

# Etude du comportement visqueux-visco-plastique de suspensions sédimentaires multi-échelle

Yannick Mélinge<sup>1</sup>, Damien Rangeard<sup>2</sup>, Arnaud Perrot<sup>3</sup>,  
Saly Serhal<sup>2</sup>, Alexandre Pierre<sup>1</sup>, Abdelhak Kaci<sup>1</sup>

1. Université de Cergy-Pontoise, UFR ST – L2MGC EA 4114, France

2. INSA Rennes, LGCGM EA 3913, France

3. Université de Bretagne Sud, LiMatB EA 4250, France

*RESUME : Les propriétés visqueuses et visco-plastiques de matériaux sédimentaires issus de la baie de Quiberon sont étudiées ici au très jeune âge afin de privilégier les interactions granulaires au sein de mélanges liquide-solide calibrés tout en limitant les mécanismes réactifs de certains constituants. Dans ce travail, les suspensions présentent un caractère rhéofluidifiant et sont bien représentées par le modèle d'Herschel-Bulkley. L'analyse des paramètres du modèle en fonction de la fraction volumique solide et en incluant l'influence du diamètre moyen caractéristique de la phase solide montre une relation liant-inclusions, une limite liquide-solide et permet de suggérer le risque de ségrégation.*

*ABSTRACT: Viscous and visco-plastic rheological behaviour of natural muds have been studied in the present paper. Materials have been extracted from la baie de Quiberon (56, France). The age of the suspensions is fixed to be young before testing because of the possible chemical reactivity of the solid phase. Shear thinning characterises mainly the suspensions and the Herschel-Bulkley (HB) model is well adapted. The HB parameters analysis taken into account of the solid volume fraction and the mean diameter of the solid phase highlights a binder-granular inclusions relation, a liquid-solid limit and the segregation risk.*

*MTSCLES : Suspensions naturelles, rhéologie, fraction volumique solide critique, ségrégation, jeune âge, viscosité et visco-plasticité, multi-échelle.*

*KEY WORDS: Natural suspensions, rheology, solid volume fraction, segregation, young suspensions, viscosity, visco-plasticity, multi scale.*

## 1. Introduction

L'étude proposée s'inscrit dans un contexte général de compréhension des mécanismes de structuration rhéologique de mélanges liquide-solides sédimentaires naturels. Les applications dans ce contexte général concernent le transport solide, les propriétés de « fixation et d'ancrage » des dépôts solides (sédimentation, tassement, consolidation) pour revisiter quelques propriétés d'érosion dans les estuaires ou les zones de pêches intensives par exemple. Dans la présente étude, nous étudions quelques-unes des propriétés rhéologiques des mélanges sous cisaillement simple au très jeune âge de

