

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
Université des Sciences et de la Technologie d'Oran  
Mohamed BOUDIAF

Faculté d'Architecture et de Génie Civil  
Département d'Hydraulique

MÉMOIRE EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE MAGISTER  
**OPTION : Rhéologie et Transport des Fluides Complexes**

PRÉSENTE Par  
**Mr. BOUTARFA Mustapha**

**Caractérisation physique et rhéologique  
de la bentonite de Maghnia**

SOUTENU LE / / 2012 DEVANT LE JURY COMPOSE DE :

M <sup>r</sup> YOUCEFI Abdelkader	Professeur	USTO-MB Oran	PRÉSIDENT
M <sup>r</sup> BELHADRI Mansour	Professeur	USTO-MB Oran	RAPPORTEUR
M <sup>r</sup> BOUDJENANE Nasreddine	Maître de conférences	USTO-MB Oran	CO-RAPPORTEUR
M <sup>r</sup> KHALDI Abdelkrim	Maître de conférences	USTO-MB Oran	EXAMINATEUR
M <sup>r</sup> BEAMARA Iakhdar	Maître de conférences	USTO-MB Oran	EXAMINATEUR
M <sup>r</sup> MEKKAOUI Mohamed	Maître assistant A	USTO-MB Oran	INVITE

# ***TABLE DES MATIERES***

Sommaire.....	1
Remerciement.....	4
Liste des principaux symboles.....	6
Liste des figures et des tableaux.....	7
Avant propos.....	9
Résumé.....	10
Introduction générale.....	12

## **PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE**

### **Chapitre I : Microstructures et propriétés physico-chimiques de la bentonite.....**

<b>I.1.</b> Introduction.....	13
<b>I.2.</b> Généralités sur les argiles.....	13
<b>I.2.1.</b> Définitions.....	13
<b>I.2.2.</b> Classification.....	13
<b>I.3.</b> Microstructure de la bentonite.....	15
<b>I.3.1.</b> Introduction.....	15
<b>I.3.2.</b> La structure multi-échelle de la montmorillonite.....	16
<b>I.3.2.1.</b> Le feuillet.....	17
<b>I.3.2.2.</b> La particule primaire .....	17
<b>I.3.2.3.</b> L'agrégat .....	18
<b>I.3.3.</b> Les principales caractéristiques des minéraux argileux.....	19
<b>I.3.3.1.</b> La densité de charge spécifique $\sigma$ .....	19
<b>I.3.3.2.</b> La capacité d'échange cationique (CEC) .....	19
<b>I.3.4.</b> La surface spécifique.....	20
<b>I.3.5.</b> Gonflement interfoliaire et interparticulaire.....	20
<b>I.3.6.</b> Différents types d'eau.....	20
<b>I.3.6.1.</b> L'eau libre.....	21
<b>I.3.6.2.</b> L'eau liée.....	21
<b>I.3.6.3.</b> L'eau cristalline.....	21
<b>I.4.</b> Paramètres physico-chimique de la bentonite.....	21
<b>I.4.1.</b> Les paramètres de nature.....	21
<b>I.4.1.1.</b> L'identification géotechnique (Limites d'Atterberg).....	21
<b>I.4.1.2.</b> L'étude minéralogique.....	23
I.4.1.2.1. La diffraction du rayon «x».....	23
I.4.1.2.2. La microscopie électronique.....	25
I.4.1.2.3. Analyses thermiques.....	26
<b>I.4.1.3.</b> Teneur en carbonate de calcium $\text{CaCO}_3$ .....	26
<b>I.4.1.4.</b> Valeur au bleu de méthylène (VBS).....	27
<b>I.4.2.</b> Les paramètres d'état.....	27
<b>I.4.2.1.</b> Le pH.....	27
<b>I.4.2.2.</b> La teneur en eau pondérale (w exprimé en %).....	28
<b>I.4.2.3.</b> Le poids volumique ( $\gamma$ exprimé en $\text{kN/m}^3$ ).....	28
<b>I.4.3.</b> Le comportement mécanique.....	29
<b>I.4.3.1.</b> L'essai Proctor.....	29
<b>I.4.3.2.</b> L'indice portant immédiat IPI.....	30
<b>I.4.3.3.</b> L'essai de cisaillement .....	30
<b>I.4.3.4.</b> L'essai oedométrique.....	30
<b>I.4.4.</b> Le comportement hydraulique.....	31
<b>I.5.</b> Conclusion.....	31

### **Chapitre II : Rhéologie des argiles.....**

<b>II.1.</b> Introduction.....	33
<b>II.2.</b> Généralités sur la rhéologie.....	33
<b>II.2.1.</b> But de la rhéologie.....	33
<b>II.2.2.</b> Grandeurs fondamentales de la rhéologie .....	33
II.2.2.1. Vitesse de cisaillement.....	33

II.2.2.2. Contrainte de cisaillement ( ).....	34
II.2.2.3. Viscosité.....	34
<b>II.2.3.</b> Rhéogramme.....	35
<b>II.2.4.</b> Modèles rhéologiques.....	35
II.2.4.1. Fluides Newtoniens.....	35
II.2.4.2. Fluides Non Newtoniens.....	35
<b>II.2.5.</b> Thixotropie.....	38
<b>II.3.</b> Rhéomètres.....	40
<b>II.3.1.</b> Rhéomètre rotatif.....	40
<b>II.3.2.</b> Viscosimètre chute de bille .....	42
<b>II.3.3.</b> Viscosimètre capillaire .....	42
<b>II.3.4.</b> Viscosimètre empirique « ENGLER ».....	43
<b>II.4.</b> Problèmes expérimentaux.....	43
<b>II.4.1.</b> Problème d'évaporation.....	44
<b>II.4.2.</b> Glissement aux parois.....	44
<b>II.4.3.</b> Inertie de l'outil rotatif.....	44
<b>II.5.</b> Caractérisation rhéologique du système eau-bentonite.....	45
<b>II.5.1.</b> Comportement d'écoulement .....	45
<b>II.5.2.</b> Thixotropie.....	46
<b>II.5.3.</b> Contrainte seuil.....	47
<b>II.5.4.</b> Facteurs d'influence sur la rhéologie des suspensions .....	48
<b>II.6.</b> Conclusion.....	48

## **PARTIE EXPERIMENTALE**

### **Chapitre III : Caractérisation physico-chimique de la bentonite étudiée.....**

<b>III.1.</b> Introduction.....	49
<b>III.2.</b> Situation géologique.....	49
<b>III.3.</b> Paramètres de la nature.....	50
<b>III.3.1.</b> Masse volumique de notre bentonite.....	50
III.3.1.1. Généralités.....	50
III.3.1.2. Exécution de l'essai.....	50
III.3.1.3. Expression des résultats.....	51
<b>III.3.2.</b> Essai au bleu de méthylène a la tache.....	51
III.3.2.1. Généralités.....	51
III.3.2.2. Exécution de l'essai.....	51
III.3.2.3. Expression des résultats.....	52
III.3.2.4. Surface spécifique totale S.S.T.....	53
<b>III.3.3.</b> Teneur en carbonate de calcium CaCO <sub>3</sub> .....	53
III.3.3.1. Généralité.....	53
III.3.3.2. Mode opératoire.....	53
III.3.3.3. Expression des résultats.....	55
<b>III.4.</b> Paramètres d'état (limites d'Atterberg).....	55
<b>III.4.1.</b> Généralité.....	55
<b>III.4.2.</b> Expression des résultats.....	56
<b>III.5.</b> Mesure indirect du potentiel de gonflement.....	58
<b>III.6.</b> Paramètre de comportement mécanique (essais de cisaillement).....	59
<b>III.6.1.</b> Principe.....	59
<b>III.6.2.</b> Mode opératoire.....	60
III.6.2.1. Préparation des plaques drainantes.....	60
III.6.2.2. Préparation des éprouvettes.....	60
<b>III.6.3.</b> Réalisation de l'essai.....	61
III.6.3.1. Choix de l'effort vertical à appliqué.....	61
III.6.3.2. Essais sur sols cohérents.....	61
III.6.3.3. Déroulement de l'essai.....	62
III.6.3.4. Mesure.....	62
<b>III.6.4.</b> Expression des résultats.....	62
<b>III.7.</b> Conclusion.....	63

<b>Chapitre IV : Caractérisation rhéologique de la bentonite.....</b>	
<b>IV.1.</b> Introduction.....	64
<b>IV.2.</b> Moyens expérimentaux.....	64
<b>IV.3.</b> Préparation des échantillons.....	64
<b>IV.4.</b> Argile à l'état brute.....	65
<b>IV.4.1.</b> Mesures à contrainte imposée.....	65
IV.4.1.1. Courbe d'écoulement.....	65
IV.4.1.2. Modélisation du comportement rhéologique des suspensions de bentonite.....	68
IV.4.1.3. Courbe d'hystérésis.....	71
<b>IV.4.2.</b> Mesures à vitesse de cisaillement imposée.....	78
<b>IV.5.</b> Argile modifiée par le pH.....	80
<b>IV.5.1.</b> Mesures à contrainte imposée.....	80
IV.5.1.1. Courbe d'écoulement.....	80
IV.5.1.2. Modélisation du comportement rhéologique des suspensions de bentonite.....	81
IV.5.1.3. Courbe d'hystérésis.....	83
<b>IV.5.2.</b> Mesures à vitesse de cisaillement imposée.....	86
<b>IV.6.</b> Argile modifiée par la température.....	87
<b>IV.6.1.</b> Mesures à contrainte imposée.....	87
IV.6.1.1. Courbe d'écoulement.....	87
IV.6.1.2. Modélisation du comportement rhéologique des suspensions de bentonite.....	88
<b>IV.6.2.</b> Mesures à vitesse de cisaillement imposée.....	91
<b>IV.7.</b> Conclusion.....	91
Conclusion générale.....	94
Bibliographie.....	95
Annexe.....	98



## *Dédicace*

Ce projet est dédié à :

- *Mes* parents que j'aime tout au monde,
- *Mes* sœurs et frères, et à toute la famille  
BOUTARFA
- *Tous* ceux qui m'ont été d'un soutien qu'il  
soit moral ou matériel,

- *Je* voudrais adresser mes sincères remerciements  
à messieurs MAÂTOU mohamed Directeur de la  
DHWR, BOUDJELTIA mohamed et Monsieur  
GEROUJD pour leurs patience et ses confiance le long  
de ma formation magistrale.

## *REMERCIEMENT*

Mes premiers remerciements vont à mes promoteurs monsieur le professeur BELHADRI Mansour et monsieur BOUDJENANE Nasreddine. Qui m'ont témoigné leurs soutiens et leurs confiances et qui m'ont prodigué un enseignement toujours judicieux et rigoureux durant toutes les phases du mémoire. Qu'ils trouvent ici l'expression de ma sincère gratitude.

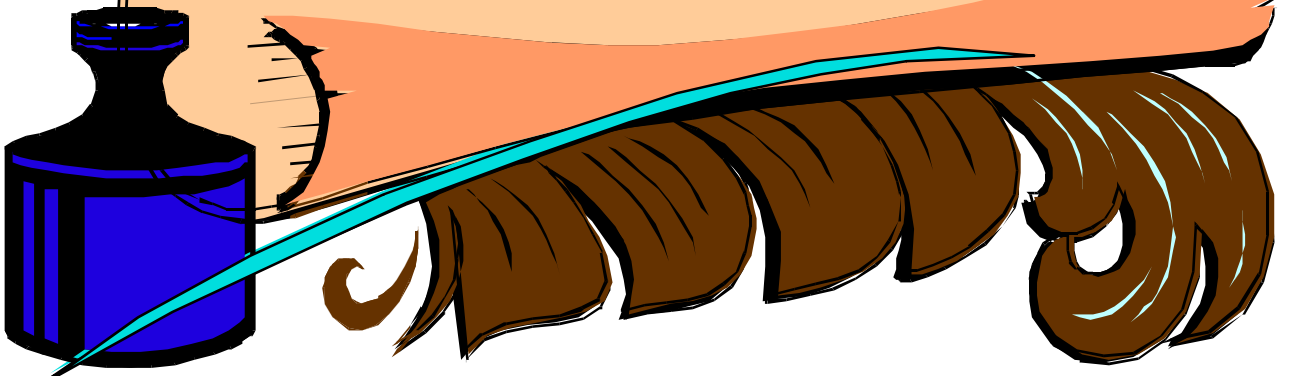
J'adresse mes sincères remerciements à Monsieur YOUSEFI Abdelkader, qui m'a fait l'honneur de présider mon jury, les membres de jury messieurs KHALDI Abdelkrim, BEAMARA lakhdr et MEKKAOUI Mohamed qui m'ont fait l'honneur de juger ce travail.

J'adresse mes sincères remerciements à madame Khouadri Hhabaz Mazouri maître assistante et monsieur HAMMADI El-Arbi chargé de cours. Pour les fructueuses discussions, et les informations qu'ils n'ont cessé de me prodiguer tout au long de ce travail.

Mes remerciements vont aussi aux équipes de recherche du laboratoire de rhéologie, traitement et transport des fluides complexes. Laboratoire de mécanique de sol, et tout le personnel du laboratoire de l'institut national de sol irrigation et drainage El-Matmar, pour leur accueil et aide pendant mon travail.

En fin je remercie l'ensemble des enseignants et les travailleurs de département de l'hydraulique de l'USTO. Et pour conclure à toute personne ayant contribué de loin ou de près à mon éducation et ma formation.

À MA MERE



**LISTE DES PRINCIPAUX SYMBOLES****LETTRES LATINES**

C	La concentration saline
C <sub>0</sub>	Le taux de gonflants
C <sub>c</sub>	L'indice de compressibilité
	Concentration massique
	Concentration volumique
G	Le temps de gonflement maximal pour un temps infini
H	Hauteur
HDC	L'épaisseur de la double couche diffuse
I <sub>P</sub>	Indice de plasticité
I <sub>R</sub>	Indice de retrait
K	Indice de gonflement
Nf	Nombre de feuillets argileux
P <sub>max</sub>	La pression de gonflement maximale
S	La surface spécifique
Sf	La surface d'un feuillet
S <sub>M</sub>	Le gonflement maximum de la première phase
T	La température
V <sub>e</sub>	Le volume d'eau
V <sub>s</sub>	Le volume des particules solides
W	Teneur en eau naturelle
W <sub>0</sub>	Teneur en eau initiale
W <sub>L</sub>	Limite de liquidité
W <sub>P</sub>	Limite de plasticité
W <sub>R</sub>	Limite de retrait
A <sub>C</sub>	Activité d'un matériau, (activité de Skempton)
MET	Microscope électronique à transmission
MEB	Microscope électronique à balayage
ATG	Analyse Thermogravimétrique
ATD	Analyse Thermique Différentielle
VBS	Valeur au bleu de méthylène
pH	Potentiel hydro génique
CEC	Capacité d'Echange Cationique
IPI	Indice portant immédiat
V <sub>B</sub>	La valeur du bleu
S.S.T	Surface spécifique totale
N	Nombre d'Avogadro 6.023 10 <sup>+23</sup> .

**LETTRES GREQUES**

$\gamma_s$	Densité spécifique	$n$	Indice d'écoulement
$\gamma_d$	Densité sèche	$k$	Consistance de fluide Pa s <sup>-1</sup>
$\gamma_h$	Densité humide	$\eta$	Viscosité dynamique Pa.s
$\varepsilon_g$	La pression de gonflement	$\nu$	Viscosité cinématique kg/m <sup>3</sup>
$\dot{\gamma}$	Vitesse de cisaillement s <sup>-1</sup>	$\rho$	Masse volumique g.cm <sup>-3</sup>
$\tau$	Contrainte de cisaillement Pa	$\lambda$	Longueur d'Onde
$\tau_0$	Contrainte critique de cisaillement Pa		
$\nu$ (Hz)	Fréquences		
C	vitesse de la lumière c = 3 .10 <sup>8</sup> m/s		
H	Constante universelle de Planck h = 6.626 .10 <sup>-34</sup> J.s		
E	Energie du photon		
E <sup>0</sup>	Degré Engler		



## LISTE DES FIGURES ET DES TABLEAUX

## LISTE DES FIGURES

Pa

Fig. 1.1	Représentation schématique d'un feuillet de phyllosilicate.	16
Fig. 1.2	Structure multi-échelle de la montmorillonite.	17
Fig. 1.3	Les différents types d'espaces poreux.	18
Fig. 1.4	La position relative des limites de consistance.	23
Fig. 1.5	Schéma de la diffraction des rayons X.	24
Fig. 1.6	DPAX de l'argile de Maghnia	24
Fig. 1.7	Mesure des variations de la température lors d'une ATD	26
Fig. 1.8	Courbe de gonflement en fonction de temps	30
Fig. 2.1	Rhéogramme d'un fluide thixotrope.	39
Fig. 2.2	Thixotropie en fonction de temps de repos.	39
Fig. 2.3	Effet de la modification de structure.	40
Fig. 2.4	Rhéomètre plans à Translation.	40
Fig. 2.5	Schéma d'un rhéomètre coaxial cylindrique intérieur rotatif.	41
Fig. 2.6	Schéma d'un rhéomètre rotatif à cône plateau.	42
Fig. 2.7	Schémas d'un rhéomètre capillaire.	42
Fig. 2.8	Schémas d'un rhéomètre chute de bille.	42
Fig. 2.9	Problèmes expérimentaux.	44
Fig. 2.10	Effets sur la courbe d'écoulement.	44
Fig. 3.1	Carte géologique de ville de Maghnia.	49
Fig. 3.2	La teneur en eau en fonction du nombre de chocs de la coupelle.	57
Fig. 3.3	La limite de liquidité en fonction de l'indice de plasticité.	57
Fig. 3.4	Principe d'un essai de cisaillement à la boîte.	60
Fig. 3.5	Courbe des essais de cisaillement directe.	63
Fig. 4.1	Rhéogrammes de la suspension de la bentonite	66
Fig. 4.2	Viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement.	67
Fig. 4.3	Variation de la viscosité en fonction de la concentration.	67
Fig. 4.4/10	Rhéogrammes de la suspension de la bentonite Cv=1.02 à 5.88%.	69
Fig. 4.11	Variation de la contrainte seuil d'écoulement en fonction de Cv.	71
Fig. 4.12	Variation de la viscosité en fonction de la concentration.	71
Fig. 4.13	Variation de l'indice d'écoulement en fonction de la concentration	71
Fig. 4.14/20	Boucle d'hystérésis d'une suspension de bentonite en fonction de Cv	72
Fig. 4.21	Boucle d'hystérésis d'une suspension de bentonite	74
Fig. 4.22	Variation de la contrainte seuil d'écoulement en fonction de Cv	75
Fig. 4.23	Variation de l'indice de consistance en fonction de la Cv.	75
Fig. 4.24	Variation de l'indice d'écoulement en fonction de la concentration	75
Fig. 4.25	Variation de l'indice thixotropie en fonction de la concentration	76
Fig. 4.26	Variation de la surface de chargement en fonction de la concentration	76
Fig. 4.27	Contrainte en fonction du temps de cisaillement mesurée en appliquant un taux de cisaillement de $0.2 \text{ S}^{-1}$	78
Fig. 4.28	Contrainte en fonction du temps de cisaillement mesurée en appliquant un taux de cisaillement de $1 \text{ S}^{-1}$	78
Fig. 4.29	Contrainte de cisaillement en fonction du temps à différents palier de taux de cisaillement imposés (suspension de bentonite 5.88%)	79
Fig. 4.30	Rhéogrammes de la suspension de bentonite.	80
Fig. 4.31/36	Rhéogrammes de la suspension de bentonite pH=0.5- 11.4	81
Fig. 4.37	Variation de la contrainte seuil d'écoulement en fonction de pH	82
Fig. 4.38	Variation de l'indice de consistance en fonction de pH	82
Fig. 4.39	Variation de l'indice d'écoulement en fonction de pH	83
Fig. 4.40	Variation de la viscosité en fonction de pH	83
Fig. 4.41/46	Boucle d'hystérésis d'une suspension de bentonite pH = 0.5 - 11.4	84

Fig. 4.47	Boucle d'hystérésis d'une suspension de bentonite	85
Fig. 4.48	Variation de l'indice thixotropie en fonction de pH	85
Fig. 4.49	Variation de la surface de chargement en fonction de pH	85
Fig. 4.50	Contrainte de cisaillement en fonction du temps à différents palier de taux de cisaillement imposés (suspension de bentonite 3.12%)	86
Fig. 4.51	Rhéogrammes de la suspension de bentonite.	87
Fig. 4.52/57	Rhéogrammes de la suspension de bentonite 5 C°/ 45C°	88
Fig. 4.58	Variation de la contrainte seuil d'écoulement en fonction de la température.	89
Fig. 4.59	Variation de l'indice de consistance en fonction de la température	89
Fig. 4.60	Variation de l'indice d'écoulement en fonction de la température.	90
Fig. 4.61	Variation de la viscosité en fonction de la température	90
Fig. 4.62	Contrainte de cisaillement en fonction du temps à différents palier de taux de cisaillement imposés (suspension de bentonite 3.12%)	91

### LISTE DES TABLEAUX

Tab. 1.1	Classification des principaux groupes de minéraux argileux.	14
Tab. 1.2	Caractéristiques des argiles.	20
Tab. 1.3	Classification de rayonnement.	23
Tab. 1.4	Caractérisation par DPAX de l'échantillon de Maghnia	25
Tab. 1.5	Teneur en CaCO <sub>3</sub> de quelques sols.	27
Tab. 1.6	Taux de gonflement secondaire et taux de compression secondaire	32
Tab. 1.7	Principaux essais de caractérisation en laboratoire.	
Tab. 2.1	Récapitulation des modèles rhéologiques.	35
Tab. 2.2	Relations entre grandeurs mécaniques et grandeurs rhéologiques.	41
Tab. 3.1	Résultats de mesure pycnométrique.	51
Tab. 3.2	Valeur de bleu de quelques sols.	53
Tab. 3.3	Masse d'une prise d'essai en fonction de la tenure en carbonate.	54
Tab. 3.4	Teneur en CaCO <sub>3</sub> de quelques sols.	55
Tab. 3.5	Résultats mesure sur la boîte de Casagrande	56
Tab. 3.6	Détermination des limites d'Atterberg.	56
Tab. 3.7	Relation entre le gonflement libre et l'indice de plasticité.	58
Tab. 3.8	Classification proposée par dakshanamurthv et Raman (1973).	59
Tab. 3.9	Différentes classification du potentiel du gonflement et de retrait.	59
Tab. 3.10	L'essai de cisaillement rectiligne – cisaillement direct.	62
Tab. 4.1	Variation des paramètres du modèle de Bingham pour Cv=1.02%.	69
Tab. 4.2	Variation des paramètres du modèle de Herschel-Bulkley.	70
Tab. 4.3	Variation des paramètres du modèle de Newtonienne pour Cv=1.02% (courbes descente).	74
Tab. 4.4	Variation des paramètres du modèle de Herschel-Bulkley pour différentes suspension de bentonite (courbes descente).	74
Tab. 4.5	Variation des paramètres du modèle de Herschel-Bulkley pour différentes suspension de bentonite Cv=1.02-5.88%	76
Tab. 4.6	Variation des paramètres du modèle de Herschel-Bulkley pour différentes suspension de bentonite pH=0.5-11.4.	82
Tab. 4.7	Variation des paramètres du modèle de Herschel-Bulkley pour différentes suspension de bentonite de 3.12%.	85
Tab. 4.8	Variation des paramètres du modèle de Herschel-Bulkely pour différentes suspension de bentonite T=5-45C°	89

### Avant propos

Les argiles présentent un intérêt croissant. Car leurs applications industrielles ne cessent de se diversifier. L'argile qui fait l'objet de ce travail est connue sous le nom de "**bentonite**". Largement utilisée dans de nombreux secteurs industriels, sous sa forme pâteuse ou à l'état de poudre.

L'emploi des argiles est connu depuis longtemps, elles sont utilisées dans la fabrication artisanale comme par exemple poteries des statuettes, des produits céramiques ...etc.

La première utilisation industrielle des argiles étant dans la décoloration dans les huiles comme terre décolorante. [06]

Après plusieurs études sur cette minuscule et vue, ces propriétés remarquable tels que l'échange d'ion, la plasticité...etc. qui conférant aux argiles un vaste champ d'application :

- Comme terre décolorante dans l'industrie de la matière grasse [06].
- Dans les eaux résiduaires contenant le bleu de méthylène [16].
- Comme boue de forage [18].
- Comme catalyseur pour des réactions chimiques après activation acide, ou modification par pontage (Al et Ti) ou échange ionique au ( $Zn^{+2}$ ,  $Cr^{+3}$ ) [19].
- Dans l'industrie de papiers, des peintures, des produits cosmétiques et pharmaceutiques, dans la fabrication du savon et en chromatographie pour la séparation des Xylène et terphinyles [20].

A l'état liquide, la bentonite joue généralement le rôle d'un composant "viscosifiant" dans les boues de forage des puits pétrolier.

Pour cela il est indispensable de comprendre le comportement macroscopique de ce type d'argile, sous l'effet de contraintes ou de cisaillement, et aussi la détermination leurs paramètres physico-chimiques et rhéologiques.

Afin de répondre convenablement à ces objectifs. Les travaux expérimentaux qui ont été effectué dans deux laboratoires qui sont le laboratoire de rhéologie, traitement et transport des fluides complexes LRTTFC et le laboratoire de mécanique des sols,

## Résumé :

L'objectif de ce travail, est d'établir une synthèse bibliographique et une étude expérimentale sur la caractérisation physique et rhéologiques de la bentonite de Maghnia.

Les essais physico-chimiques tels que (limites d'Atterberg, essai de cisaillement, essai au bleu de méthylène et la teneur en carbonate de calcium) ont contribué à la compréhension du caractère physique des mélanges eau-bentonite ainsi que la nature des interactions particule-particule.

Les essais rhéologiques réalisés sur la bentonite sans modification, ont révélé un comportement dépendant de temps pour de différentes concentrations. Il a été montré que le comportement rhéologique aux fortes concentrations d'argile provoque une augmentation de la consistance avec une diminution de l'indice de fluidité.

