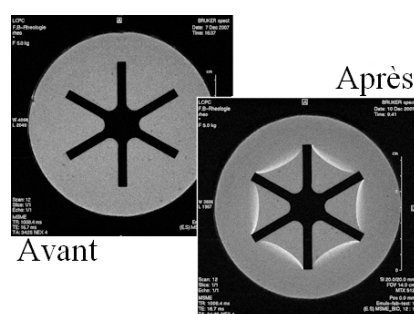


Figure 3.31 - Géométrie vane, avant et après rotation de 100 tr/min pendant 1 heure. Image issue de l'IRM [Ovarlez et al. 2011].

Après avoir listé les artefacts de mesure susceptibles d'affecter nos mesures de viscosité, nous allons montrer quel artefact intervient lors d'une mesure macroscopique au RhéoCAD. Pour cela, nous utilisons le protocole sans pré-cisaillement (figure 3.28b) pour nous affranchir de l'histoire d'écoulement dû au pré-cisaillement du matériau. Dans un premier temps, nous vérifions l'homogénéité des suspensions étudiées en comparant la montée et descente en vitesse (figure 3.32). On constate une superposition des courbes d'écoulement lors de la montée et descente en vitesse, ceci même à faible gradient de vitesse. Ce résultat est intéressant, car il montre que le phénomène de migration ne se produit probablement pas lors de nos mesures quelle que soit la concentration en particules.

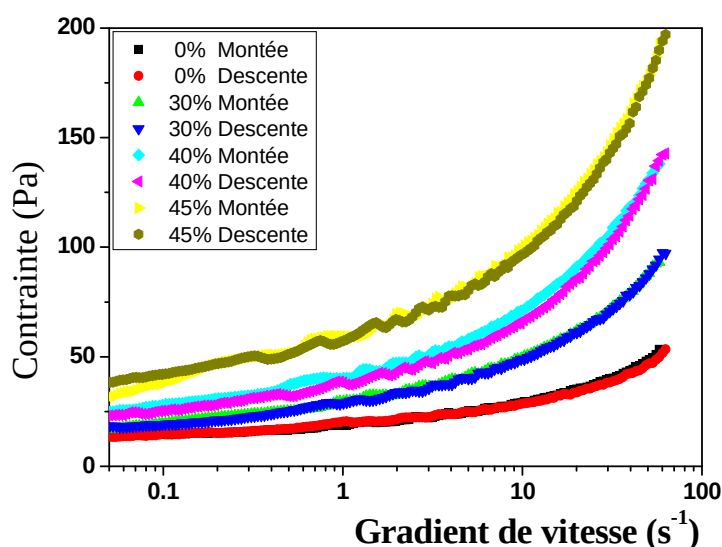


Figure 3.32 - Courbes d'écoulement issues du protocole sans pré-cisaillement.

Comme pour la figure 3.30, nous comparons, les courbes d'écoulement issues de mesures macroscopiques (RhéoCAD) et locales (IRM) pour des concentrations identiques. Les remarques concernant l'écart entre les courbes d'écoulements issu de mesures

macroscopiques et locales restent valables (figure 3.33). L'erreur de mesure induite par les mesures au RhéoCAD est du même ordre de grandeur que dans un essai avec pré-cisaillement.

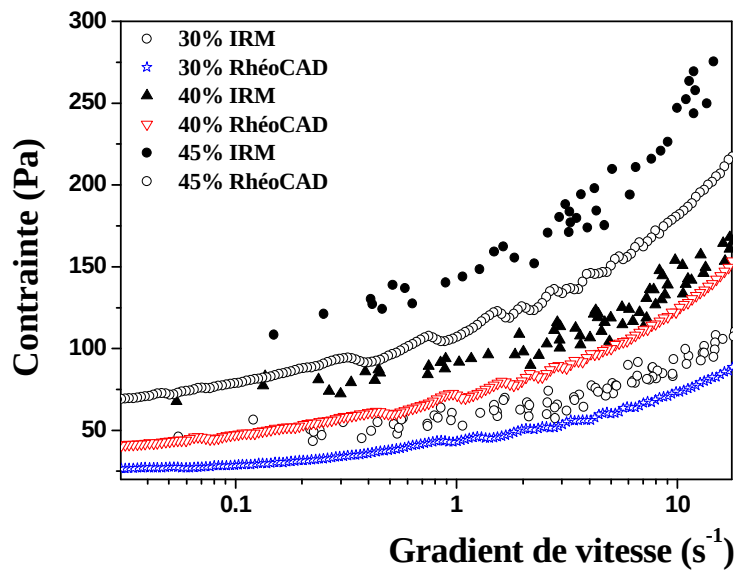


Figure 3.33 - Comparaison entre les courbes d'écoulement à l'échelle locale (IRM) et celles issues de mesure au RhéoCAD pour un protocole sans pré-cisaillement.

Nous émettons l'hypothèse que cet écart est dû au glissement de la suspension durant l'écoulement. Ce glissement serait créé par une déplétion en particules au bord des pales de l'outil. Dans notre étude, le glissement peut créer une sous-estimation du gradient de vitesse entre les deux pales lors de nos mesures au RhéoCAD.

3.4 Conclusion

A l'aide de l'IRM, nous avons pu construire des courbes d'écoulements à l'échelle locale en prenant en compte la migration des particules induites par le cisaillement et la localisation en écoulement. Des artefacts de mesure interviennent lors des mesures de viscosités apparentes et de seuil d'écoulement lors des mesures macroscopiques faites par rhéométrie classique et par un rhéomètre à mortier. La mesure de viscosité en rhéométrie dépend donc de nombreux paramètres (géométrie, matériau, histoire d'écoulement).

De nos jours, la mesure de la viscosité déduite des courbes d'écoulements à l'échelle locale est la méthode la plus précise, car elle prend en compte le phénomène de migration et de localisation de la suspension durant l'écoulement. L'étude effectuée au RhéoCAD montre que nous ne disposons pas à ce jour d'un outil macroscopique permettant de mesurer correctement le comportement d'une suspension concentrée.

Références bibliographiques

Abbott J. R., Tetlow N., Graham A. L., Altobelli S.A., Fukushima E., Mondy L. A., and Stephens T. S. : Experimental observations of particle migration in concentrated suspensions: Couette flow, *Journal of Rheology* (35) pp.773–795, 1991.

Abragam A. : Les principes du magnétisme nucléaire. Traduction française d'A.Landesman, *Presses Universitaires de France, Paris*. 1961.

Callaghan P.T. : Principles of Nuclear Magnetic Resonance Microscopy, *Oxford University Press*, 1991.

Coussot P. Nguyen Q. D., Huynh H. T., Bonn D. : Avalanche behaviour in yield stress fluids, *Phys. Rev. Lett.* (88) 175501, 2002.

Fall A. : Rhéophysique des fluides complexes : Ecoulement et Blocage de suspensions concentrées , *Thèse d'Etat de l'université Paris 7*, 2008.

Ferraris C.F. and Brower L.E. : editors, "Comparison of concrete rheometers: International tests at LCPC (Nantes, France) in October, 2000," *National Institute of Standards and Technology Interagency Report (NISTIR)* 6819, 2001.

Ferraris C.F. and Brower L.E., editors , "Comparison of concrete rheometers: International tests at MB (Cleveland OH, USA) in May, 2003", *National Institute of Standards and Technology Interagency Report (NISTIR)* 7154, 2004.

Geiker M.R., Brandl M., Thrane L.N., Bager D.H., Wallevik O. : The effect of measuring procedure on the apparent rheological properties of self compacting concrete, *Cement and Concrete Research* (32) pp. 1791–1795, 2002.

Graham A. L., S. A. Altobelli, E. Fukushima, L. A. Mondy, and T. S. Stephens, Note: NMR imaging of shear-induced diffusion and structure in concentrated suspensions undergoing Couette flow, *Journal of Rheology* (35) pp.191–201, 1991.

Griffin W.C. : Classification of HLB values of non-ionic surfactants, *Journal of the Society of Cosmetic Chemists* (5) p259, 1954.

Hanlon A.D., Gibbs S. J., Hall L. D., Haycock D. E., J.Frith W., Ablett S. : Rapid MRI and velocimetry of cylindrical Couette flow, *Magn. Reson. Imaging* (16) pp.953-961, 1998.

Heirman G., Vandewalle L., Van Gemert D. and Wallevik Ó. : Integration approach of the Couette inverse problem of powder type self-compacting concrete in a wide-gap concentric cylinder rheometer, *J. Non-Newtonian Fluid Mechanics* (150) pp.93–103, 2008.

Huang P.Y., and Joseph D. D. : Effects of shear thinning on migration of neutrally buoyant particles in pressure driven flow of Newtonian and viscoelastic fluids, *Journal of Non Newtonian Fluid Mechanics* (90) pp. 159–185, 2000.

Jarny S. et Coussot P. : Caractérisation des écoulements de pâte dans une géométrie Couette, *groupe français de rhéologie* (2) pp.52-63, 2002.

Jarny S., Roussel N., Le roy R., Coussot P. : Modelling thixotropic behavior of fresh cement pastes from MRI measurements, *Cem. Concr. Res.* (38), pp.616–623, 2008.

Jarny S., Roussel N., Rodts S., Bertrand F., Le Roy R., Coussot P. : Rheological behavior of cement pastes from MRI Velocimetry, *Cem. Concr. Res.* (35), pp.1873-1881, 2005.

Larson R. G. : The structure and rheology of complex fluids *Oxford University Press*, New York - 1999.

Leighton D. and Acrivos A.: The shear-induced migration of particles in concentrated suspensions, *Journal of Fluid Mechanics* (181) pp. 415–439, 1987.

Lormand B.M., and Phillips R. J. : Sphere migration in oscillatory Couette flow of a viscoelastic fluid, *Journal of Rheology* (48) pp. 551–570, 2004.

Mills P. and Snabre P. : Rheology and structure of concentrated suspensions of hard spheres. Shear induced particle migration, *Journal of Physic* (5) pp. 1597–1608, 1995.

Morris J. F., and F. Boulay : Curvilinear flows of noncolloidal suspensions: The role of normal stresses, *Journal of Rheology* (43) pp.1213–1237, 1999.

Nguyen Q.D., Boger D.V. : Characterization of yield stress fluids with concentric cylinder viscometers, *Journal of Rheology* (26) pp.508–515, 1987.

Nguyen T.L.H., Roussel, N., Coussot, P., Correlation between L-box test and rheological parameters of an homogeneous yield stress fluid, *Cem. Concr. Res.*, (36) pp.1789–1796, 2006.
Nott P., and J. F. Brady : Pressure-driven flow of suspensions: Simulation and theory, *Journal of Fluid Mechanics* (275) pp.157–199, 1994.

Ovarlez G., Mahaut F., Bertrand F., Chateau X. : Flows and heterogeneities with a vane tool: MRI measurements, *à paraître dans Journal of Rheology*, 2011.

Ovarlez G., Barral Q., Coussot P. : Three-dimensional jamming and flows of soft glassy materials, *Nature Materials* (9) pp. 115-119, 2010.

Ovarlez G., Bertrand F., and Rodts S. : Local determination of the constitutive law of a dense suspension of noncolloidal particles through magnetic resonance imaging, *Journal of Rheology* (50) pp.259–292, 2006.

Phillips R. J., Armstrong R. C., Brown R. A. : Graham A. L., and Abbott J. R., A constitutive equation for concentrated suspensions that accounts for shear-induced particle migration, *Phys. Fluids* (4) pp.30–40, 1992.

Raynaud J.S., Moucheron P., Baudez J.C., Bertrand F., Guilbaud J.P., Coussot P. : Direct determination by NMR of the thixotropic and yielding behavior of suspensions . *Journal of Rheology* (46) pp.709-732, 2002.

Rodts S., Bertrand F., Jarny S., Poullain P., Moucheron P. : Développements récents dans l'application de l'IRM à la rhéologie et à la mécanique des fluides. *Comptes Rendus Chimie* (7) pp.275 -282, 2004.

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

Roussel N., Stefani C., Le Roy R. : From mini cone test to Abrams cone test : measurement of cement based materials yield stress using slump tests, *Cem. Concr. Res.* (35) pp.817-822, 2005b.

Roussel N., Le Roy R. : The Marsh cone: a test or a rheological apparatus?, *Cem. Concr. Res.*, (35) pp.823-830, 2005c.

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

Roussel N. : Rheology of fresh concrete: from measurements to predictions of casting processes, *Materials and Structures* (40) pp. 1001-1012, 2007a.

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

Shapley N. C., R. A. Brown, and R. C. Armstrong : Evaluation of particle migration models based on laser doppler velocimetry measurements in concentrated suspensions, *Journal of Rheology* (48) pp. 255–279, 2004.

Tehrani M. A. : An experimental study of particle migration in pipe flow of viscoelastic fluids *Journal of Rheology* (40) pp. 1057–1077, 1996.

Wallevik J.E. : Rheological properties of cement paste: Thixotropic behavior and structural breakdown, *Cement and Concrete Research* (39) pp.14–29, 2009.

Chapitre 4

Paramètres rhéologiques

Dans ce chapitre, nous nous intéresserons à la mesure module élastique G' et du seuil d'écoulement τ_c et de la consistance d'Herschel-Bulkley η_{HB} dans un système composé d'un fluide modèle et de nos particules de sables. Nous essayerons tout d'abord de relier le module élastique G' et le seuil d'écoulement τ_c à différents modèles rhéologiques proposés dans la littérature, tout cela dans le but de prédire le seuil d'écoulement en fonction de la concentration en particule pour des particules non sphériques. Nous nous intéresserons ensuite à la consistance d'Herschel-Bulkley déduite des courbes locales par IRM (*cf.* chapitre 3) pour nos différents sables. Nous traiterons l'influence du choix des sables et de la concentration sur la consistance d'Herschel-Bulkley. Pour rappel, nous avons utilisé quatre types de sables de morphologies différentes. Nous avons étudié un sable roulé (sable S_1), un sable semi-concassé (sable S_2) et deux sables concassés (sable S_3 et S_4) (*cf.* chapitre 2). Nous étudierons enfin l'influence de la morphologie sur les paramètres rhéologiques.

Sommaire

4	Paramètres rhéologiques	118
4.1	Module élastique	118
4.1.1	Description qualitative	118
4.1.2	Effets des propriétés rhéologiques du fluide interstitiel.....	119
4.1.3	Évolution du module élastique en fonction de la concentration	123
4.2	Seuil d'écoulement	126
4.2.1	Description quantitative	126
4.2.2	Effet de la concentration sur le comportement en écoulement	127
4.2.2.1	Comportement en écoulement.....	127
4.2.2.2	Influence des propriétés rhéologiques du fluide interstitiel	130
4.2.3	Évolution du seuil d'écoulement à différentes concentrations en particules .	132
4.2.4	Relation entre le module élastique et le seuil d'écoulement	135
4.2.4.1	Approche d'homogénéisation de Chateau.....	135
4.2.4.2	Cas d'étude	135
4.2.4.3	Prise en compte du module après écoulement	137
4.3	Consistance d' Herschel-Bulkley	139
4.3.1	Suspensions de type Herschel-Bulkley ?	139
4.3.2	Suspension de particules non colloïdales dans un fluide d'Herschel Bulkley	142
4.3.3	Consistance d'Herschel-Bulkley en fonction de la fraction volumique en particule	144
4.3.4	Relation entre seuil d'écoulement et consistance.....	148
4.3.5	Impact de la consistance et du seuil d'écoulement sur nos suspensions.....	150
4.4	Conclusion.....	153

4 Paramètres rhéologiques

4.1 Module élastique

4.1.1 Description qualitative

Nous nous intéressons désormais aux suspensions composées des sables S_1 , S_2 , S_3 et S_4 décrits (*cf.* chapitre 2) et plongés dans une émulsion inverse. Nous mesurons les modules élastiques G' en fonction du temps pour différentes concentrations en particule de sable d'après le protocole développé dans le chapitre 3. La figure 4.1 nous montre que le module élastique reste stable à long terme pour chaque concentration en particule. Le matériau ne se déstructure donc pas durant la mesure. Il se peut que le module évolue légèrement aux temps courts, ceci peut être dû à la relaxation du matériau suite à l'insertion du mobile. Ce phénomène n'apparaît pas dans toutes nos formulations. L'ajout de particules dans nos suspensions fait augmenter le module élastique G' . L'impact de la concentration sur le module élastique G' est plus important à forte concentration.