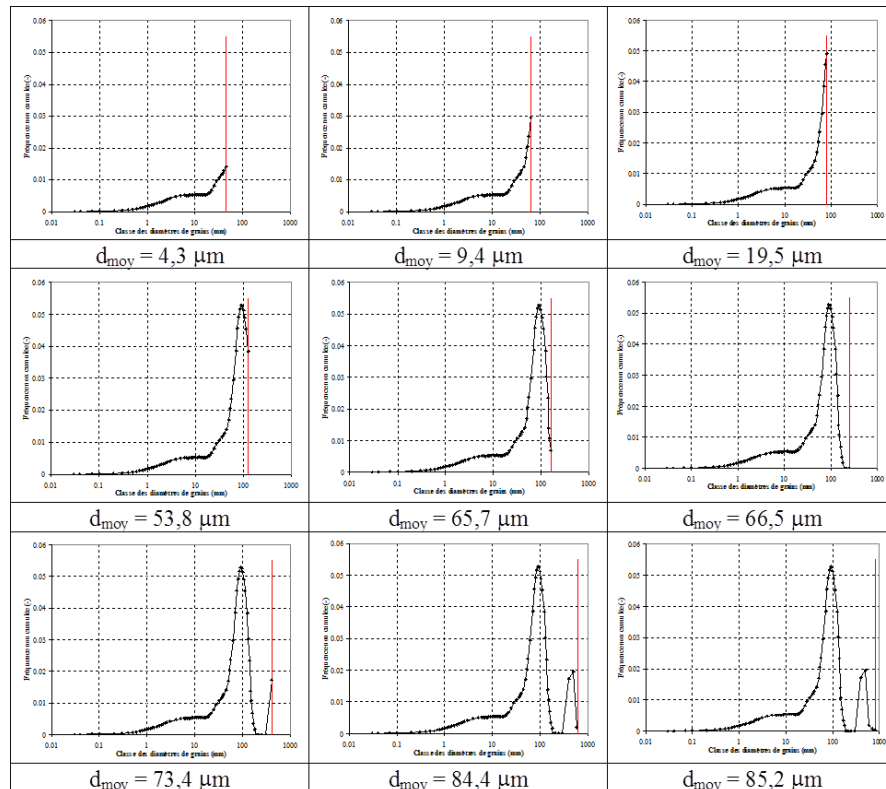
manière à s'affranchir des mécanismes de structuration liés à l'activation chimique des produits réactifs. Ces travaux constituent une étape de référence pour envisager, par la suite, l'étude des cinétiques de structuration aux temps longs pour lesquels, outre l'agencement des diamètres caractéristiques de la phase solide par rapport au fluide interstitiel, se combinent des actions chimiques. La phase solide retenue est issue de la Baie de Quiberon (Morbihan). Contrairement à une démarche classique d'optimisation des propriétés rhéologiques d'un mélange pour aboutir à des critères de maniabilité ou pour mettre en adéquation un fluide vis-à-vis d'un processus de mise en forme [TOU 02], [PER 06], les effets liés (i) à la composition de la phase solide et (ii) aux interactions avec la phase fluide sont identifiés à posteriori à partir d'une composition d'un « prémix » imposé par les processus naturels. Compte tenu des minéraux présents (argiles, limons, matières organiques, sables, ...), la démarche scientifique retenue consiste à exprimer dans un premier temps la réponse des suspensions à une sollicitation contrôlée en cisaillement simple en identifiant l'influence de la vitesse de cisaillement ( $\dot{\gamma}$ ), de la fraction volumique solide ( $\phi$ ) et d'éventuels effets d'échelle en considérant la polydispersité de la phase solide [TOU 04]. Par ailleurs, les travaux effectués doivent permettre de proposer quelques conclusions sur le comportement visco-plastique des mélanges et d'établir :

- Une limite entre un comportement purement visqueux et viscoplastique par la mise en évidence d'une fraction volumique solide critique,
- De mettre en évidence à *posteriori* une composition du mélange de type liant-inclusions tout en distinguant la notion de liant pour ce type de mélanges,
- D'établir une limite d'aptitude à la sédimentation des mélanges.

## 2. Moyens expérimentaux, matériaux et protocoles

Les essais rhéométriques sont conduits avec un rhéomètre Malvern Gemini 150 équipé d'une cellule plan-plan de 40 mm de diamètre. L'entrefer est fixé à 2 mm et les surfaces sont rugueuses pour réduire les risques de glissement aux parois. La température est maintenue à 20°C au moyen d'un système pelletier. Le protocole d'identification des courbes d'écoulement en vitesse imposée est formé d'une phase d'homogénéisation à  $\dot{\gamma} = 100 \text{ s}^{-1}$  pendant 60 s. Ensuite, une phase de restructuration des mélanges est conduite pendant 100 s linéairement jusqu'à  $\dot{\gamma} = 0,1 \text{ s}^{-1}$ . Enfin pour une durée similaire, le test s'achève avec une phase de déstructuration jusqu'à  $100 \text{ s}^{-1}$ . Dans la présente étude, le comportement rhéologique sous cisaillement simple est identifié via la phase de restructuration.