Cette étude nous a permis d'une part de mettre en évidence qu'il s'agissait d'un fluide non newtonien à contrainte seuil, et d'autre part d'analyser l'influence du pH et de la température sur le comportement de la bentonite.

### MOTS-CLES :

Rhéologie. Argile. Bentonite. Microstructure. Caractérisation ;

**ملخص:**

الهدف من هذا العمل هو استعراض دراسات تحليلية على البنية المجهرية والسلوك الريولوجي لمعلقات البنتونيت، للتوصل إلى فهم آليات التفاعل بين طبقات الطين.

وقد أسهمت القياسات الفيزيائية ، وحجم الجسيمات ، وحدود اتاربارق ، اختبار القص ، واختبار الميثيلين الأزرق ، ومحتوى كربونات الكالسيوم والأشعة السينية لفهم طبيعة مخاليط البنتونيت و الاختبارات الفيزيائية وطبيعة التفاعلات بين الجسيمات البنتونيت.

وكانت الاختبارات الريولوجية التي تجرى على تعليق الطين دون تعديل مكنتنا من كشف السلوك المعتمد على الزمن في تركيز عالية ، وتبين أن سلوك الريولوجي بتركيزات مختلفة من الطين يسبب زيادة في الالتساق مع انخفاض في مؤشر التذوب. و هذا بواسطة تحليل منحنيات الجريان.

هذه الدراسة سمحت لنا من جهة بتوضيح السلول النيوتوني بضغط حدي لهذا السائل و من جهة اخرى برؤية تأثير درجة الحموضة و درجة الحرارة على معلقات البنتونيت .

***INTRODUCTION***  
***GENERALE***

## INTRODUCTION GENERALE

L'argile, roche plastique, imperméable et résistante quand elle est imbibée d'eau, qui durcit à la cuisson de façon irréversible. Les argiles, souvent employées dans l'industrie, constituent un groupe d'aluminosilicates hydratés formés par l'altération des roches feldspathiques comme le granite. Les grains individuels des minéraux argileux sont de taille microscopique et semblable à des plaquettes. Cette structure en feuillets, dont la surface est bien plus importante que l'épaisseur, leur permet d'absorber de grandes quantités d'eau par adhésion. Ce qui leur donne leur plasticité et fait gonfler certaines variétés. Ce feuilletage, qui présente de très nombreuses variantes selon le mode d'empilement des plaquettes élémentaires, est le principal critère de distinction de nombreuses variétés minérales : la kaolinite, l'illite, la montmorillonite, la smectite, le chlorite, les interstratifiées, la glauconite, etc.... Le degré de plasticité des argiles varie : mélangées à de l'eau, elles se prêtent plus ou moins bien au moulage ou au façonnage. L'argile ordinaire est un mélange de kaolin, ou argile à porcelaine (argile hydratée), et de poudre fine provenant de certains minéraux feldspathiques anhydres non décomposés. [01]

L'objectif principal de ce travail est la détermination des propriétés physique et rhéologiques de la bentonite de MAGHNIA. Il s'agit aussi de contribuer à comprendre d'une part la relation entre les propriétés géotechnique et la mesure de potentiel de gonflement, et d'autre part la relation entre les propriétés rhéologiques mesurées et la structure microscopique de ces suspensions. Nous avons aussi étudié l'effet de concentration d'argile, de pH et de la température sur les propriétés rhéologiques de notre bentonite.

Nous présentons ce travail en deux grandes parties:

- ✓ *Une synthèse bibliographique*, organisée autour de deux chapitres intitulés comme suite :
  - Microstructure et propriétés physico-chimiques de la bentonite.
  - Rhéologie des argiles.
- ✓ *Une Etude expérimentale*, articulée autour de deux chapitres qui consistent à étudier expérimentalement les caractérisations physique et rhéologique de la bentonite de Maghnia. Le but était de mieux comprendre le système eau-bentonite, à différentes concentrations volumique (1.02 à 5.88%).

***PARTIE I***  
***SYNTHESE***  
***BIBLIOGRAPHIQUE***



# Chapitre I

## **Microstructures et propriétés physico-chimiques de la bentonite**

- I.1.** Introduction
- I.2.** Généralités sur les argiles
- I.3.** Microstructure de la bentonite
- I.4.** Paramètres physico-chimique de la bentonite
- I.5.** Conclusion

## I.1. Introduction

Le terme roche argileuse, désigne des roches sédimentaires (ou détritiques) à grain très fin contenant au moins 50 % de minéraux argileux auxquels peuvent s'ajouter d'autres minéraux très divers, détritiques ou non (quartz, minéraux carbonatés, silice colloïdale, etc...). Les roches argileuses se présentent macroscopiquement comme des roches tendres (rayables à l'ongle), fragiles à l'état sec et qui se brisent avec une cassure conchoïdale. Elles sont douées alors d'un grand pouvoir absorbant, gonflent à l'eau et deviennent plastiques avant de perdre leur cohésion, elles se dispersent alors dans l'eau et forment une solution colloïdale dont la stabilité dépend à la fois de la nature de l'argile et des caractéristiques physico-chimiques du liquide.

## I.2. Généralités sur les argiles

### I.2.1. Définitions

La première définition des argiles est **granulométrique**, c.-à-d les argiles correspondent à la fraction inférieure à  $2\ \mu\text{m}$  d'un sol ou d'une formation géologique, et **Minéralogiquement**, c.-à-d les argiles correspondent à des minéraux aluminosilicates le plus souvent de la famille des phyllosilicates qui sont formés des particules dont les unités de bases sont des feuillets de très faible épaisseur (7, 10 ou  $14\ \text{Å}$ ).

Les deux définitions (granulométrique et minéralogique) se recoupent mais ne sont pas équivalentes. En effet si les minéraux argileux sont le plus souvent constitués de particules inférieures à  $2\ \mu\text{m}$ , la fraction granulométrique inférieure à  $2\ \mu\text{m}$  d'un sol ou d'une formation géologique comprend très souvent d'autres minéraux que les seuls minéraux argileux (quartz, silice colloïdale, carbonates, etc.). Compte tenu de la granulométrie des particules et de leur structure (association de feuillets de très faible épaisseur). Les matériaux argileux développent des surfaces spécifiques très élevées, comprises entre 5 et  $800\ \text{m}^2/\text{g}$ , ce qui leur confère des propriétés d'adsorption très importantes. [01]

### I.2.2. Classification

La classification est basée sur des notions structurales : le nombre de couches octaédriques et tétraédriques.

Il existe différentes classifications des argiles, la plus classique est basée sur l'épaisseur et la structure du feuillet, on distingue ainsi 3 groupes: [03]

**a. Les argiles phylliteuses ou phyllosilicates :**

- i. Minéraux à 7 Å : Le feuillet est constitué d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique il est qualifié de T:O ou 1:1, son épaisseur est d'environ 7Å. Par exemple la Kaolinite et Halloysite.
- ii. Minéraux à 10 Å : Le feuillet est constitué de deux couches tétraédriques et d'une couche octaédrique, il est qualifié de T:O:T ou de type 2 :1, son épaisseur est d'environ 10Å. Par exemple la Montmorillonite, Illite et le Pyrophyllite.
- iii. Minéraux à 14 Å : Le feuillet est constitué de l'alternance de feuillets T:O:T et de couches octaédriques interfoliaire. Par exemple le Chlorite.

**b. Les minéraux interstratifiés :** L'épaisseur du feuillet est variable, ces minéraux résultent du mélange régulier ou irrégulier d'argile. Trois types d'inter stratification peuvent exister :

- i. Structure ordonnée ou régulière : deux types d'argiles A et B se suivent selon une loi simple : AB. AB. AB....par exemple la Réctorite ( Pyrophyte, Vermiculite) et la Coroniste (Chlorite, Chlorite gonflante).
- ii. Structure irrégulière : ne suit aucun ordre régulier complètement désordonnée comme la Bravaisite (Illite, Montmorillonite) et l'Hyrobiote (vermiculite, Biolite).
- iii. Structure à couche ségrégé : la structure de ces minéreau est très complexe, plusieurs paquets de phyllosilicates alternants.

**c. Les minéraux fibreux :** les argiles fibreuses regroupent les Sépiolites et les Pallagorskites dont la structure est en ruban ou mono dimensionnelle différent phyllosilicates dont le réseau est bidimensionnel.

Groupe de minéraux argileux	Espèce minérale	Structure T – couche de tétraèdres O – couche octaèdre						
Kaolinites	Kaolinite, Halloysite Dickite	Minéraux à 2 couches T- O    T- O						
Smectites	Montmorillonite Saponite, Beidellite Nontronite	Minéraux à 3 couches T-O-T    T-O-T						
Illites Vermiculites Micas	Illite, Vermiculite Muscovite Biotite	↑ H <sub>2</sub> O Cations						
Chlorites	Chlorite	Minéraux à 4 couches T-O-T-O    T-O-T-O						
Sépiolites Palygorskites	Sépiolite, (écume de mer) Attapulgite	Minéraux en lattes <table border="1" style="margin-left: auto; margin-right: auto;"> <tr> <td style="padding: 2px;">T-O-T</td> <td style="padding: 2px;"></td> <td style="padding: 2px;">T-O-T</td> </tr> <tr> <td style="padding: 2px;"></td> <td style="padding: 2px;">T-O-T</td> <td style="padding: 2px;"></td> </tr> </table>	T-O-T		T-O-T		T-O-T	
T-O-T		T-O-T						
	T-O-T							

**Tab.1.1** Classification des principaux groupes de minéraux argileux.

Cette classification est déduite des travaux de McKenzie (1975), et Brindley (1996).

Parmi l'ensemble d'argiles citées dans le tableau 1.1, le plus important pour notre étude est le groupe des smectites, ce sont des phyllosilicates constitués des deux couches tétraédriques encadrant une couche octaédrique (phyllosilicates 2:1).

Les minéraux les plus importants de cette famille sont la montmorillonite, la beidellite, l'hectorite et la saponite. La charge élevée de ces argiles est due pour l'essentiel à des structure isomorphiques, cette charge est donc permanente, négative et indépendante du pH. Des cations compensateurs viennent alors se placer dans l'espace interfoliaire pour combler le déficit de charge, ces argiles ont une capacité d'échange cationique élevée. Des molécules d'eau sont susceptibles de s'intercaler dans l'espace interfoliaire et le degré d'hydratation dépend de la nature du cation hydraté et de l'humidité relative. [02]

### I.3. Microstructure de la bentonite

#### I.3.1. Introduction

Le terme BENTONITE désigne les matériaux argileux à usage industriel, essentiellement composés de smectites et plus particulièrement de montmorillonite. Les propriétés de gonflement et de perméabilité des bentonites dépendent étroitement de la nature du cation compensateur. [06]

La bentonite est une argile dont le nom vient de **Fort Benton** aux **Etats-Unis**, connue aussi sous le terme de terre à foulon, elle peut être considérée comme une smectite, étant essentiellement type de phyllosilicate constituée de montmorillonite  $(SiO_2)_m (Al_2O_3)_n (H_2O)_p$  80%, et un argile ce qui explique sa capacité de rétention d'eau, on trouve également d'autres minéraux comme le quartz, le mica, le feldspath, la pyrite ou la calcite, les gisements de bentonites sont d'origines volcanique et hydrothermale. [01]

Elle possède diverses propriétés, notamment elle absorbe les protéines réduit l'activité des enzymes. Les boues benthoniques (recélant une fraction de bentonite), sont utilisées dans les travaux de terrassement, de parois moulées, du fait de leur capacité à laisser la place rapidement et facilement aux bétons coulés leur place, elles peuvent être ajoutées au compost.

Il existe une certaine diversité parmi les matériaux commercialisés sous le terme de bentonite, dont les performances, vis à vis de la fonction d'étanchéifiassions dépendent de:

- La teneur en montmorillonite présente dans le produit.
- La concentration relative de la bentonite en sodium et en calcium.

- La finesse de mouture qui a une conséquence indirecte sur l'activité de la bentonite, à poids égal, une bentonite fortement broyée a une surface d'exposition supérieure et s'hydrate plus rapidement que la bentonite plus grossière.
- Des additifs chimiques éventuellement introduits lors de la fabrication du matériau commercialisé.

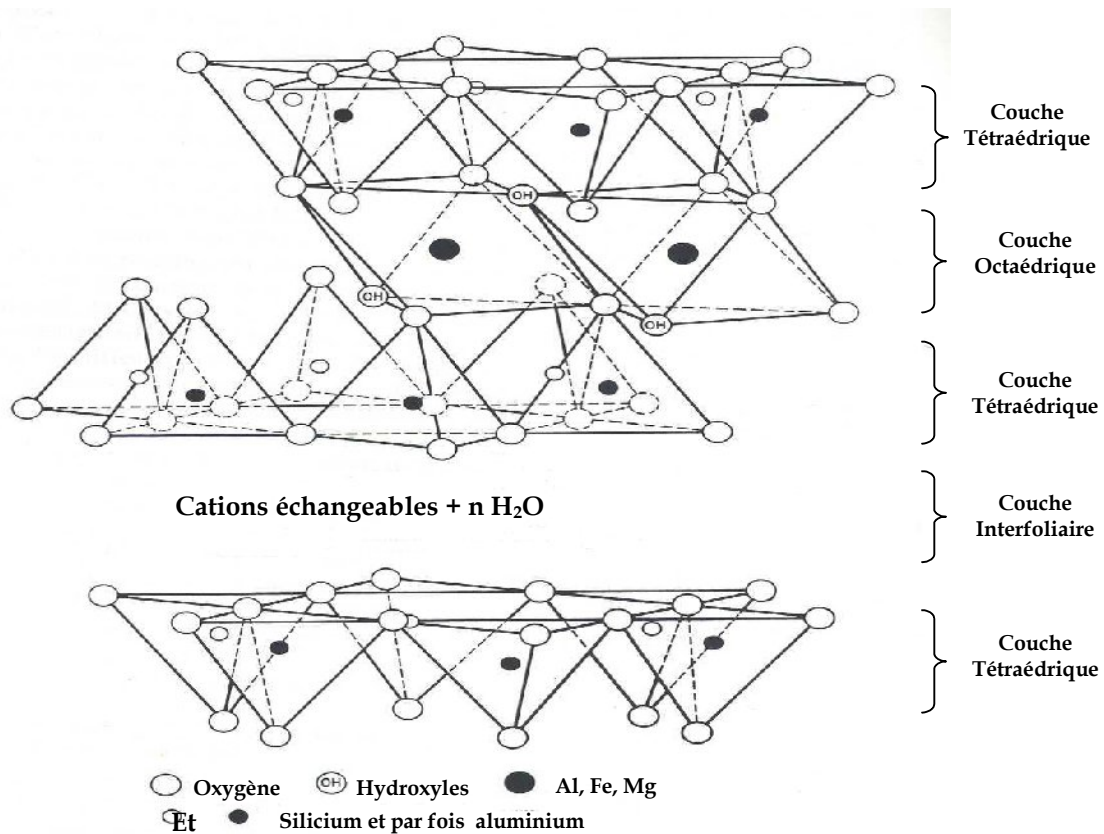


Fig. 1.1. Représentation schématique d'un feuillet de phyllosilicate [05]

En fonction de la nature du cation échangeable présent, il existe à l'état naturel deux types de bentonites (calcique et sodique), et bentonite activée.

### I.3.2. La structure multi-échelle de la montmorillonite

Pour décrire la structure à différentes échelles et les propriétés spécifiques. Ceci est rendu possible par l'utilisation de techniques expérimentales telles que la Diffusion aux Petits Angles des Rayons X (**DPAX**), la Microscopie Electronique à Transmission (**MET**) et la Microscopie Electronique à Balayage (**MEB**). Différents auteurs ont mis en évidence trois niveaux d'organisation dans les systèmes argileux, particulièrement les montmorillonites, nous avons repris sur la figure 1.2 la présentation des différents niveaux d'organisation. Nous présentons donc dans cette partie les trois différents objets caractéristiques de cette structure multi-échelle des montmorillonites.

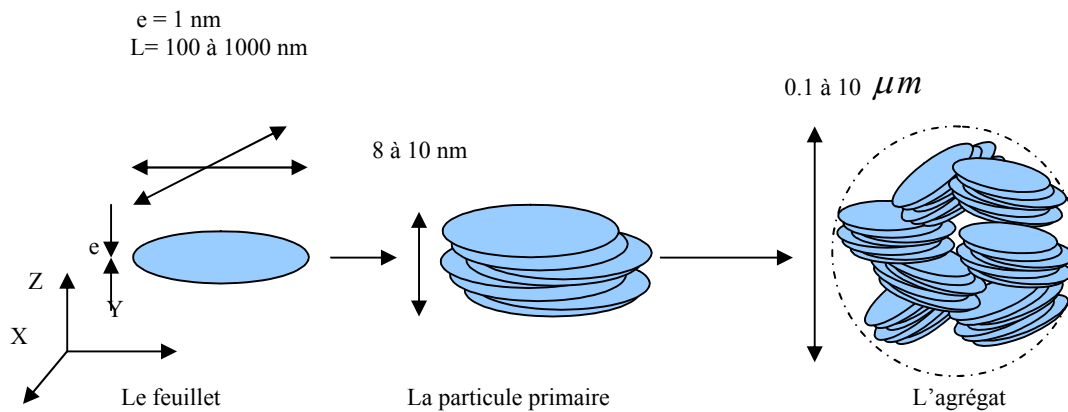


Fig. 1. 2. Structure multi-échelle de la montmorillonite [01]

La charge négative des particules argileuses est compensée par l'adsorption de cations essentiellement le sodium et le calcium dans le cas des smectites. Ces contre-ions sont localisés sur les surfaces externes des particules ainsi qu'entre les feuillets unitaires. Ces cations peuvent être échangés par d'autres cations présents dans le système et on peut ainsi définir une capacité d'échange cationique pour un échantillon donné. Cette capacité d'échange cationique dépendant du pH de la solution. Elle est en général mesurée à pH neutre, ce qui permet une comparaison fiable des différentes données expérimentales, dans le cas des montmorillonites. La littérature rapporte des valeurs comprises entre 85 et 160 milliéquivalents pour 100 grammes d'argile. [08]

### I.3.2.1. Le feuillet

Les feuillets sont les unités structurales de base définissant la nature minéralogique, l'appartenance au type d'argile, les propriétés physico-chimiques ainsi que le comportement macroscopique. La charge d'un feuillet varie de 0,2 à 0,6 électron par maille, selon la localisation des substitutions et le taux d'occupation des couches octaédriques. La montmorillonite possède environ 0,3 à 0,4 électron par maille. On emploie généralement les termes de montmorillonite "calcique" et de montmorillonite "sodique" pour faire référence à la nature de ces cations. [01]

### I.3.2.2. La particule primaire

Les particules constituent le premier niveau d'organisation elles sont caractérisées par un empilement de feuillets identiques parallèlement à leur plan de base. Les forces de cohésion entre feuillets sont plus faibles que celles existant au sein du feuillet. Si on considère les principales espèces minéralogiques la structure de la particule observée dans un plan perpendiculaire au plan des feuillets peut se présenter suivant trois grands types d'empilements: Empilement **ordonné**, empilement **semi-ordonné** (ou désordre translationnel) et empilement **désordonné** (ou désordre turbostatique). [01]

### I.3.2.3. L'agrégat

C'est un ensemble de particules primaires orientées dans toutes les directions. Les agrégats ont une taille qui varie de 0,1 à 10 microns comme il est montré sur la figure.1.2. Il s'agit d'un assemblage de particules dont l'arrangement est gouverné par le type de forces résultant des interactions entre particules (et du degré de compaction). En effet lorsque les forces répulsives sont dominantes, les particules s'orientent parallèlement et la structure est dite **dispersée**. Ces particules s'assemblent au sein d'agrégats plus au moins denses selon la texture et le nombre des particules, ainsi que les distances entre celles-ci. Portant sur les minéraux expansibles, a proposé une nomenclature pour nommer les différents modes d'association des particules. L'agrégat constitué de plusieurs particules primaires a été nommé unité morphologique. Le dernier niveau d'organisation est constitué par les super agrégats, où se regroupent les agrégats. [01]

Selon la quantité d'eau présente au sein du système et la nature de l'argile considérée. L'organisation sera plus ou moins variée. Il en résulte différents types de structuration comme par exemple, dans le cas de la montmorillonite qui possède des unités morphologiques très déformables. Ces déformations sont probablement plus aisées que dans les autres phyllosilicates, même si elles sont relativement limitées du fait que les particules possèdent une certaine rigidité [Jozja (2003)].

On en conclut que l'organisation de la microstructure de la bentonite (du feuillet à l'assemblage d'agrégats) ne peut être interprétée que si l'organisation de l'espace poral est prise en considération la dimension. La forme et la distribution des espaces poraux dépendent de la granulométrie de l'argile, de son caractère gonflant et aussi du fluide interstitiel et des contraintes auxquelles la bentonite est soumise, [Touret et al. (1990)]. Ont décrit l'existence de trois types d'espaces liés à l'organisation de la phase solide dans des argiles (Figure 1.3)

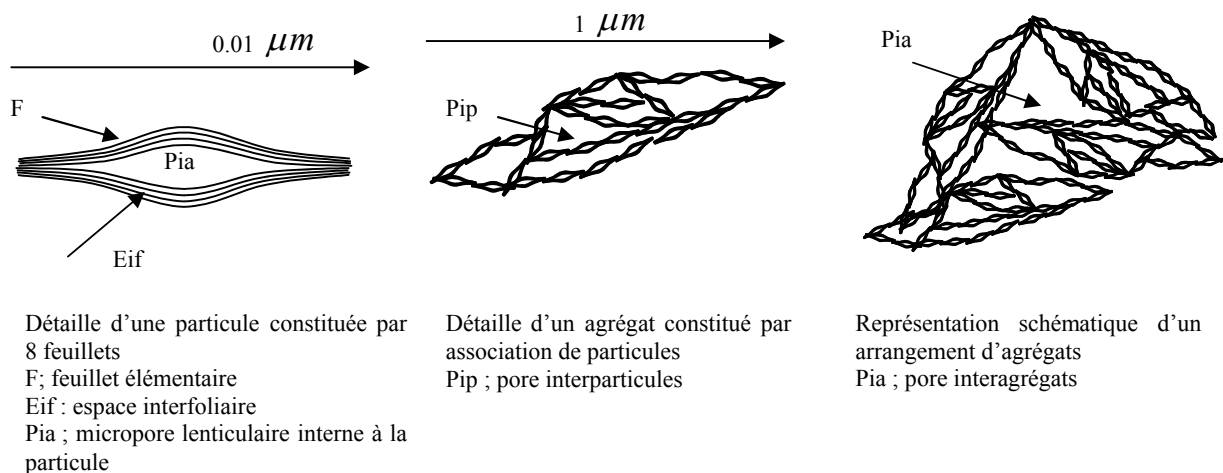


Fig. 1. 3. Les différents types d'espaces poraux [08]

- i. L'espace interfoliaire sépare deux feuillets dans un empilement, il est généralement occupé par les couches d'eau adsorbée (1 à 4) et des cations échangeables, et son épaisseur moyenne est comprise entre 1,5 et 2,5 nm. [10]
- ii. L'espace interparticulaire séparant les particules argileuses qui forment les agrégats, il est susceptible de diminuer jusqu'à atteindre la valeur de l'espace interfoliaire pour les argiles fortement compactées [Pusch (1982)]. Dans ce type d'espace, la double couche, qui sera traitée en détail plus loin, peut se développer. Les micropores lenticulaires sont intérieurs aux particules, à l'échelle de quelques nm. [10]
- iii. L'espace interagrégats a une section moyenne comprise entre 1,6 et 16 nm où l'eau circule librement (eau libre) limitant les effets électrostatiques de la double couche (fig. 1.3). [10]

### I.3.3. Les principales caractéristiques des minéraux argileux

Les principales caractéristiques des minéraux argileux qui influencent le gonflement sont les suivantes : [11]

#### I.3.3.1. La densité de charge spécifique $\sigma$

$\sigma$  : est égale au rapport entre la capacité d'échange cationique CEC et la surface spécifique S

de la particule argileuse.  $\sigma \text{ (meq/m}^2\text{)} = \frac{CEC}{S} \dots(1.1)$

Deux types de charge existent dans les milieux argileux :

Une **charge permanente** ou structurelle liée aux substitutions ioniques ( $Al^{3+}$  pour  $Si^{4+}$  dans la couche tétraédrique,  $Mg^{2+}$  ou  $Fe^{2+}$  pour  $Al^{3+}$  dans la couche octaédrique). Une **charge de surface variable** selon le pH du milieu liée aux réactions chimiques qui se produisent à la surface des minéraux.

La densité de charge spécifique renseigne sur le pouvoir de la particule à repousser les autres cette répulsion étant la capacité de gonflement des minéraux argileux.

L'augmentation de la densité de charge spécifique réduit le gonflement ou la pression de gonflement des matériaux argileux. Cette augmentation entraîne l'attraction des ions, ce qui va provoquer une condensation de la double couche. Donc une diminution de son épaisseur, aussi plus cette concentration est élevée, plus la couche est mince ou comprimée donc induit une diminution de gonflement.

#### I.3.3.2. La capacité d'échange cationique (CEC)

Mesure la capacité d'une argile à échanger des cations, elle est exprimée en milliéquivalent par 100 grammes d'argiles et varie dans le même sens que la densité de charge surfacique.



Donc pour les argiles ayant une valeur élevée de CEC elles ont tendance à peu gonfler, et cela à surfaces spécifiques égales.

Les caractéristiques de ces argiles sont résumées dans le tableau 1.2.