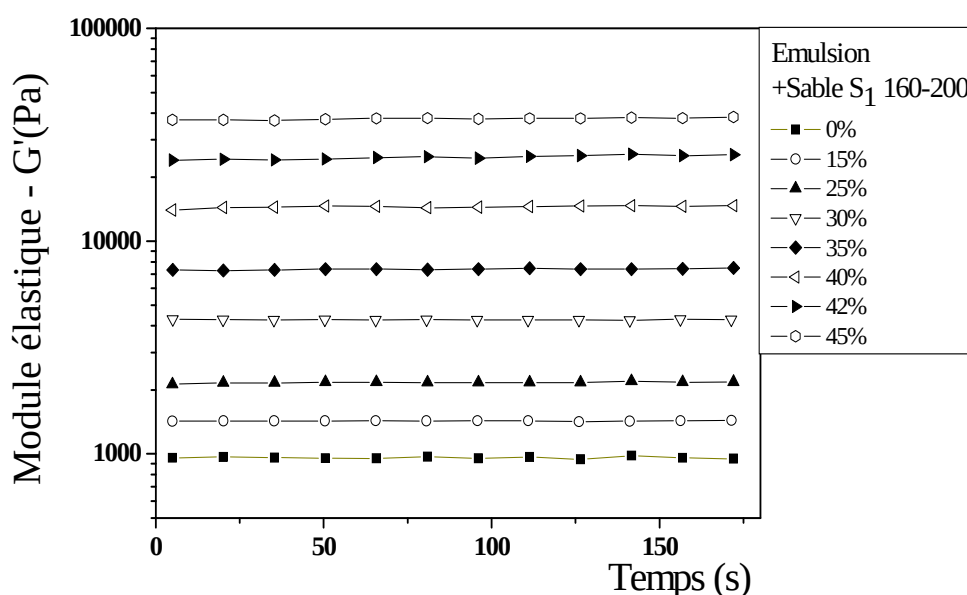


Figure 4.1 - Module élastique en fonction du temps pour des suspensions composées de sable S_1 160-200 μm .

4.1.2 Effets des propriétés rhéologiques du fluide interstitiel.

Nous nous intéressons à l'influence de la concentration en particules sur le comportement élastique de nos suspensions dans le cas d'interactions purement élastiques à travers le fluide interstitiel entre les particules. On se place dans ce domaine car dans les BAPs, le matériau n'a pas de réseau percolé de contacts entre grains. Pour cela, nous considérons le module élastique adimensionné $G'(\phi)/G'_0$. Ce rapport représente le module élastique de la suspension $G'(\phi)$ divisé par le module élastique du fluide suspendant G'_0 . On s'attend alors à ce que $G'(\phi)/G'_0$ soit une fonction de la concentration ϕ uniquement pour un sable donné.

Nous traçons sur la figure 4.2 le module adimensionné en fonction de la concentration. Nous remarquons en outre que les données sont au-dessus de la borne inférieure d'Hashin-Shtrikman $G'(\phi) = G'_0((2+3\phi)/(2(1-\phi)))$ [Hashin et Shtrikman 1963], borne théorique qu'il faut respecter si les particules sont réparties de façon isotrope dans un milieu continu avec lequel elles interagissent uniquement de manière mécanique.

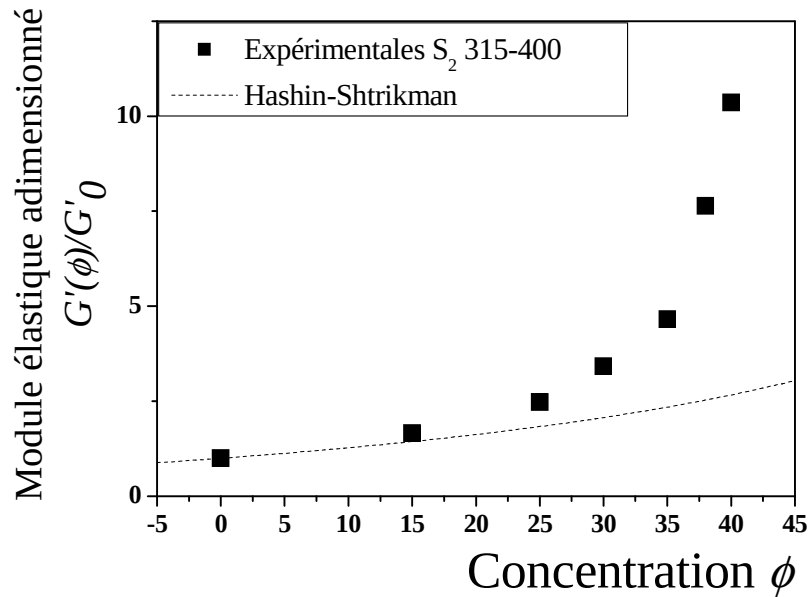


Figure 4.2: Modules élastiques adimensionnés expérimentaux pour une suspension composée de sable de Seine S₂ 315-400 μm .

Nous avons ensuite plongé du sable S₃ de taille 160-200 μm dans trois émulsions à propriétés différentes (figure 4.3). Nous constatons dans cette représentation semi-logarithmique que l'ensemble des résultats décrit une courbe maitresse jusqu'à 35 % où les

particules interagissent seulement de façon mécanique. Nous avons une assez forte dispersion des résultats à haute fraction volumique probablement causée par des contacts directs entre particules. Nous pouvons donc exprimer les propriétés rhéologiques de la suspension jusqu'à 35 % sous la forme :

$$G'(\phi) = f(\phi) \times G'(0) \quad (4.1)$$

Nous avons ainsi accès à l'influence de la phase rigide seule sous la forme $f(\phi)$ jusqu'à 35%. Au-delà de 35 %, les interactions directes entre particules semblent donc jouer un rôle important. Pour mieux mettre en évidence l'existence d'un réseau de contacts, nous avons étudié le rôle du confinement du matériau.

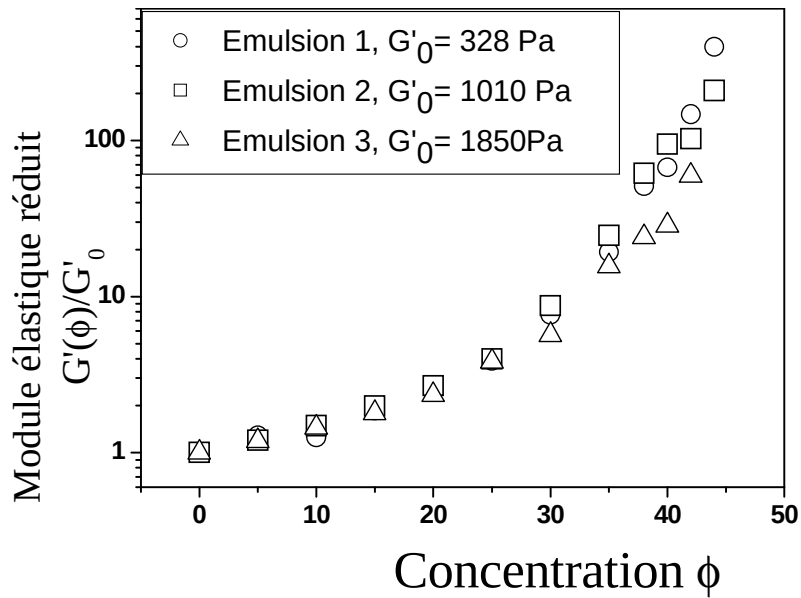


Figure 4.3: Module élastique réduit $G'(\phi)/G'(0)$ en fonction de la concentration en particules de sable S_3 de taille 160-200 μm plongés dans des émulsions aux propriétés différentes.

Nous nous sommes donc intéressés à la mesure et à la comparaison du module élastique adimensionné $G'(\phi)/G'_0$ pour deux outils de mesures différents à différentes concentrations. Les géométries de mesure sont une géométrie vane classique et une géométrie plan-plan. Nous pouvons observer sur la figure 4.4 que l'outil de mesure influe fortement pour des concentrations supérieures à 35 %. C'est à la même concentration que nous avons eu une dispersion de nos résultats concernant l'influence du fluide interstitiel.

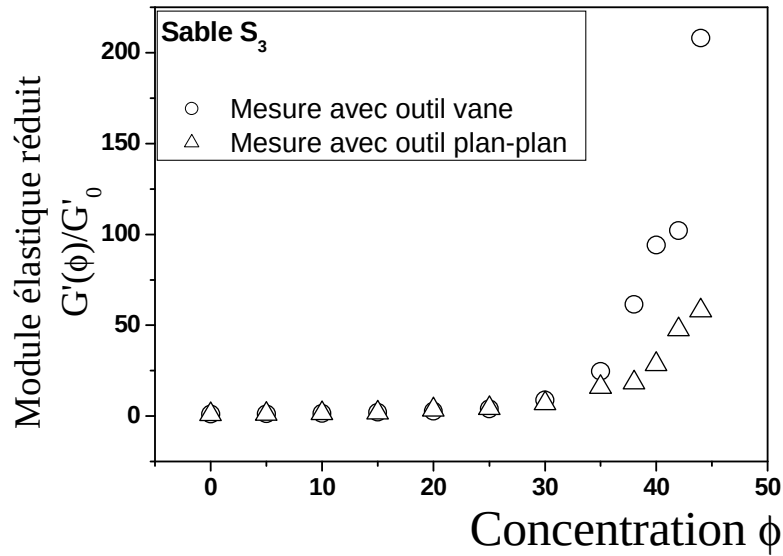


Figure 4.4 - Comparaison entre une géométrie vane et plan-plan (gap constant) pour une suspension composée de sable S_3 160-200 μ m.

Nous pouvons dire que la présence de contacts directs entre particules entraîne une disparité de mesure du module élastique lorsque nous utilisons deux outils de mesure différents.

Pour vérifier l'hypothèse de confinement du matériau, nous avons utilisé la géométrie plan-plan pour permettre d'avoir accès aux contraintes normales à un entrefer donné. Nous avons donc réalisé plusieurs mesures de forces normales à différentes concentrations pour des suspensions composées d'émulsion et de sable S_3 (figure 4.5) de taille 160-200 μ m. Nous remarquons, qu'à concentration faible, les forces normales sont nulles. À cette gamme de fractions volumiques, le régime hydrodynamique est prédominant. Pour des concentrations intermédiaires, nous observons des forces normales négatives dues à un phénomène de succion par interactions purement élastiques [Zarraga et al. 2000]. À partir d'une concentration de 35 %, les forces normales deviennent positives, signe d'un phénomène de dilatance qui s'explique par l'apparition de contacts entre particules [Zarraga et al. 2001]. La transition entre le régime hydrodynamique et le régime frictionnel apparaît encore une fois à la même concentration que les deux cas observés précédemment.

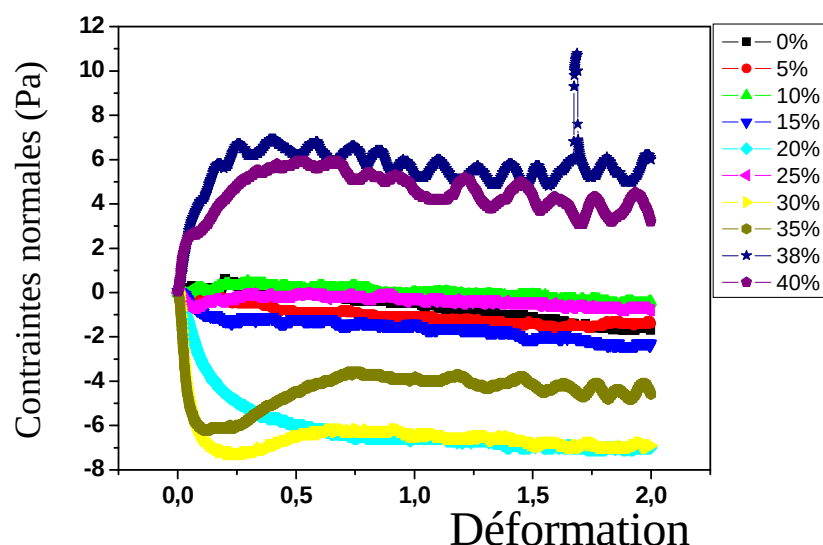


Figure 4.5- Contraintes normales en fonction de la déformation pour différentes concentrations de sable S_3 160-200 μm .

Pour mieux maîtriser le confinement du matériau, nous avons ensuite imposé différentes contraintes normales au matériau avec une géométrie plan-plan. Nous avons tracé sur la figure 4.6, le module élastique adimensionné pour différents confinements du matériau. Nous remarquons que les modules adimensionnés sont bien différents selon le confinement du matériau. Nous obtenons les mêmes valeurs de module élastique entre un outil vane et un outil plan-plan quand nous appliquons à ce dernier la contrainte normale maximale pour que le matériau supporte sans s'écouler. Les valeurs de G' sont faibles pour une force normale appliquée nulle et à gap constant dans le cas d'une mesure avec un outil plan-plan. La disparité des résultats entre les différents modes de confinement s'effectue toujours à la même concentration qui représente la limite entre un régime hydrodynamique et de contact direct. Dans le cas d'une suspension de sable S_4 de taille 160-200 μm , la transition entre ces deux régimes intervient à une concentration plus faible de l'ordre de 30 %. Cette transition entre ces deux régimes semble être affectée par la forme des particules.

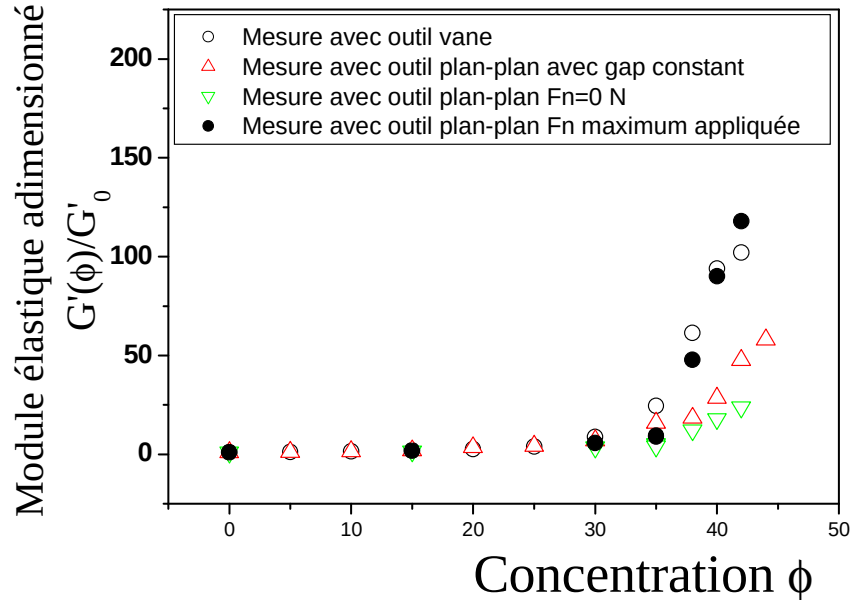


Figure 4.6 - Module élastique réduit pour différents modes de confinement.

Dans cette section, nous observons bien des signatures de l'apparition de contacts directs entre particules à une concentration critique ϕ_c . On s'intéresse ici quantitativement à $\phi < \phi_c$ plus pertinent et avec une modélisation plus simple.

4.1.3 Évolution du module élastique en fonction de la concentration

Connaissant l'évolution du module élastique en fonction de la concentration en particules de sables, nous nous intéressons maintenant au modèle rhéologique correspondant à cette évolution. Nous avons comparé nos résultats expérimentaux au modèle de Krieger-Dougherty [Krieger et Dougherty 1959]. Dans les suspensions visqueuses, ce modèle tient compte de l'évolution de viscosité $\eta(\phi)$ en fonction de la fraction volumique ϕ en particules dans un fluide suspensé η_0 .

$$\eta(\Phi) = \eta_0 \frac{1}{(1 - \phi / \phi_{div})^{[\eta]\phi_{div}}} \quad (4.2)$$

Où $[\eta]$ est la viscosité intrinsèque de la suspension et ϕ_{div} est la fraction volumique de divergence.

Ayant un comportement analogue entre la viscosité linéaire et le module élastique linéaire, nous pouvons exprimer l'équation en fonction du module élastique adimensionné :

$$G'(\phi)/G'_0 = \frac{1}{(1 - \phi/\phi_{div})^{[\eta]\phi_{div}}} \quad (4.3)$$

Nous représentons sur la figure 4.7 et 4.8, le module élastique adimensionné $G'(\Phi)/G'_0$ en fonction de la concentration en particule de sables S_1 et S_4 de taille 160-200 μm . Nous avons ensuite comparé nos résultats expérimentaux avec le modèle de Krieger-Dougherty pour une gamme de concentration allant de 0 à 30 % (figure 4.7a et 4.8a), correspondant d'après les remarques précédentes à un comportement purement élastique, et sur toutes les gammes de concentrations étudiées où le réseau de contacts directs joue un rôle. Le modèle de Krieger-Dougherty étant fonction de la viscosité intrinsèque $[\eta]$ du matériau, nous avons intégré dans ce modèle la viscosité intrinsèque d'une sphère équivalente à 2.5 environ et la viscosité intrinsèque mesurée expérimentalement (*cf.* chapitre 2) égal à 3,27 pour un sable S_1 et 3,71 pour un sable S_4 . Nous remarquons que pour les concentrations $< \phi_c$, un accord satisfaisant est vérifié entre nos données expérimentales et le modèle de Krieger-Dougherty comprenant une viscosité intrinsèque mesurée expérimentalement. À l'inverse, en comparant le modèle de Krieger-Dougherty sur toute la gamme de concentration étudiée (figure 4.7b et 4.8b), l'accord n'est pas vérifié quelque soit la viscosité intrinsèque insérée dans le modèle. Cet écart entre le modèle et nos données expérimentales s'explique par les contacts directs entre particules à forte concentration non prises en compte par le modèle de Krieger-Dougherty. Ces analyses restent valables pour des particules de sable S_2 et S_3 .