Les matériaux sont prélevés à la pelle mécanique dans la baie de Quiberon. Ces matériaux sont séchés à faible température et la granulométrie est bornée à 800  $\mu\text{m}$ , figure 1. Les déchets millimétriques sont retirés du domaine de l'étude. Les matériaux sont composés d'argile (4,1%), de limons (13,8%), de sables fins (63,1%) et de sables plus grossiers (19%). On distingue également des squelettes d'espèces vivantes (diatomées, spicules d'éponges, ...) qui sont des éléments essentiellement siliceux.



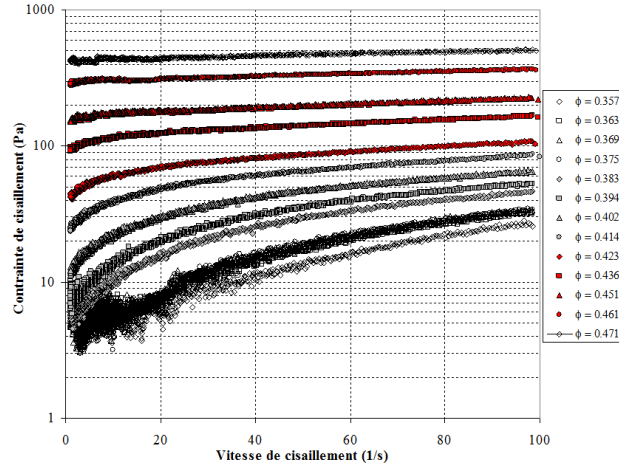
**Figure 1.** Courbe granulométrique du matériau analysé et présentation des courbes granulométriques réduites.

Dans le but d'identifier des effets d'échelle au sein de la phase solide, celle-ci est décomposée en 9 granulométries réduites. Ces volumes sont obtenus à partir de la phase solide complète (au sens de sa granulométrie bornée à 800  $\mu\text{m}$ ) et par tamisage, les plus gros diamètres sont éliminés, figure 1. Pour chaque granulométrie réduite, les mélanges sont obtenus par addition massique calibrée d'eau (du robinet à la température de 20°C) et de la matière solide. L'influence de la fraction volumique solide est systématiquement incluse dans le plan d'expériences en fabriquant des mélanges fluides à pâteux. Le temps de préparation et d'homogénéisation du mélange est chronométré pour que chaque mélange présente un âge identique au moment de la caractérisation rhéométrique (3 min mesurées dès l'ajout de l'eau sur la phase solide). L'eau du robinet a été retenue dans cette étude car la caractérisation rhéologique est conduite au très jeune âge et nous avons admis que l'activation chimique peut être négligée.

### 3. Résultats

#### 3.1. Courbes d'écoulement

Une illustration des courbes d'écoulement obtenues est présentée sur la figure 2 pour différentes fractions volumiques solides.



**Figure 2.** Courbes d'écoulement pour différentes valeurs de fraction volumique solide en présence de la phase solide non réduite.

La phase solide est ici bornée à 800  $\mu\text{m}$ . Logiquement, l'augmentation de la phase solide dans le mélange (à quantité d'eau fixée) rend le cisaillement plus difficile. Un mécanisme de structuration est clairement mis en évidence par la variation de la vitesse de cisaillement ( $\dot{\gamma}$ ). En effet, un comportement visco-plastique structurant est identifié et les courbes d'écoulement sont bien représentées par le modèle de d'Herschel-Bulkley, eq. 1.

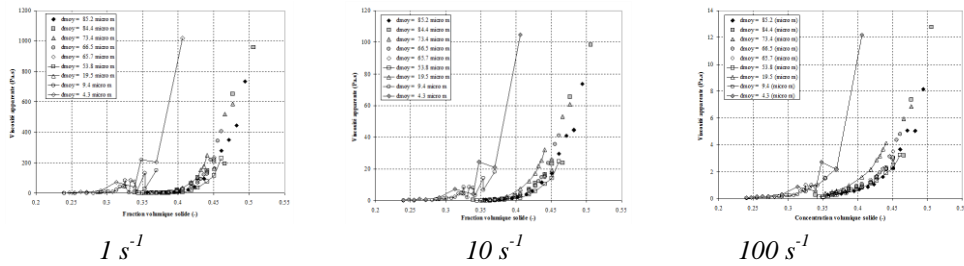
$$\tau = \tau_0 + k \cdot \dot{\gamma}^n \quad \text{Equation 1.}$$