Nom	Type	Nombre de feuillets par particule	Diamètre d'une particule $\mu\text{m}$	Epaisseur d'une particule $\mu\text{m}$	Surface spécifique en $\text{m}^2/\text{g}$	CEC en mes/100g
Kaolinite	1 :1	100-200	0.1-4	1-10	10-20	3-15
Illite	2 :1	1-10	0.1-1	0.003-0.01	65-100	10-40
Montmorillonite (Smectite)	2 :1	1	0.1	0.001	700-840	80-150
Chlorite	2 :1 :1	1	0.1	0.005	800	10-40

**Tab. 1.2** : Caractéristiques des argiles. [02]

#### **I.3.4. La surface spécifique**

Des argiles sont composées de la surface externe comprise entre les particules et la surface interne correspondant à l'espace interfoliaire. L'augmentation de la surface spécifique donne un pouvoir de gonflement plus important et par conséquent un potentiel de gonflement plus élevé.

#### **I.3.5. Gonflement interfoliaire et interparticulaire**

L'analyse minéralogique montre que certaines argiles pour lesquelles les liaisons interfeuillets sont très faibles. Ont la propriété de fixer les molécules d'eau entre deux feuillets voisins (c'est le cas de Smectites telles que la montmorillonite, et de certaines chlorites). L'eau pénètre à l'intérieur des particules et s'organise en couches mono-moléculaires. Il s'agit alors d'un gonflement interfoliaire [Didier, 1972]. Il intervient à l'échelle la plus petite de la structure argileuse mais peut présenter une ampleur très importante.

En dehors de ce cas particulier, qui définit les argiles dites "**gonflantes**". Le gonflement est interparticulaire, c'est-à-dire que l'eau ne pénètre pas à l'intérieur des particules d'argiles. Ce gonflement interparticulaire contrairement au gonflement interfoliaire a une ampleur assez limitée mais affecte toutes les argiles. [12]

#### **I.3.6. Différents types d'eau**

Le caractère dipolaire de la molécule d'eau lui confère la propriété d'être attirée par l'intermédiaire de ses extrémités positives à la surface négative des minéraux argileux. Cette attraction modifie les propriétés hydrodynamiques de l'eau et cela dépend de la distance entre les molécules d'eau et la surface argileuse. Trois types d'eau, existant dans la matrice argileuse, peuvent être distingués : [14]

### **I.3.6.1. L'eau libre**

Remplissant les macro-pores entre les particules elle peut être éliminée par séchage à l'étuve à une température de 105 °C.

### **I.3.6.2. L'eau liée**

Occupant les espaces interfeuilletés par des interactions chimiques et électriques. Elle a besoin d'une température élevée de 200 °C pour être évacuée. Sa densité et surtout sa viscosité sont plus élevées que celles de l'eau libre. Sa quantité totale dépend de la surface spécifique, de la densité de charge et de la capacité d'échange cationique des minéraux argileux.

### **I.3.6.3. L'eau cristalline**

Se situe au niveau des feuilletés argileux et a besoin d'une température de 550°C pour être éliminée.

Le changement de la teneur en eau liée et cristalline peut être le seul facteur de changement de la structure interne du matériau argileux. Ces trois types d'eau sont influencés par la nature des minéraux argileux et par le chimisme de la solution d'hydratation.

## **I.4. Paramètres physico-chimique de la bentonite**

Un certain nombre d'essais permet de déterminer les paramètres d'état et de bentonite, ainsi que son comportement mécanique et hydraulique. Ces paramètres permettent la classification des matériaux. [13]

### **I.4.1. Les paramètres de nature.**

Les paramètres de nature correspondent à des caractéristiques intrinsèques du matériau. Ce sont des caractéristiques qui ne varient pas ou peu ni dans le temps ni au cours des différentes manipulations que subit le matériau lors de sa mise en œuvre. Ces paramètres de nature comprennent la granulométrie, les limites d'Atterberg, minéralogie, la teneur en carbonate de calcium, et la valeur au bleu de méthylène.

#### **I.4.1.1. L'identification géotechnique (Limites d'Atterberg)**

Le comportement d'un sol varie dans des proportions importantes en fonction de sa teneur en eau. Il est constaté qu'en faisant décroître progressivement la teneur en eau d'un sol fin, ce dernier se présente sous quatre états de consistance:

- i. Etat liquide: Le mouvement relatif des différentes particules est aisé. Le sol se comporte comme un fluide pour une valeur élevée de la teneur en eau, sa cohésion faiblit car il ne

résiste pratiquement pas à un effort de cisaillement. Il tend à s'écouler et à se niveler suivant une surface horizontale c'est de la boue.

- ii. Etat plastique: La teneur en eau diminue, le sol acquit une cohésion plus importante. Il ne tend plus à se niveler mais soumis à des faibles charges. Il se déforme largement sans se rompre, la plasticité est due à l'existence des forces de liaison entre les grains créés par l'eau absorbée. Si un échantillon d'argile plastique est pétri intensément puis laissé au repos, il prend de la cohésion d'abord rapidement puis plus lentement. S'il est ensuite pétri à une teneur en eau constante, sa cohésion diminue rapidement, mais si on le laisse se reposer une fois encore. Il retrouve complètement sa cohésion, ce phénomène s'appelle THIXOTROPIE.
- iii. Etat solide avec retrait: La déformation du corps est beaucoup plus faible, soumis à la dessiccation. Il perd de son eau interstitielle tout en se contractant d'une valeur appréciable. Il s'agit là très probablement de la perte d'eau absorbée qui se trouve entre les feuillets.
- iv. Etat solide sans retrait: Le volume du corps ne diminue plus quand sa teneur en eau diminue. Il y a élimination des hydroxydes de constitutions, donc l'eau ne repoussera plus les particules du sol, le volume sec égal volume humide.

Afin de préciser ses états, le suédois Atterberg a proposé au début du siècle de définir trois limites exprimées par des teneurs en eau en pourcentage:

- Limite de liquidité  $W_L$ : Elle sépare l'état liquide de l'état plastique (Fig.1.6). L'essai est réalisé avec l'appareil de Casagrande, par définition, la limite de liquidité  $W_L$  est la teneur en eau du matériau pour laquelle la rainure se ferme sur une longueur de 10 mm après 25 chocs.
- Limite de plasticité  $W_p$  : Elle sépare l'état plastique de l'état solide. La limite de plasticité est par définition la teneur en eau au-dessous de laquelle il n'est plus possible de confectionner avec le sol des rouleaux de 3 mm de diamètre, et de un à deux centimètres de longueur sans qu'ils se rompent.
- Limite de retrait  $W_R$  : C'est la limite qui sépare l'état semi solide de l'état solide. Elle est la teneur en eau juste suffisante pour remplir les pores du sol au moment où il atteint par séchage son minimum de volume.

Après la saturation de l'échantillon dans la boîte de d'Atterberg d'une masse  $V$  en séché le prise d'essai dans une étuve de 105°C pendant 24h, qui nous donne le volume sec  $w_2$ , et l'aide

de mercure en obtient le volume sec de l'échantillon  $V_d$ . 
$$W_R = W - \frac{V - V_d}{W_2} \gamma_w \dots 1.2$$

Avec :  $V$ : volume de la boîte de d'Atterberg,  $V_d$ : Volume de sol sec

Les essais de détermination de ces limites de consistance se font sur la fraction du matériau passant à travers le tamis de 0,40 mm.

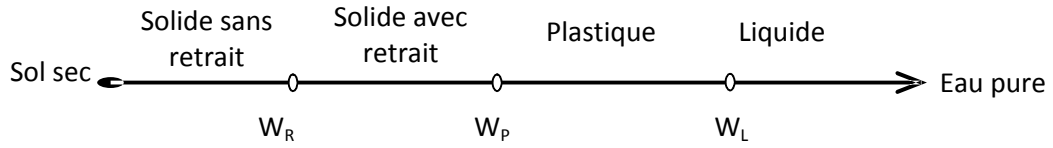


Fig. 1. 4. La position relative des limites de consistance

✓ Indice de plasticité « $I_p$ » : Définit comme étant la différence entre les deux limites de liquidité et de plasticité.  $I_p = W_L - W_P$  ...1.3

✓ Indice de liquidité « $I_L$ » : Cet indice permet de positionner l'état du sol argileux remanié (généralement à sa teneur en eau naturelle) par rapport aux limites de liquidité et de plasticité, il se définit par :  $I_L = \frac{W - W_P}{W_L - W_P}$  ...1.4.

✓ Indice de consistance «  $I_c$  » : La consistance d'un sol fin ou cohérent varie considérablement avec la teneur en eau Il est défini par  $I_c = 1 - I_L$  ...1.5

Si  $I_c > 1$  ou  $I_L < 0$ . Le sol est à l'état plastique, et si  $I_c < 0$  ou  $I_L > 1$ . Le sol est à l'état liquide.

#### I.4.1.2. L'étude minéralogique

Par diffractométrie des rayons X, le microscope électronique et l'analyses thermique donnent des informations notamment sur la nature des minéraux argileux présents dans le matériau (présence d'argiles gonflantes par exemple).

Classe de rayonnement	DOMAINE HERTZIEN		INFRA-ROUGE	LUMIERE VISIBLE	ULTRA-VIOLET	RAYONS X	RAYONS $\gamma$
	Ondes radio	Micro-onde					
Longueur d'onde $\lambda$ (nm)	$> 10^9$	$10^9$ à $10^6$	$10^6$ à $7 \cdot 10^2$	$7 \cdot 10^2$ à $4 \cdot 10^2$	$4 \cdot 10^2$ à 10	10 à 0.03	$< 0.03$
Fréquences $\nu$ (Hz)	$< 3 \cdot 10^8$	$3 \cdot 10^8$ à $3 \cdot 10^{11}$	$3 \cdot 10^{11}$ à $4.3 \cdot 10^{14}$	$4.3 \cdot 10^{14}$ à $7.5 \cdot 10^{14}$	$7.5 \cdot 10^{14}$ à $3 \cdot 10^{16}$	$3 \cdot 10^{16}$ à $10^{19}$	$> 10^{19}$

Tab. 1.3. Classification de rayonnement, les valeurs de ce tableau sont arrondies

##### I.4.1.2.1. La diffraction du rayon «x»

L'examen aux rayons X peut fournir par diffraction, deux renseignements principaux concernant : La nature de l'échantillon et la distance réticulaire.

Les rayons sont beaucoup plus énergétiques que les rayons lumineux, ce qui explique le particularisme de leurs spectres par rapport aux spectres optiques. Les techniques et les applications en sont aussi très différentes.

La diffraction des rayons X est une méthode classique d'étude des aluminosilicates. Elle met en évidence l'écartement entre les feuillets.

Les distances réticulaires déduites de la position de ces raies (001) permettent en soustrayant l'épaisseur des feuillets, d'accéder aux distances interfoliaires qui augmentent lors du pontage.

Le faisceau du rayonnement «x» de la longueur d'onde qui tombe sur le jeu des plans réticulaires sous un angle  $\alpha$  et donc ce faisceau incident se réfléchit sous le même angle. Pour qu'il y ait diffraction, il faut que les ondes réfléchies par un jeu de plans parallèles d'intervalles  $d$ . Soient en phase c'est à dire que la différence de chemin entre les rayons passant par A et par B soit égale aux entiers de longueur d'onde  $\lambda$  (figure.1.5). On doit donc avoir où  $n$  le nombre entier (1, 2, 3....) dit de réflexion.

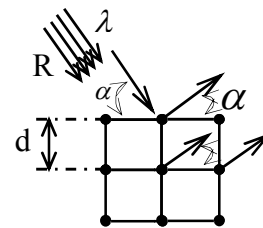


Fig. 1. 5. Schéma de la diffraction des rayons X

L'équation suivante est appliquée à la fois en diffractométrie et en spectrométrie.

$$n \lambda = 2 d \sin \alpha . \quad (1.6)$$

$\lambda$  : Longueur en  $\text{Å}$  ( $10^{-7} \text{ mm}$ ),  $d$  : Intervalle réticulaire,  $\alpha$  : Angle de diffraction

Chaque espèce cristalline donne un diagramme de diffraction caractéristique, c'est à dire un ensemble de raies de diffraction dont la position et l'intensité correspondent à sa structure.

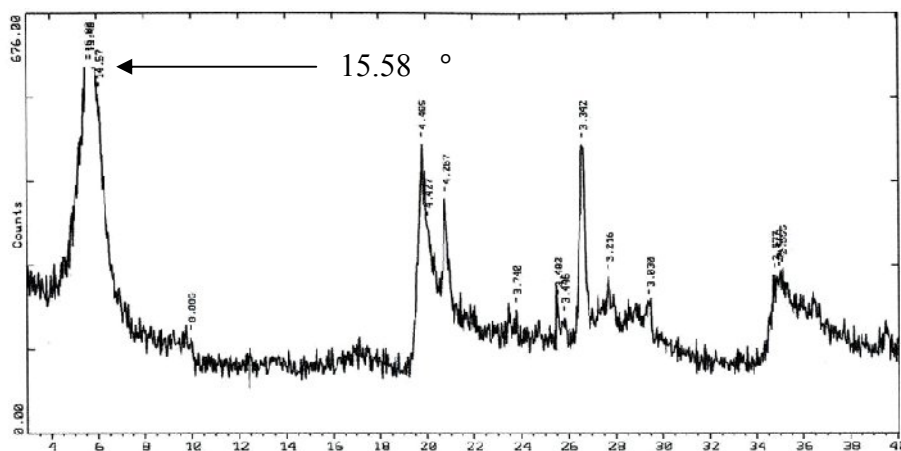


Fig. 1. 6. DPAX de l'argile de Maghnia [10].

Les rayons X jouent dans ces études un rôle privilégié par rapport aux rayonnements de toutes les autres gammes de fréquence, c'est que, précisément, leurs longueurs d'onde sont de l'ordre de grandeur des distances interatomiques dans les molécules : entre 0,03 et 10 nm, ils constituent donc un outil parfaitement adapté à l'échelle du phénomène à étudier.

La diffraction de l'argile de MAGHNIA par rayon X, est présenté sur la Figure 1.6 à été utilisée dans le but d'identifier les différentes phases ainsi que la distance réticulaire, cette technique permet d'avoir non seulement la composition élémentaire mais aussi la composition chimique la structure cristalline et la composition minéralogique.

Les résultats obtenus par la DPAX sont données par le tableau suivant :

Distance réticulaire des différentes raies observées °			
Phase argileuse		Impuretés	
Montmorillonite	Illite	Quartz	Calcite
15.58	8.88	4.26	3.03
4.48	2	3.34	---
2.57	---	---	---

**Tab.1.4** : Caractérisation par DPAX de l'échantillon de Maghnia [10].

L'échantillon provenant du gisement de Maghnia sont constitués par un mélange d'argile Montmorillonite et illite et des impuretés qui sont présentées sous forme de calcite et quartz mais avec des proportions différentes.

#### **I.4.1.2.2. La microscopie électronique**

**i.** En 1929, le russe **Ruska** met au point le 1<sup>er</sup> microscope électronique à transmission (**MET**) avec une résolution de 50 nm (actuellement pour un MET classique à 80 KV on admet une résolution de 0.3nm). MET est une technique permettant d'observer des organites intracellulaires sur les échantillons coupés, de localiser des molécules avec des marqueurs. Elle est utilisée également pour visualiser des structures moléculaires (protéines ou acides nucléiques) et des microorganismes entiers par les techniques de colorations négatives. MET utilise un faisceau d'électron pour illuminer l'échantillon, et les électrons traversant l'échantillon. Donc transmis, sont détectés sur un écran. [11]

**ii.** En 1940, naissance du 1<sup>er</sup> microscope électronique à balayage (**MEB**) et plus récemment en 1980 mise au point du microscope à champ proche. MEB est une technique permettant de visualiser la surface de structures massiques. L'échantillon apparaissant en volume, c'est ainsi que la structure et l'évolution de gels, de mousses ou d'émulsions sont dévoilées, à moins que l'on ne préfère étudier les interactions entre les bactéries et leur support. MEB utilise un faisceau d'électrons très fin qui balaie. Point par point, la surface de l'échantillon à observer. Le principe du balayage consiste à parcourir la surface de l'échantillon par lignes successives et à transmettre le signal recueilli via un détecteur à un écran cathodique dont le balayage est exactement synchronisé avec celui du faisceau incident. [11]

### I.4.1.2.3. Analyses thermiques

L'analyse thermique différentielle et thermogravimétrie permettent l'étude des comportements thermodynamiques des matériaux et sont utilisés simultanément.

i. L'analyse Thermogravimétrie **ATG** : Cette méthode d'analyse permet de mesurer les variations de masse d'un échantillon au cours de son chauffage.

ii. L'analyse Thermique Différentielle **ATD** : Le principe de cette méthode consiste à suivre l'évolution de la différence de température ( $\Delta T$ ) entre l'échantillon étudié et un corps témoin inerte, c'est-à-dire dépourvu d'effets thermiques dans le domaine de température étudié.

L'analyse thermique différentielle est basée sur les réactions thermiques qui se produisent lorsqu'un minéral est chauffé.

Les variations de températures sont reportées en fonction du temps et de la température. La courbe enregistre les pertes d'eau, mais aussi les recristallisations et les recombinaisons sont présentées par la figure 1-7 suivante:

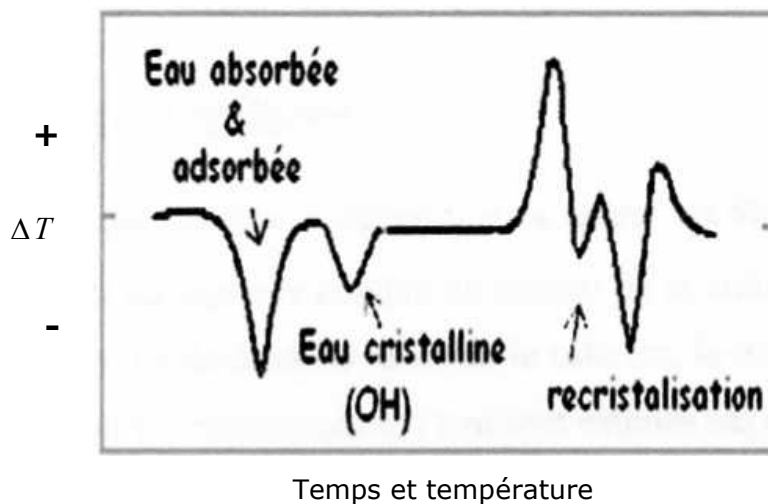


Diagramme d'analyse thermique différentielle (ATD) illustre les réactions d'exo - (+) et d'endothermique (-) de l'eau perdue et recristallisation dans les argiles en fonction de l'augmentation du temps et de la température.

**Fig1.7** : Mesure des variations de la température lors d'une analyse thermique différentielle [56]

### I.4.1.3. Teneur en carbonate de calcium $\text{CaCO}_3$

La teneur en carbonate de calcium d'un sol est déterminée par attaque à l'acide chlorhydrique d'une certaine quantité de sol. La mesure de la quantité de gaz carbonique dégagé permet de calculer la masse de carbonate de calcium dissoute et donc la teneur en carbonate de calcium du sol, exprimée en pourcentage de la masse de la phase solide du sol.

Les sols fins contenant du carbonate de calcium peuvent être désignés comme indiqué dans le tableau suivant, en complément de leur classification géotechnique.

Pourcentage de CaCO <sub>3</sub>	Dénomination	Pourcentage de CaCO <sub>3</sub>	Dénomination
0 à 10	Argile ou limon	70 à 90	Calcaire marneux
10 à 30	Argile calcaire	90 à 100	Calcaire
30 à 70	Marne		

**Tableau 1.5** : Teneur en CaCO<sub>3</sub> de quelques sols. [17]

La teneur en CaCO<sub>3</sub> est représentée par la formule suivante :

$$= \frac{e \quad e \quad 0.5 \quad e \quad h}{e \quad e \quad 0.5} \quad (1.7)$$

La réaction qui se produit est sous la forma :  $+ 2 \rightarrow +$

#### I.4.1.4. Valeur au bleu de méthylène

Adsorption au bleu de méthylène (essai au bleu), elle est d'usage courant en géotechnique pour évaluer la fraction argileuse d'un sol ou d'un granulat, mais également dans l'industrie des bentonites. Le résultat de l'essai dépend directement de la nature minéralogique des argiles et de leur quantité dans le sol. Cette mesure permet d'évaluer rapidement l'activité colloïdale des matériaux argileux. La quantité de bleu de méthylène adsorbé par un échantillon augmente lorsque sa surface spécifique augmente.

#### I.4.2. Les paramètres d'état

Les paramètres d'états ne dépendent pas du sol mais de l'environnement et des «manipulations» qu'il aura subies. Les paramètres d'état comprennent, le PH, la teneur en eau et les poids volumiques secs et humides. [06]

##### I.4.2.1. Le pH

Le pH d'une solution dépend de la concentration des protons dissociés, et non pas de toute la concentration en acide dans une solution.

Pour l'eau pure, les concentrations en [H<sub>3</sub>O<sup>+</sup>] et [OH<sup>-</sup>] sont égales [H<sub>3</sub>O<sup>+</sup>] = [OH<sup>-</sup>] = 10<sup>-7</sup> M à 298 K

$$pH = pOH = 7, \quad \text{La solution est neutre}$$

Dans une solution d'acide il existe un excès de protons, [H<sub>3</sub>O<sup>+</sup>] > [OH<sup>-</sup>]

$$pH < 7 \text{ et } pOH > 7, \quad \text{La solution est acide}$$

A l'inverse, dans une solution de base, il existe un défaut de protons, [H<sub>3</sub>O<sup>+</sup>] < [OH<sup>-</sup>]

$$pH > 7 \text{ et } pOH < 7, \quad \text{La solution est basique}$$



Les défauts de la structure cristalline de la montmorillonite (substitutions de Si par Al dans les couches tétraédriques. Et de. Al par Mg, Fe ou Zn dans la couche octaédrique) entraînent une charge négative structurale, compensée par les cations échangeables.

En bordure des feuillets, la structure cristalline est perturbée, et des sites inusables sont exposés qui peuvent gagner ou perdre un proton. Les surfaces des bords de feuillets portent ainsi une charge variable qui dépend du pH, et qui peut constituer jusqu'à 15 % de la charge négative totale des feuillets de montmorillonite.

Deux principales causes d'existence d'une capacité d'échange ionique, l'une interne et l'autre externe [Glaeser (1953)].

- La présence de substitutions isomorphiques (Capacité d'Echange Cationique **CEC interne**) la plus fréquente est la substitution de  $Al^{3+}$  par  $Mg^{2+}$  dans la couche octaédrique, c'est le mécanisme principal d'échange pour une montmorillonite. Pour cette argile [Cuillère et al. (1982)], la distance entre les sites négatifs situés au niveau de la couche octaédrique et le cation échangeable situé à la surface du feuillet est telle que les forces d'attraction sont faibles. Des substitutions de Si par Al dans la couche tétraédrique sont également possibles.
- Les phénomènes de bordure (**CEC externe**) : Aux bordures d'un feuillet. Les valences du silicium et de l'oxygène en couche tétraédrique d'une part, de l'aluminium et de l'oxygène en couche octaédrique d'autre part ne sont pas saturées pour compenser ces valences. Des molécules d'eau s'hydrolysent et il y a apparition de groupes Silanol (Si-OH) ou Aluminol (Al-OH) qui en fonction du pH peuvent capter ou libérer des protons. Ces derniers peuvent être échangés avec d'autres cations. Le nombre et la nature des charges de bordure de feuillet seront directement liés au pH, Langmuir (1997) a montré que les charges de bordure de feuillet prennent une importance plus significative lorsque la taille des particules diminue. Ces phénomènes expliquent environ 20 % de la capacité totale d'échange d'une smectite.

#### **I.4.2.2. La teneur en eau pondérale (w exprimé en %)**

Est le rapport de la masse de l'eau contenue dans l'échantillon de sol à la masse des grains solides.

#### **I.4.2.3. Le poids volumique ( $\gamma$ exprimé en $kN/m^3$ )**

Est le rapport du poids de matériau à une teneur en eau donnée à un volume donné. Le poids volumique sec est le rapport du poids du matériau sec et le volume. Le poids volumique sec, utilisé avec la teneur en eau et le poids volumique des grains solides, permet de déterminer l'indice des vides, la porosité, le degré de saturation et le poids volumique humide du matériau.

Certains paramètres de nature et d'état, nécessaires à la caractérisation du matériau naturel, font appel aux **limites d'Atterberg**. A partir de la teneur en eau naturelle du sol  $W_{nat}$ , et pour situer l'état de ce sol par rapport à ses limites de liquidité  $W_L$  et de plasticité  $W_P$ , on peut

calculer **l'indice de consistance**  $I_C = \frac{W_L - W}{W_L - W_P}$  ... (1.8) qui permet d'apprécier la consistance

du sol, des résultats de l'analyse granulométrique et des limites d'Atterberg, on peut déduire un paramètre d'état.

**L'activité d'un matériau** : On définit l'activité d'un matériau noté  $A_c$ , comme le rapport de l'indice de plasticité  $I_p$ , (dédit des limites d'Atterberg) et de la teneur en argile, correspondant aux éléments inférieurs à  $2 \mu m$ . Lorsque la valeur de  $A_c$  est inférieure à 0,75 l'argile est

considérée comme «inactive», au-delà de 1,25 l'argile est dite « active »,  $A_c = \frac{I_p}{C_2}$  (1.9)

peut être considéré comme un indicateur de l'aptitude au gonflement de l'argile.

### I.4.3. Le comportement mécanique [19]

Le comportement mécanique des matériaux est caractérisé par des paramètres qui permettent d'estimer les tassements. La compressibilité ou la consolidation et la résistance au cisaillement du sol. Ces paramètres sont obtenus à partir d'essais géotechniques en laboratoire et notamment: L'essai Proctor, l'indice portant immédiat, l'essai de cisaillement direct à la boîte de Casagrande et à l'appareil triaxial et l'essai oedométrique.

#### I.4.3.1. L'essai Proctor

Permet de déterminer les caractéristiques de compactage d'un matériau, cet essai peut viser de:

- ✓ Diminuer la conductivité hydraulique en diminuant l'indice des vides du sol par compactage.
- ✓ Augmenter la résistance mécanique du sol.