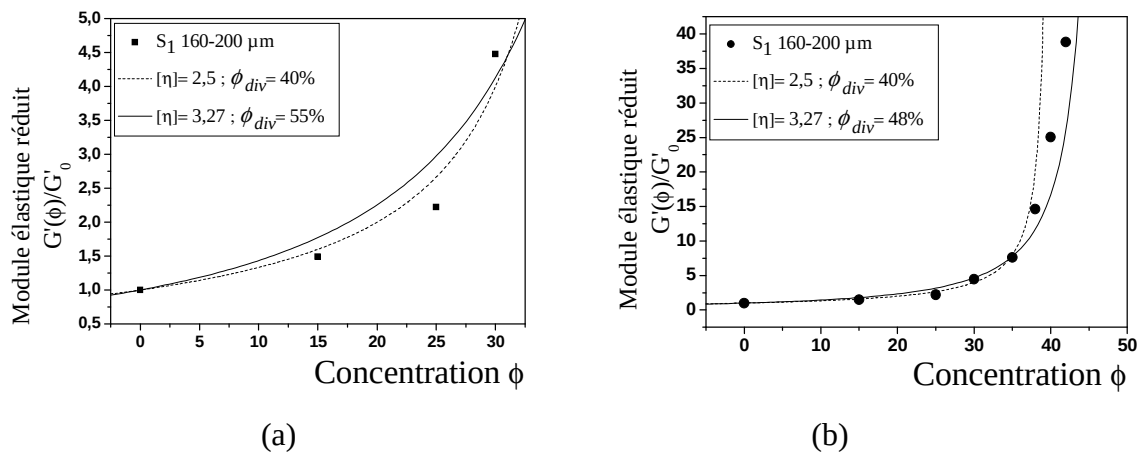


Figure 4.7 - Modules élastiques adimensionnés expérimentaux pour une suspension composée de sable S_1 de taille 160-200 μm .

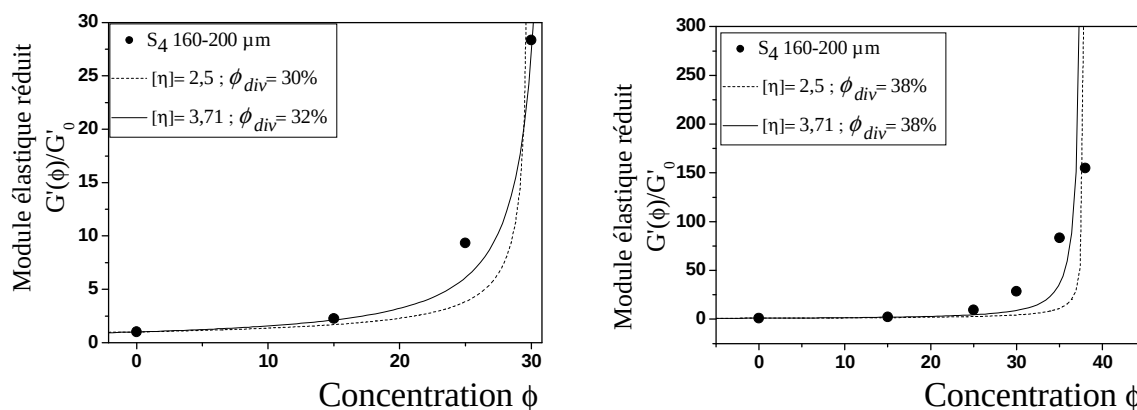


Figure 4.8 - Modules élastiques adimensionnés expérimentaux pour une suspension composée de sable S_4 de taille 160-200 μm .

Nous avons compilé tous nos résultats de modules adimensionnés en fonction de la concentration en sables S_1 , S_2 , S_3 et S_4 pour différentes tailles de particules. Nous observons un rapport $G'(\Phi)/G'_0$ identique jusqu'à des concentrations de 20 % quelque soit le type de sable. Au-delà, nous avons une grande disparité entre les différents types de sables ajoutés dans notre émulsion. L'évolution du module élastique est bien différente selon la morphologie de particules.

Par ailleurs, nous avons calculé l'écart-type de nos résultats expérimentaux en fonction de la fraction volumique en particule (tableau 4.1). Les résultats sont issus d'une suspension contenant du sable S_4 de taille 160-200 μm . Nous remarquons que l'écart-type augmente avec la concentration en particule dans le cas de contacts directs importants. Le nombre de systèmes N étudiés est de 4 suspensions préparées de façon indépendantes les unes aux autres.

Concentration (%)	Module adimensionné moyen	Écart type
15	2,24	0,06
20	9,33	0,1
30	28,35	2,21
35	83,24	5,23

Tableau 4.1 - Récapitulatif des erreurs de mesure des modules élastiques adimensionnés induites lors de nos essais à différentes concentrations.

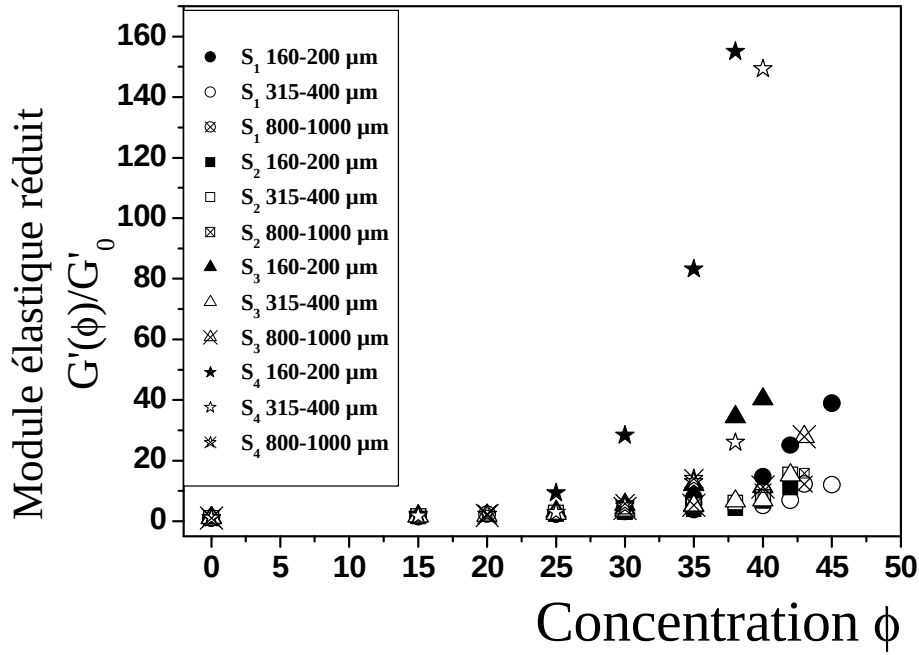


Figure 4.9 - Modules élastiques adimensionnés expérimentaux pour une suspension composée de sable de Seine S_2 160-200 μm .

Dans cette section, nous avons mis en évidence deux régimes. Le premier étant des interactions élastiques bien modélisables par le modèle de Krieger-Dougherty. Le second étant l'apparition de contacts directs, plus dur à modéliser. La disparité de valeur à forte concentration dans le cas d'une mesure de module élastique G' pour des fluides interstitiels aux propriétés rhéologiques différentes semble bien être due à l'apparition de contacts directs. La différence de mesure de G' pour un outil vane et plan-plan est due au confinement du matériau au sein de l'outil plan-plan causé toujours par les contacts directs. Elle intervient pour de mêmes concentrations où nous observons une transition entre le régime élastique et frictionnel. Dans la suite de notre étude, nous allons nous intéresser au seuil d'écoulement τ_c .

4.2 Seuil d'écoulement

4.2.1 Description quantitative

Nous avons imposé un taux de cisaillement très faible ($0,05 \text{ s}^{-1}$) pour mesurer le seuil du matériau d'après le protocole détaillé dans le chapitre 3. La figure 4.10 représente la contrainte en fonction de la déformation subie par le matériau pour une suspension composée d'une émulsion dans du sable S_1 de taille 315-400 μm . Nous observons tout d'abord une

augmentation linéaire de la contrainte τ en fonction de la déformation γ qui correspond à l'élasticité du matériau. Cette phase intervient à des déformations très faibles. La contrainte augmente jusqu'à atteindre un plateau de contrainte correspond à une déformation plastique du matériau. Nous définissons donc la valeur du plateau comme étant le seuil d'écoulement du matériau.

Le seuil d'écoulement de chaque suspension est mesuré pour différentes concentrations en particule. Nous observons une augmentation du seuil d'écoulement lorsque la concentration en particule augmente. Le seuil d'écoulement augmente fortement pour des concentrations élevées.

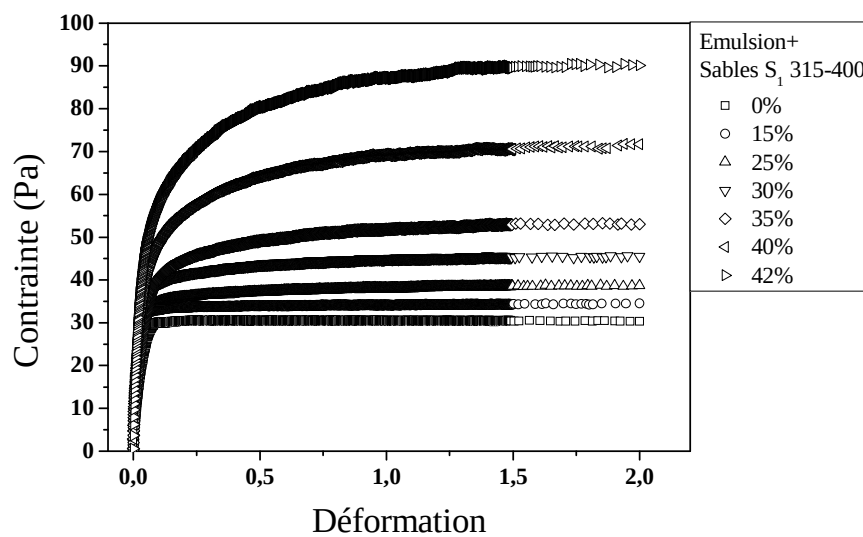


Figure 4.10 - Contrainte en fonction de la déformation pour différentes fractions volumiques pour des grains de sable de S₁ de taille 315-400 μm .

4.2.2 Effet de la concentration sur le comportement en écoulement

4.2.2.1 Comportement en écoulement

Analysons plus en détail l'allure des courbes contraintes en fonction de la déformation $\tau = f(\gamma)$. Nous avons observé différents comportements en écoulement durant nos essais rhéologiques. Cette différence de comportement dépend de la fraction volumique en particules dans notre suspension.

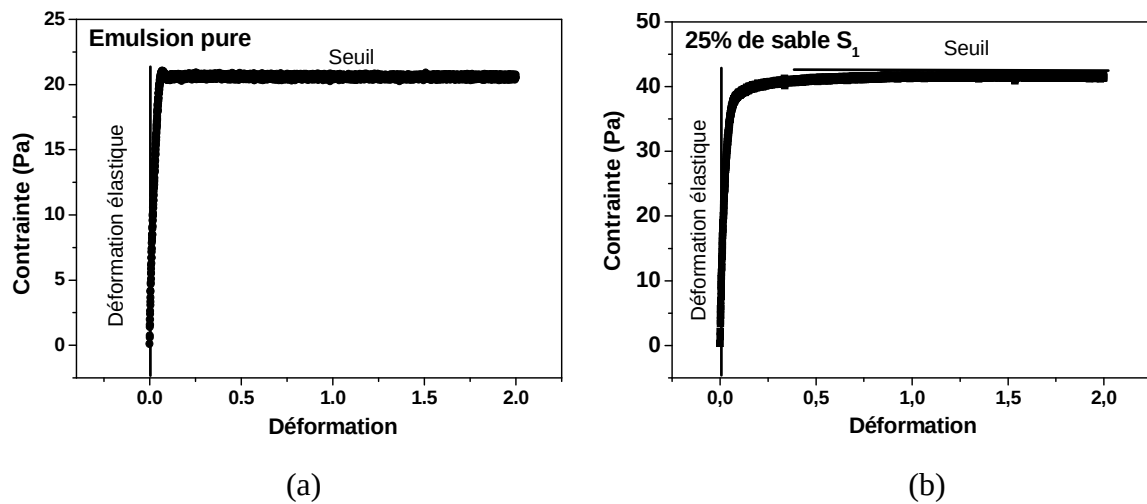


Figure 4.11 - Contrainte en fonction de la déformation typique d'un comportement élastoplastique pour une émulsion pure (a) et une suspension composée de sable S_1 (b).

Pour l'émulsion pure et à faible concentration ϕ , nous obtenons un comportement élastoplastique quasi idéal (figure 4.11). La transition entre la phase élastique et plastique est quasi abrupte. Un faible écrouissage du matériau est observé à faible concentration. Ce comportement est observé pour des fractions volumiques en dessous de 35% pour du sable S_1 et d'environ 30% pour du sable S_2 , S_3 et S_4 .

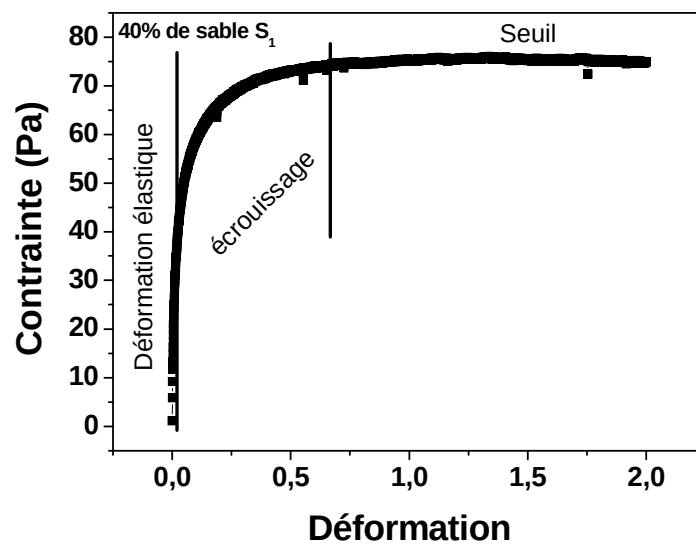


Figure 4.12 - Contrainte en fonction de la déformation typique pour des fractions volumiques élevées.

A forte concentration, nous obtenons un comportement en écoulement différent. Un exemple est donné sur la figure 4.12 dans le cas d'une suspension composé de 40% de sable

S₁. La transition quasi abrupte entre un comportement élastique et plastique n'apparaît plus. Le matériau s'écoule progressivement et sa contrainte augmente avec la déformation. Il s'agit d'un phénomène d'écrouissage. Ce phénomène est plus important quand la concentration en particule augmente. Pour expliquer ce phénomène d'écrouissage dans notre cas d'étude, nous avons représenté sur la figure 4.13 deux états lors d'une mesure de seuil d'écoulement τ_c . Avant écoulement, notre matériau de départ présente à forte concentration des contacts directs entre particules importants (figure 4.13a). Dans notre cas, le phénomène d'écrouissage peut s'expliquer par le caractère isotrope initial et l'anisotropie du matériau durant l'écoulement qui tend à diminuer les contacts entre particules (figure 4.13b).

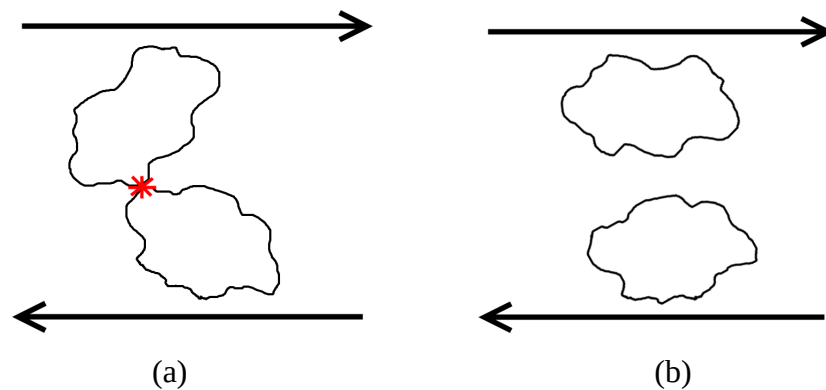


Figure 4.13 - Contact direct entre particules avant écoulement (a) et orientation des particules durant l'écoulement (b).