Avec,  $\tau_0$  : le seuil de plasticité,  $k$  : le facteur visqueux et  $n$  : l'indice de structuration. Pour  $n = 1$ , le comportement décrit correspond à un fluide de Bingham et le facteur visqueux correspond à la viscosité du mélange. Pour  $n < 1$ , le comportement décrit un fluide rhéofluidifiant pour lequel, la viscosité apparente diminue avec l'accroissement de la vitesse de cisaillement. Pour  $n > 1$ , le comportement décrit un comportement d'un fluide rhéoépaississant.

Dans ce modèle, tant que la contrainte imposée ne dépasse pas le seuil de plasticité, le mélange n'est pas cisailé et il se comporte comme un matériau solide. Cette description macroscopique du comportement mécanique n'autorise pas la description du comportement en deçà du seuil. Chaque courbe est interpolée au moyen d'un algorithme de régression non linéaire qui minimise l'écart quadratique. Dans le but d'identifier quelques-unes des propriétés des mélanges liquides solides, chaque paramètre du modèle est analysé comme une fonction de la fraction volumique solide et du diamètre moyen probable de la phase solide.

### 3.2. Analyse de la viscosité apparente

Compte tenu du caractère structurant des mélanges, l'influence de la fraction volumique solide est analysée pour trois valeurs distinctes de la vitesse de cisaillement (1, 10 et 100  $\text{s}^{-1}$ ), figure 3, et pour chaque granulométrie réduite. La viscosité apparente correspond à la dérivée première de la courbe d'écoulement par rapport au taux de cisaillement.

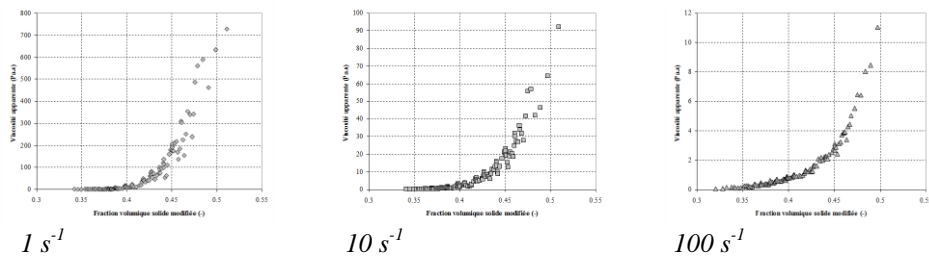


**Figure 3.** Evolution de la viscosité apparente en fonction de la fraction volumique solide et pour les 9 « courbes granulométriques ».

Sur ces figures, on note l'émergence de deux comportements asymptotiques. En effet, pour les faibles valeurs de  $\phi$ , la viscosité apparente tend vers une viscosité moyenne constante représentative de la viscosité du fluide suspensé. A l'inverse, pour les fortes valeurs de  $\phi$ , la viscosité apparente diverge et tend vers une asymptote verticale. Ce comportement est représentatif d'une distance inter particulaire faible qui ne facilite pas le mouvement solide au sein de la suspension. Ce comportement asymptotique permet de mettre en évidence une fraction volumique solide de type packing. Une telle description de l'influence de  $\phi$  correspond bien à un mécanisme de structuration décrit par le modèle de Krieger-Dougherty [KRI 59], eq. 2.