Le principe de l'essai Proctor consiste à humidifier un sol à plusieurs teneurs en eau et à le compacter selon un procédé et une énergie de référence. Pour chacune des valeurs de teneur en eau considérées, on détermine la masse volumique sèche du sol et on établit la courbe des variations de cette masse volumique en fonction de la teneur en eau.

D'une manière très générale cette courbe appelée courbe Proctor présente une valeur maximale de la masse volumique du sol sec qui est obtenue pour une valeur particulière de la teneur en eau. Ce sont ces deux valeurs qui sont appelées caractéristiques de compactage Proctor normal ou Proctor modifié suivant l'énergie utilisée. Ainsi, lorsque l'on compacte de

façon identique des échantillons d'un même sol à des teneurs en eau différentes. On constate que la masse volumique sèche  $\gamma_d$  varie et passe par un maximum pour une teneur en eau déterminée, dite optimale et notée  $W_{opt}$ .

#### I.4.3.2. L'indice portant immédiat IPI

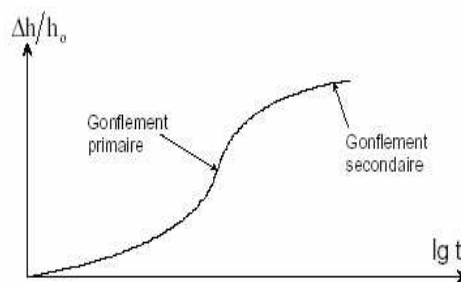
Le principe de l'essai servant à déterminer l'indice portant immédiat IPI. Consiste à mesurer les forces à appliquer sur un poinçon pour le faire pénétrer à une vitesse donnée dans une éprouvette de sol étudiée. Cet indice ne constitue pas une caractéristique intrinsèque d'un sol. En effet, si cette grandeur dépend en partie de la nature du sol. Elle dépend également dans une large mesure de sa teneur en eau, de sa masse volumique sèche, et de son degré de saturation, qui est des caractéristiques d'état fonction de ses caractéristiques de mise en œuvre et d'environnement.

#### I.4.3.3. L'essai de cisaillement

Permet de déterminer la résistance au cisaillement d'un sol, les paramètres à la rupture que l'on obtient pour plusieurs états de contraintes permettent en particulier d'étudier la stabilité des pentes.

#### I.4.3.4. L'essai oedométrique [11]

Permet d'évaluer les tassements et **gonflements** du matériau au cours du temps par variation des charges mécaniques et hydriques appliquées sur le matériau.



**Fig.1.8** : Courbe de gonflement en fonction de temps

Le gonflement des sols argileux est un phénomène très lent, en raison de la faible perméabilité des argiles, il est donc fondamental d'essayer de comprendre la cinétique du gonflement. C'est-à-dire la relation existant entre la déformation de gonflement et le temps. Cette relation est représentée usuellement sous la forme graphique du gonflement unidimensionnel en fonction du logarithme du temps (voir figure 1.8).

Nombreux travaux expérimentaux font apparaître ce type de cinétique (Komornik et Zeitlen, 1970 etc.) cité par [01]. Ils ont été observé deux phases apparaissent dans la figure (1.8) comme des principales pour identifier la cinétique du gonflement.

Par ailleurs, ces dernières années, (G. Montes et al) ont constaté d'après une étude expérimentale que l'évolution du phénomène gonflement-retrait d'une bentonite industrielle (d'isolement des agrégats) identifier aussi deux phases fondamentales, ils ont utilisé un programme d'analyse d'image numérique.

Cette analyse d'image numérique se compose de l'évaluation de la surface de gonflement retrait comme fonction du temps, par une méthode (Enviromental Scring Electron Microscopy) et la méthode de (Digital Image Analyse).

#### **I.4.4. Le comportement hydraulique**

Le comportement hydraulique du sol est caractérisé essentiellement par la **perméabilité**, notée **k** et exprimée en mis. Ce paramètre est obtenu à l'aide de l'essai de perméabilité qui peut s'effectuer en laboratoire à l'aide de l'appareil triaxial, de l'odomètre ou du perméamétrie à paroi rigide.

L'utilisation d'un matériau naturel fin, implique que celui-ci soit compacté jusqu'à l'obtention de la densité et de l'épaisseur désirées. Pour qu'il atteigne la valeur de perméabilité souhaitée, soulignons que l'effet du compactage sur la valeur de la perméabilité est très important. Pour atteindre l'objectif de conception, on doit non seulement contrôler le poids unitaire  $\gamma$  du matériau, mais aussi la teneur en eau de compactage. Pour obtenir une perméabilité faible en conservant une bonne valeur de  $\gamma$ . L'expérience a montré que la teneur en eau devrait être environ 2 à 6% supérieure à la teneur en eau optimale  $W_{OPT}$  obtenue à l'essai Proctor (à noter que dans la pratique elle est parfois bien supérieure).

#### **I.5. Conclusion**

La qualification d'un gisement de matériau naturel peut s'articuler en trois phases:

- La première phase, consiste à réaliser des essais relativement simples en vue d'obtenir des informations sur la nature argileuse du matériau et sur son homogénéité. Il s'agit principalement de la détermination des paramètres de nature (analyse granulométrique, limites d'Atterberg...), et des paramètres d'état (teneur en eau, poids volumique...).
- La deuxième phase consiste à réaliser la caractérisation physico-chimique (essai au bleu de méthylène, la teneur en carbonate de calcium du matériau...).
- La troisième phase de caractérisation porte sur le comportement mécanique du matériau, ils seront étudiés à partir d'essais de cisaillement à la boîte de Casagrande....

Le tableau récapitule les différents essais qui permettent d'obtenir les paramètres de nature, d'état, de comportement mécanique et hydraulique d'un matériau susceptible de former la couche d'étanchéité.

	Essais en laboratoire	Observation
Paramètres de la nature	Masse volumique de particules solides des sols	Méthode du pycnomètre à eau
	Analyse granulométrique	Evaluation en poids de la répartition des grains du sol suivant leurs dimensions
	Indice de plasticité IP	Etendue du domaine de plasticité du sol
	Essais au bleu de méthylène VBS	Détermination de la quantité de l'argile
	Evaluation des carbonates	Teneur en carbonate de calcium $\text{CaCO}_3$
	Etude minéralogique par diffractométrie des rayons X	Information sur la nature des minéraux constitutifs d'un sol
Paramètres d'état	Teneur en eau $w$ %	Rapport masse d'eau sur masse des grains solides
	Poids volumique $\gamma$ $\text{KN/m}^3$	Relation entre poids et volume
	Indice de consistance $I_c$ (limite d'Atterberg)	Aptitude du sol à supporter des charges
Paramètres de comportement mécanique	Essais oedométrique	Tassement et compressibilité
	Essais Proctor	Caractéristique de compactage d'un sol
	Indice portant immédiat IPI	Portance du sol Résistance à la rupture
	Essais de cisaillement	Cohésion $C$ (kpa) et angle de frottement $\phi$ , en vue de l'étude de stabilité
	Essai triaxial	
Paramètres de comportement hydraulique	Essais de perméabilité	Détermination du coefficient de perméabilité $K$ (m/s)

**Tableau 1.6:** Principaux essais de caractérisation en laboratoire.

# Chapitre II

## **Rhéologie des argiles**

II.1. Introduction

II.2. Généralités sur la rhéologie

II.3. Rhéomètres

II.4. Problèmes expérimentaux

II.5. Caractérisation rhéologique du  
système eau-bentonite.

II.6. Conclusion

## II.1. Introduction

La **rhéologie** est une discipline qui traite de l'écoulement des déformations des matériaux sous l'action de contraintes. La rhéologie a été développée pour décrire les propriétés de matériaux au comportement mal défini et intermédiaire entre celui du solide élastique parfait et celui du fluide newtonien. La section qui suit vise à définir les principaux paramètres rhéologiques ainsi que les différentes typologies d'écoulement des fluides. [22]

## II.2. Généralités sur la rhéologie

Rhéologie (en grec ρειν, signifiant écoulement), mot créé aux États-Unis en 1929 par Eugène Cook Bingham (1878-1945), qui désigne l'étude de l'écoulement et la déformation des matériaux (fluides) sous l'action des contraintes qui leurs sont appliquées.

La rhéologie regroupe l'étude d'une gamme non négligeable des matériaux et produits, à titre d'exemple, on cite les produits agro-alimentaire, cosmétiques et pharmaceutiques, boues de forage, pâtes de papier ...etc.

### II.2.1. But de la rhéologie

L'objet de la rhéologie est de déterminer l'équation rhéologique d'état d'un fluide par la mesure des paramètres rhéologique en effectuant des mesures relatives des forces et des déplacements et en exploitant ces résultats à l'aide des équations de mouvements.

L'équation rhéologique d'état est la relation entre la vitesse de cisaillement ( $\dot{\gamma}$ ) et la contrainte de cisaillement ( $\tau$ ), qui représente, «  $\tau = f(\dot{\gamma})$ ... (2.1) » la connaissance de cette équation détermine les propriétés rhéologiques des matériaux qui est déterminée expérimentalement à l'aide des viscosimètres ou des rhéomètres.

Pour être plus réaliste, l'équation rhéologique d'état ne dépend pas seulement des caractéristiques propres du fluides comme la nature et les propriétés physiques, elle dépend aussi des paramètres extérieurs comme la température 'T' et la pression 'P', il sera donc plus correct d'écrire  $\tau = f(\dot{\gamma}, T, P)$

### II.2.2. Grandeurs fondamentales de la rhéologie [21]

#### II.2.2.1. Vitesse de cisaillement

La vitesse de cisaillement ( $\dot{\gamma}$ ;  $\dot{\epsilon}$  ou bien  $\dot{\gamma}$ ) (appelée aussi gradient de vitesse) est le rapport entre la vitesse d'écoulement et l'épaisseur du fluide qui est donnée la relation suivante

$$\dot{\gamma} = \frac{v}{H} \dots(2.2) , \text{ Unité de } (\dot{\gamma}) \text{ 1/seconde (s}^{-1}\text{)}.$$

### II.2.2.2. Contrainte de cisaillement ( $\tau$ )

La contrainte de cisaillement est la grandeur dynamique fondamentale de la rhéologie, considérons deux couches au contact l'une de l'autre, elles se déplacent relativement l'une par rapport à l'autre, il en résulte l'apparition de forces de frottement qui s'exercent tangentiellement à la surface de la couche ce sont les forces de cisaillement.

Ces forces dépendent de la surface considérée, on est amené à définir la contrainte de

cisaillement par  $\tau = \frac{F}{S} \dots(2.3)$

Unité de (  $\tau$  ) : Newton/mètre carré (N/m<sup>2</sup>) ou bien le Pascal (Pa), d'où 1N/m<sup>2</sup>=1Pa.

La contrainte de cisaillement est une grandeur définie en tout point du matériau, elle varie en général d'une couche à l'autre mais est constante en tout point de la même couche.

### II.2.2.3. Viscosité

C'est une propriété physique des fluides, elle exprime par l'effet de retard entre deux couches adjacentes d'un même fluide pendant son écoulement, la viscosité représente donc la résistance à l'écoulement d'un système soumis à une contrainte tangentielle. La connaissance de cette grandeur physique est une chose primordiale dans l'étude rhéologique d'un fluide.

Il existe différents types de viscosité, parmi les quelles on sites :

#### i. Viscosité dynamique (apparente) ( $\eta$ )

Elle est donnée par la relation suivante (cas des fluides Newtoniens)  $\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \dots(2.4)$

Unité de ( $\eta$ ) dans le :

- Système international Pa·s ou Poiseuille (Symbole ; Pl), où 1Pa·s = 1Pl.
- Système CGS Poise (Symbole ; Po), c'est l'unité usuelle, où 1Po = 10<sup>-1</sup> Pl.

**Remarque :** La viscosité apparente pour les fluides non-newtoniens, ils ne sont pas caractérisés par une seule viscosité pour n'importe quelle vitesse de cisaillement. C'est pourquoi on fait appel à la viscosité apparente, qui est défini comme étant la viscosité du fluide à un point de cisaillement donné.

#### ii. Viscosité cinématique ( $\nu$ )

La viscosité cinématique présente un intérêt dès que la viscosité dépend de la densité (telle que les huiles),  $\nu = \frac{\eta}{\rho} \dots(2.5)$ , où  $\rho$  est la masse volumique du fluide en kg/m<sup>3</sup>.



Unité de ( $\eta$ ) :

- Système international  $\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  (ou c'est  $\text{Pa} \cdot \text{s} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{m}^3$ ) ;
- Système CGS Stokes (Symbole Stokes), c'est l'unité usuelle, où  $1 \text{stoke} = 10^{-4} \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ , dont son sous-multiples est le Centistokes, cette dernière unité est très pratique pour les fluides de viscosité proches de l'eau qui a une viscosité 1 centistoke.

### II.2.3. Rhéogramme

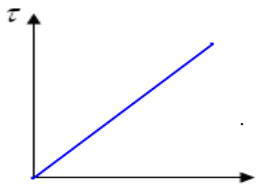
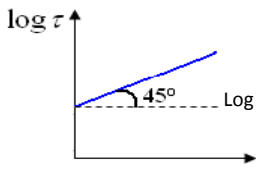
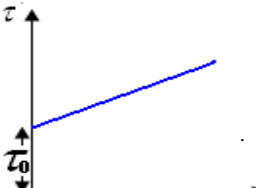
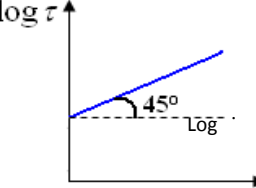
Pour visualiser graphiquement l'équation rhéologique d'état  $\tau = f(\dot{\gamma})$ , on trace son allure qu'on appelle 'Rhéogramme', qui sert à décrire les propriétés d'écoulement du matériau.

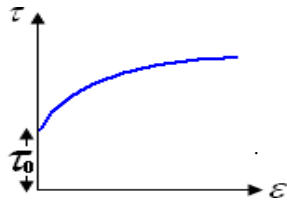
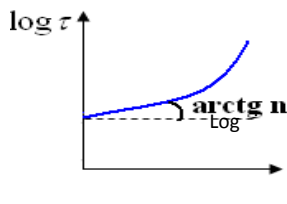
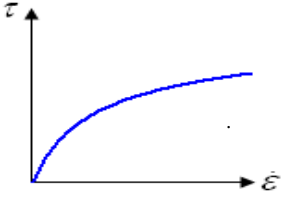
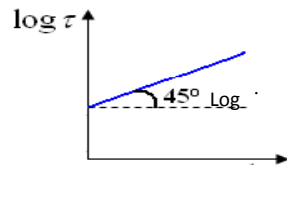
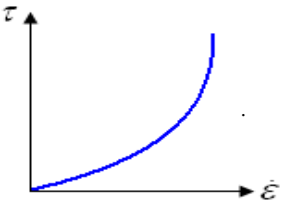
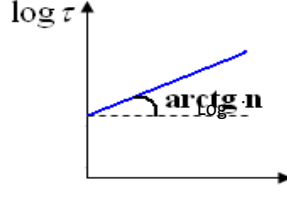
Les Rhéogrammes les plus fréquemment utilisés sont Les graphes ;  $\tau = f(\dot{\gamma})$ , à pression et température extérieures constantes, qui est la représentation la plus utilisée et même on peut trouver la représentation réciproque  $\dot{\gamma} = f(\tau)$ .

### II.2.4. Modèles rhéologiques [23], [08]

Du point de vue rhéologique, les fluides se composent en deux grandes catégories. Les fluides Newtoniens dit aussi parfaitement visqueux et les.

**Tableau 2.1** : Récapitulation des modèles rhéologiques

Modèles Rhéologiques	Equations rhéologiques	Rhéogramme en coordonnées cartésiennes	Rhéogramme en coordonnées logarithmiques
<b>FLUIDES NEWTONIENS</b>			
<b>Newton</b>	$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma}$		
<b>FLUIDES NON-NEWTONIENS</b>			
<b>Bingham</b>	$\tau = \tau_0 + \eta \cdot \dot{\gamma}$ si $\tau > \tau_0$ = 0 si $\tau < \tau_0$		

<b>Ostwald</b>	<b>HERSCHEL-BULKLEY</b>	$n = +$		
	<b>Pseudo-Plastique</b>	$0 < n < 1$		
	<b>Dilatants</b>	$n > 1$		

#### II.2.4.1. Fluides Newtoniens

Un fluide est dit Newtonien (ou fluide parfait), si sa viscosité ( $\eta$ ) est constante quel que soit le gradient de vitesse à T et P fixés, en plus de sa elle est indépendante du temps, dans ce cas on parle de la viscosité absolue,

Les fluides Newtoniens sont caractérisés par un modèle linéaire et leur comportement rhéologique est proportionnel à la viscosité absolue ( $\eta$ ), où la tension de cisaillement ( $\tau$ ) est directement proportionnelle à la vitesse de cisaillement ( $\dot{\gamma}$ ) si l'un double l'autre double également l'équation rhéologique d'état est donnée par la relation suivante :  $\tau = \eta \cdot \dot{\gamma}$ .

#### II.2.4.2. Fluides Non Newtoniens

Dans ce cas la viscosité ( $\eta$ ) n'est pas constante, à chaque valeur du couple vitesse de cisaillement, contrainte de cisaillement ( $\dot{\gamma}, \tau$ ) correspond une valeur de la viscosité ( $\eta$ ), dès lors on parle de la viscosité apparente. Les fluides non-Newtoniens sont des fluides complexes comme les fluides, agro-alimentaires, vases, les polymères, les boues de forage et les laitiers de ciment...etc.

Pour ce type de comportement on distingue (les plus fréquents), les fluides à contraintes critiques avec fluides de type BINGHAM et fluides de type HERSCHEL-BULKLEY, et les fluides sans contraintes critiques avec fluides de type pseudo-plastiques D'OSTWALD-DE WAELE (loi de puissance).

### a. Fluides à contraintes à seuil (fluides plastiques)

Ils sont caractérisés par une contrainte de cisaillement seuil ( $\tau_c$ ) en dessous de laquelle l'écoulement n'est pas possible, autrement dit lorsqu'ils sont soumis à une contrainte très faible, leur viscosité est tellement forte qu'il ne peut pas s'écouler, leur viscosité diminue ensuite si une contrainte supérieure au seuil est appliquée.

L'équation rhéologique qui correspond à ce type de fluides est donnée comme suite

$$\tau = \tau_c + k \cdot \dot{\gamma}^n \quad \dots(2.6)$$

Avec :    Contrainte critique.       Paramètre lié pour chaque type de fluide.

Indice d'écoulement.

Selon l'indice d'écoulement (n), on distingue les fluides suivants :

#### i. Fluides de BINGHAM

Pour les liquides Binghamienne autrement dit, liquides plastiques idéal, la tension de cisaillement varie linéairement avec la vitesse de cisaillement mais, à la différence des fluides newtoniens, il est nécessaire d'appliquer une force minimale pour mettre le fluide en mouvement, cette force correspond à la tension limite (critique) de cisaillement ( $\tau_c$ ).

L'équation rhéologique d'état de ce modèle est caractérisée par deux constantes ( $\tau_c$ ,  $\eta_p$ )

$$\tau = \tau_c + \eta_p \dot{\gamma} \quad \dots(2.7) \text{ d'où :}$$

Contrainte critique.

Viscosité plastique déduite à partir de la pente de la courbe représentant ( $\tau$ ) en fonction de ( $\dot{\gamma}$ ).

Ce type de modèle suit un modèle linéaire c'est-à-dire que le fluide s'écoule au-delà d'une contrainte seuil ( $\tau_c$ ), en suite il suit l'allure de Newton.

#### ii. Fluides de HERSCHEL-BULKLEY

On note que pour fluide  $n > 1$ , ces fluides sont plus compliqués et peuvent être décrites à l'aide de trois paramètres rhéologiques, la contrainte seuil ( $\tau_c$ ), la consistance (K) et l'indice d'écoulement (n), leur fluage est représenté par l'équation rhéologique suivante :  $\tau = \tau_c + K \dot{\gamma}^n$ , On constate que le Rhéogramme concernant ce modèle aura une allure parabolique.

La contrainte  $\tau_c$  est déterminée expérimentalement à partir de la courbe d'écoulement, tandis que les paramètres  $K$  et  $n$  ne sont pas vraiment constantes sur un très long intervalle de valeurs de  $\dot{\gamma}$  et  $\tau$ .

Exemples des fluides plastiques, c'est les fluides les plus répandus, tels que : certaines boues (boues de forage), certaines pâtes (dentifrice, pain), matières grasses et peintures.

Les modèles rhéologiques cités ci-dessus ne sont pas les seuls existant, on a aussi comme fluides à contrainte critique, indépendant du temps, tel que les modèles de SKELLAND, CROWLEY KITZES...

### **b. Fluides sans contraintes critiques [8]**

Ces substances ont un comportement rhéologique qui diffère essentiellement de celui des fluides plastiques car, ils n'ont pas de seuil d'écoulement, du fait que ces fluides se mettent en mouvement dès qu'on leur applique une force de cisaillement aussi faible soit-elle.

**i. OSTWALD** a proposé pour représenter les courbes d'écoulement de ces fluides, dont la contrainte de cisaillement est proportionnelle à la puissance  $n^{\text{ième}}$  de la vitesse de cisaillement, donc l'équation rhéologique d'état correspondante, dite aussi la loi de

$$\text{puissance, est décrite comme suivant : } \begin{cases} \tau = K \cdot \dot{\gamma}^n \\ 0 < n < 1 \end{cases} \dots(2.8)$$

La représentation de ces corps dans un Rhéogramme, est une courbe de fluage qui passe par l'origine, comme pour les fluides newtoniens.

: Coefficient de rigidité qui caractérise la consistance de la suspension ;

: Indice de comportement rhéologique (ou indice écoulement).

**ii. La loi de puissance** est la plus utilisée, mais il existe d'autres modèles de fluides sans contraintes critiques indépendants du temps, on peut citer: Les **modèles d'ELLIS, PRANDTL-EYRING, SSKO, CROSS, WILLIAMS, CARREAU...**, qui sont des modèles très complexes de trois à quatre paramètres !

### **II.2.5. Thixotropie [08]**

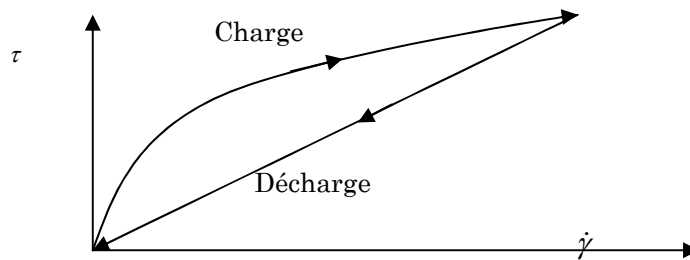
Souvent le comportement des fluides non newtoniens dépend du temps car les modifications de structures microscopiques ne sont pas instantanées, on a ainsi des manifestations diverses de ces phénomènes dans les tracés de rhéogrammes.

Le terme « thixotropie fut introduit dans la littérature par FREUNDLICH, en 1928. Une solidification peut apparaître répétitivement à une température constante et à une vitesse de

cisaillement constante. En pratique nous pouvons mettre en évidence la thixotropie du fluide par l'essai d'une boucle d'hystérésis.

On trace un Rhéogramme  $\tau = f(\dot{\gamma})$  en faisant croître puis décroître régulièrement ; afin de revenir à la valeur initiale, on réalise ce qu'on appelle une "charge" puis une "décharge".

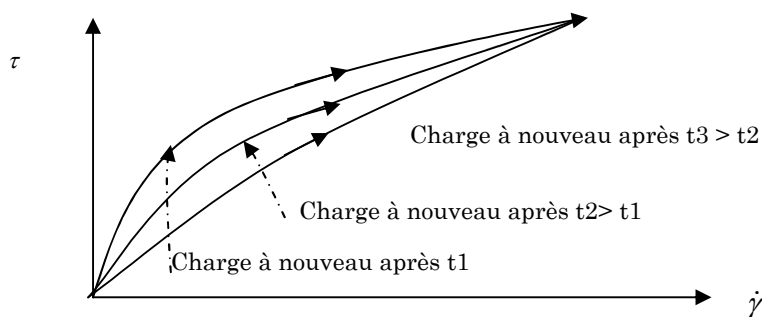
Si on applique des valeurs de vitesse de cisaillement assez fortes pendant assez longtemps, on obtient le diagramme suivant : la structure a été modifiée durablement lors de la charge et le comportement du produit est affecté (Rhéogramme de décharge différent, liquide globalement moins visqueux).



**Fig. 2.1** : Rhéogramme d'un fluide thixotrope

**Exemple** : Le phénomène d'hystérésis :

Pour certains corps, si après ce cycle de charge et décharge, on laisse au repos pendant un temps assez long, la structure se réorganise et si on recommence une charge, on obtient le premier Rhéogramme à nouveau. Ainsi, sur les expériences suivantes, on voit que si le temps de repos est supérieur ou égal à  $t_3$  on a retrouvé le comportement rhéologique du produit avant toute charge

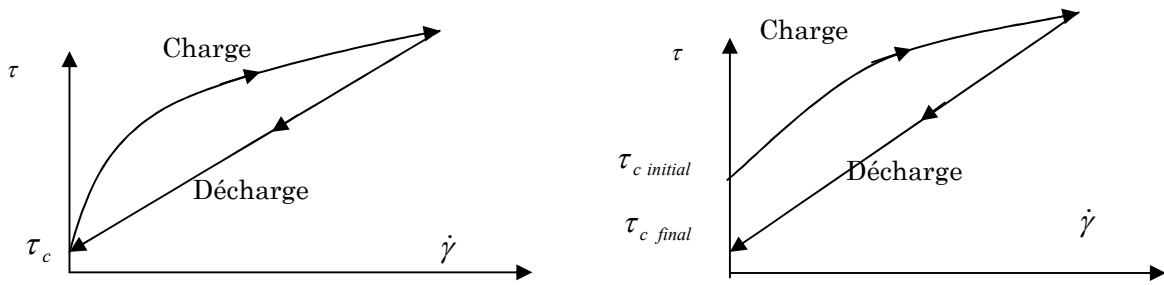


**Fig. 2.2** : Thixotropie en fonction de temps de repos

On dit alors que le fluide est thixotrope.