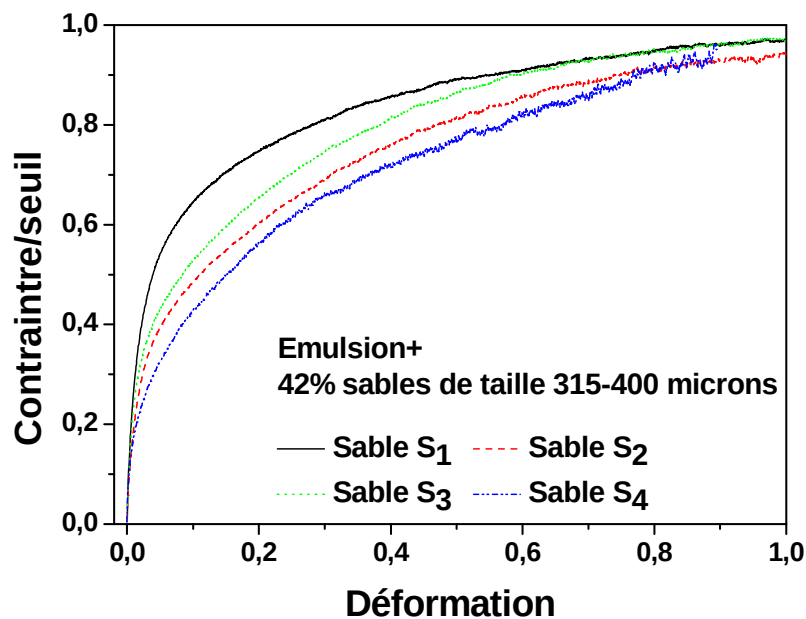


Figure 4.14 - Contrainte en fonction de la déformation pour une même concentration en sable S₁, S₂, S₃ et S₄.

La figure 4.14 représente trois courbes de contrainte en fonction de la déformation de suspension composée de sable S_1 , S_2 , S_3 et S_4 à 42 % en concentration. Le seuil d'écoulement étant différent d'une préparation à une autre, nous avons adimensionné la contrainte par rapport au seuil d'écoulement de la suspension. Nous remarquons que le passage entre ces deux zones intervient à des déformations critiques différentes qui dépendent de la forme de nos particules. L'écrouissage de nos suspensions dépend donc du type de sable ajouté. Nous avons alors des courbes caractéristiques du type de particule ajouté dans la suspension. La forme de nos particules donne donc une signature sur l'écoulement du matériau. Cette observation est valable pour toutes les fractions volumiques à forte concentration, au-delà de 40 % pour du sable S_1 , de 35 % pour des particules de sables S_2 et S_3 et de 30 % pour du sable S_4 . Ces concentrations critiques ϕ_c sont en accord avec les concentrations critiques de la section précédente.

4.2.2.2 Influence des propriétés rhéologiques du fluide interstitiel

Comme pour le module élastique, nous avons aussi étudié l'influence des propriétés du fluide suspendant sur l'évolution du seuil d'écoulement. La figure 4.15 nous montre clairement qu'il n'y a pas d'influence des propriétés de seuil du fluide suspendant sur l'évolution de ces propriétés lorsque nous ajoutons des particules dans la gamme de concentration de seuil étudiée. L'orientation et la diminution des contacts directs entre particules durant l'écoulement sont bien confirmées. La suspension pendant l'écoulement après la déformation critique a un comportement purement hydrodynamique.

Nous n'avons pas pu aller plus loin que 73 Pa dans le seuil d'écoulement, car dès l'ajout des particules, le seuil d'écoulement de la suspension atteint des valeurs de l'ordre de 200 Pa. À cet ordre de grandeur, nous atteignons les limites de mesures de nos essais de rhéométrie. À l'inverse, à des seuils d'écoulement d'une émulsion très faible (environ 10 Pa), nous risquons d'avoir une sédimentation de nos particules vers le fond de la cuve et ainsi obtenir des mesures de couple plus important. Nous aurons donc une surévaluation du seuil d'écoulement.

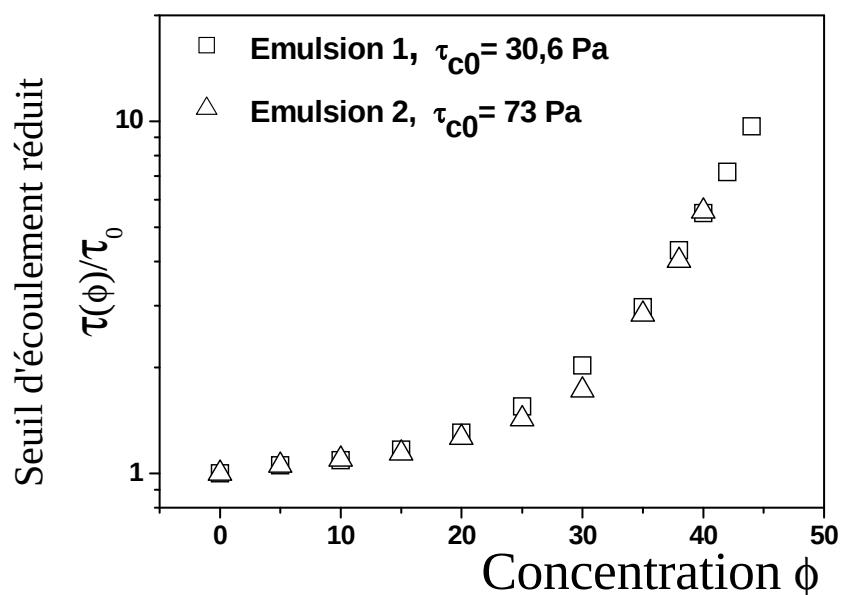


Figure 4.15 - Seuil d'écoulement réduit $\tau_c(\phi)/\tau_{c0}(0)$ de suspension de sable S_3 160-200 μ m dans différentes émulsions.

Nous avons ensuite mesuré et comparé comme pour le module élastique, le seuil d'écoulement avec deux outils de mesures différentes à différentes concentrations. Les géométries de mesure sont une géométrie vane classique et une géométrie plan-plan. Le but est toujours de comparer deux modes de confinement différents. Nous pouvons observer sur la figure 4.16 que l'outil utilisé n'influe pas sur les mesures de seuil d'écoulement pour les concentrations étudiées. Ce qui est encore une preuve que la mesure de seuil s'effectue bien dans un régime hydrodynamique.

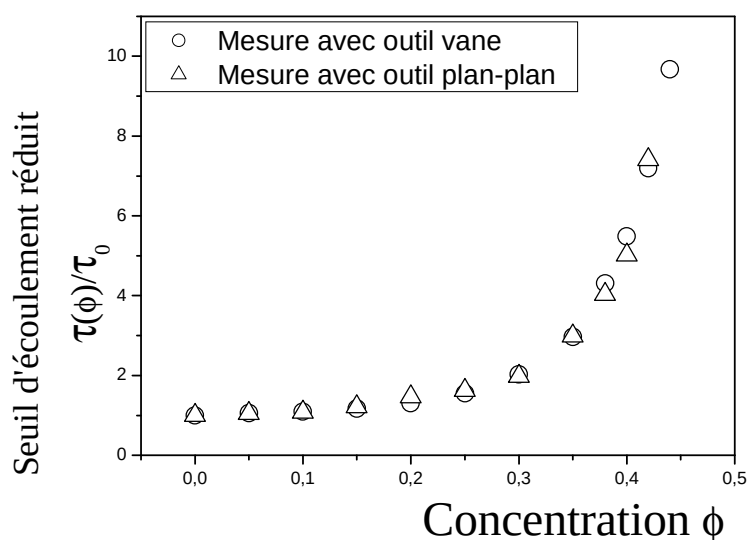


Figure 4.16 - Comparaison entre une géométrie vane et plan-plan pour une suspension composée de sable S_3 160-200 μ m.

Au final, nous traitons ici clairement du seuil de matériaux structurés par l'écoulement à la différence du module élastique. La mesure de seuil même à forte concentration s'effectue sur un matériau avec un comportement purement élastique.

4.2.3 Évolution du seuil d'écoulement à différentes concentrations en particules

Après avoir étudié l'influence de nos particules sur l'écoulement, nous nous intéressons à l'influence de la concentration sur le seuil. Nous pouvons représenter l'évolution du seuil sous la forme de seuils adimensionnés $\tau_c(\phi)/\tau_{c0}$ où $\tau_c(\phi)$ correspondant au seuil d'écoulement de la suspension à la concentration ϕ ; τ_{c0} est le seuil d'écoulement du fluide suspendant. Dans notre cas, le fluide suspendant est une émulsion inverse. Nous traçons le seuil adimensionné en fonction de la concentration sur la figure 4.17 pour des particules de sable S_3 de taille 160-200 μm . Nous observons, tout comme pour le module élastique, une augmentation du seuil avec la concentration en particules. Le seuil de mise en écoulement est élevé lorsque la concentration en phase rigide augmente. Nous distinguons aussi une évolution des propriétés linéaires de module élastique plus importante que les propriétés non linéaires de seuil d'écoulement. Par exemple, pour une suspension à 40 % de particules, le seuil d'écoulement augmente d'un facteur 5,5 tandis que le module élastique augmente d'un facteur de l'ordre de 40.

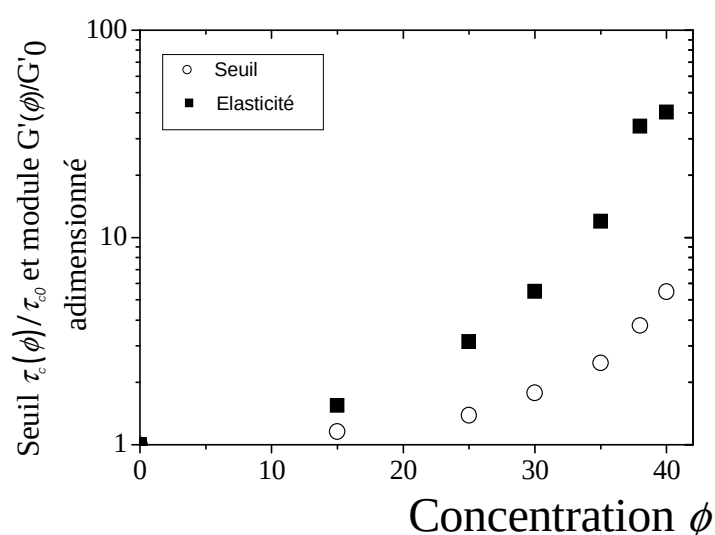


Figure 4.17 - Seuil adimensionné $\tau_c(\phi)/\tau_{c0}$ et module élastique $G'(\phi)/G'_0$ en fonction de la concentration en particules des suspensions de sable S_3 de taille 160-200 μm dans une émulsion inverse.

Nous avons tenté par la suite une modélisation de l'évolution du seuil d'écoulement en fonction de la concentration en particule. Nous comparons de façon intuitive nos résultats expérimentaux avec le modèle rhéologique de Krieger-Dougherty (Eq. 4.4) s'écrivant sous la forme :

$$\frac{\tau_c(\phi)}{\tau_c(0)} = \frac{1}{(1 - \phi/\phi_{div})^{[\eta]\phi_{div}}} \quad (4.4)$$

La figure 4.18 montre que le modèle de Krieger-Dougherty n'est pas en accord avec nos résultats expérimentaux quelle que soit la valeur de fraction volumique introduit dans le modèle avec différentes valeurs de fraction volumique de divergence ϕ_{div} (40.5 % et 100 %).

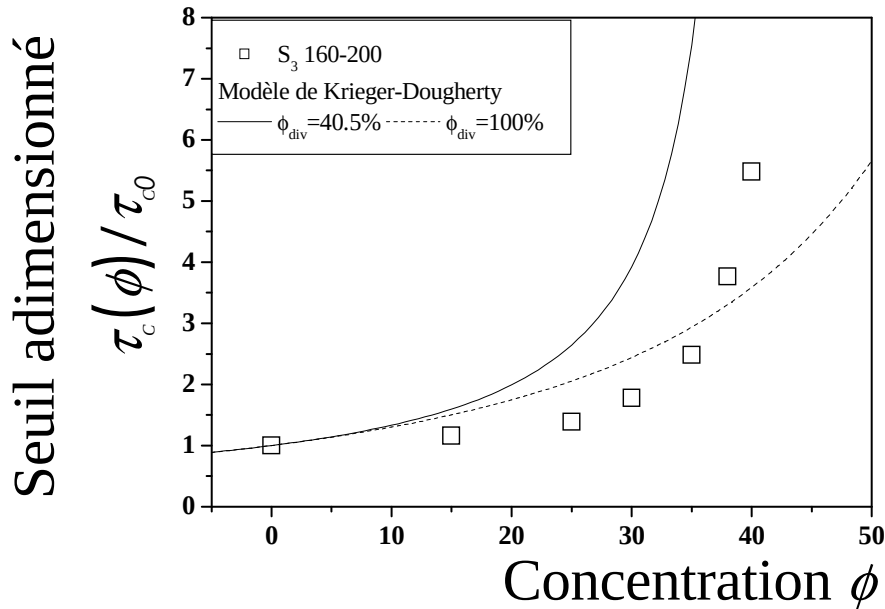


Figure 4.18 - Comparaison entre les valeurs expérimentales et les seuils adimensionnés avec le modèle de Krieger-Dougherty pour une suspension composée de sable S_3 de taille 160-200 μm .

Nous avons compilé, dans la figure 4.19, tous nos résultats sur une même courbe de seuil adimensionné en fonction de la concentration en sables S_1 , S_2 , S_3 et S_4 . Nous remarquons de nouveau une grande disparité entre les différents types de sables ajoutés dans notre émulsion sensible à la forme des particules. Le sable S_4 diverge à des concentrations plus faibles que les autres types de sables, ce qui implique une mise en écoulement plus difficile pour des sables concassés. La forme des particules impacte de façon considérable la mise en œuvre pendant l'écoulement du matériau.

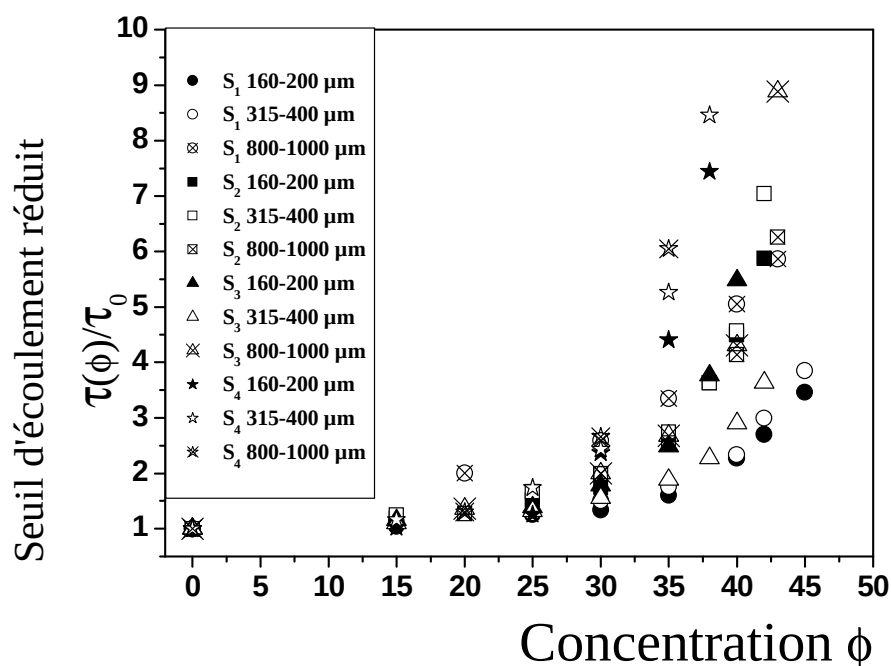


Figure 4.19 - Seuil adimensionné en fonction de la concentration en particules pour toutes les formulations étudiées.

Nous avons calculé la dispersion de nos résultats par rapport à la moyenne en fonction de la fraction volumique en particules (tableau 4.2). Les résultats sont issus d'une suspension contenant du sable S_3 de taille 160-200 μm . Nous remarquons que la dispersion des résultats est plus importante lorsque la concentration augmente. Le nombre de systèmes étudiés est de 4 suspensions préparées de façon indépendantes les unes des autres.

Concentration (%)	Seuil adimensionné moyen	Écart type
15	1,39	0,07
20	1,59	0,09
30	1,78	0,10
35	2,48	0,30
38	3,76	0,50
40	5,48	0.80

Tableau 4.2 - Récapitulatif des erreurs de mesure du seuil adimensionné lors de nos essais à différentes concentrations.