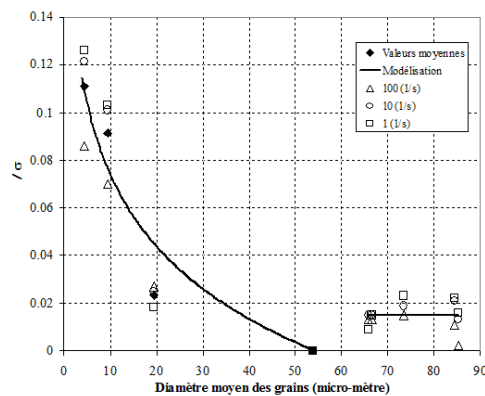
$$\mu = \mu_0 \left(1 - \frac{\phi}{\phi_M}\right)^{-\eta\phi_M} \quad \text{Equation 2}$$

Avec,  $\mu_0$ , la viscosité du fluide suspensé,  $\phi_M$ , la fraction volumique solide de packing et  $\eta$ , la viscosité intrinsèque. Ces résultats montrent également que les mélanges présentent principalement un caractère rhéofluidifiant (décroissance de la viscosité avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement). En complément, la réduction progressive de la courbe granulométrique, figure 1, renseigne sur le processus d'arrangement des familles de grains dont la limite est représentée par l'adaptation de la fraction volumique solide de packing, mais également sur la demande en eau pour maintenir un iso-cisaillement en l'absence (ici supposé) de réactivité des mélanges. Les résultats présentés dans un contexte  $(\tau, \dot{\gamma}, \phi, \bar{d})$  suggèrent qu'une représentation générale sous la forme d'une courbe maîtresse est possible. Dans la présente étude, l'hypothèse testée consiste à rechercher un écart moyen de fraction volumique solide ( $\Delta\phi$ ) conduisant à un maximum de corrélation des courbes  $(\mu ; \phi)$  obtenue pour chaque courbe granulométrique réduite de la phase solide avec une d'entre elle choisit comme référence. Les résultats de cette opération sont présentés sur la figure 4. L'ajustement est contrôlé par minimisation quadratique pour les trois valeurs de la vitesse de cisaillement.



**Figure 4.** Représentation des résultats dédiés au comportement visqueux via une courbe maîtresse.

On note que l'hypothèse retenue pour établir les courbes maîtresses est déjà satisfaisante pour expliquer le fil conducteur du comportement visqueux des suspensions analysées. On note également que la qualité de l'ajustement est meilleure avec l'accroissement de  $\dot{\gamma}$ . Ceci résulte d'un mécanisme de structuration (négligé dans la présente étude) pouvant exister à faible vitesse de cisaillement. Le principe d'expression des résultats sous la forme d'une courbe maîtresse montre finalement que le comportement visqueux est gouverné par la fraction des fines suffisamment bien représentée (en volume) au sein de la phase solide pour « jouer » le rôle d'un liant entourant et lubrifiant les éventuels contacts d'inclusions granulaires inertes. La représentation de  $(\Delta\phi)$  en fonction du diamètre moyen probable (calculé à partir de la courbe granulométrique de chaque frange réduite) montre un lien fonctionnel. L'écart de fraction volumique solide  $(\Delta\phi)$  à imposer pour la construction de la courbe maîtresse renseigne effectivement sur l'organisation particulaire et sur la demande en eau pour atteindre l'isocisaillement d'une courbe granulométrique réduite à une autre, figure 5. Nous imputons l'augmentation de  $\Delta\phi$  au-delà de  $d_{\text{moy}} = 60 \mu\text{m}$  à l'apport en fines associées aux inclusions granulaires de grand diamètre. Cet apport a pu être constaté par visualisations au MEB et est due au protocole de préparation des matériaux.



**Figure 5.** Evolution de  $\Delta\phi$  imposée à chaque courbe granulométrique réduite en fonction du diamètre moyen probable associé aux courbes granulométriques réduites.