Un fluide est thixotrope si sa viscosité à vitesse de cisaillement constante, diminue au cours du temps à condition que ce phénomène soit réversible, le comportement thixotrope concerne les corps fluidifiants et les corps plastiques (plus rarement les épaisissants).

Pour les corps plastiques, on peut avoir au cours de la modification de structure, un changement de contrainte seuil ou pas.

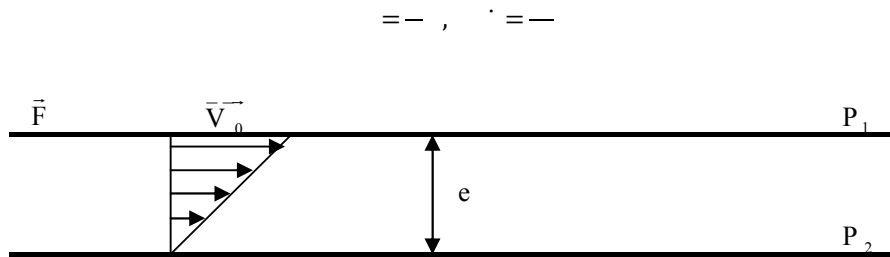


**Fig. 2.3** : Effet de la modification de structure

### II.3. Rhéomètres [22]

Les rhéomètres sont des appareils où lesquels la substance étudiée est cisailée entre deux surfaces (coaxiaux, plan/plan ou corne /plan) solides l'une au repos et l'autre mobile.

La substance à étudier est placée entre deux plans solides « P<sub>1</sub> » et « P<sub>2</sub> » parallèles et de même surface, une force «  $\vec{F}$  » appliquée à l'un des plans lui communique un mouvement de translation de vitesse « V<sub>0</sub> », un mouvement laminaire de cisaillement est engendré, en supposant que la distance « e » entre les deux plans est faible devant les dimensions des plans, la répartition de la vitesse est linéaire et le matériau se décompose en plans parallèles aux surfaces « P<sub>1</sub> » et « P<sub>2</sub> ».



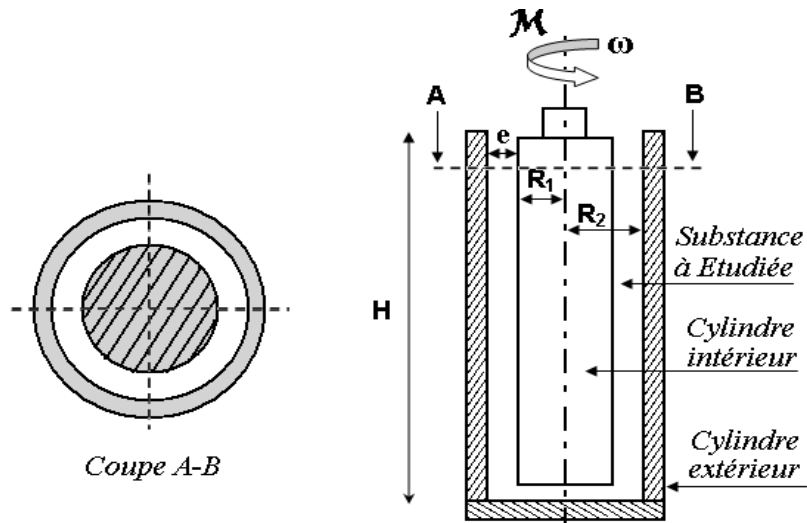
**Fig. 2.4** : Rhéomètre plans à Translation

#### II.3.1. Rhéomètre rotatif

Un rhéomètre rotatif est constitué d'un axe de rotation lié à un moteur, qui peut être à vitesse ou à couple imposé, et d'une cellule de mesure. La cellule de mesure est composée d'une partie mobile liée à l'axe de rotation (le rotor) et d'une partie fixe (le stator), le fluide complexe est confiné dans l'espace compris entre le rotor et le stator (entrefer).

Le mouvement laminaire de cisaillement est obtenu en communiquant à l'un des cylindres un mouvement rotatif uniforme de vitesse angulaire « ω », l'autre cylindre étant fixe.

La substance est placée entre deux cylindres coaxiaux de rayons  $R_1$  et  $R_2$ , qui se décompose en couches cylindriques coaxiales de vitesses angulaires différentes, variant de « $\omega \approx 0$ » au niveau du godet à « $\omega$ » au niveau du cylindre mobile.



**Fig.2.5** : Schéma d'un rhéomètre coaxial cylindrique intérieur rotatif

Deux grandeurs sont directement mesurables qui sont le couple moteur «M» (mesurée ou imposée) qui entraîne le rotor, il est relié à la contrainte  $\tau$  et la vitesse angulaire « $\omega$ » (mesurée ou imposée), elle est liée à la vitesse de cisaillement.

**Tableau 2.2** : Relations entre grandeurs mécaniques et grandeurs rhéologiques

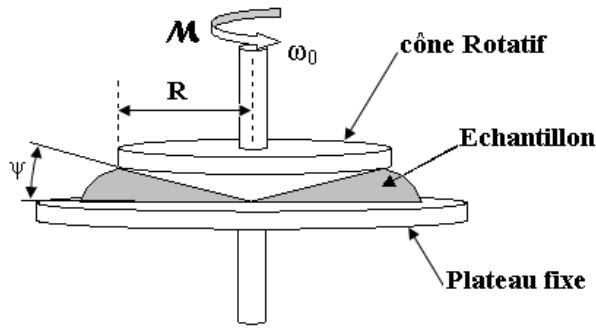
Couple / Contrainte	Vitesse angulaire / Vitesse de cisaillement	Couple / Viscosité
$= \frac{M}{4\pi R_1^2 e}$	$\dot{\gamma} = \frac{\omega R_2}{e}$	$= \frac{M}{4\pi R_1^2 e} \frac{1}{\dot{\gamma}} = \frac{1}{4\pi R_1^2 e} \frac{1}{\dot{\gamma}}$

Nous obtenons des relations qui relient les paramètres rhéologiques en fonction du couple via des paramètres géométriques de l'appareil.

Rhéomètres rotatifs à cône - plateau, il représente une bonne précision, la substance à étudier est emprisonnée entre un plateau et un cône de révolution de rayon «R» dont l'axe est perpendiculaire au plateau, l'angle comprise entre la génératrice du cône et le plateau est inférieure 5° et peut descendre jusqu'à 0,3°.

La vitesse de cisaillement « $\dot{\gamma}$ » et une contrainte de cisaillement « $\tau$ » s'exprime par :

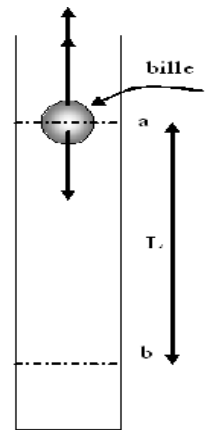
$$\tau = \dots \quad (2.10), \quad \dot{\gamma} = \dots \quad (2.11)$$



**Fig. 2.6** : Schéma d'un rhéomètre rotatif à cône plateau

### II.3.2. Viscosimètre chute de bille

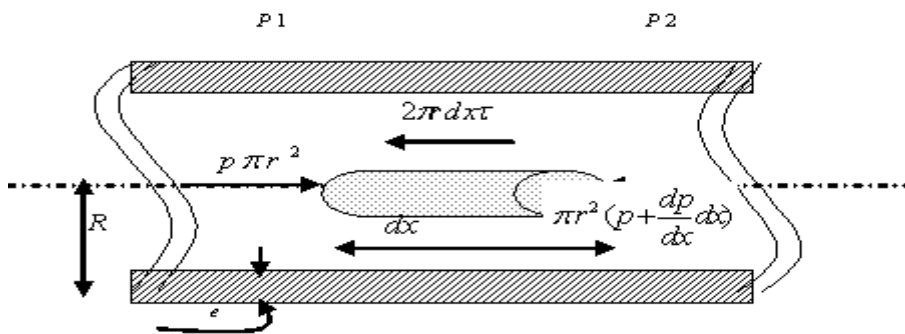
Le viscosimètre à chute de bille se compose de trois tubes transparents montés sur un support métallique. Au sommet de chaque tube un lâcher automatique assure un bon centrage de la bille, et à la base un dispositif à doubles vannes pour faciliter la récupération des billes. Derrière les tubes, un panneau lumineux gradué permet un bon repérage du passage de la bille et une mesure précise de la hauteur de chute. Un chronomètre est livré avec l'appareil, ainsi qu'un jeu de billes de différents matériaux.



**Fig. 2.7** : Schémas d'un rhéomètre chute de bille

$$P = \rho_s g \frac{4}{3} \pi R^3 \quad (2.13), \quad P = F_v + F_r = \rho_l g \frac{4}{3} \pi R^3 + 6 \pi R \eta V_0 \quad (2.14)$$

### II.3.3. Viscosimètre capillaire



**Fig. 2.8** : Schémas d'un rhéomètre capillaire

$$\tau = -\frac{r}{2} \left( \frac{dp}{dy} \right) = \eta \frac{dv}{dy} \dots (2.15), \quad V(r) = -\frac{1}{4\eta} \frac{dp}{dx} R^2 \left( 1 - \frac{r^2}{R^2} \right), \quad q_v = -\frac{\pi}{128\eta} \frac{dp}{dx} D^4.$$



Les viscosimètres capillaires sont les instruments les plus utilisés pour la détermination de viscosités, et cela est dû à leur simplicité relative, leur prix d'achat. Lorsque le fluide est en mouvement (dû à la pression), la vitesse est maximale au centre de la conduite, le gradient de vitesse est maximal aux parois et il est nul au centre. Ces types de viscosimètres sont conçus pour des fluides dont leur comportement est indépendant du temps [Macosko 1994], les viscosimètres capillaires sont largement utilisés dans les applications industrielles et ils sont convertis et adaptés pour des écoulements annulaires ou rectangulaires (prismatiques).

### II.3.4. Viscosimètre empirique « ENGLER »

Le viscosimètre Engler est le plus utilisé parmi les viscosimètres empiriques en Europe, son principe d'utilisation c'est de mesurer le temps d'écoulement d'un volume donné (200 cm<sup>3</sup>) à travers un ajutage, comme le régime d'écoulement à travers l'ajutage n'est pas permanent. La relation qui permet de déterminer la viscosité cinématique dans un système d'unités cohérent est une loi empirique, généralement pour les viscosimètres empiriques la viscosité dépend de la température à laquelle les mesures sont effectuées.

Par contre il existe pour le viscosimètre d'Engler une relation dite « UBELHODE » valable quelle que soit la température.

On définit le degré Engler qui est le rapport du temps nécessaire à l'écoulement de 200cm<sup>3</sup> du liquide à étudier) traverse un orifice célébré, au temps nécessaire à l'écoulement de 200cm<sup>3</sup> d'eau à 20 °C à travers le même orifice (ce dernier temps est de 51 seconde pour l'appareil

$$\text{Engler}), \quad \nu = 0.0731 E^0 - \frac{0.0631}{E^0} \text{ (stoks) } \dots(2.16)$$

$$\text{Avec } E^0 = \frac{\text{temps d'écoulement de } 200 \text{ cm}^3 \text{ de la substance étudiée}}{\text{temps d'écoulement de } 200 \text{ cm}^3 \text{ d'eau à } 20\text{C}^0} \dots(2.17)$$

$\nu$  Viscosité cinématique ;  $\eta = \gamma \nu$  Viscosité dynamique (poise)

$\gamma$  Masse volumique du fluide à étudier g/cm<sup>3</sup>

### II.4. Problèmes expérimentaux [10]

Il est connu que la fiabilité des résultats expérimentaux est liée directement à la maîtrise de l'effet de tous les paramètres influençant la mesure, parmi les phénomènes indésirables pouvant intervenir au cours des essais rhéologiques. On note le problème d'évaporation de l'échantillon, les glissements aux niveaux des parois de la géométrie de mesure et le problème d'inertie de l'outil rotatif lors des accélérations ou décélérations rapides, ces trois phénomènes sont explicités ci-dessous afin d'en tenir compte et limiter leurs effets sur les essais.

### II.4.1. Problème d'évaporation

Il intervient surtout dans les suspensions lors d'essais comportant une surface libre, ce phénomène conduit à une diminution du volume étudié (creusement), ceci pourrait se traduire par une diminution de la viscosité apparente mesurée. D'un autre côté, une augmentation de la concentration massique apparaît, qui se traduit par une augmentation de la viscosité apparente.

Les techniques pratiques, utilisées pour minimiser les perturbations, consistent à travailler sous atmosphère saturée par le fluide interstitiel ou à placer un film liquide sur les surfaces libres.

### II.4.2. Glissement aux parois

C'est le phénomène le plus couramment rencontré lors de l'étude rhéologique des fluides, il peut se produire dans toutes les géométries d'écoulement, ce phénomène conduit à des erreurs sur les mesures. En particulier pour les mesures de contraintes seuil avec un rhéomètre à contrainte imposée, dans le cas des suspensions, le glissement peut être favorisé par la migration des particules des régions pariétales (décroissance de la concentration solide près de la paroi lisse). Effet connu sous la dénomination d'effet sigma, l'un des méthodes utilisées pour faire face à cette problématique, cette solution consiste à rendre les parois plus rugueuses pour augmenter les frottements.

### II.4.3. Inertie de l'outil rotatif

Il a été montré que l'utilisation de rhéomètre à contrainte imposée pouvait conduire à des erreurs de mesure, ces erreurs sont dues à un retard dans la réponse de l'outil aux sollicitations lors de la montée ou de la descente en contrainte.

Pour remédier à ce phénomène il y a une méthode de calcul pour étudié et éliminer ce type d'erreurs.

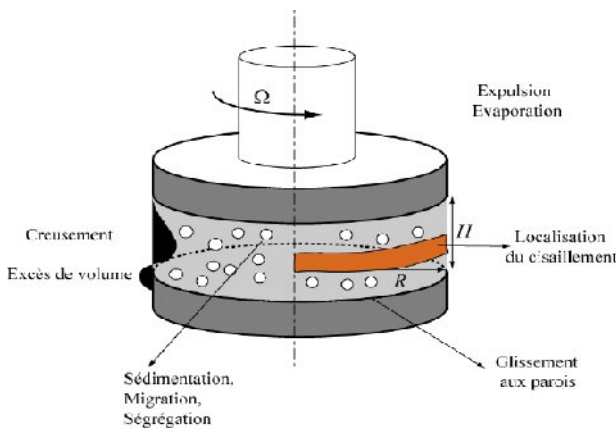


Fig. 2.9 : Problèmes expérimentaux

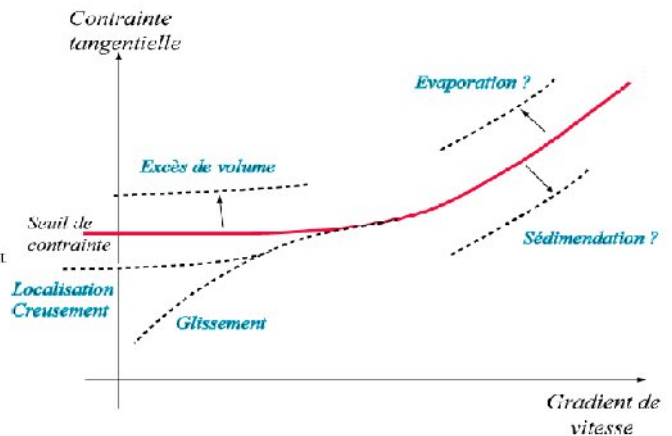


Fig. 2.10 : Effets sur la courbe d'écoulement

## **II.5. Caractérisation rhéologique du système eau-bentonite.**

De nombreux travaux ont été conduits sur le comportement de suspensions de bentonite lors de l'écoulement [Mollet (1996) ; Besq (2000) ; Leyama (2001) ; Corvisier (2001)]. Dans cette partie, on montre que, comme pour l'organisation des particules de bentonite (premier chapitre), le comportement rhéologique de ces fluides est très complexe. Nous présentons ici, une synthèse bibliographique du comportement d'écoulement, et thixotrope de bentonite, puis nous exposons les facteurs influençant la rhéologie de ces complexes. [01].

### **II.5.1. Comportement d'écoulement**

La concentration en bentonite et les structures adoptées par les feuillettes sont les paramètres influençant les propriétés rhéologiques des suspensions aqueuses de bentonite. Lorsque la concentration est faible, on parle d'un état dispersé. Dans ce cas, la suspension adopte un comportement rhéologique proche du milieu dispersant, c'est-à-dire un comportement de type newtonien [Luckham et Rossi (1999)]. Dans la littérature, et pour des suspensions très diluées, ou des fluides de forage qui contiennent des polymères, le comportement rhéologique peut aussi être décrit par une loi de puissance (fluide d'Ostwald-de Waele) [Metzner (1956)].

Lorsque l'on ajoute davantage d'argile à la suspension (généralement à des concentrations massiques de bentonite dépassant 3%), on parle de suspensions fortement concentrées [Darley et Gray (1988)]. Dans ce cas, l'étude de la structure tridimensionnelle de type gel est la plus probable [Durán et al. (2000)]. Cela est vrai pour des pH élevés où la suspension est qualifiée à "seuil". Ce comportement se manifeste par le fait qu'il faille casser la structure gel avant de passer à l'étape d'écoulement [Luckham et Rossi (1999)]. Traditionnellement, on représente un tel comportement par le modèle de Bingham (1922). D'autres modèles ont été considérés pour la description du comportement des suspensions argileuses comme le modèle de Herschel-Bulkley (1926) ou celui de Casson (1959).

Speers et al. (1988) ont présenté une évaluation des propriétés rhéologiques d'un ensemble de suspensions commerciales de bentonite. Les essais rhéologiques ont été effectués pour des taux de cisaillement de 5,11 à 10,22 s<sup>-1</sup> à des concentrations massiques de 1,5 à 7% de bentonite. Les auteurs ont testé la loi de puissance d'Ostwald-de Waele, le modèle de Bingham et le modèle de Casson pour reproduire l'écoulement de leurs suspensions. Ces essais ont permis de classer les paramètres de ces trois modèles en deux groupes. Le premier groupe est propre aux petits cisaillements, les paramètres de base sont : la contrainte seuil (de Bingham ou de Casson) et la consistance de Casson. Le deuxième groupe est propre aux grands cisaillements où la viscosité plastique de Bingham, l'indice d'écoulement et la viscosité de Casson reflètent plus le comportement d'écoulement.

Récemment, Gareche et al. (2003) ont réalisé une étude comparative entre les modèles classiques et structuraux appliqués à une bentonite naturelle en suspension (fluide de forage).

Ces auteurs ont estimé que le fait de considérer la suspension de bentonite comme un fluide plastique n'est qu'une simplification qui, dans certains cas, entraîne des erreurs importantes. D'abord, ils utilisent les modèles de Herschel-Bulkley (1926) et de Casson (1959) pour représenter le comportement de leurs suspensions. Ils présentent par la suite la loi de Papanastasiou [Papanastasiou (1987)] ; comme un modèle classique plus général, puisqu'il est capable de reproduire les rhéogrammes sur une gamme de vitesse de cisaillement plus étendue.

On peut en conclure qu'avant d'atteindre la contrainte seuil, le comportement des suspensions de bentonite est considéré comme élastique. Dès que l'écoulement commence, on parle d'un fluide visqueux non-newtonien.

### **II.5.2. Thixotropie**

Lorsque l'on applique un taux de cisaillement constant ou une contrainte constante à un fluide, il peut arriver que sa viscosité ne soit pas constante au cours du temps. Si la viscosité diminue au cours du temps à taux de cisaillement constant, on dit que le fluide est thixotrope ; si elle augmente, le fluide est anti-thixotrope Mewis (1979) [Mewis (1979), Cheng (1987), Barnes (1997) ; Dullaert et Mewis (2005)]. D'après Mewis (1979), le terme de thixotropie a été initialement introduit par Schalek et Szegraný en 1923, alors qu'ils observaient des solutions d'oxydes de fer, pour caractériser les transitions solides-liquides induites par le cisaillement. Ce comportement s'explique par la rupture des liaisons entre les amas de particules lorsque les forces hydrodynamiques deviennent supérieures aux forces de cohésion des amas. Ces derniers, une fois rompus, "glissent" les uns contre les autres et induisent une baisse de viscosité.

En général, ce phénomène est mis en évidence par l'apparition d'une boucle d'hystérésis lors du tracé de la courbe d'écoulement en charge puis en décharge. On parle de comportement thixotrope lorsque la contrainte en décharge est plus faible que celle en charge pour un même taux de cisaillement. La courbe d'hystérésis a été tracée en suivant trois étapes : une montée, un palier et une descente de contrainte. Pour expliquer ce comportement dans les suspensions argileuses, il faut s'intéresser de près à la nature rhéofluidifiante du système. Généralement, ce comportement est attribué à la rupture progressive de la structure établie par les particules de bentonite aux taux de cisaillement croissants. La rupture d'un réseau physique tridimensionnel se fait en entités de plus en plus petites. Cette rupture diminue progressivement la quantité d'eau piégée par le réseau et, par conséquent, la viscosité apparente de la suspension diminue aussi. La reconstruction de ce réseau, c'est à dire le retour des particules à des positions de minimum d'énergie libre, se fait progressivement au cours du temps sous l'action du mouvement brownien. Lors de la décharge progressive, les contraintes mesurées sont plus faibles si les interactions détruites n'ont pas eu le temps de se rétablir [Callaghan et Ottewill (1974)]. [01]

D'autre part, Lagaly (1989) observe également un comportement antithixotrope à de faibles taux de cisaillement pour des suspensions de bentonite. D'après cet auteur, les faibles taux de cisaillement aident à la restructuration du réseau de charges sans toutefois présenter de mécanisme responsable de cette restructuration. Il est à noter que ce même comportement est, pratiquement, toujours vérifiable si on réalise des essais sur des suspensions déstructurées à faible taux de cisaillement.

D'autre part, [Bekkour et al. (2005)] vérifient le caractère thixotrope des suspensions de bentonite pour des concentrations relativement élevées. L'étude expérimentale est détaillée dans la deuxième partie de leur thèse, ainsi que les différents modèles pour la description de ce type de comportement.

### **II.5.3. Contrainte seuil**

Si la suspension colloïdale est concentrée, un réseau d'interaction fort peut alors exister à travers l'ensemble de la suspension et les forces électrostatiques peuvent devenir considérables. Pour provoquer l'écoulement de la suspension, il faut briser ce réseau : il y a existence d'un "seuil d'écoulement". Comme la suspension concentrée est le siège d'une compétition entre les mouvements browniens et les forces colloïdales, le seuil d'écoulement ne sera résistant que si les effets de l'agitation thermique deviennent négligeables [Leyama (2001)]. Pour quelques auteurs, le "vrai seuil d'écoulement" est très controversé [Barnes (1999)], même si cette notion est toujours utilisée et reste un élément de base pour les raisonnements concernant les matériaux dits "à seuil".

Dans le cas des suspensions argileuses, la contrainte seuil est toujours liée à la formation de l'état gel résultant des différents types d'associations entre particules [Khandal et Tadros (1988) ; Lagaly (1989) ; Tadros et Hopkinson (1990)]. Ramos-Tejada et al. (2001) ont étudié les propriétés rhéologiques de montmorillonite de sodium. Ils ont défini la contrainte seuil comme étant la contrainte minimale qu'il faut appliquer pour que la suspension commence à s'écouler d'une manière clairement observée. Leurs rhéogrammes, à différentes concentrations de montmorillonite sodique, ont été corrélés en utilisant le modèle de Bingham. Dans ce cas, la contrainte seuil est la projection de la courbe d'écoulement sur l'axe des contraintes. Par ailleurs, ce minimum de contrainte, qu'on doit appliquer pour assurer l'écoulement, est attribué par Lagaly (1989) au passage d'une structure de type château de cartes à une structure de type modèle de bandes. Le gel dû aux interactions bord-face est renforcé par la diminution du pH qui accentue la différence de potentiel entre les bords et les faces des feuillettes [Khandal et Tadros (1988)]. De Kretser et al. (1998) qui réfutent l'existence d'organisations préférentielles bord-face, observent des variations de la contrainte seuil en faisant varier la force ionique de la solution. Ils attribuent l'augmentation progressive de la contrainte seuil à la force ionique croissante et à la diminution de l'épaisseur de la double couche électrique. Ceci entraîne la floculation de la suspension pour des distances

interparticulaires de plus en plus faibles (correspondant au minimum secondaire du potentiel d'interaction décrit par la théorie DLVO).

Ces observations sont en accord avec les conclusions de Vali et Bachmann (1988) pour qui le gel dû aux interactions face-face est renforcé par tous les paramètres favorisant la contraction des doubles couches électriques, augmentant ainsi l'épaisseur des particules et ce, tant que le nombre d'unités structurales est suffisant pour obtenir un réseau tridimensionnel. Pour des forces ioniques plus importantes, De Kretser et al. (1998) observent une diminution de la contrainte seuil qu'ils attribuent à la coagulation de la suspension (due à la disparition du maximum primaire) qui entraîne une diminution du nombre de liens entre particules.

#### **II.5.4. Facteurs d'influence sur la rhéologie des suspensions**

Tous les paramètres clés permettant de définir le comportement rhéologique des suspensions de bentonite, à savoir la valeur de la contrainte seuil, l'amplitude de la thixotropie et la viscosité apparente, dépendent des interactions entre les particules d'argile aux différentes échelles dans la suspension. Les propriétés rhéologiques seront donc affectées par tous les paramètres pouvant modifier cet équilibre. Nous pouvons les résumer en : pH de la suspension, concentration en électrolyte, concentration de bentonite, structure des particules argileuses (charge, surface spécifique, granulométrie, capacité d'échange cationique), nature des cations compensateurs, température, âge de la suspension, histoire mécanique... [Bonifas (1998) ; Besq (2000) ; Ramos-Tejada et al. (2001) ; Corvisier (2001) ; Leyama (2001)].