4.2.4 Relation entre le module élastique et le seuil d'écoulement

4.2.4.1 Approche d'homogénéisation de Chateau

Des récents travaux d'homogénéisation [Chateau et al. 2008] prédisent une relation générale entre le module élastique $G'(\phi)$ et le seuil d'écoulement $\tau_c(\phi)$ d'une suspension de particules plongées dans un fluide de Herschel-Bulkley. Également, cette relation doit théoriquement s'appliquer entre l'élasticité et le seuil : elle prédit que le seuil $\tau_c(\phi)$ d'une suspension de particules plongées de fraction volumique ϕ dans une pâte de seuil τ_{c0} et de module G_0' est lié à son module $G'(\phi)$ par l'expression :

$$\tau_c(\phi)/\tau_{c0} = \sqrt{(1-\Phi)G'(\phi)/G_0'} \quad (4.5)$$

Si nous insérons le modèle de Krieger-Dougherty (Eq. 4.3) dans l'expression précédente, nous obtenons la relation semi-empirique suivante :

$$\frac{\tau_c(\phi)}{\tau_c(0)} = \frac{\sqrt{(1-\phi)}}{(1-\phi/\phi_{div})^{\frac{[\eta]}{2}\phi_{div}}} \quad (4.6)$$

4.2.4.2 Cas d'étude

Sachant que le modèle de Krieger-Dougherty ne fonctionne pas dans notre cas d'étude, nous avons comparé nos résultats expérimentaux avec le modèle d'homogénéisation de Chateau (Eq 4.6) dans le cas d'une suspension composée de sable S_1 et S_4 de taille 160-200 μm (figure 4.20). Le modèle de Chateau étant fonction de la viscosité intrinsèque $[\eta]$ du matériau, nous avons intégré dans ce modèle la viscosité intrinsèque d'une sphère équivalente à 2.5 environ et la viscosité intrinsèque mesurée expérimentalement. À l'inverse du module élastique, nous remarquons que pour de faibles et fortes concentrations un accord satisfaisant est vérifié entre nos données expérimentales et le modèle de Chateau comprenant une viscosité intrinsèque de 2,5. Ces analyses restent valables pour des particules de sables S_2 et S_3 . Si nous remplaçons la viscosité intrinsèque de 2,5 utilisée précédemment par les viscosités intrinsèques mesurées dans le chapitre 2 pour des sables S_1 et S_4 de tailles 160-200

μm dans le modèle de Chateau, l'accord est moins satisfaisant. Il semble que la viscosité intrinsèque $[\eta]$ mesurée dans un milieu dilué ne puisse pas être utilisée dans la prédiction du seuil d'écoulement τ_c . Nous pouvons donc nous affranchir de la mesure de viscosité intrinsèque issue des mesures expérimentales pour prédire l'évolution du seuil d'écoulement. Le modèle de Chateau peut donc prédire le comportement non linéaire du matériau dans notre cas d'étude, car le matériau présente un comportement purement hydrodynamique dû à l'anisotropie durant l'écoulement.

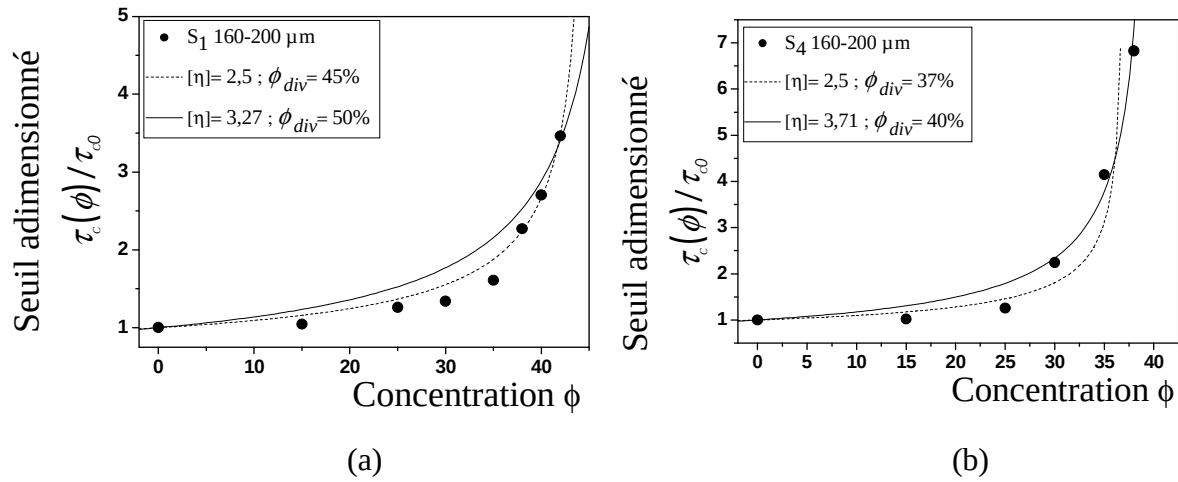


Figure 4.20 - Comparaison entre les valeurs expérimentales et les seuils adimensionnés avec le modèle de Chateau pour une suspension composée de sable S₁ (a) et de sable S₄ (b) de taille 160-200 μm .

Nous traçons sur la figure 4.21 le seuil réduit $\tau_c(\phi)/\tau_{c0}$ en fonction du module réduit modifié $\sqrt{(1-\phi)G'(\phi)/G'_0}$. Nous trouvons un accord satisfaisant entre nos données expérimentales et la prédiction théorique de [Chateau et al. 2008] pour de faibles fractions volumiques. À l'inverse pour des fractions volumiques plus élevées, nous observons un accord moins satisfaisant avec cette approche. Ceci est dû à la présence de contacts directs à forte concentration en particules lors de la mesure du module élastique G' .

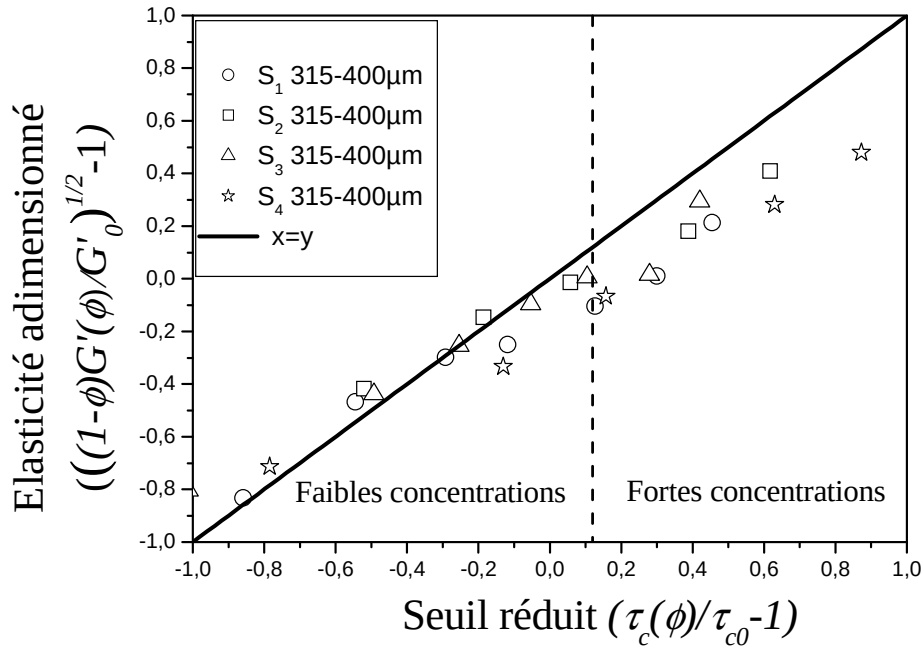


Figure 4.21 - Élasticité sous la forme $\sqrt{(1-\phi)G'(\phi)/G'_0}$ en fonction des seuils d'écoulement adimensionnés $\tau_c(\phi)/\tau_{c0}$ en échelle log-log pour différents systèmes étudiés : Suspensions de particules de sables S_1 , S_2 , S_3 et S_4 de taille 315-400 μm dans une émulsion inverse.

Dans le cas de nos suspensions, nous pouvons prédire le seuil d'écoulement $\tau_c(\phi)$ à partir de mesures de module élastique $G'(\phi)$ pour de faibles concentrations. Au-delà, ceci est rendu difficile par l'apparition de contacts directs présents lors d'une mesure de module élastique $G'(\phi)$.

4.2.4.3 Prise en compte du module après écoulement

Nous avons vu précédemment que l'accord entre les valeurs expérimentales et le modèle de Krieger-Dougherty est satisfaisant pour des faibles fractions volumiques et moins satisfaisant pour des fractions volumiques plus importantes lors d'une mesure de $G'(\phi)$. Nous avons comparé dans cette partie les résultats expérimentaux sur une suspension composée de sable S_2 de taille 315-400 μm plongé dans une émulsion inverse avec le modèle de prédiction théorique de Chateau pour deux cas de figures. Nous avons mesuré dans un premier temps le module d'élasticité $G'(\phi)$ dans notre suspension homogène et isotrope (état initial), et dans un second temps nous avons mesuré le seuil d'écoulement $\tau(\phi)$. L'autre cas de figure est de mesurer le seuil d'écoulement $\tau(\phi)$ et par la suite mesurer le module d'élasticité $G'(\phi)$ sur le

matériau anisotrope. Il est à noter que dans les deux cas de figure, le seuil d'écoulement $\tau(\phi)$ est mesuré sur une suspension homogène. Ce qui différencie ces deux cas d'expérimentations est que dans le premier cas, la mesure du module d'élasticité $G'(\phi)$ se fait avant écoulement. Nous n'avons pas de déstructuration du matériau pendant la mesure du module. Dans le second cas, $G'(\phi)$ est mesuré après écoulement et déstructuration du matériau.

Le but de cette expérimentation est de trouver un protocole de mesure du module élastique afin de tester l'approche d'homogénéisation sur une même structure. Nous observons sur la figure 4.22 que l'approche d'homogénéisation après écoulement est beaucoup plus satisfaisante pour prédire $\tau_c(\phi)$ à partir du module élastique $G'(\phi)$.

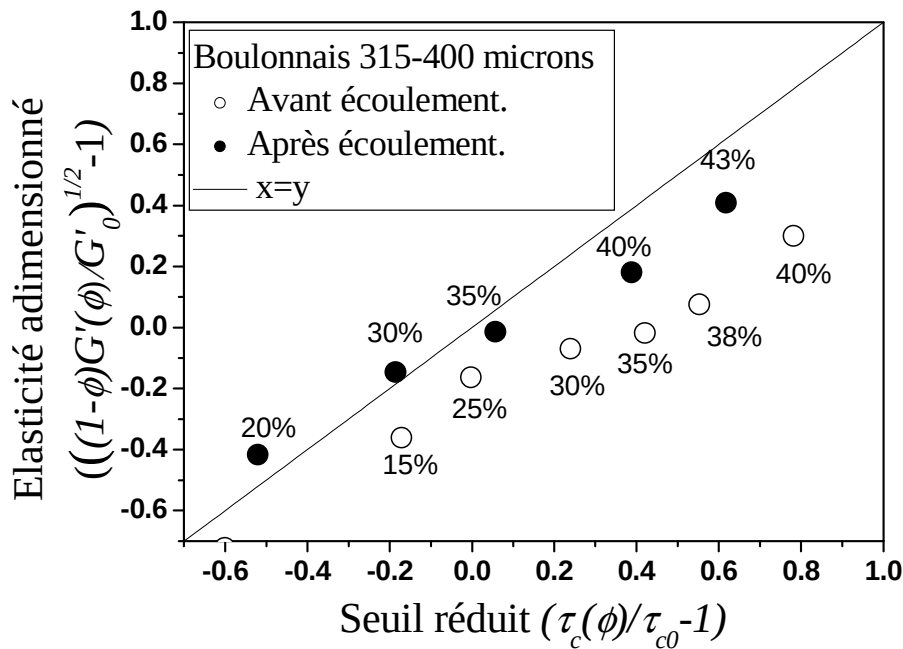


Figure 4.22 - Comparaison entre une mesure de module d'élasticité avant et après écoulement par rapport à l'approche théorique d'homogénéisation.

Finalement, on montre qu'à partir d'une mesure de G' sur une même structure anisotrope, on est capable de prédire le seuil d'écoulement τ_c . Le seuil d'écoulement semble être prédit avec la formule de Chateau pour une viscosité intrinsèque de 2,5. La viscosité intrinsèque mesurée dans un milieu dilué ne semble pas être pertinente. Nous verrons par la suite de l'étude une comparaison entre le seuil d'écoulement et la consistance d'Herschel-Bulkley.

4.3 Consistance d' Herschel-Bulkley

4.3.1 Suspensions de type Herschel-Bulkley ?

Nous avons montré dans le chapitre précédent la construction d'une courbe à l'échelle locale à partir des vitesses et concentrations locales mesurées à l'IRM dans l'entrefer d'une géométrie Couette. La question qui se pose après avoir construit les courbes d'écoulement à l'échelle locale est de vérifier si la suspension suit un comportement de type Herschel-Bulkley comme le matériau interstitiel (émulsion). Le but est de savoir quel modèle est le mieux adapté pour ajuster les paramètres rhéologiques tels que le seuil d'écoulement et la consistance de nos suspensions.

L'émulsion seule a un comportement de type Herschel-Bulkley [Ovarlez et al 2006]. Nous comparons ici les résultats expérimentaux que nous avons obtenus pour nos suspensions à différents modèles rhéologiques tels que le modèle de Bingham, de Herschel-Bulkley (cf. chapitre 1) et le modèle de Casson.

Pour rappel le modèle de Bingham s'écrit sous la forme :

$$\tau(\dot{\gamma}) = \tau_c + \eta_p \dot{\gamma} \quad (4.7)$$

Avec η_p la viscosité plastique de Bingham en Pa.s

Le modèle de Casson s'écrit sous la forme :

$$\sqrt{\tau(\dot{\gamma})} = \sqrt{\tau_c} + \sqrt{\beta} \dot{\gamma} \quad (4.8)$$

Avec β la viscosité plastique de Casson en Pa.s

Le modèle d'Herschel-Bulkley s'écrit sous la forme :

$$\tau(\dot{\gamma}) = \tau_c + \eta_{HB} \dot{\gamma}^n \quad (4.9)$$

Avec τ_c le seuil de mise en écoulement, en Pa

η_{HB} est la consistance d'Herschel-Bulkley en Pa.s⁻ⁿ

n l'exposant d'Herschel-Bulkley

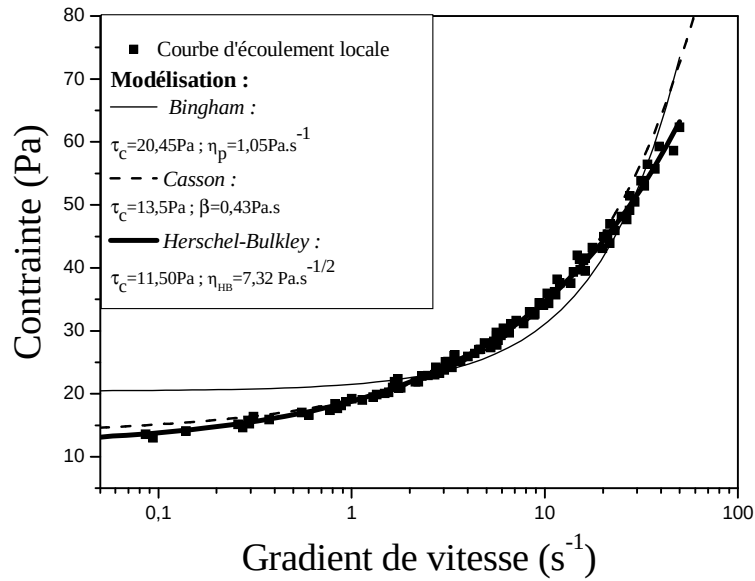


Figure 4.23 - Comparaison entre une courbe d'écoulement locale et les différents modèles rhéologiques pour une suspension pure.

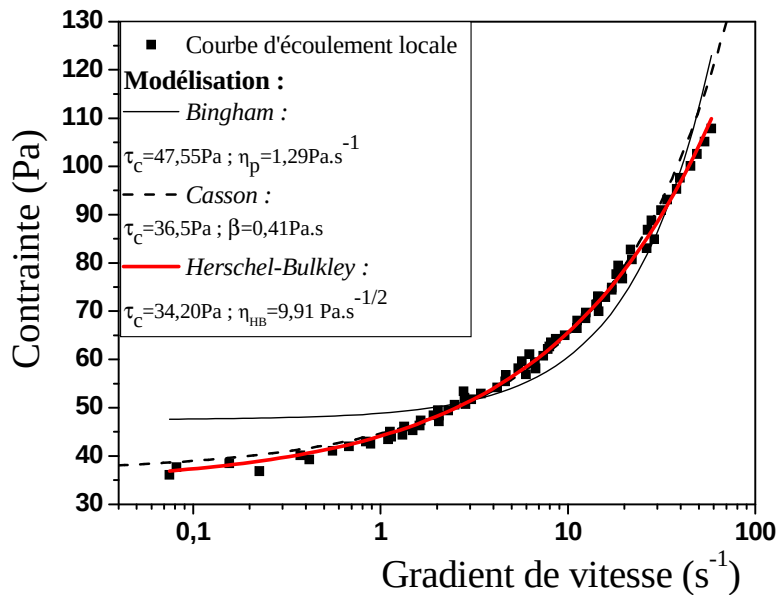


Figure 4.24 - Comparaison entre une courbe d'écoulement local et les différents modèles rhéologiques pour une suspension de 30 % de Sable S_1 de taille 160-200 μm dans une émulsion inverse.