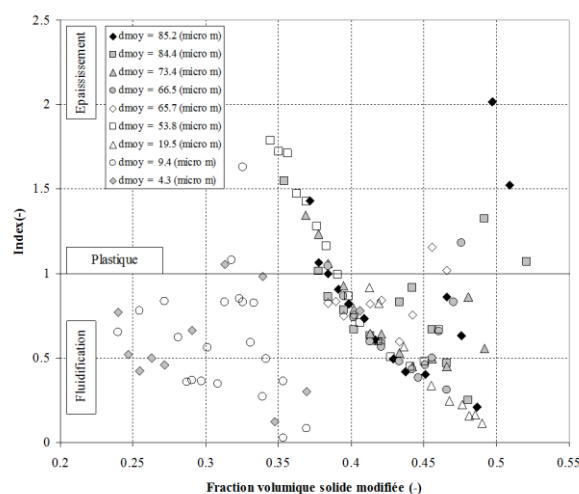
Finalement, le test de représentation du lien  $(\mu ; \phi)$  au moyen de l'équation 3 est réalisé et les résultats sont présentés dans le tableau 1. Dans l'équation, la fraction volumique solide modifiée, notée  $\phi^*$  remplace  $\phi$ . L'interpolation est correcte et la viscosité dynamique du fluide porteur est bien représentée par celle de l'eau.

**Tableau 1.** Modélisation de l'évolution de la viscosité dynamique apparente en fonction de la fraction volumique solide modifiée par l'adaptation du modèle de Krieger-Dougherty.

	$\mu_0$ (Pa.s)	$\phi_M^*$ (%)	$\eta$ (-)	R <sup>2</sup> (%)
$\dot{\gamma} = 1 \text{ s}^{-1}$	$99.10^{-5}$	54,8	12,54	88
$\dot{\gamma} = 10 \text{ s}^{-1}$	$94.10^{-5}$	54,24	10,18	90,6
$\dot{\gamma} = 100 \text{ s}^{-1}$	$98.10^{-5}$	69,94	11,09	96,8

### 3.3. Analyse de l'indice de structuration

Pour cette analyse, nous avons repris le principe de construction d'une courbe maîtresse pour exprimer la relation indice de structuration-fraction volumique solide. Le paramètre de glissement  $\Delta\phi$  précédemment obtenu lors de l'analyse de la viscosité apparente est appliqué ici, sauf pour les granulométries les plus réduites pour des raisons de lisibilité des résultats ( $d_{\text{moy}} = 9,4$  et  $4,3 \mu\text{m}$ ), figure 6. Pour ces deux cas, qui représentent « le liant », on note comme c'est le cas généralement dans la littérature que le lien n'est pas fonctionnel. Toutefois, le paramètre  $n$  est systématiquement inférieur à 1. Les résultats étant analysés *via* un régime de restructuration, ce résultat indique que la décroissance de  $\dot{\gamma}$  conduit à l'augmentation de la viscosité dynamique apparente par rapprochement progressif des particules solides que l'on peut assimiler à un mécanisme de floculation.



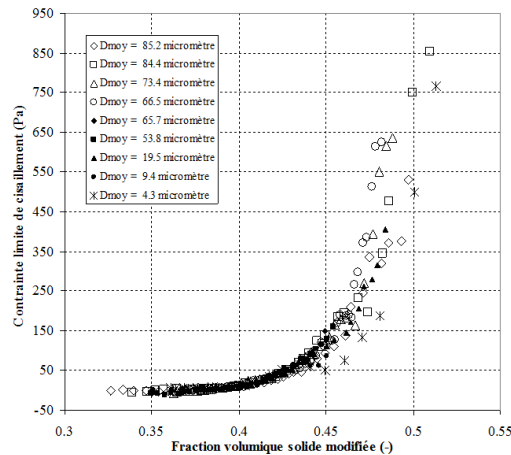
**Figure 6.** Evolution de l'indice de structuration des mélanges liquide-solide en fonction de la fraction volumique solide modifiée.