#### **II.6. Conclusion**

Les suspensions aqueuses de bentonite présentent un comportement rhéologique très complexe. La bentonite forme des gels dans l'eau à de très faibles concentrations. La stabilité des gels dans l'eau et leur rigidité sont affectées par les facteurs cités plus haut. La forte sensibilité de ce type de suspensions au taux de cisaillement et la dépendance par rapport au temps de leurs propriétés rhéologiques demeurent des paramètres clés à respecter. Il faut donc préciser des protocoles minutieux de préparation, conservation et manipulation des échantillons et surtout bien choisir son protocole de caractérisation, si l'on veut pouvoir comparer le comportement rhéologique des suspensions [Lagaly (1989) ; Bonifas (1998) ; Leyama (2001)]. Pour cette raison, nous expliciterons le protocole de préparation et de mesure avant chaque présentation de nos résultats expérimentaux dans la deuxième partie de la présente mémoire.

Ainsi, Nous avons acquis une certaine connaissance des caractéristiques de la bentonite et de ses propriétés rhéologiques en milieu aqueux. Cette étude bibliographique doit nous aider à appréhender le comportement de ces suspensions, ce qui est l'objet du chapitre IV.

***PARTIE II***  
***ETUDE***  
***EXPERIMENTALE***

# Chapitre III

## **Caractérisation physico-chimique de la bentonite étudiée**

- III.1. Introduction
- III.2. Situation géologique
- III.3. Paramètres de la nature
- III.4. Paramètres d'état (limites d'Atterberg)
- III.5. Mesure indirect du potentiel de gonflement
- III.6. Paramètre de comportement mécanique  
(essais de cisaillement)
- III.7. Conclusion



### III.1. Introduction

L'étude a été faite au laboratoire de la mécanique de sol de l'USTO-MB. Les essais ont été effectués sur une argile naturelle provenant du gisement de Maghnia. Cette argile a subi une série d'essais d'identification physico-chimique tel que (La détermination de la masse volumique de notre bentonite, essai au bleu de méthylène, la teneur en carbonate de calcium  $\text{CaCO}_3$ , les limites d'Atterberg et les essais de cisaillement à la boîte de Casagrande).

Quand toute la capacité d'adsorption du sol sera saturée, alors l'eau en excès restera à l'état libre, c'est-à-dire liquide ( $w > w_p$ ). Plus le sol possède de minéraux actifs dans leur interaction avec l'eau, plus il sera nécessaire d'ajouter de l'eau au sol pour qu'il devienne liquide, sachant qu'une grande partie de cette eau sera adsorbée par les particules, il ne restera donc pas à l'état liquide et ne conférera pas au matériau un état liquide mais pâteux, correspondant à la phase plastique.

L'effet de gonflement sur le comportement de certains produits pharmaceutiques, produits agro-alimentaire, la boue de forage et d'autre utilisation est grandiose. Dans la suite, on récapitulera l'ensemble des informations sur la caractérisation du phénomène de gonflement. Les méthodes indirectes reliant le gonflement aux paramètres géotechniques, permettent d'identifier les sols gonflants, alors que les essais de gonflement caractérisent plus précisément le comportement gonflant d'un échantillon qui n'aura pas effectuée dans cette étude.

### III.2. Situation géologique

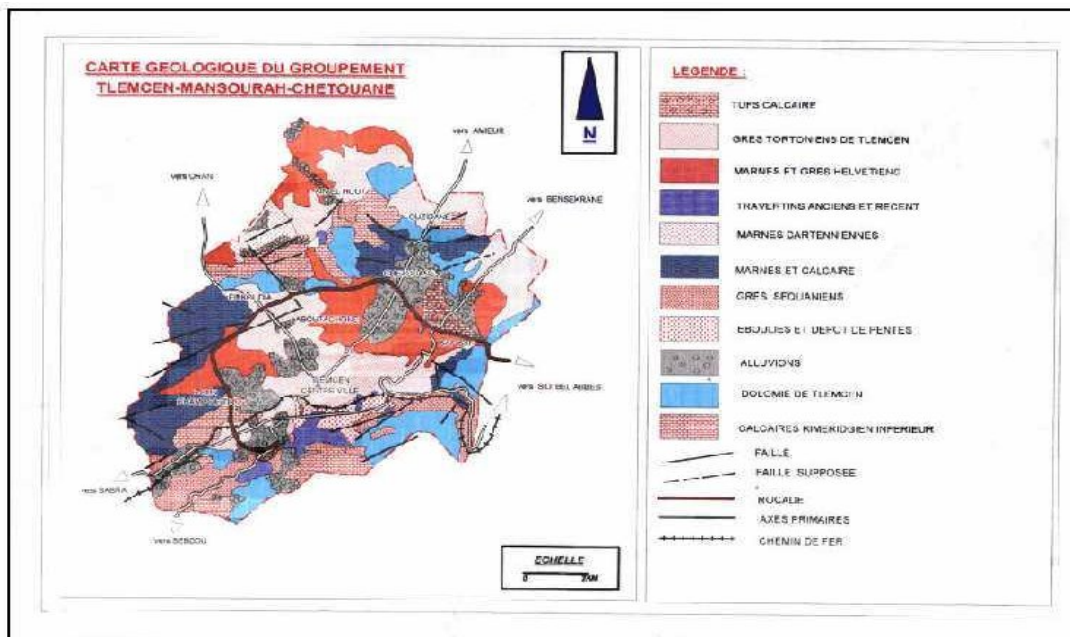


Fig. 3. 1. Carte géologique cité par [11]

L'argile brute utilisée dans ce travail a été prélevée du site dénommé *Roussel* du gisement de Maghnia. Ce gisement dont les réserves actuelles en argiles sont estimées à 8,2 millions de tonnes, est situé à 25 km au nord-est de Maghnia, il est exploité à ciel ouvert par l'entreprise nationale des produits miniers non ferreux et des substances utiles (ENOF). Les argiles sont valorisées par différents traitements pour obtenir deux produits marchands, le premier sollicité par l'ENAFOR pour la fabrication de boues de forage et le second par l'ENCG pour la décoloration des huiles de table.

L'argile sous forme de blocs provenant du gisement a été broyée en poudre dont le diamètre est inférieur ou égal à 0,4 mm. L'analyse de cette argile par DRX a révélé la présence des impuretés, par conséquent un traitement de purification s'avère nécessaire.

### **III.3. Paramètres de la nature**

L'analyse granulométrique permet de déterminer la distribution dimensionnelle en poids des éléments d'un matériau. Et comprend un tamisage sous l'eau, pour la distribution dimensionnelle en poids des particules de dimensions supérieures ou égales à 80 microns, et la sédimentométrie pour la distribution dimensionnelle en poids des particules de dimensions inférieures à 80 microns.

Notre sol est classé comme une argile inorganique à plasticité très élevée, le diamètre  $D_{50}$  à l'état naturel est de 3.8  $\mu$ m, l'argile présente 40% des tamis cumulés [10].

#### **III.3.1. Masse volumique de notre bentonite**

##### **III.3.1.1. Généralités**

La masse volumique absolue est définie comme le quotient de la masse sèche de l'échantillon par volume de sa matière (volume absolu tous vides déduits). Le volume de la bentonite est déterminé à l'aide d'un pycnomètre.

##### **III.3.1.2. Exécution de l'essai**

Soit  $m_1$  la masse de pycnomètre muni de son bouchon. Soit  $m_2$  la masse de l'argile de l'essai et soit  $m_3$  la masse introduire la prise d'essai dans le pycnomètre (masse de l'eau pour remplir le pycnomètre après le l'argile).

Dans le pycnomètre en ajoute de l'eau distillée jusqu'aux 2/3 de sa hauteur. En Agite pendant 1 h. En Laisse reposer quelques heures pour que le liquide surnageant ne présente qu'un léger trouble. En complété lentement le remplissage du pycnomètre ensuit en pose le bouchon et en élimine le liquide en trop.

En vider le pycnomètre, nettoyage puis séchage le pycnomètre. En remplir avec de l'eau distillée, selon le processus précédent. Soit la masse de pycnomètre plus eau. Soit la masse volumique de l'eau distillée à la température ambiante, en grammes par centimètre cube.

### III.3.1.3. Expression des résultats

En Effectue deux mesures pycnométriques sur l'échantillon.

**Tableau 3.1** : Résultats de mesures pycnométrique

N°					( / )
01	20	38.5	88.5	39.89	1.978
02	20	38.5	88.4	39.84	1.988
Moyenne					1.983

La masse volumique absolue exprimée en grammes par centimètre cubes est donnée par la formule:  $\rho = \frac{m_2 - m_1}{V}$  ... (3.1)

Le résultat de la masse volumique de notre bentonite soumis à l'essai est la moyenne des résultats obtenus sur les deux mesures est  $\rho = 1.98 \text{ g/cm}^3$ .

### III.3.2. Essai au bleu de méthylène à la tache

#### III.3.2.1. Généralités

Cet essai permet de mesurer la capacité des éléments fins à adsorber du bleu de méthylène. Le bleu de méthylène étant adsorbé préférentiellement par les argiles. Les matières organiques et les hydroxydes de fer, cette capacité rend compte globalement de l'activité de surface de ces éléments.

On appelle «valeur de bleu» des fines, la quantité exprimée en grammes de bleu de méthylène adsorbée par 100 g de fines.

On injecte successivement des doses élémentaires d'une solution de bleu de méthylène dans le bain aqueux contenant la prise d'essai. On contrôle l'adsorption du bleu après chaque ajout, en effectuant une tache sur un papier filtre (test de la tache). Pour un simple contrôle de conformité, la quantité de bleu spécifiée est injectée en une seule fois.

#### III.3.2.2. Exécution de l'essai

Représente la quantité de la bentonite en grammes, qu'il est dans la prise d'essai (30 g).

Après la mise en place de la prise de l'essai, en mettre 200 ml d'eau distillée dans la pissette. En verse en plusieurs fois le contenu du bac sur le tamis de 0,08 mm surmonté du tamis de décharge de 0,4 mm. L'ensemble étant placé au-dessus du bécher de 3 , en rincer le bac pour faire passer la totalité du matériau restant dans le bac avec l'eau qui reste dans la pissette. En sèche et en pèse les refus des deux tamis, soit cette masse.

L'ensemble eau et bentonite, est soumis à une agitation de cinq minutes à l'aide de l'agitateur, les ailettes étant situées à 1 cm au-dessus du fond du récipient.

La définition du test à la tache est après chaque injection de bleu, ce test consiste à prélever à l'aide de la baguette de verre une goutte de suspension que l'on dépose sur le papier filtre. La tache ainsi formée se compose d'un dépôt central de matériau coloré d'un bleu, généralement soutenu entouré d'une zone humide incolore.

Le test est dit positif si, dans la zone humide, apparaît autour du dépôt central une auréole bleu clair persistante, il est dit négatif si l'auréole est incolore,

Le Dosage à l'aide de la burette, on injecter millilitres de solution de bleu dans le récipient, et après 2 mn on ajoute une dose de 5 ml de solution de bleu, cette addition étant suivie du test de la tache sur le papier filtre.

On procède ainsi jusqu'à ce que le test devienne positif, à ce moment, sans rien ajouter, on laisse s'opérer l'adsorption du bleu, qui n'est pas instantanée. Tout en effectuant des tests de minute en minute.

Chaque addition est suivie de testé effectués toujours de minute en minute, et si l'auréole bleu clair disparaît à la cinquième tache on procède à de nouvelles additions élémentaires de bleu de 2 ml.

On renouvelé ces opérations jusqu'à ce que le test demeure positif pendant cinq minutes consécutives, le dosage est alors considéré comme terminé.

On procède au nettoyage de l'appareillage dès que l'on a terminé les essais. Les dépôts de bleu se détachant facilement quand ils sont récents, le matériel se nettoie très bien à l'eau, si l'on a utilisé des produits détergents, on doit terminer par un rinçage abondant à l'eau.

### **III.3.2.3. Expression des résultats**

La valeur de bleu des fines de notre argile ( ) exprimée en grammes de bleu pour 100 g de fines est donnée :  $V_B = 26.9 \text{ cm}^3$ .

**Tab 3.2** : Valeur de bleu de quelques sols. [17]

$V_B$ %	Sols.
0.1	Sols insensibles à l'eau.
0.2	Appariation de la sensibilité à l'eau.
1.5	Seuil distinguant les sols sablo limoneux des sols argileux.
2.5	Seuil distinguant les sols limoneux peu plastiques des sols limoneux de plasticité moyenne.
6	Seuil distinguant les sols limoneux des sols argileux.
> 8	Seuil distinguant les sols argileux des sols très argileux.

La valeur de bleu mesuré dans notre essai est  $V_B = 26.90 \text{ cm}^3$ . C'est-à-dire le sol est très argileux.

#### III.3.2.4. Surface spécifique totale S.S.T

La surface spécifique totale est la surface des grains solides sur laquelle le bleu de méthylène se fixe est donnée par équation suivant :

$$S.S.T. = (V_B / 100) \times (N / 373) \times 130 \cdot 10^{-20} = 21 V_B \text{ (cm}^2 / \text{g)} \dots(3.2)$$

- $V_B / 100$  : Fraction en % du bleu ( $< 2\mu$ ).
- $N$  : Nombre d'Avogadro  $6.023 \cdot 10^{+23}$ .
- 373 : Masse moléculaire du bleu de méthylène en gramme.
- $130 \cdot 10^{-20}$  : Surface en  $\text{cm}^2$  d'une molécule d'eau.

D'après la classification recommandée [17], l'argile de Maghnia S.S.T =  $564.9 \text{ cm}^2/\text{g}$ . C'est-à-dire notre sol est une illite on peut expliquer cela par la présence d'impuretés.

#### III.3.3. Teneur en carbonate de calcium $\text{CaCO}_3$

##### III.3.3.1. Généralité

Un Calcimètre, permet de mesurer le volume de  $\text{CO}_2$  dégagé par action de l'acide chlorhydrique ( $\text{HCl}$ ) sur le carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ), d'un échantillon de argile, sol ou de roche.

L'essai consiste à déterminer le volume de dioxyde de carbone ( $\text{CO}_2$ ) dégagé sous l'action d'acide chlorhydrique en excès par un échantillon préparé pour l'essai.

##### III.3.3.2. Mode opératoire

La masse de la prise d'essai, exprimée en grammes.

La masse de la prise d'essai du carbonate de calcium de référence (témoin), exprimée en grammes.

Est le volume du gaz dégagé lors de l'essai sur le matériau, exprimé en centimètres cubes.

Est le volume du dioxyde de carbone dégagé par le carbonate de calcium de référence, exprimé en centimètres cubes.

Est la pression atmosphérique, exprimée en kilopascals.

- Préparation de l'échantillon :

Après un séchage préalable, le matériau est broyé dans le mortier afin d'obtenir une poudre passant en totalité à un tamis d'ouverture de maille inférieure ou égale à 400  $\mu$ m. Le séchage du matériau est poursuivi, à une température de 105°C, jusqu'à ce que sa masse ne varie pas de plus de 2/1000 entre deux pesées successives, espacées de 1 h.

**Tableau 3.3:** Masse d'une prise d'essai en fonction de la teneur présumée en carbonate [17]

Teneur en carbonate présumée en pourcent (%)	<4	4 à 9	10 à 19	20 à 39	40 à 79	>80
Masse de la prise d'essai de matériau sec en grammes (g)	10	5	2.5	1	0.5	0.25

Après homogénéisation, on prélève deux prises d'essai de masse identique conformes au tableau 3.3, on choisit des prises d'essai d'une masse de 10 g.

- Déroulement de l'essai

a) On pèse (Masse = 10 g) et on introduit la prise d'essai dans le flacon propre et sec.

b) Puis on remplit le flacon et la burette d'eau distillée et on coïncide le niveau bas du flacon avec le zéro en partie haute de la burette.

c) On introduit environ 10 cm<sup>3</sup> d'acide chlorhydrique concentré dans un tube à essai, et on place dans le flacon au moyen d'une pipette à bout recourbé.

d) Après l'ouverture du robinet, on ferme le flacon à réaction au moyen de son bouchon, la tubulure qui traverse ce dernier est reliée par à la partie supérieure de la burette.

e) On règle le niveau du flacon sur le zéro de la burette.

f) Puis on ferme le robinet, et on met en contact l'acide chlorhydrique contenu dans le réservoir du flacon ou dans le tube d'essai avec le matériau. Au fur et à mesure, que le dégagement gazeux exerce une pression sur l'eau de la burette, on coïncide, en déplaçant le flacon, le niveau dans le flacon et la burette. On agite le flacon jusqu'à ce que le niveau d'eau

ne varie plus, en attendre environ 5 min et on place le flacon dans le bac d'eau de refroidissement à la température ambiante.

Après équilibre de la température, on amène les niveaux dans le même plan horizontal et on lit le volume correspondant sur la burette. On renouvelle l'essai sur la deuxième prise d'essai.

### III.3.3.3. Expression des résultats

En connaissant le volume de  $\text{CO}_2$  dégagé (niveau final - niveau initial),

Masse de l'échantillon = 10 g. Niveau initial = 0 ; Niveau final = 50

Masse de $\text{CaCO}_3$	Volume de $\text{CO}_2$	$= \frac{50 * 100}{22400}$	Masse Moyenne de $\text{CaCO}_3$	Masse du bentonite	$= \frac{0.22 * 100}{10}$
100 /	22 400 /	= 0.22	0.22	10	= 2.2
	50			100	

**Tab 3.4** : Teneur en  $\text{CaCO}_3$  de quelques sols [17].

Pourcentage de $\text{CaCO}_3$	Dénomination	Pourcentage de $\text{CaCO}_3$	Dénomination
0 à 10	Argile ou limon	70 à 90	Calcaire marneux
10 à 30	Argile calcaire	90 à 100	Calcaire
30 à 70	Marne		

100 g de bentonite contiennent 2.2g de  $\text{CaCO}_3$  ; notre argile contient 2.2 % de calcaire.

## III.4. Paramètres d'état (limites d'Atterberg)

### III.4.1. Généralité

Cet essai destiné à la détermination des limites d'Atterberg (limite de liquidité à la coupelle et limite de plasticité du rouleau) s'applique aux notre bentonite. Dont les éléments passent à travers le tamis de dimension nominale d'ouverture de maille 400  $\mu\text{m}$ .

Les limites d'Atterberg sont des paramètres géotechniques destinés à identifier un sol et à caractériser son état au moyen de son indice de consistance et plasticité.

L'essai s'effectue en deux phases pour la détermination des limites d'Atterberg.

\* Recherche de la teneur en eau pour laquelle une rainure pratiquée dans un sol placé dans une coupelle de caractéristiques imposées se ferme lorsque la coupelle et son contenu sont soumis à des chocs répétés.

\* Recherche de la teneur en eau pour laquelle un rouleau de sol, de dimension fixée et confectionné manuellement se fissure.

### III.4.2. Expression des résultats

**i.** Limite de liquidité :

La limite de liquidité est la teneur en eau du matériau qui correspond conventionnellement à une fermeture sur 1 cm des lèvres de la rainure après 25 chocs.

Elle est calculée à partir de l'équation de la droite moyenne ajustée sur les couples de valeurs expérimentales (L, g, N, w).

Cette droite moyenne ne peut être déterminée sans un minimum de quatre points. La relation n'est acceptable que si l'écart de teneur en eau entre la valeur mesurée et la valeur calculée pour le même nombre de coups n'excède pas 3 %. S'il n'en est pas ainsi, refaire une mesure.

La limite est obtenue pour une valeur N égale à 25. Elle est exprimée en pourcentage et arrondie au nombre entier le plus proche, l'intervalle d'arrondissement est de 1.

**ii.** Limite de plasticité :

La limite de plasticité est la teneur en eau conventionnelle d'un rouleau de sol qui se fissure au moment où son diamètre atteint 3,0 mm ± 0,5 mm.

Est la valeur de la limite de plasticité qui exprimée en pourcentage. Les essais de détermination de ces limites de consistance se font sur la fraction du matériau passant à travers le tamis de 0,40 mm.

Indice de plasticité et de consistance, est la différence entre les valeurs des limites de liquidité

et de plasticité.  $I_p = W_L - W_P$  ... (3.3),  $I_c = 1 - I_L$ ,  $I_L = \frac{W - W_P}{W_L - W_P}$  ... (3.4)

**Tableau 3.5** : Résultats de mesure sur la boîte de Casagrande.

Mesures N°	1	2	3	4
Nombre de coupe N	17	23	27	33
We	25.90	21.10	18.95	18.21
Ws	17.72	15.05	14.44	15.29
Limite de liquidité %	146.2	140.2	131.2	119.1
	80.7	74.7	65.7	53.6
Cv %	25.68	26.48	27.80	29.78

Teneur en eau de plasticité %	W=61.2	W <sub>p</sub> = 68.67 %
	W=69.2	
Limite de liquidité : W <sub>L</sub> = 134.17 %	Indice de plasticité I <sub>p</sub> = 70.57	
Limite de plasticité : W <sub>p</sub> = 68.67 %	I <sub>p</sub> /C <sub>2</sub> l'activité de Skempton % Ac = 1.71	

**Tab.3.6.** Détermination des limites d'Atterberg



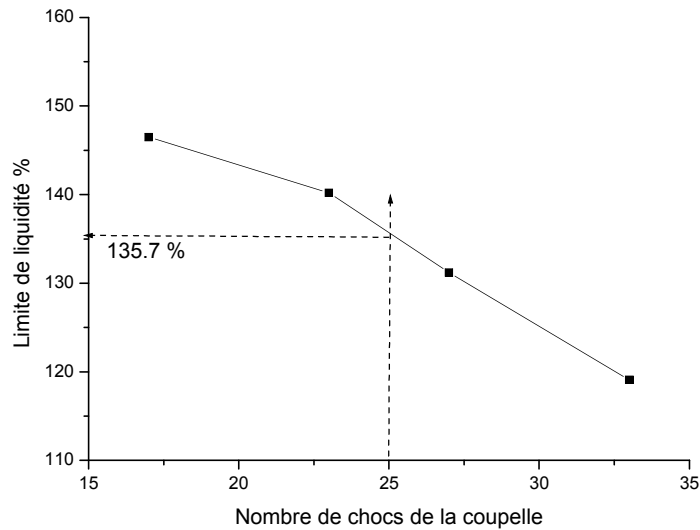


Fig. 3. 2. La teneur en eau en fonction du nombre de chocs de la coupelle

La ligne définie par Casagrande (1948) dans le diagramme de plasticité et d'équation suivante:

$$I_p = 0.73(W_L - 20)$$

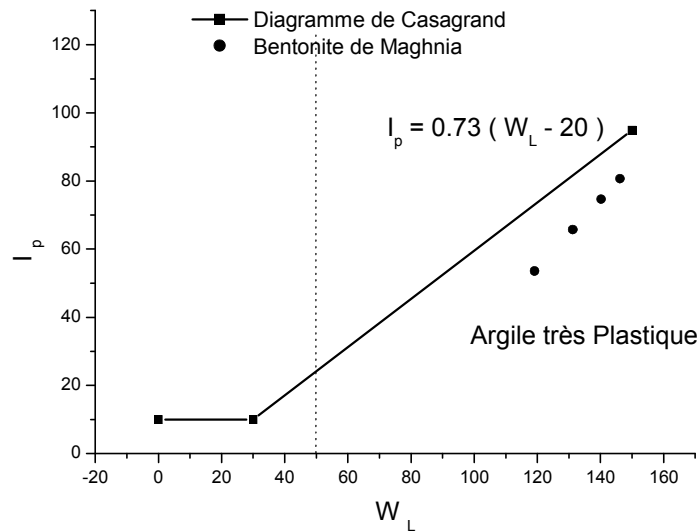


Fig. 3. 3. La limite de liquidité en fonction de l'indice de plasticité.

L'indice de plasticité sépare les sols gonflants (au-dessus) des sols non gonflants (en dessous de la ligne A) comme indiqué sur la figure 3.3. Cependant une argile se situant au dessus de la ligne A n'est pas nécessairement gonflante, puisque des sols mous peuvent parfois y être classés.

D'après le diagramme de Casagrande en confirme que la bentonite de Maghnia c'est un Argile plastique.

### III.5. Mesure indirect du potentiel de gonflement

Les méthodes indirectes consistent à déterminer une corrélation entre le gonflement libre ou la pression de gonflement et quelques paramètres géotechniques comme les limites d'Atterberg, La teneur en eau, la densité sèche qui semble être les facteurs influant sur le gonflement des argiles. Ainsi, après avoir déterminé les paramètres géotechniques d'un matériau, l'emploi de formules empiriques permet de connaître rapidement le potentiel de gonflement du sol, c'est-à-dire estimer si ce potentiel est faible, moyen ou élevé et donc si le phénomène est à prendre en compte ou non, compte tenu de la structure minéralogique des différents types d'argile. La caractérisation de la surface spécifique d'argile représente aussi un élément essentiel pour identifier le potentiel de gonflement d'un matériau.

Un nombre considérable d'approches empiriques introduites par différents auteurs, basées sur des caractéristiques des sols sont très simples à déterminer au laboratoire, sont utilisées pour évaluer le potentiel de gonflement.

**a)** Seed et al (1962) ont proposé une méthode d'estimation du taux de gonflement sur des sols compactés en se référant à la teneur en argile du sol et à l'indice de plasticité.

Le gonflement libre d'un échantillon confiné latéralement en présence d'eau sous une surcharge de 7kpa, et préalablement compacté à la teneur en eau optimale et la densité sèche maximale de l'essai de compactage AASHO (norme américaine). Peut être relié à l'indice de plasticité  $I_p$  du sol par l'expression suivante:  $\varepsilon_g = 21.6 \cdot 10^{-5} (I_p)^{2.44}$

$I_p$	$\varepsilon_g$	Potentiel de gonflement
0 - 10	0 - 1.5	Faible
10 - 20	1.5 - 5	Moyen
20 - 35	5 - 25	Elevé
> 35	> 25	Très élevé

**Tab.3.7** : Relation entre le gonflement libre et l'indice de plasticité (seed et al. 1962).

Cette relation obtenue par une étude statistique des résultats expérimentaux, s'applique aux matériaux contenant entre 8% à 65% d'argile. La comparaison de cette formule avec les résultats expérimentaux a abouti à une fourchette d'erreur d'environ 33% sur le gonflement libre.