Les figures 4.23 et 4.24 représentent les courbes semi-logarithmiques d'écoulement pour une émulsion pure et une suspension composée à 30 % de sable de S_1 . Une première observation nous amène rapidement à considérer que le modèle de Bingham ne décrit pas nos données expérimentales que ce soit pour une émulsion pure ou avec sable. Ce modèle n'est pas en accord avec les données expérimentales pour des gradients de vitesse faibles (2 s^{-1} pour

une suspension pure et 3 s^{-1} pour des particules de sable). Le même constat est observé pour les forts gradients de vitesse (15 s^{-1} pour une suspension pure et 20 s^{-1} pour des particules de sable). De fait, nous avons une surestimation du seuil d'écoulement et de la viscosité plastique. Le modèle de Casson présente un meilleur accord avec nos données expérimentales. Il présente toutefois une légère surestimation des contraintes à appliquer aux bas et forts taux de cisaillement.

Le modèle le plus pertinent dans nos deux cas de figure est le modèle d'Herschel-Bulkley. Il est parfaitement en accord avec nos résultats expérimentaux. Nous avons ajusté ce modèle avec l'exposant d'Herschel-Bulkley à $\frac{1}{2}$. Cet exposant est identique à celui de l'émulsion pure comme le prédit théoriquement [Chateau et al. 2008]. La conséquence d'un mauvais choix de l'exposant n conduit à une sous-estimation ou surestimation du seuil d'écoulement τ_c et de la consistance d'Herschel-Bulkley η_{HB} . À titre d'exemple, un choix de l'exposant de 0.4 entraîne une sous-estimation de 20 % sur le seuil d'écoulement τ_c . Pour le choix d'un exposant de 0.6, le seuil d'écoulement est surestimé de 14 %.

Il est à noter que le modèle d'Herschel-Bulkley reste valable sur toutes nos formulations quelque soit la forme de nos particules et la fraction volumique de nos particules comme nous pouvons le voir dans la figure 4.25 où est représentée une comparaison entre les courbes d'écoulement et le modèle d'Herschel-Bulkley pour des suspensions de 30 % de sables S_2 , S_3 et S_4 . Par la suite, toutes nos données seront ajustées avec n égal à $\frac{1}{2}$, ce qui permet notamment une comparaison des valeurs de consistance d'Herschel-Bulkley η_{HB} .

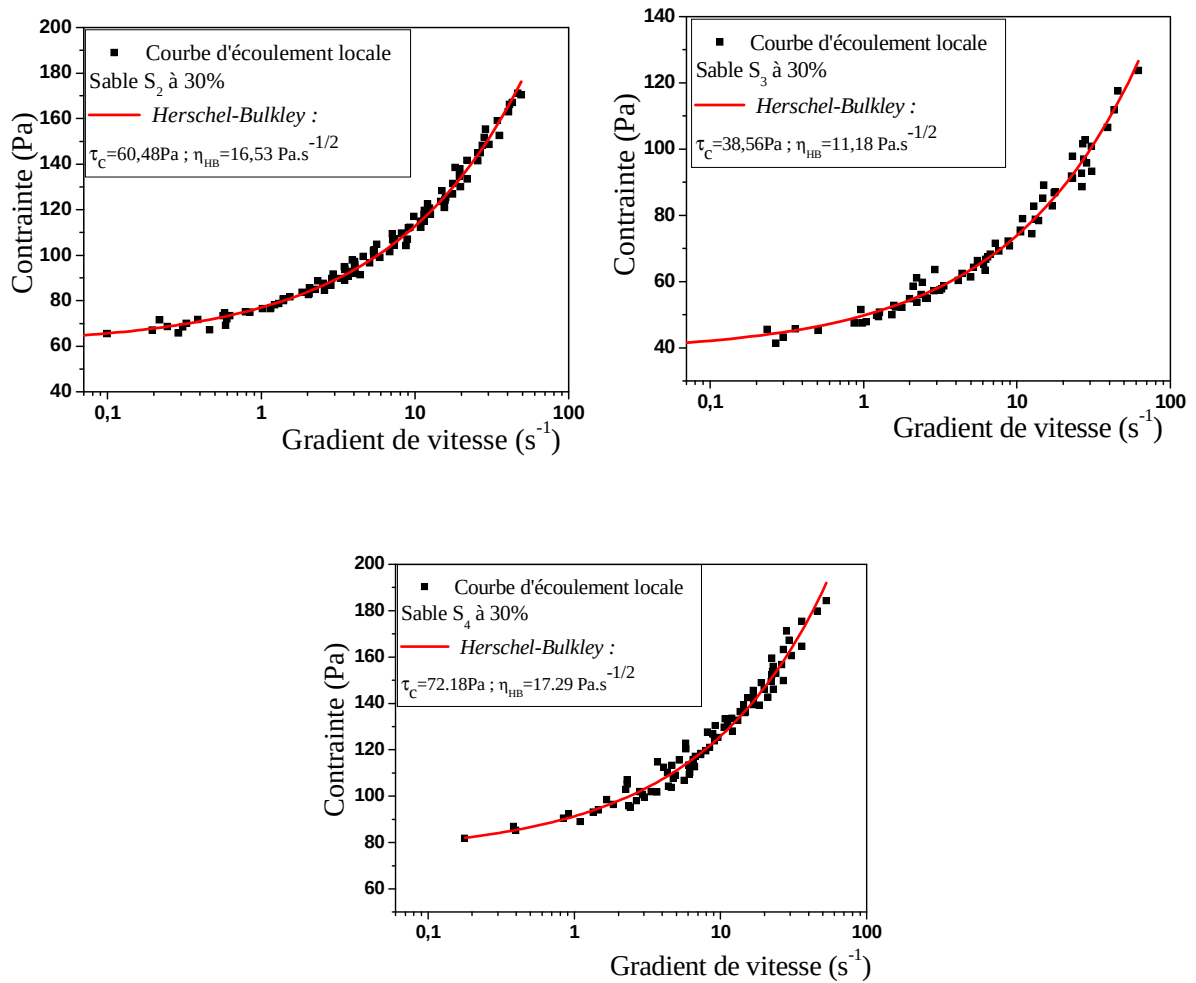


Figure 4.25 - Comparaison entre les courbes d'écoulement local et le modèle d'Herschel-Bulkley pour des suspensions de 30 % de sable S₂, S₃ et S₄ dans une émulsion inverse.

4.3.2 Suspension de particules non colloïdales dans un fluide d'Herschel Bulkley

Nous avons réalisé plusieurs courbes d'écoulement à l'échelle locale d'après la méthode décrite dans le chapitre 3 pour différentes suspensions composées de particules sphériques bi disperses (figure 4.26), de sables S₁, S₂ (figure 4.26), S₃ et S₄ à différentes concentrations en particules.

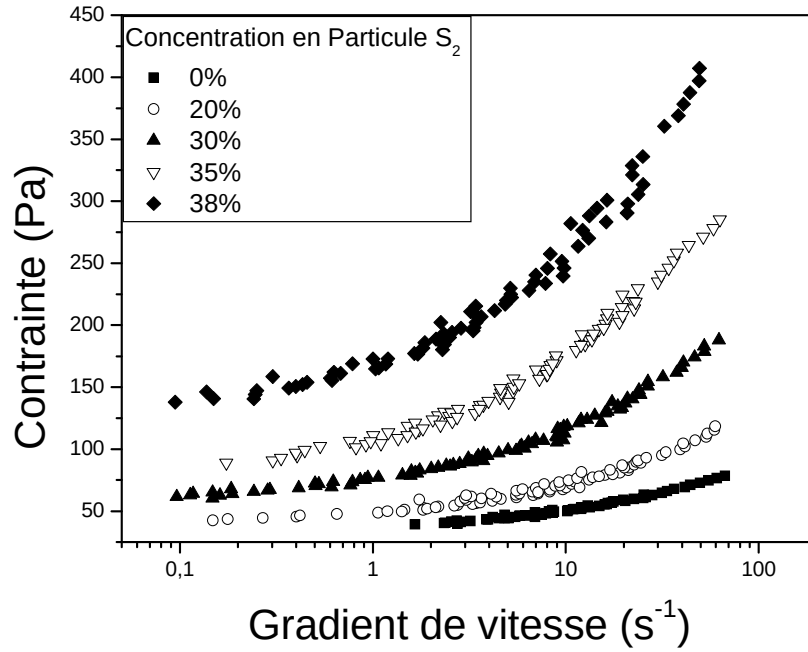


Figure 4.26 - Courbes d'écoulement pour un système émulsion/sable S_2 à différentes concentrations.

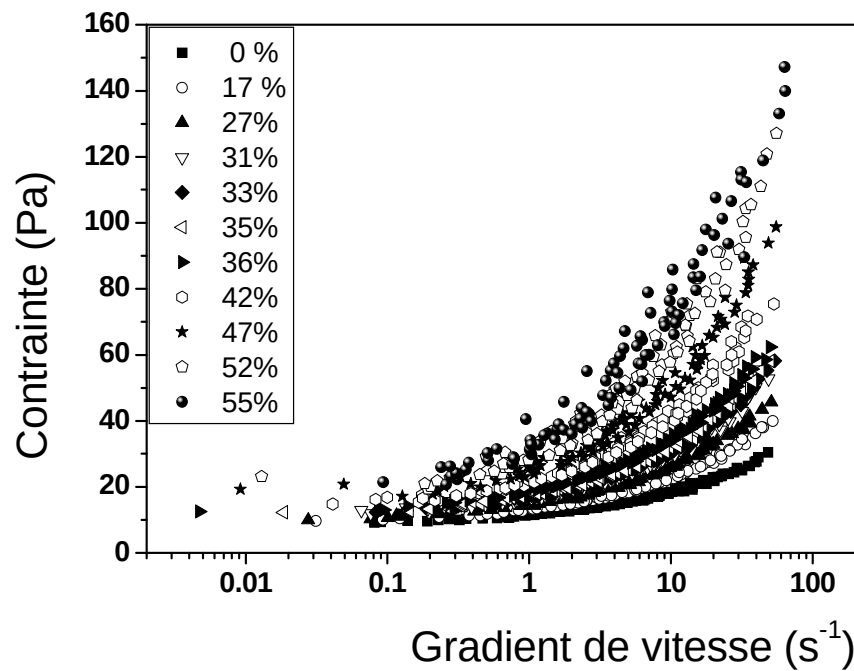


Figure 4.27 - Courbes d'écoulement pour le système émulsion/billes sphérique bidisperses à différentes concentrations.

Qualitativement, nous tirons deux enseignements de nos résultats issus des mesures IRM couplées avec des essais en rhéométrie classique. Tout d'abord, nous constatons une

augmentation de la contrainte seuil avec la concentration en particule. Le deuxième enseignement est la pente des courbes d'écoulement qui augmente avec la concentration en particules. Nous avons vu précédemment que nos courbes d'écoulement sont bien décrites par le modèle d'Herschel-Bulkley. Nous pouvons donc relier la pente de nos courbes à la consistance d'Herschel-Bulkley η_{HB} . Nous verrons plus tard que nous pouvons caractériser ce paramètre à l'aide de deux méthodes différentes.

Il est à noter que l'augmentation du seuil de contrainte et de la pente de la courbe avec la concentration ϕ est plus importante pour des suspensions composées de sable que pour des particules sphériques bi disperses.

4.3.3 Consistance d'Herschel-Bulkley en fonction de la fraction volumique en particule

Dans les paragraphes précédents, nous avons montré que la loi de comportement locale est bien décrite, quelque soit la concentration et la forme des particules par le modèle d'Herschel-Bulkley avec un exposant $n = 1/2$. Dans cette partie, nous allons nous intéresser à l'évolution de la consistance d'Herschel-Bulkley en fonction de la fraction volumique et des particules ajoutées. La consistance d'Herschel-Bulkley est mesurée à la fois pour la suspension et le fluide interstitiel (émulsion). La représentation de nos résultats expérimentaux est le rapport entre la consistance d'Herschel-Bulkley de la suspension et celle du fluide interstitiel en fonction de la fraction volumique en particule. La consistance d'Herschel-Bulkley est calculée pour une gamme de fractions volumiques allant jusqu'à 55 % pour nos particules sphériques bi disperses, 39 % pour le sable S_1 , 38 % pour le sable S_2 , 35 % pour le sable S_3 et 34 % pour le sable S_4 .

Nous avons comparé deux méthodes pour mesurer la consistance d'Herschel-Bulkley. La première méthode est d'ajuster la courbe d'écoulement de notre suspension avec le modèle Herschel-Bulkley. La consistance d'Herschel-Bulkley est donc ajustée directement à partir de nos données expérimentales pour avoir une meilleure approximation avec le modèle d'Herschel-Bulkley (figure 4.23).

La deuxième consiste à calculer directement η_{HB} à partir des données pour éliminer l'incertitude liée à la détermination du seuil dans l'ajustement des données et ce calcul est effectué entre 1 s^{-1} et 10 s^{-1} selon l'Eq 4.10.

$$\eta_{HB} = \frac{\tau(\dot{\gamma}_{10}) - \tau(\dot{\gamma}_1)}{\dot{\gamma}_{10}^{1/2} - \dot{\gamma}_1^{1/2}} \quad (4.10)$$

La figure 4.28 montre clairement que la méthode n'affecte pas les valeurs de consistance d'Herschel-Bulkley pour la gamme étudiée de fractions volumiques. Ceci est valable pour toutes les autres formulations étudiées. Pour la suite de nos études, le choix de la méthode utilisée se portera sur la méthode interpolation, c'est-à-dire la méthode 1. C'est un choix arbitraire.

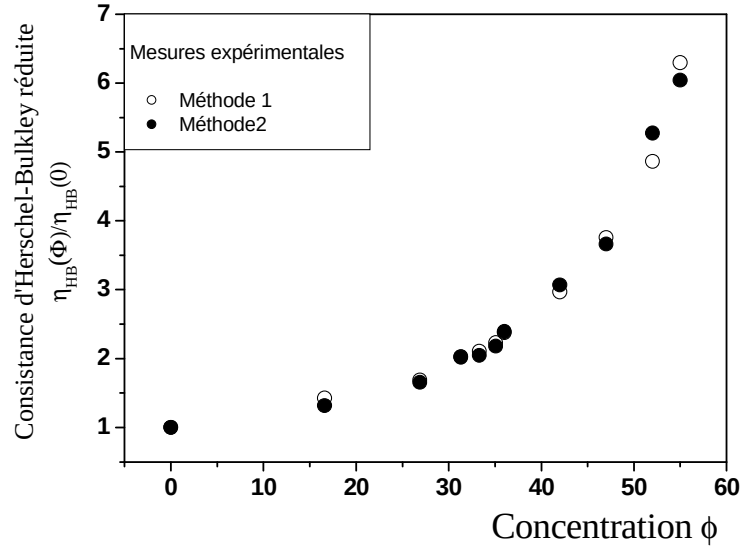


Figure 4.28 - Consistance adimensionnée de Herschel-Bulkley η_{HB} en fonction de la concentration en billes de PS pour différentes méthodes de calcul.

Après avoir défini notre méthode de mesure, nous comparons nos données expérimentales avec différents modèles proposés dans la littérature. Nous avons comparé nos données expérimentales avec deux modèles rhéologiques. Le premier modèle est celui de Krieger-Dougherty (pour n égal à $\frac{1}{2}$):

$$\frac{\eta(\phi)}{\eta(0)} = \frac{1}{\left(1 - \frac{\phi}{\phi_{div}}\right)^{2.5\phi_{div}}} \quad (4.11)$$

Le second modèle est le modèle d'homogénéisation de [Chateau et al. 2008] prédisant la consistance de la suspension $\eta_{HB}(\phi)$ en fonction de la concentration en particule pour un exposant d'Herschel-Bulkley égal à 0,5 :

$$\frac{\eta_{HB}(\phi)}{\eta_{HB}(0)} = \frac{\left(\sqrt{(1-\phi)\left(1 - \frac{\phi}{\phi_{div}}\right)^{-2.5\phi_{div}}}\right)^{1.5}}{(1-\phi)^{0.5}} \quad (4.12)$$

Il est à noter que les Equations.4.8 et 4.9 sont écrites ici en fonction de ϕ_{div} et non pas en fonction de la fraction dense aléatoire ϕ_m . L'ajustement de nos courbes expérimentales ne se fait donc pas par rapport à la compacité dense aléatoire des particules à sec, mais bien d'une fraction de divergence des propriétés rhéologiques de la suspension. Dans le cas de particules sphériques monodisperses, la fraction dense aléatoire ϕ_m est égale à 0,64 tandis que la fraction volumique de divergence ϕ_{div} est égale à 0,605 [Ovarlez et al. 2006].