Pour les autres franges granulométriques, le lien est fonctionnel (entre  $n$  et la fraction volumique solide modifiée) et une courbe maîtresse est mise en évidence. Ce résultat original montre qu'à faible fraction volumique solide,  $n$  est supérieur à 1 et suggère que les suspensions testées sont très probablement sujettes à la sédimentation. L'accroissement de  $\phi^*$  induit une diminution continue de  $n$  jusqu'à ce qu'il prenne la valeur de l'unité. Pour cette valeur, il correspond une fraction volumique critique pour laquelle la suspension devient stable. La proportion de fines particules mélangées à l'eau forme un mélange capable de porter les inclusions en limitant la sédimentation. Au-delà de cette fraction volumique solide critique,  $n$  est

inférieur à 1. Les suspensions dans ce cas sont probablement peu sujettes à la sédimentation.

### 3.4. Analyse du seuil de plasticité

L'analyse conduite avec l'indice de structuration est reprise avec le seuil de plasticité et l'influence de la fraction volumique solide sur le seuil est présentée sur la figure 7 pour chaque granulométrie réduite.



**Figure 7.** Evolution du seuil limite de cisaillement en fonction de la fraction volumique solide modifiée. Influence du diamètre moyen probable caractérisant la phase solide.

Sur cette figure, la courbe maîtresse est seulement représentée. Les résultats obtenus révèlent deux points principaux :

A la fraction volumique solide critique pour laquelle  $n = 1$ , le seuil (calculé dans cette étude) présente un sens physique. En deçà de la fraction volumique solide, les mélanges testés et probablement instables (ségrégation possible) s'apparentent plutôt à un fluide newtonien structurant. Ainsi, une limite liquide-plastique est mise en évidence.

En second lieu, au-delà de la fraction volumique solide critique, le lien maître fonctionnel seuil de plasticité-fraction volumique solide modifiée est bien représenté par le modèle de Legrand [LEG 82], eq. 3.

$$\tau_0 = \tau_0^* \cdot \text{Exp}(A \cdot \phi) \quad \text{Equation 3}$$

Avec,  $\tau_0^*$  et  $A$ , des paramètres de calage du modèle.

## 4. Conclusion

Dans cet article, les propriétés visqueuses et visco-plastiques de suspensions formées de matériaux sédimentaires issus de la Baie de Quiberon et d'eau ont été étudiées au très jeune âge au moyen d'un protocole expérimental en vitesse imposée. Même si nos résultats doivent encore être affinés, nous avons montré que les fines caractérisées par un diamètre moyen de 9,4 mm jouent un rôle de liant dans la structuration des mélanges et assurent pour un domaine fixé de la fraction volumique solide la limitation de la ségrégation. L'influence combinée du taux de cisaillement, de la fraction volumique



solide et du diamètre moyen probable de la phase solide a pu être analysée et modélisée. Il convient à présent de tester l'influence des propriétés du fluide porteur, de tester la représentativité de l'approche avec d'autres types de matériaux et de limiter le nombre de paramètres calculés. Tous ces aspects font l'objet de travaux actuellement en cours dans le cadre de la thèse de doctorat de S. Serhal.

## 5. Références bibliographiques

[TOU 02] TOUTOU Z. : « Rhéologie et formulation des géosuspensions concentrées : évaluation des conditions d'extrudabilité ». Thèse de l'INSA Rennes, 2002.

[PER 06] PERROT A. : « Conditions d'extrudabilité des matériaux à base cimentaire ». Thèse de l'INSA de Rennes, 2006.

[TOU 04] TOUTOU Z., LANOS C., MELINGE Y., ROUSSEL N. : "Modèle de viscosité multi-échelle : de la pâte de ciment au micro-béton.", revue Rhéologie, éditée par le Groupe Français de Rhéologie, Vol.5, pp 1-9, juin 2004.

[KRI 59] KRIEGER I.M., DOUGERTHY T.J. : « A mechanism for non newtonian flow in suspensions of rigid spheres ». Trans. Soc. Rheol. 137-52, 1959.

[LEG 82] LEGRAND C. : "Le comportement rhéologique des suspensions de ciment, Le béton hydraulique." *Presses de L'Ecole National des Ponts et Chaussées*, pp.115-130, 1982.