**b)** Komornik et David (1969), ont travaillé plus particulièrement sur des sols non remaniés provenant de Palestine la technique de compactage étant un facteur très influent sur les paramètres de gonflement. Les nombreux essais ont montré qu'une simple corrélation linéaire était possible entre le gonflement libre et l'indice de plasticité :

$$\varepsilon_g = 6.7 + 2.4I_p \quad \text{Pour les marnes et } \varepsilon_g = 0.9 + 2.1I_p \quad \text{pour l'argile}$$

La fourchette d'erreur obtenue était d'environ 25 %.

c) Dakshanarnurthy et Raman (1973) se sont aussi inspirés du diagramme de plasticité proposé par Casagrande (1948) pour fournir une classification du niveau de gonflement. Le diagramme qui comprend la ligne à de séparation des sols gonflants, est divisé en 6 zones le long de l'axe des abscisses comme suit:

**Tab 3.8** : Classification proposée par dakshanamurthv et Raman (1973).

Limite de liquidité $w_L$	Classification
0 - 20	Non gonflant
20 - 35	Gonflement faible
35 - 50	Gonflement moyen
50 - 70	Gonflement élevé
70 - 90	Gonflement très élevé
> 90	Gonflement critique

Dans le tableau qui suit, nous avons présenté quelques classifications établies par différents auteurs, pour évaluer le potentiel de gonflement et le potentiel de retrait de nos sols.

**Tab 3.9**: Différentes classification du potentiel du gonflement et de retrait par la méthode indirecte.

Notre argile	Potentiel de gonflement		
	Class de seed (1962)	Class Komornik et David (1969)	Class Dakshanarnurthy et Raman (1973)
	Très élevé	Très fort	Gonflement très élevé

En se basant sur les paramètres géotechniques, une évaluation qualitative du potentiel de gonflement de notre argile, est effectuée selon la classification proposée dans la littérature. La comparaison des prévisions de potentiels de gonflement en utilisant cette classification est donnée par le tableau (3.9), d'après ce tableau nous avons constaté un bon accord général entre ces diverses classifications.

### III.6. Paramètre de comportement mécanique (essais de cisaillement)

#### III.6.1. Principe

L'essai s'effectue sur une éprouvette de sol, placée dans une boîte de cisaillement, constituée de deux demi boîtes indépendantes. Le plan de séparation des deux demi boîtes constitue un plan de glissement, correspondant au plan de cisaillement de l'éprouvette, il consiste à:

- Appliquer sur la face supérieure de l'éprouvette un effort vertical ( ), maintenu constant pendant toute la durée de l'essai.

- Produire après consolidation de l'éprouvette sous l'effort ( ) un cisaillement dans l'éprouvette selon le plan horizontal de glissement des deux demi boîtes. L'une par rapport à l'autre, en leur imposant un déplacement relatif à vitesse constante.
- Mesurer l'effort horizontal de cisaillement ( ) correspondant.

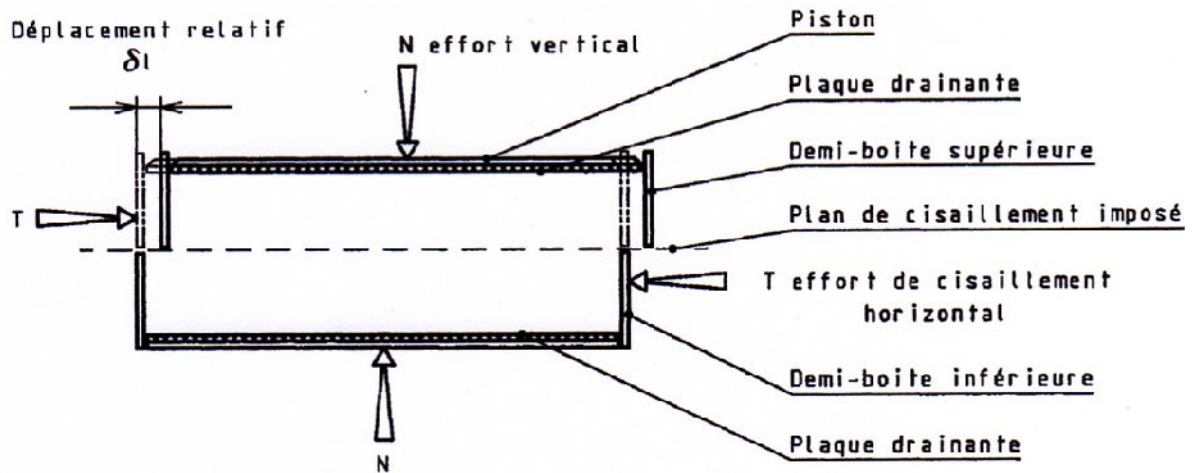


Fig. 3. 4. Principe d'un essai de cisaillement rectiligne à la boîte

### III.6.2. Mode opératoire

#### III.6.2.1. Préparation des plaques drainantes

Les plaques sont saturées avec de l'eau désaérée et tout surplus d'eau en surface est éliminé juste avant leur mise en place. Elles sont recouvertes d'un papier-filtre lorsque des particules de sol risquent de migrer vers les pores des plaques drainantes.

#### III.6.2.2. Préparation des éprouvettes

Tailler les éprouvettes de telle sorte que les dimensions de la section droite de l'éprouvette soient ajustées au mieux à celles de la boîte et que la hauteur ( $h$ ) en millimètres soit telle que :  $20 \leq h \leq /2$

En pèse l'échantillon et mesurer sa hauteur, en placer une plaque drainante dans le fond de la demi-boîte inférieure, En introduire l'éprouvette dans les deux demi boîtes solidarisiées au préalable.

L'éprouvette est calée dans la boîte de telle sorte que le plan de glissement la partage en deux parties sensiblement égales.

### III.6.3. Réalisation de l'essai

L'essai comporte le cisaillement de trois éprouvettes de mêmes dimensions, préparées dans les mêmes conditions, cisillées à la même vitesse mais soumises à des efforts verticaux différents.

#### III.6.3.1. Choix de l'effort vertical à appliqué

L'effort vertical ( ) est déterminé pour chaque éprouvette en fonction des contraintes normales , en choisir les valeurs de 5, 15, 20 et 25 kgf.

#### III.6.3.2. Essais sur notre argile (sols cohérents)

Après la mise en place de l'éprouvette, les opérations suivantes se déroulent sans interruption.

##### i. Mise en place

La boîte de cisaillement contenant l'éprouvette est placée dans le châssis étanche fixé sur le bâti. Tout en maintenant la solidarisation des deux demi boîtes:

\* En place le piston muni de sa plaque drainante sur le sommet de l'éprouvette, en noter, après fixation du système de mesure de l'effort de cisaillement horizontal ( ).

\* En réglé la position du capteur de mesure du déplacement relatif horizontal entre les deux demi boîtes et noter la valeur d'origine. Et en positionné le capteur de mesure du déplacement vertical du piston par rapport à un repère fixe et noter la valeur d'origine.

\* En applique l'effort ( ) sur la partie supérieure du piston.

##### ii. Cisaillement

a) Libère le système de solidarisation des deux demi boîtes.

b) Agir sur les vis de la boîte supérieure afin de supprimer le contact entre les deux demi boîtes et ramener immédiatement les vis à leur position antérieure.

c) En impose le déplacement relatif des deux demi boîtes à une vitesse constante  $\leq$  .

d) Arrêt le cisaillement: soit lorsque la variation de l'effort ( ), pour un intervalle de mesure correspondant à un déplacement horizontal de 0,5 mm, est inférieure à 1/100 de l'effort maximal, soit lorsque le déplacement horizontal a atteint au moins 5 mm.

##### iii. Identification de l'éprouvette après essai

Pèse l'éprouvette et en note les particularités (inclusion,...) du plan de rupture. Pour déterminer sa teneur en eau.

### III.6.3.3. Déroulement de l'essai

La masse volumique des éprouvettes soumises à essai et la vitesse de cisaillement, la vitesse de cisaillement est au plus de 1 mm/min.

La phase d'immersion et de consolidation sous la contrainte normale d'essai est effectuée sa durée est d'au moins 1 h.

### III.6.3.4. Mesure

Les lectures sont effectuées simultanément à chaque augmentation du déplacement horizontal relatif des deux demi-boîtes d'environ 0,05 mm.

### III.6.4. Expression des résultats

i. On calculer :

a) La contrainte normale effective à partir de l'expression:  $\sigma' = \sigma - u$

Dans les conditions de l'essai, la contrainte normale est la contrainte effective en fin de consolidation  $\sigma' = 5, 10, 15, 20$  .

b) La contrainte de cisaillement  $\tau$ , par la relation  $\tau = \frac{F}{A}$

Les corrections dues à la variation de l'aire de la section cisailée et au frottement du sol sur le métal de la boîte ne sont pas prises en compte dans la présentation des résultats.

ii. Déterminer les paramètres de cisaillement:

- $\sigma'_r$  : Valeur correspondant au critère de rupture : pic de la courbe  $\tau = f(\sigma')$  lorsque cette courbe présente un pic.
- $h_r$  : Valeur correspondant à la déformation critère de rupture à l'état final de la courbe.

**Tableau 3.10** : L'essai de cisaillement rectiligne — cisaillement direct

Vitesse de cisaillement : manuelle < 5 /				Paramètres de résistance au cisaillement			
N°	$\sigma$ , kPa	$h$ , mm	$\sigma'$ , kPa	N°	$\sigma$ , kPa	$h$ , mm	$\sigma'$ , kPa
1	14.4	0.009	13.625	3	22.7	0.013	40.875
2	18.5	0.011	27.250	4	26.9	0.016	54.500

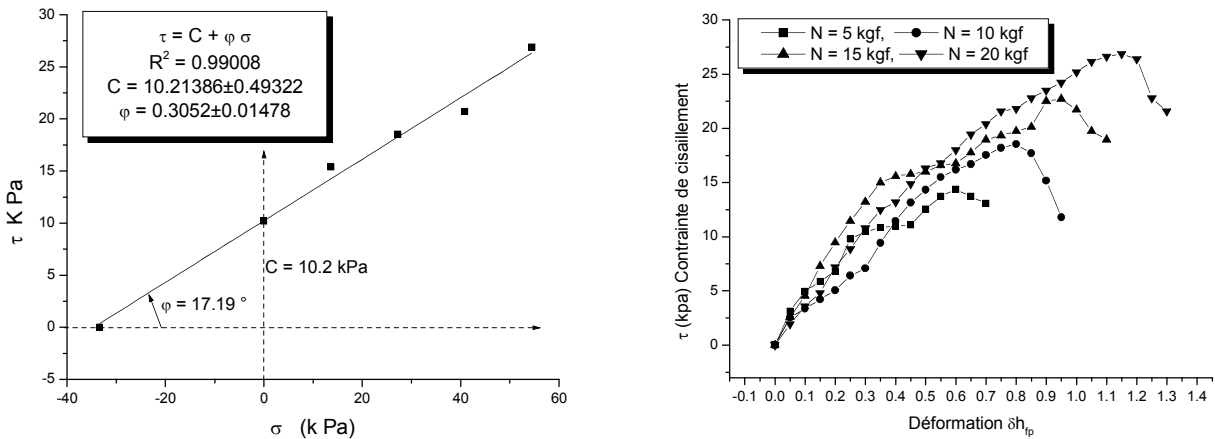


Fig. 3. 5. Courbe des essais de cisaillement directe à la boîte de Casagrande

: Cohésion de argile = 10.2 k Pa. : Angle de frottement interne = 17.19 °.

D'après la classification des sols et valeurs moyennes indicatives (OUVR, 94a)...[17]. On constaté que notre sol est un sol cohérent tendre (argile).

### III.7. Conclusion

Plusieurs conclusions peuvent être tirées à partir des résultats obtenus à travers les essais effectués dans ce chapitre. Les géotechniques peuvent être un indicateur pour évaluer le potentiel de gonflement des sols. Les paramètres déterminés par les essais d'identification et qui apparaissent comme étant les plus déterminants dans le comportement gonflant des argiles sont l'indice de plasticité. Le pourcentage des particules argileuses, et la valeur de l'essai au bleu de méthylène, qui ont montré le caractère gonflant des sols étudiés. Nous avons remarqué un bon accord général entre les différentes classifications, qui considèrent que le potentiel de gonflement de l'argile de Maghnia est plus élevé. Néanmoins, ce classement reste à confirmer par les mesures directes de la pression et du potentiel de gonflement. La majorité des relations d'estimation des paramètres de gonflement, sont basées sur des essais simples bien déterminés, l'emploi de ces relations doit être justifié.

Ces modèles d'estimation du potentiel et de la pression de gonflement ne sont pas générales, et ne s'appliquent qu'à titre indicatif. Néanmoins, les essais de gonflement direct restent indispensables pour des projets importants soit la maîtrise de l'effet de ce phénomène sur la boue de forage, fabrication de céramique, de brique, certains produits pharmaceutiques, et d'autres utilisations...

Nous avons constaté que notre argile est classée parmi les sols très plastiques d'après les limites d'Atterberg. Et en plus, notre argile contient une quantité considérable de montmorillonite à partir des classifications basées sur l'essai du bleu.

# Chapitre IV

## **Caractérisation rhéologique de la bentonite**

IV.1. Introduction

IV.2. Moyens expérimentaux

IV.3. Préparation des échantillons

IV.4. Argile à l'état brute

IV.5. Argile modifiée par le pH

IV.6. Argile modifiée par la température

IV.7. Conclusion



### **IV.1. Introduction**

L'étude a été faite au laboratoire de rhéologie, traitement et transport des fluides complexes **LRTTFC** à USTOMB. Effectuée sur une argile naturelle provenant du gisement de Maghnia (Tlemcen, Algérie). Cette argile est subit une série d'essais rhéologiques.

Le présent chapitre consiste à étudier expérimentalement la rhéologie des suspensions de bentonite, à différentes concentrations volumique (1.02%, 2.06%, 2.59%, 3.12%, 4.21%, 5.31%, 5.88%). Le but est de comprendre le comportement rhéologique de ces suspensions argileuses, tout en mettant l'accent sur le problème de la reproductibilité des résultats.

La première partie de l'actuel chapitre consiste à étudier des suspensions de bentonite à l'état naturel partiellement restructurées. Pour cela nous avons choisi des systèmes concentrés et moyennement concentrés où l'effet de la structure des suspensions est plus marqué. Ainsi toutes les mesures ont été réalisées après une partielle restructuration obtenue par repos de l'échantillon sous la géométrie de mesure.

La deuxième partie de ce chapitre consiste à caractériser l'effet du pH et de la température sur l'écoulement de la suspension de bentonite de 3.12%.

Lorsque la densité de notre bentonite est de  $1.98 \text{ g/cm}^3$ , alors les concentrations utilisées deviennent (2%, 4%, 5%, 6%, 8%, 10%, 11%) sont des concentrations massiques.

### **IV.2. Moyens expérimentaux**

De très nombreux matériaux techniques présentent un comportement thixotrope, cet effet est très fréquemment recherché. Il permet par exemple une plus longue stabilité au stockage sous l'effet de faibles contraintes. Il permet également une application facile sous l'effet du cisaillement et une régénération de structure suffisamment rapide. Pour caractériser la thixotropie on utilise actuellement de nombreux viscosimètres et rhéomètres que l'on classe en deux grands groupes les appareils à vitesse de déformation imposée (CR- Controlled Rate), et les appareils à contrainte imposée (CS- Controlled Stress).

La caractérisation rhéologique des suspensions d'argile a été effectuée à l'aide d'un rhéomètre à contrainte et à vitesse de cisaillement imposé (Haake RhéoStress 600), équipés d'un bain thermostat et d'un mobile en acier inoxydable à géométries coaxiaux Z40 DIN.

### **IV.3. Préparation des échantillons**

Puisque le protocole de préparation a un grand effet sur l'état final de la suspension, et par conséquent sur son comportement rhéologique. Nous avons adopté le protocole de préparation que l'on explicitera plus bas, permet d'avoir des échantillons relativement restructurés.

Par ailleurs on a montré dans le premier chapitre, que le pH d'une suspension argileuse est un paramètre lié directement à la structure de la suspension elle-même. Ainsi le changement de pH modifie la structure de la suspension, et par conséquent son comportement macroscopique. La valeur du pH pour toutes les suspensions naturel étudiées se situe à 9-10. Dans ce cas, les faces et les bords des particules argileuses sont chargés négativement ce qui induit la formation d'une structure tridimensionnelle ouverte, où les liaisons Face-Face sont favorisées.

La préparation consiste à mélanger la poudre de bentonite à la concentration voulue dans de l'eau distillée, ce mélange est par la suite agité pendant 24 heures sous agitation magnétique afin d'obtenir l'homogénéisation de la suspension. La suspension obtenue est agitée doucement durant 30 minutes avant de mettre l'échantillon sous la géométrie de mesure.

A noter que les problèmes d'évaporation et de glissement au cours des manipulations ne sont pas pris en considération car un dispositif anti-évaporation (cloche à solvants) est indisponible.

#### **IV.4. Argile à l'état brute**

##### **IV.4.1. Mesures à contrainte imposée**

Pour la caractérisation rhéologique des suspensions concentrées de bentonite, la mesure ont été suivi est des cycles de cisaillements simple et continus qui consistent à appliquer un balayage en contrainte suivant une rampe montante, un palier et une rampe descendante (Boucle d'hystérésis).

##### **IV.4.1.1. Courbe d'écoulement**

Un premier type d'expérience consiste à déterminer la courbe d'écoulement en cisaillement simple pour les différentes suspensions concentrées à l'aide d'essais à vitesses contrôlées. On ne peut pas observer le comportement non newtonien du fluide en raison de la variation non linéaire de la pente de la courbe d'écoulement sur les rhéogrammes. L'existence d'un seuil de contrainte est confirmée par l'enregistrement automatique de la courbe d'écoulement en continu, qui révèle un brusque accroissement de la tension de cisaillement lorsqu'on dépasse cette contrainte critique on obtient un écoulement linéaire. Elle pourra être lue comme la limite entre « le non écoulement » et « l'écoulement ». Il s'agit donc bien de fluide à seuil. [59.60]

Les courbes suivantes représentent la montée en charge de contrainte pour les différentes suspensions de bentonite. Ces essais ont été effectués à la température ambiante à 20°C maintenue par le régulateur de température.

Le protocole expérimental adopté est le suivant:

Dans un premier temps, l'échantillon est mis en température à 20°C pendant 300 secondes (sans aucun cisaillement appliqué). Les suspensions de bentonite sont connues pour leur comportement rhéologique fortement thixotrope, ainsi pour contrôler l'effet mémoire des échantillons.

Après le temps de repos, une contrainte est imposée à l'échantillon selon une rampe montante de 300 secondes (courbes montantes d'écoulement). On applique des vitesses de cisaillement croissantes à l'échantillon en partant d'une contrainte initiale de  $0.1 \text{ s}^{-1}$  pour arriver à une contrainte finale de  $500 \text{ s}^{-1}$ . Les vitesses n'étant appliquées qu'une seule fois.

On trace alors l'évolution de la contrainte de cisaillement  $\tau$  en fonction du gradient de cisaillement  $\dot{\gamma}$ , on prend la mesure sur 60 points.

On attend l'obtention d'une valeur stable entre chaque contrainte, le temps d'attente entre chaque contrainte étant de 50s.

La valeur maximale de  $500 \text{ s}^{-1}$  doit être prise en compte avec une incertitude de mesure de  $\pm 10$ . La figure 4.1 montre que **La contrainte seuil croît avec la concentration**, s'agissant de la suspension de bentonite l'écoulement a lieu pour des contraintes d'une variation quasi-stationnaire. Il existe donc une contrainte limite (3, 5.3, 7.6, 10.8, 17, 26.1, 34.9 Pa) pour des concentrations de 1.02 à 5.58 en delà de laquelle les particules restent en contact les unes des autres. La microstructure de l'échantillon qui demeure intacte oppose une résistance à l'écoulement, il a un comportement solide.

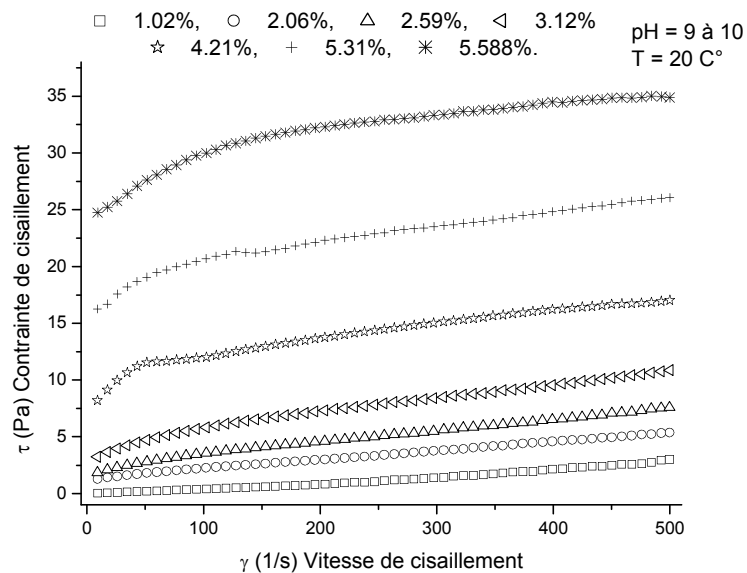


Fig. 4.1. : Rhéogrammes de la suspension de bentonite.

Au dessus de cette contrainte la structure de l'échantillon est détruite, il perd progressivement son caractère solide au bénéfice d'un comportement liquide et s'écoule, on remarque aussi trois états distingués :

La première zone, caractérisée par un seuil apparent, est communément associée à la structure en milles feuilles des suspensions d'argile hydratée et aux forces d'interaction entre particules.

La deuxième zone correspond à une fluidification rapide, associée généralement à une succession de ruptures et de reformation d'agrégats de particules.

La dernière zone, délimitée en amont par un point d'inflexion de la courbe d'écoulement, correspond à un comportement rhéofluidifiant les particules sont inertes.

L'existence des trois zones est confirmée pour les différentes concentrations de bentonite. Enfin, nous pouvons constater la formation de gel quand les suspensions de bentonite sont en repos, ceci dénote le phénomène thixotrope prononcé de ces dernières et la complexité d'exploiter les rhéogrammes.

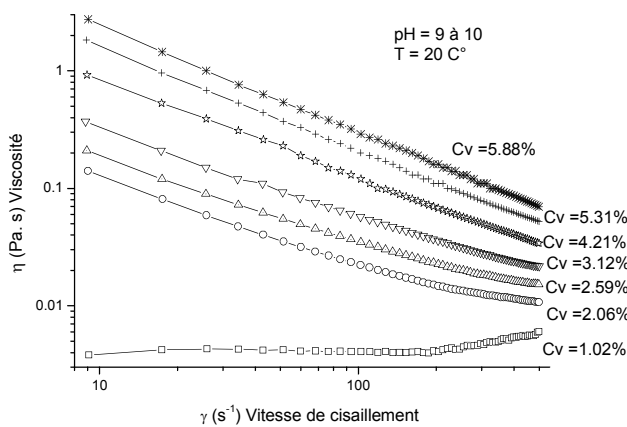


Fig. 4.2. : Viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement.

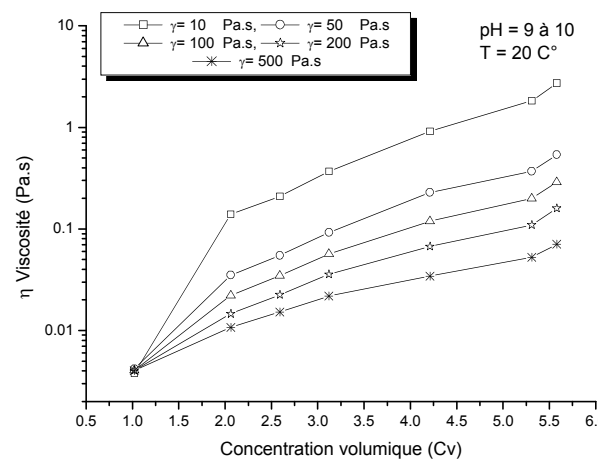


Fig. 4.3. : Variation de la viscosité en fonction de la concentration volumique

La figure 4.2 montre que la viscosité est plus importante quand la vitesse de cisaillement est moins faible.

La figure 4.3 montre que la pente de la viscosité croît avec la concentration il ressort que la viscosité matérialisée par la pente des courbes, est d'autant plus faible que la concentration est basse.

#### IV.4.1.2. Modélisation du comportement rhéologique des suspensions de bentonite

L'organisation des suspensions de bentonite étant comme nous l'avons vu très complexe et facilement affectée par de nombreux paramètres, leur comportement rhéologique est également difficile à décrire.

De nombreux travaux ont été conduits sur le comportement de ces suspensions lors de l'écoulement. Le tracé de l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement est appelé la courbe d'écoulement du fluide. Pour des suspensions de bentonite sodique ou calcique, la dispersion est stable il n'y a pas de contact entre feuillet ou entre les très fines particules primaires formées. Ces suspensions présentent un comportement newtonien, leur courbe d'écoulement est une droite passant par l'origine dont la pente représente la viscosité du fluide. Par exemple pour une concentration de 1.02% de notre bentonite, l'écoulement newtonien est modélisé par l'équation:  $\tau = \eta \dot{\gamma}$

Les suspensions très concentrées en montmorillonite sodique présentent un comportement de liquide à seuil de type Bingham. Ce modèle considère qu'une contrainte minimale doit être appliquée pour engendrer l'écoulement du fluide, le modèle de Bingham est donné par l'équation suivante :  $\tau = \tau_0 + \eta \dot{\gamma}$  [01]

$\dot{\gamma}$  : Vitesse de cisaillement  $s^{-1}$ ,  $\tau$  : Contrainte de cisaillement Pa,  $\tau_0$  : Contrainte à seuil Pa

$\eta$  : Viscosité newtonienne en Pa.s,  $\eta_0$  : Viscosité plastique en P.A.S.