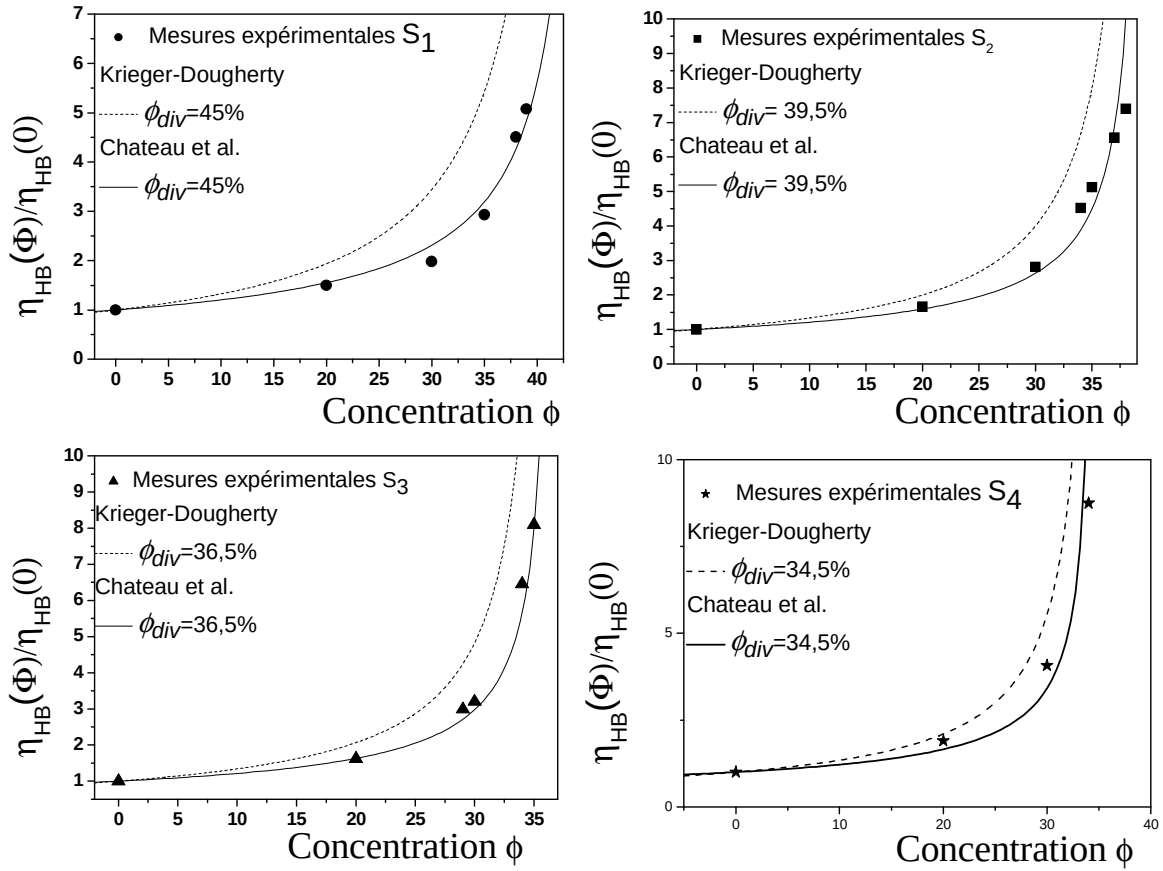


Figure 4.29 - Comparaison entre le modèle de Krieger-Dougherty et le modèle de Chateau pour des suspensions composées de sable S₁, S₂, S₃ et S₄.

Nous observons sur la figure 4.29 que le modèle approprié pour modéliser nos données expérimentales est le modèle de Chateau avec la fraction volumique de divergence ϕ_{div} comme seul paramètre ajustable. Si nous remplaçons la viscosité intrinsèque de 2,5 utilisée précédemment par les viscosités intrinsèques mesurées dans le chapitre 2 pour des sables S₁ et S₄ de tailles 160-200 μm dans le modèle de Chateau (figure 4.30), l'accord est moins satisfaisant. Il semble que la viscosité intrinsèque $[\eta]$ mesurée dans un milieu dilué ne

puisse pas être utilisée dans la prédiction de la consistance d'Herschel-Bulkley η_{HB} et le seuil d'écoulement τ_c à concentration modérée et élevée. On retrouve ici la même conclusion que dans le cas précédent où l'on prédit correctement le seuil d'écoulement τ_c à l'aide du modèle de Chateau.

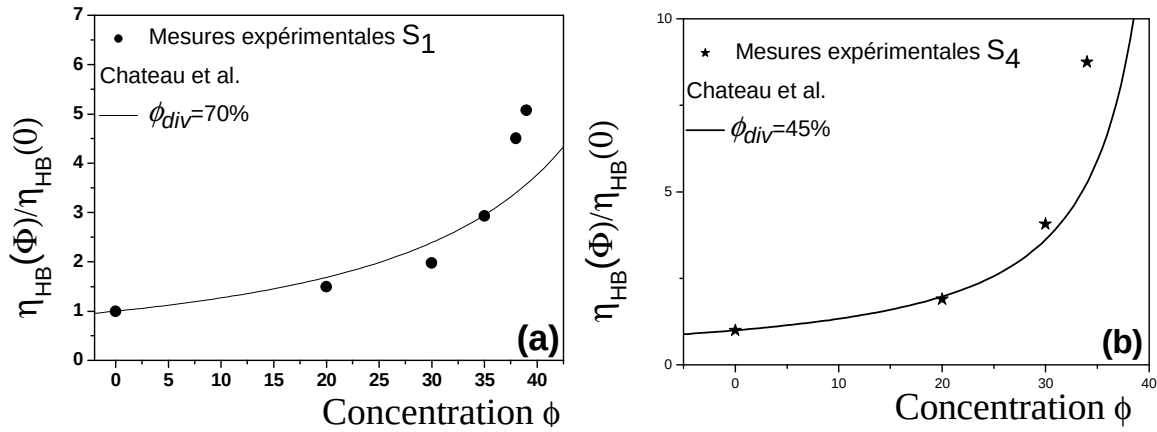


Figure 4.30 - Comparaison entre le modèle de Chateau pour des suspensions composées de sable S₁ (a) et S₄ (b) pour des viscosités intrinsèques $[\eta]$ mesurée dans un milieu dilué.

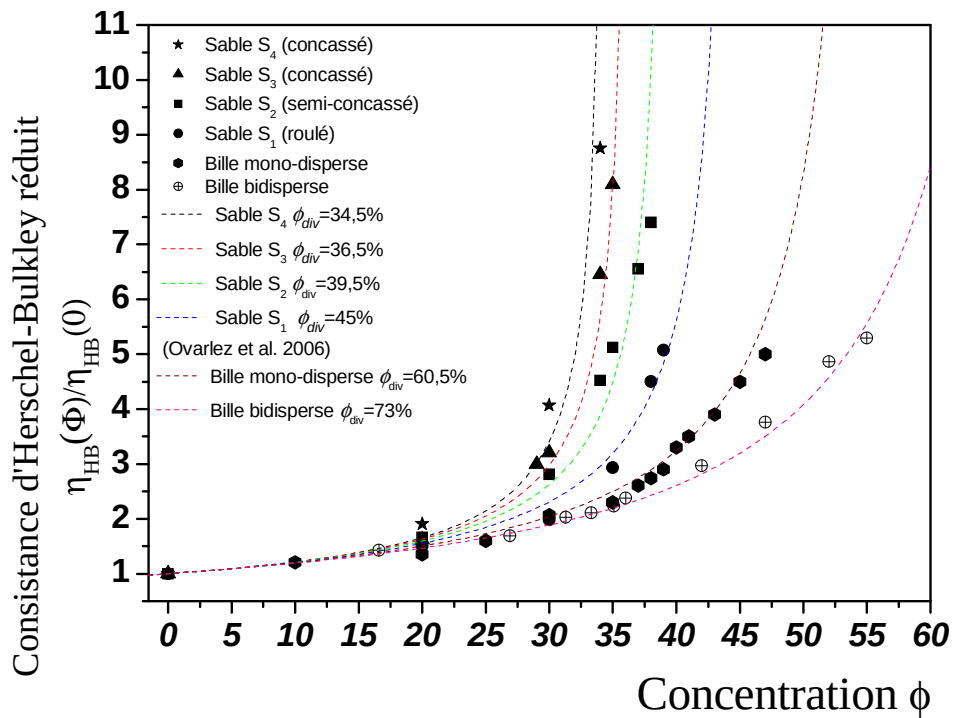


Figure 4.31 - Consistance adimensionnée de Herschel-Bulkley η_{HB} en fonction de la concentration pour différentes particules.

La figure 4. 31 représente la consistance adimensionnée de Herschel-Bulkley η_{HB} en fonction de la concentration pour différentes particules. Tout d'abord, comme l'avaient laissés présager les résultats des courbes d'écoulement à l'échelle locale, nous nous apercevons que la consistance d'Herschel-Bulkley augmente avec l'ajout de particules. Ceci paraît logique, car il est plus difficile de mettre en écoulement une suspension fortement chargée en particules. De même, il est plus difficile de la maintenir en écoulement.

Nous remarquons, dans un premier temps, que la fraction volumique de divergence Φ_{div} déterminée par ajustement au modèle de Chateau varie en fonction de la forme de nos particules. Elle est de l'ordre de 45 % pour un sable S_1 (sables roulés), 39,5 % pour un sable S_2 (sables semi-concassés), 36,5 % pour un sable S_3 (sables concassés), 34,5 % pour un sable S_4 (sables concassés), 60,5 % pour des particules monodisperse sphériques [Ovarlez et al. 2006] et 73 % pour des particules bidisperses sphériques. Nous avons bien un impact de la forme des particules sur la consistance de nos mélanges. La forme et la polydispersité des particules se répercutent fortement sur les valeurs de la fraction volumique de divergence ϕ_{div} .

Pour évaluer l'impact des particules sur la consistance, nous évaluons la fraction volumique en particules pour laquelle nous observons une consistance de la suspension cinq fois plus importante de celle du fluide interstitiel. La fraction volumique solide, où $\eta_{HB}(\phi)/\eta_{HB}(0)=5$ apparaît, varie selon les sables ajoutés. Elle est de 39 % pour un sable S_1 (sables roulés), 35 % pour un sable S_2 (sables semi-concassés), 33 % pour un sable S_3 (sables concassés), 31 % pour un sable S_4 (sables concassés), 46 % pour des particules monodisperses sphériques et 52 % pour des particules bi disperses sphériques. Si nous nous plaçons désormais à une fraction volumique de l'ordre de 31 %, l'impact de l'ajout de sable aura un impact deux fois moins important sur la consistance d'un sable roulé (S_1) par rapport à un sable concassé (S_4). La morphologie des particules a donc un rôle considérable sur la consistance de nos suspensions.

4.3.4 Relation entre seuil d'écoulement et consistance

Précédemment, nous avons montré que le modèle de Krieger et Dougherty prédit correctement nos données expérimentales de $G'(\phi)$ pour de faibles fractions volumiques où le régime hydrodynamique est prédominant. A forte concentration le modèle n'est plus valable

du fait de l'apparition de contacts directs entre particules. A partir de ces constatations, la détermination de la fraction volumique de divergence ϕ_{div} est rendue difficile. Ces remarques ne sont pas valables pour la prédiction du seuil d'écoulement τ_c et de la consistance d'Herschel-Bulkley η_{HB} prédit par le modèle de [Chateau et al. 2008].

[Chateau et al. 2008] prédit qu'à une échelle macroscopique, la suspension se comporte comme un fluide de Herschel-Bulkley de même exposant que celui du fluide porteur. Il relie la consistance relative (*i.e* le ratio entre la consistance du mélange et celle du fluide interstitiel) au seuil d'écoulement relatif (*i.e* le ratio entre le seuil du mélange et celui du fluide interstitiel) dans le cas d'une suspension composée de particules sphériques par la relation suivante :

$$\frac{\eta_{HB}(\phi)}{\eta_{HB}(0)} = \left(\frac{\tau_c(\phi)}{\tau_c(0)} \right)^{n+1} (1-\phi)^{-n} \quad (4.13)$$

n étant l'exposant d'Herschel-Bulkley égal à 0,5 pour nos émulsions.

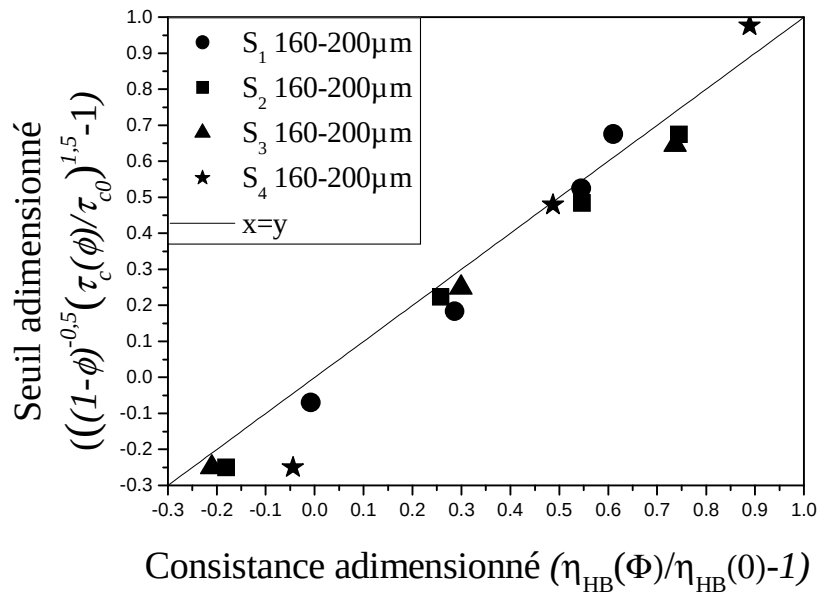


Figure 4.32 - Seuil d'écoulement sous la forme $\left(\frac{\tau_c(\phi)}{\tau_c(0)} \right)^{1.5} (1-\phi)^{-0.5}$ en fonction des consistances d'Herschel-Bulkley adimensionnées $\eta_{HB}(\phi)/\eta_{HB}(0)$ en échelle log-log pour différents systèmes étudiés : suspensions de particules de sables S_1 , S_2 , S_3 et S_4 de taille 160-200 μm dans une émulsion inverse.

À l'inverse de la prédiction du module élastique G' à partir de mesure de seuil d'écoulement τ_c , nous avons bien un accord entre nos données expérimentales et la prédiction de [Chateau et al. 2008] pour tous nos sables de morphologies différentes (figure 4.32). Nous pouvons, à partir d'une mesure de seuil, déduire la consistance d'Herschel-Bulkley η_{HB} mesuré de façon locale. C'est un résultat important pour une caractérisation rhéologique des matériaux dans le génie civil. En effet, à partir d'une mesure de seuil d'écoulement mesuré à l'aide d'un essai d'étalement (*cf.* chapitre 1) par exemple, nous pouvons en déduire la consistance du matériau.

4.3.5 Impact de la consistance et du seuil d'écoulement sur nos suspensions

Dans le domaine du génie civil, les deux paramètres rhéologiques utilisés pour prédire une bonne mise en œuvre du matériau sont la consistance et le seuil d'écoulement. Nous avons comparé sur la figure 4.33, le seuil d'écoulement et la consistance pour observer quels paramètres rhéologiques impactent le plus fortement sur nos suspensions. Nous observons une augmentation de la consistance d'Herschel-Bulkley η_{HB} plus importante que le seuil d'écoulement τ_c pour nos différentes formulations. Nous pouvons déjà dire que la consistance d'Herschel-Bulkley η_{HB} aura un impact plus important que le seuil d'écoulement τ_c lorsque l'on ajoute des particules de sable dans notre mélange.

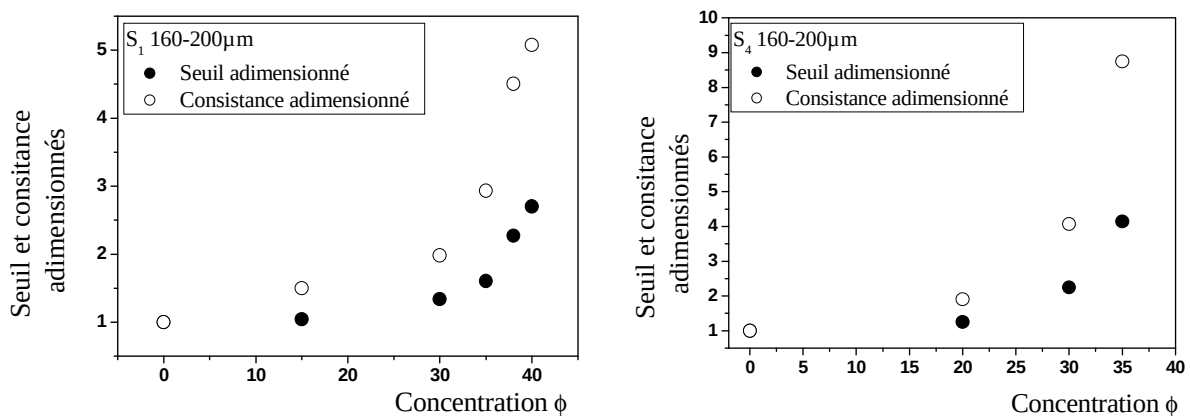


Figure 4.33 - Comparaison entre seuil et consistance adimensionnés en fonction de la concentration en particules S_1 (a) et S_4 (b) de taille 160-200 μm .

Dans le cas de particules sphériques, le seuil relatif est de 1,32 à une concentration de 38 %. La relation 4.13 prédit ainsi $\eta_{HB}(\phi)/\eta_{HB}(0)$ égal à 1,93. Dans le cas de nos particules

non sphériques, l'amplification du seuil mesurée à 38 % est de 2,06 pour S_1 , 3,63 pour S_2 , 3,76 pour S_3 et 6.82 pour S_4 (figure 4.19). Nous retrouvons une amplification du seuil plus forte pour ces particules irrégulières.

Par contre, l'augmentation de la consistance est elle beaucoup plus marquée. La relation 4.13 prédit ainsi pour une concentration de 38 % une consistance relative $\eta_{HB}(\phi)/\eta_{HB}(0)$ de 3.75 pour un sable S_1 , 8,78 pour un sable S_2 , 9,26 pour un sable S_3 et 22,62 pour un sable S_4 (figure 4.31). En pratique, la caractérisation rhéologique est effectuée à partir d'une mesure d'étalement qui caractérise le seuil d'écoulement (cf. chapitre 1). En conséquence, alors que l'augmentation du seuil peut être relativement faible (de 2 à 8), l'augmentation de la consistance (de 3 à 23) peut être très élevée sans être capturée par l'essai d'étalement. Il faut donc gardé en tête que cet effet sera moins marqué dans le cas d'un fluide interstitiel composé de pâte de ciment dont le comportement rhéofluidifiant n'a pas un exposant égal à 0,5 mais compris entre 0,5 et 1.

Notre étude montre donc qu'une perte d'étalement liée au seuil d'écoulement peu important peut être associée à des consistances beaucoup plus fortes. Ceci est d'autant plus vrai que la qualité du sable est décroissante.

Partant de toutes ces constatations, nous avons choisi, de façon arbitraire, un paramètre pragmatique nommé ϕ_4 car il est difficile d'évaluer de façon précise la fraction volumique de divergence ϕ_{div} . Ce paramètre correspond à la concentration en particule nécessaire pour obtenir une suspension équivalente à quatre fois le paramètre rhéologique étudié par rapport au fluide interstitiel. Nous avons donc déterminé ϕ_4 dans le cas de la consistance (figure 4.31) et du seuil d'écoulement (figure 4.19). Nous avons compilé les résultats du facteur ϕ_4 dans le tableau 4.3 pour la consistance et le seuil d'écoulement déduits des figures 4.31 et 4.19.

	ϕ_4 (seuil d'écoulement)	ϕ_4 (consistance)
S_1 160-200 μm	44 %	39 %
S_2 160-200 μm	39 %	35 %
S_3 160-200 μm	38 %	33 %
S_4 160-200 μm	35 %	30 %

Tableau 4.3 - Récapitulatif des valeurs de ϕ_4 liées au seuil d'écoulement et à la consistance pour des suspensions composées de sables S_1 , S_2 , S_3 et S_4 de taille 160-200 μm .

Nous avons montré dans le chapitre 2 que le facteur d'aspect avait un impact sur la compacité lâche aléatoire ϕ_l et la compacité dense aléatoire ϕ_m . À l'inverse, la convexité de nos particules n'affectait pas la compacité lâche aléatoire ϕ_l et faiblement la compacité dense aléatoire ϕ_m . Partant de ces remarques, nous avons tracé dans la figure 4.34 la compacité lâche aléatoire ϕ_l en fonction du facteur ϕ_4 pour une mesure de seuil d'écoulement et de consistance. Nous observons que la compacité lâche aléatoire ϕ_l affecte fortement le facteur ϕ_4 que ce soit pour une mesure de seuil d'écoulement ou de consistance. Le facteur d'aspect étant fortement lié à la compacité lâche aléatoire ϕ_l , nous pouvons dire que le facteur d'aspect contrôle tout d'un point de vue rhéologique dans ce régime où il n'y a pas de réseau percolé de contacts entre gains (contrairement à la fraction volumique dense). Si nous avons étudié des mélanges dont la fraction volumique est supérieure à la fraction lâche aléatoire, il est possible d'anticiper qu'une influence de la convexité (probablement faible) pourrait être mesurée.

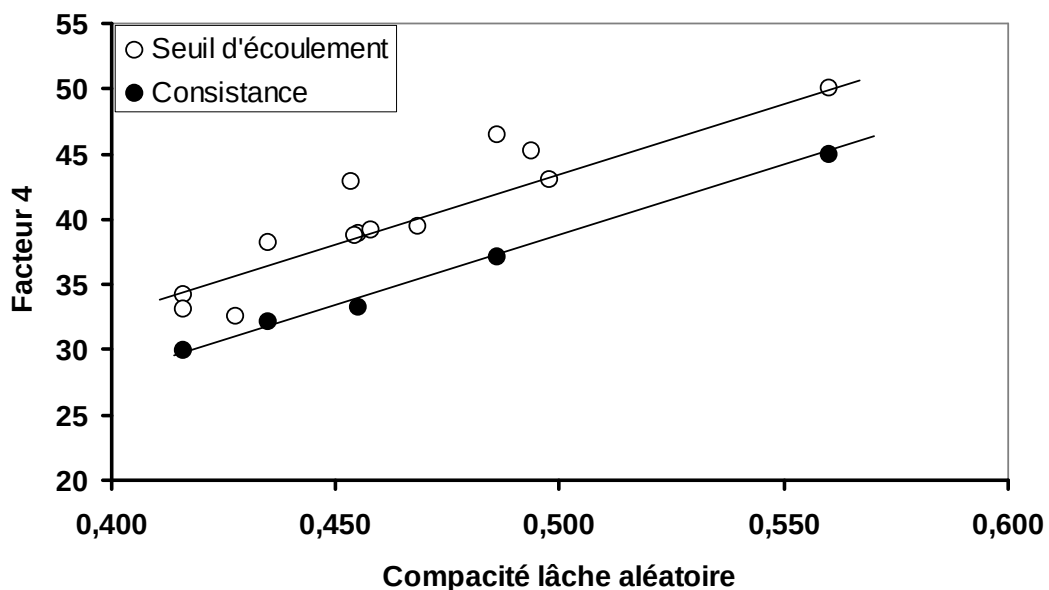


Figure 4.34 - Compacité lâche aléatoire ϕ_l en fonction du facteur ϕ_4 pour une mesure de seuil d'écoulement et de consistance.

4.4 Conclusion

Dans une application en génie civil, le coût économique est essentiel. Le but est ainsi d'avoir une proportion la plus importante possible de granulats dans les préparations de béton, car les granulats ont un coût moins élevé que la pâte de ciment. Nous avons vu que le seuil d'écoulement τ_c et la consistance de nos suspensions dépendent fortement de la morphologie de nos particules. Il est donc intéressant d'optimiser le mélange granulaire et d'utiliser des granulats ayant des formes de grains les plus sphériques possibles. Par défaut, si les ressources de granulats roulés sont épuisées, il faut remplacer les granulats roulés par des granulats ayant une morphologie se rapprochant de celle d'une sphère.

De plus, la consistance augmente beaucoup plus rapidement que le seuil d'écoulement lorsque la concentration en particule augmente. La conséquence de cette observation est qu'une augmentation de la consistance ne sera pas forcément capturée par un essai d'étalement. Ceci est d'autant plus vrai que la qualité des particules est décroissante. Nous avons réussi à prédire la consistance d'une suspension composée de sables de formes différentes à partir d'une mesure de seuil. À partir d'une mesure d'étalement, nous pouvons donc prédire la consistance (mesurée de façon locale) de nos suspensions.

Références bibliographiques

Chateau X., Ovarlez G., Trung K.L. : Homogenization approach to the behavior of suspensions of non-colloidal particles in yield stress fluids , *Journal of Rheology* (52) pp.489-506, 2008.

Hashin, Z., and Shtrikman S. : A variational approach to the theory of the elastic behaviour of multiphase materials, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* (11) pp.127-140-1963.

Krieger I.M., Dougherty T.J. : A mechanism for non-Newtonian flow in suspensions of rigid spheres, *Trans. Soc. Rheol.* (3) pp.137-152, 1959.

Ovarlez G., Bertrand F., Rodts S. : Local determination of the constitutive law of a dense suspension of noncolloidal particles through magnetic resonance imaging, *Journal of rheology* (50) pp.259-292, 2006.

Zarraga I. E., Hill D. A., Leighton, D. T. : The characterization of the total stress of concentrated suspensions of noncolloidal spheres in Newtonian fluids, *Journal of rheology* (44) pp.185–220, 2000.

Zarraga I.E., Hill D.A., Leighton D.T. : Normal stresses and free surface deformation in concentrated suspensions of noncolloidal spheres in a viscoelastic fluid”, *Journal of rheology* (45) 1065, 2001.

Conclusion générale

Au cours de ces travaux, nous avons caractérisé nos granulats secs, non seulement d'un point de vue morphologique mais aussi suivant leur empilement granulaire. Nous avons corrélié les paramètres morphologiques aux propriétés d'empilement et aux propriétés rhéologiques de nos suspensions. Une représentation schématique est montrée sur la figure ci-dessous.

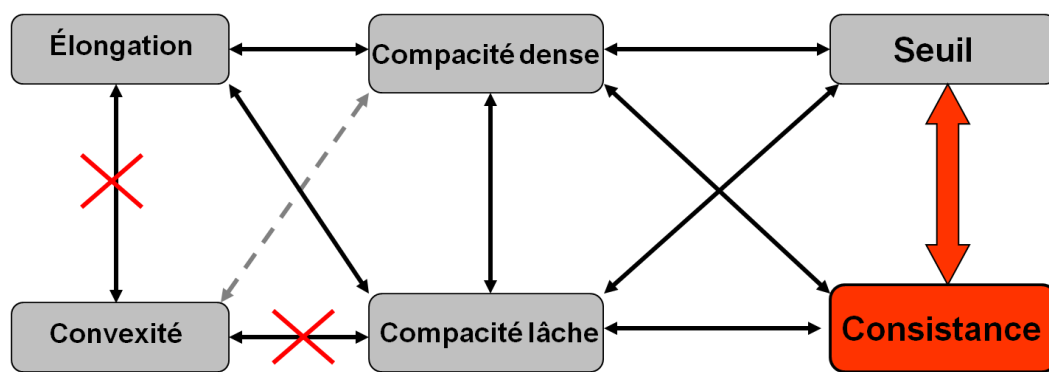


Figure C.1 - Corrélations entre les différents paramètres rhéologiques et morphologiques.

Nous avons montré que le facteur d'aspect des grains décrivant leur élongation affecte fortement la compacité dense et lâche aléatoire. Dans le cas des particules de sables, nos résultats ont montré une augmentation de la compacité lâche et dense lorsque le facteur d'aspect diminue. Par contre, pour des particules de même facteur d'aspect, nous avons observé un impact faible de la convexité sur la mesure de compacité dense. Ceci pourrait être dû à la contribution forte dans ce régime des contacts directs entre grains pendant la mise en place de nos particules. Le rapport entre la compacité lâche et dense ϕ_l / ϕ_m semble constant quelque soit le facteur d'aspect et le type de particule utilisé. De plus, ce ratio est du même ordre de grandeur que celui obtenu par d'autres auteurs dans le cas d'inclusions sphériques.

Nous avons aussi mené plusieurs études sur les suspensions de particules non colloïdales et non sphériques plongées en suspension dans des fluides à seuil (émulsion). Ainsi, nous avons, dans un premier temps, étudié et caractérisé le module élastique G' de tels systèmes, puis, dans un second temps, nous nous sommes intéressés à leur comportement en écoulement avec des mesures de seuil d'écoulement τ_c et de consistance d'Herschel-Bulkley.

Concernant l'élasticité linéaire, nous avons tenté de modéliser l'évolution du module élastique par une loi de type Krieger-Dougherty. Nous avons montré que nos résultats expérimentaux ont un accord satisfaisant avec ce type de loi pour des concentrations inférieures à une concentration critique ϕ_c . Au contraire, en comparant nos résultats sur toute la gamme de concentration étudiée, l'accord n'est pas vérifié quelque soit la viscosité intrinsèque insérée dans le modèle. Cela s'explique par la présence de contacts directs entre grains non prise en compte par le modèle. La présence de contacts directs entraîne aussi une disparité de mesure entre deux outils de mesures différents. Nous avons montré, grâce à des mesures de module élastique à différentes contraintes normales, que cette disparité était due au confinement du matériau.

Concernant le seuil d'écoulement de nos suspensions, nous avons observé l'effet de la concentration de nos particules sur le comportement en écoulement. Pour de faibles concentrations, nous avons obtenu un comportement élastoplastique quasi idéal. À forte concentration, un phénomène d'écrouissage a été observé. La transition entre la phase élastique et plastique n'est pas abrupte. Ce phénomène peut s'expliquer par le caractère isotrope initial et l'anisotropie du matériau durant l'écoulement qui tend à minimiser les contacts directs entre particules. Comme dans le cas du module élastique, nous avons comparé les mesures de seuil d'écoulement avec deux outils de mesures différents. Nous avons montré que l'outil de mesure n'influe pas sur les mesures de seuil d'écoulement. La mesure de seuil s'effectue bien dans un régime hydrodynamique.

Nos résultats expérimentaux sont bien modélisables avec le modèle de Chateau avec une viscosité intrinsèque d'une sphère. Dans le cas de nos suspensions à faible concentration, nous pouvons prédire le seuil d'écoulement $\tau_c(\phi)$ à partir de mesure de module élastique $G'(\phi)$ sur nos différentes formulations avec le modèle d'homogénéisation de Chateau.

Pour comprendre les disparités entre rhéomètres à béton, nous avons utilisé un IRM (imageur à résonance magnétique). Nous avons utilisé des techniques de mesure de vélocimétrie et de concentration afin de reconstruire une courbe à l'échelle locale. La courbe d'écoulement à l'échelle locale tient compte de la localisation et de la migration des particules induites par le cisaillement dans une géométrie Couette. Après avoir construit nos courbes d'écoulement pour nos différentes formulations, nous avons comparé nos résultats avec des mesures macroscopiques issues d'un rhéomètre conventionnel avec une géométrie Couette identique à celle utilisée pour les mesures locales. Nous avons montré que les artefacts de mesures sont dus à la migration des particules induites par le cisaillement après prise en

compte de la localisation par la méthode proposée par [Nguyen et Boger 1987]. Le phénomène de migration est irréversible et apparaît quasi instantanément. L'erreur entre la mesure locale et macroscopique est de l'ordre de 30 % pour le seuil d'écoulement et de 20 % pour la viscosité apparente pour des taux de cisaillement allant jusqu'à 10 s^{-1} à fortes concentrations. Nous avons aussi comparé nos mesures locales avec un rhéomètre à mortier (RhéCAD[®]). Cette fois-ci, nous avons remplacé la géométrie Couette par une hélice double pas dans le but de minimiser le phénomène de migration. Nous avons montré que le phénomène de migration ne se produit probablement pas lors de mesures. L'écart entre la mesure locale et macroscopique est du même ordre de grandeur que dans une mesure au rhéomètre conventionnel avec une géométrie Couette dans le cas d'une mesure de viscosité. Nous avons émis l'hypothèse que cet écart est dû au glissement de la suspension durant l'écoulement créé par une déplétion en particules au bord des pales de l'outil. Dans notre étude, le glissement peut créer une sous-estimation du gradient de vitesse entre les deux pales lors de nos mesures au rhéomètre à mortier. La mesure de viscosité en rhéométrie dépend donc de nombreux paramètres (géométrie, matériau, histoire d'écoulement).

De nos jours, la mesure de la viscosité déduite des courbes d'écoulements à l'échelle locale est la méthode la plus précise, car elle prend en compte le phénomène de migration et de localisation de la suspension durant l'écoulement. L'étude effectuée au RhéoCAD montre que nous ne disposons pas à ce jour d'un outil macroscopique permettant de mesurer correctement le comportement d'une suspension concentrée.

La consistance d'Herschel-Bulkley a donc été déduite des mesures faites de façon locale par IRM. Nous avons étudié l'évolution la consistance pour différents types de sables. Nos résultats expérimentaux sont bien modélisables avec le modèle de Chateau avec une viscosité intrinsèque d'une sphère.

Nous avons observé une dépendance de la forme et de la polydispersité des particules sur la fraction volumique de divergence ϕ_{div} . Nous avons aussi réussi à prédire la consistance d'une suspension composée de sables de formes différentes à partir d'une mesure de seuil.

À partir d'une mesure d'étalement, nous pouvons donc prédire la consistance (mesurée de façon locale) de nos suspensions. Nous avons aussi remarqué que la consistance augmente beaucoup plus rapidement que le seuil d'écoulement lorsque la concentration en particule augmente. La conséquence de cette observation est qu'une augmentation de la consistance ne sera pas forcément capturée par un essai d'étalement. Ceci est d'autant plus vrai que la qualité des particules est décroissante.

Pour résumer le schéma de la figure C.1, l'élongation influe sur la compacité lâche et dense aléatoire. Nous avons aussi une corrélation entre compacité lâche et dense aléatoire. En ce qui concerne les propriétés rhéologiques étudiées, le seuil d'écoulement et la consistance de nos suspensions sont liés à la compacité dense et à la compacité lâche. De plus, la consistance est plus affectée par un changement de morphologie que le seuil. Même s'il est délicat de mesurer la consistance, la relation existante entre seuil et consistance permet à partir d'une mesure d'étalement d'anticiper l'évolution de consistance associée. L'ensemble des corrélations établies permet donc de montrer que la consistance dépend principalement de l'élongation des particules.