Pour des concentrations intermédiaires des comportements rhéofluidifiant et rhéofluidifiant à seuil ont été observés. Les comportements rhéofluidifiant sont généralement décrits par une loi de puissance. Lorsque le fluide possède en outre un seuil d'écoulement, son écoulement est généralement modélisé par une loi de type Casson, mais d'après « Lukchan et al » l'équation d'Herschel- Bulkley est plus souvent retenue dans le cas des suspensions de bentonite.  $\tau = \tau_0 + k \dot{\gamma}^n$  [01]

$k$  : Consistance du fluide,  $n$  : Indice d'écoulement.

Une approche phénoménologique qui utilise les modèles classiques de comportement: modèle de Bingham, Casson et Hershel-Bulkley, ces modèles supposent que la structure du fluide est stable, donc que le temps n'influe pas sur le modèle.

Dans cette partie nous allons proposer deux modèles viscoplastiques de deux à trois paramètres à savoir : le modèle de base en rhéologie qui est Bingham puis d'Herschel-Bulkley, les résultats seront discutés par la suite.

**i. Modèle de Bingham  $\tau = \tau_0 + \eta\dot{\gamma}$**

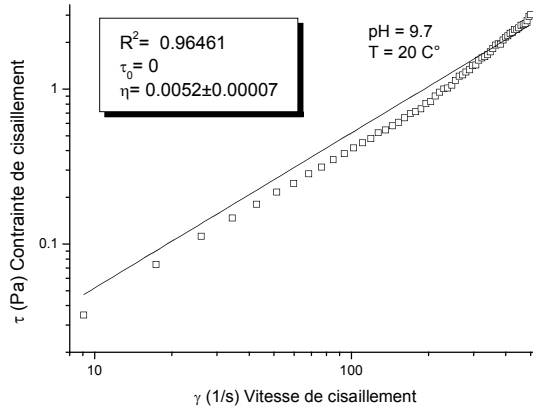


Fig. 4.4. Rhéogrammes de la suspension de bentonite Cv=1.02%.

**Tab 4.1 :** Variation des paramètres du modèle de Bingham pour Cv=1.02%.

Concentration	1.02%
$\tau_0$	0 $\pm 0.00$
$\eta$	0.0052 $\pm 0.00$
Coef de corr. R	0.960

**ii. Modèle d’Herschel-Bulkley  $\tau = \tau_0 + k\dot{\gamma}^n$**

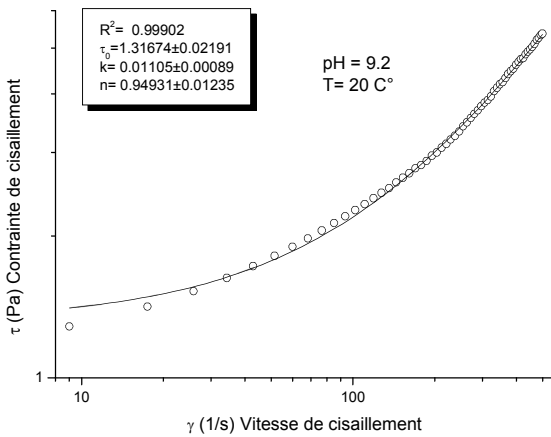


Fig. 4.5. Rhéogrammes de la suspension de bentonite Cv=2.06%.

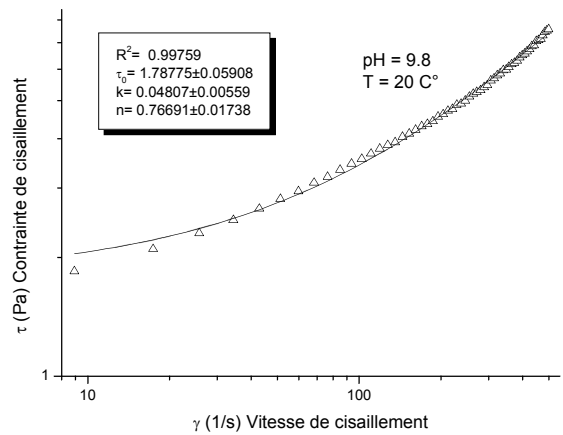


Fig. 4.6. Rhéogrammes de la suspension de bentonite Cv=2.59%.

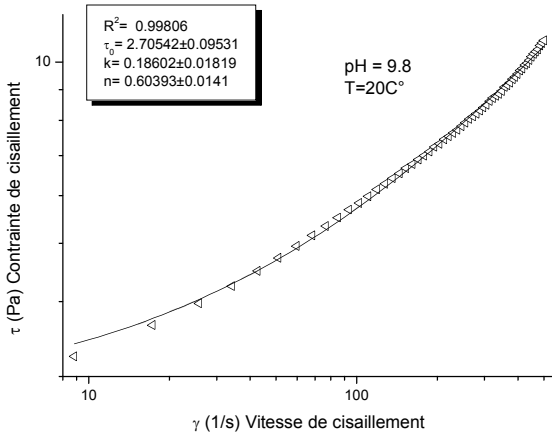


Fig. 4.7. Rhéogrammes de la suspension de bentonite Cv=3.12%.

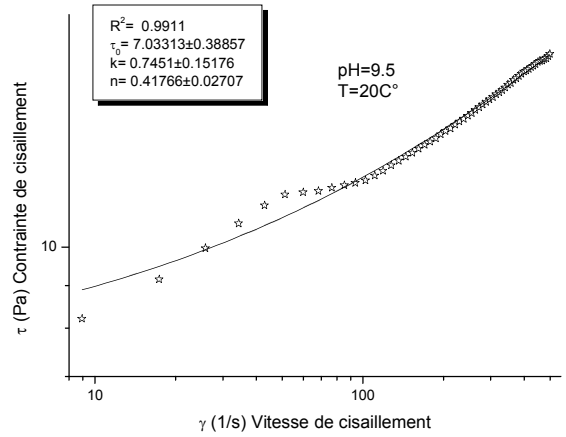


Fig. 4.8. Rhéogrammes de la suspension de bentonite Cv=4.21%.

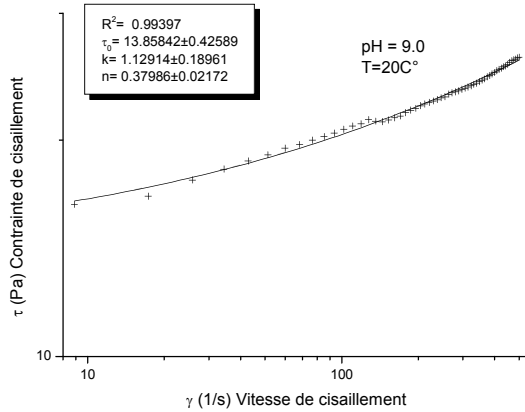


Fig. 4.9. Rhéogrammes de la suspension de bentonite Cv=5.31%.

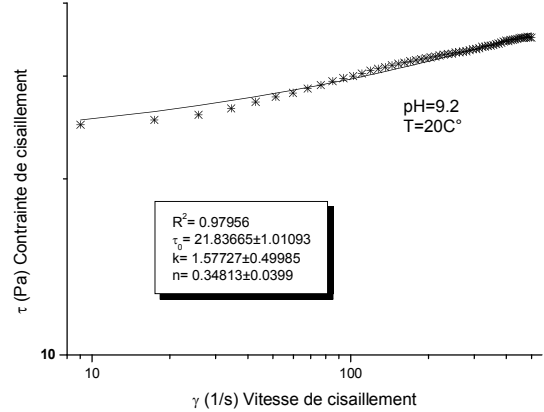


Fig. 4.10. Rhéogrammes de la suspension de bentonite Cv=5.81%.

**Tab 4.2 :** Variation des paramètres du modèle de Herschel-Bulkley pour différentes suspension de bentonite.

Concentration	2.06%	2.59%	3.12%	4.21%	5.12%	5.88%
$\tau_0$	1.316 ±0.02	1.787 ±0.05	2.705 ±0.09	7.033 ±0.38	13.85 ±0.42	21.836 ±1.01
K	0.011 ±0.00	0.048 ±0.00	0.186 ±0.01	0.745 ±0.15	1.129 ±0.18	1.577 ±0.499
	0.949 ±0.01	0.766 ±0.01	0.603 ±0.01	0.417 ±0.02	0.379 ±0.02	0.348 ±0.039
Coef de corr. r	0.999	0.997	0.998	0.991	0.993	0.979

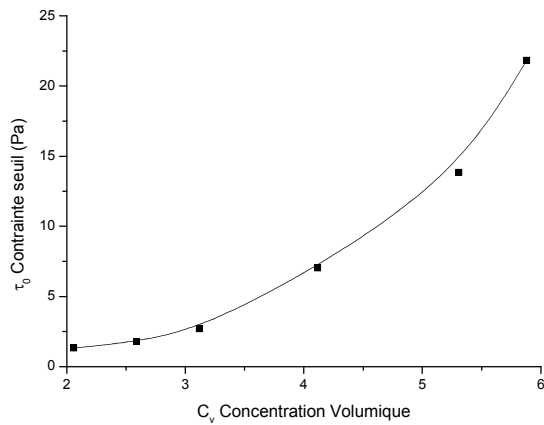


Fig. 4.11. Variation de la contrainte seuil d'écoulement en fonction de la concentration

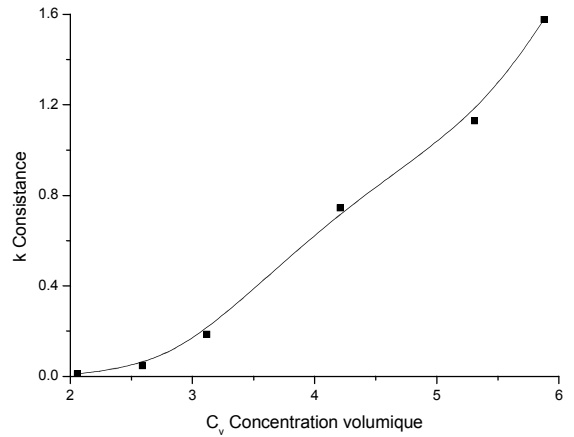


Fig. 4.12. Variation de l'indice de consistance en fonction de la concentration

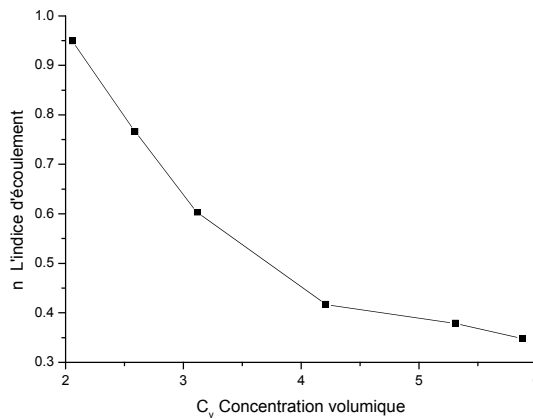


Fig. 4.13. Variation de l'indice d'écoulement en fonction de la concentration

Le modèle rhéologique décrivant le mieux qui représente la courbe d'écoulement pour la suspension de bentonite de 1.02% partiellement restructurée est celui de modèle newtonienne lorsque la contrainte seuil est nulle.

Le modèle de Herschel-Bulkley représente une meilleur modèle pour d'autre concentration tel que 2.06, 2.59, et 3.12%, et 4.21, 5.31 et 5.88%.

Les courbes représentant les paramètres rhéologique en fonction de la concentration montres que **La contrainte seuil et la consistance croît avec la concentration**, par contre **l'indice d'écoulement décroît avec la concentration**.

#### IV.4.1.3. Courbe d'hystérésis

Les suspensions de bentonite sont connues pour leur comportement rhéologique fortement thixotrope. Le terme de thixotropie a été utilisé pour décrire une transition gel-solide = (solide-liquide) de façon isotherme et réversible, quand une suspension est vigoureusement



agitée cette dernière tend à se liquéfier après un temps suffisamment long. Le système retourne à son état original, retrouvant sa rigidité naturelle.

Les essais ont été effectués sur les suspensions de mélange (bentonite+eau) pour les mêmes concentrations précédentes. Le protocole expérimental est le suivant :

L'échantillon est laissé au repos toujours sous la géométrie de mesure pendant 5 minutes. Cela permettrait à la suspension de retrouver au moins partiellement sa structure initiale. Cette opération est répétée avant chaque test.

Après le temps de repos, une succession de contraintes est imposée à l'échantillon selon une rampe montante de 300 secondes (courbes montantes d'écoulement). Un palier de contrainte maximale durant 180 secondes et une rampe descendante durant 300 secondes. Cette technique de mesure est particulièrement adaptée pour mettre en évidence la thixotropie des suspensions.

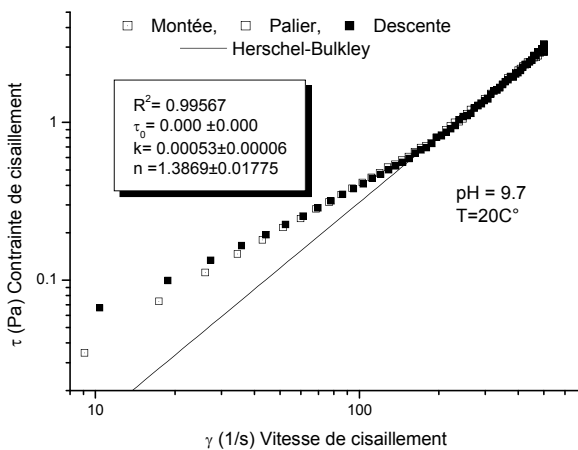


Fig. 4.14. Boucle d'hystérésis d'une suspension de bentonite 1.02%

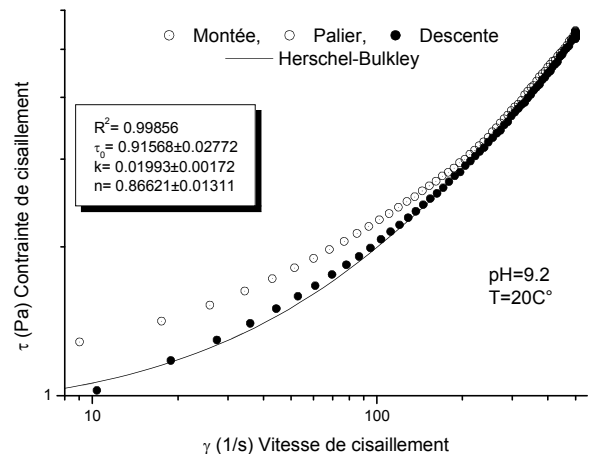


Fig. 4.15. Boucle d'hystérésis d'une suspension de bentonite 2.06%

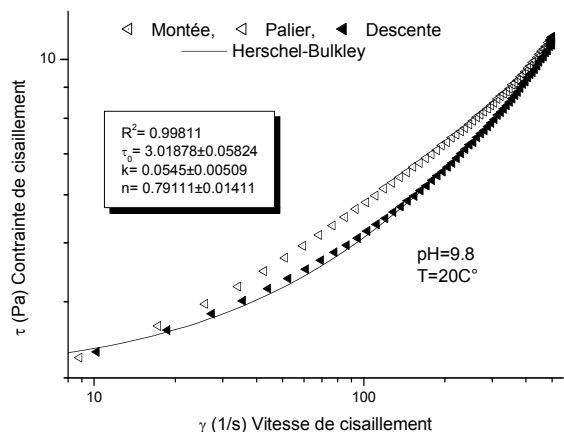
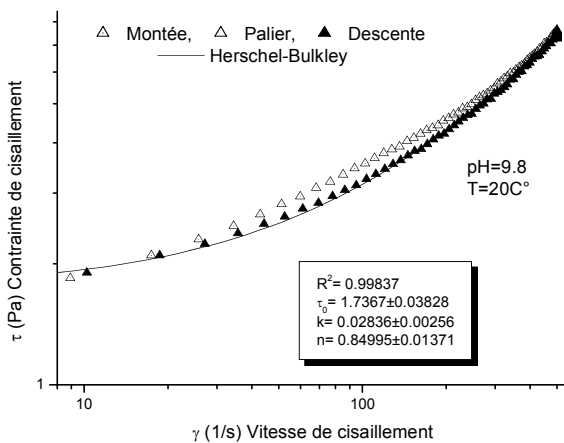


Fig. 4.16. Boucle d'hystérésis d'une suspension de bentonite 2.59%

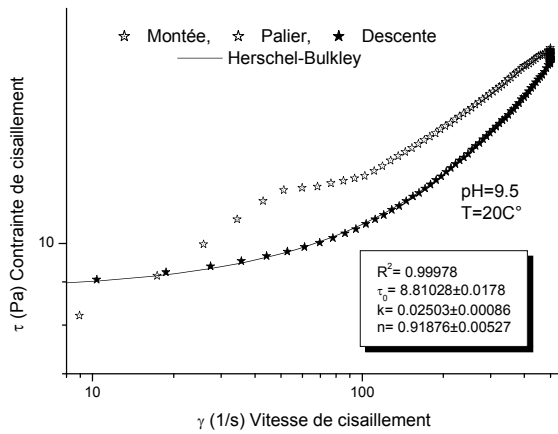


Fig. 4.17. Boucle d'hystérésis d'une suspension de bentonite 3.12%

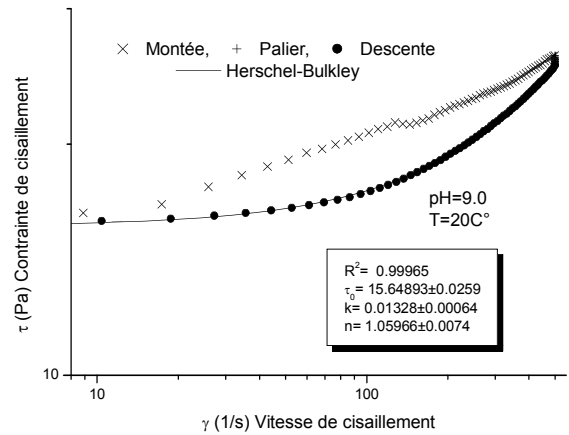


Fig. 4.18. Boucle d'hystérésis d'une suspension de bentonite 4.21%

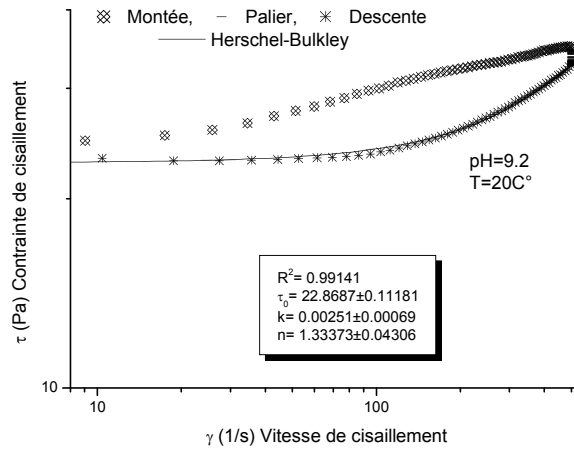


Fig. 4.19. Boucle d'hystérésis d'une suspension de bentonite 5.31%

Fig. 4.20. Boucle d'hystérésis d'une suspension de bentonite 5.88%

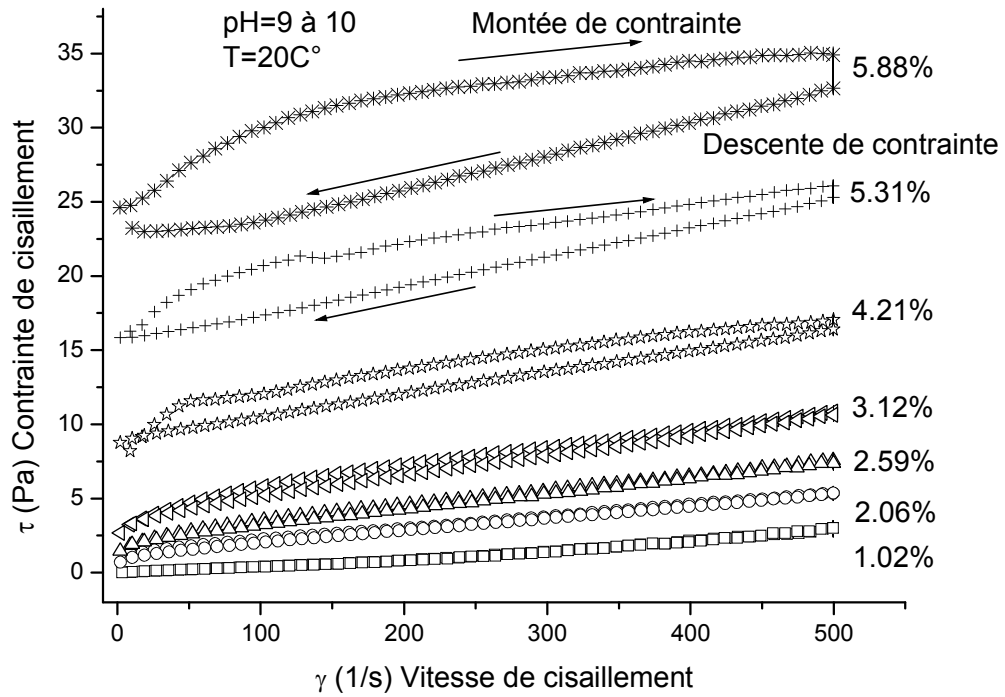


Fig. 4.21. Boucle d'hystérésis d'une suspension de bentonite

**Tab 4.3 :** Variation des paramètres du modèle de Newtonienne pour  $C_v=1.02\%$  (courbes descente).

Concentration	1.02%
$\tau_0$	0.000
	$\pm 0.00$
p	1.386
	$\pm 0.01$
Coef de corr. r	0.995

**Tab 4.4 :** Variation des paramètres du modèle de Herschel-Bulkley pour différentes suspension de bentonite (courbes descente).

Concentration	2.06%	2.59%	3.12%	4.21%	5.31%	5.88%
$\tau_0$	0.915	1.736	3.018	8.810	15.64	22.86
	$\pm 0.02$	$\pm 0.03$	$\pm 0.05$	$\pm 0.01$	$\pm 0.02$	$\pm 0.11$
K	0.019	0.028	0.054	0.025	0.013	0.00
	$\pm 0.00$	$\pm 0.00$	$\pm 0.00$	$\pm 0.00$	$\pm 0.00$	$\pm 0.00$
	0.866	0.849	0.791	0.918	1.059	1.33
	$\pm 0.01$	$\pm 0.01$	$\pm 0.01$	$\pm 0.00$	$\pm 0.00$	$\pm 0.04$
Coef de corr. r	0.998	0.998	0.998	0.999	0.999	0.99

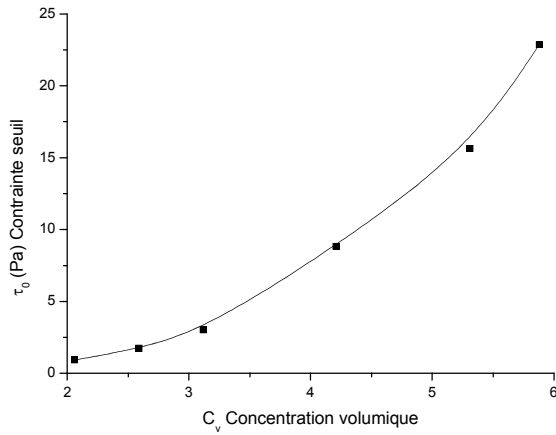


Fig. 4.22. Variation de la contrainte seuil en fonction de concentration

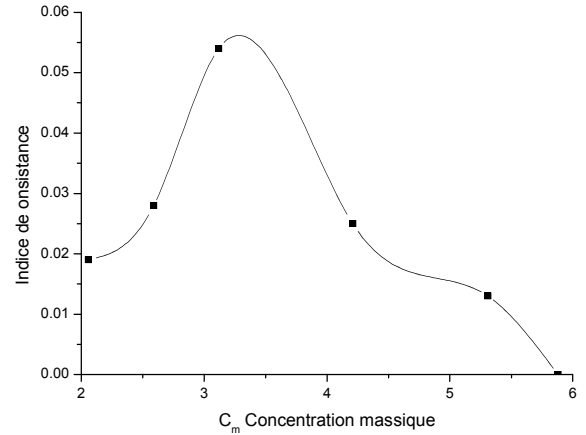


Fig. 4.23. : Variation de l'indice de consistance en fonction de la concentration

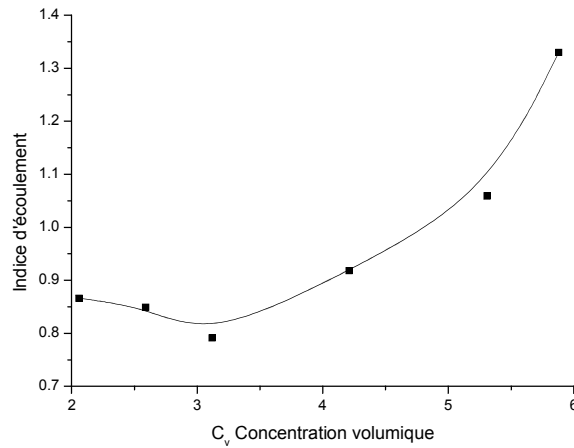


Fig. 4.24. Variation de l'indice d'écoulement en fonction de la concentration

Pour quantifier la thixotropie, nous avons déterminé d'abord la surface de thixotropie pour différentes concentrations de l'argile. Il s'agit de calculer d'abord l'aire de la surface qui se trouve sous la courbe de montée, du palier et de la descente en utilisant l'équation suivante :

$$= S - S$$

□: L'indice thixotrope

: Surface intégrale de chargement en Pa/s

: Surface intégrale de déchargement en Pa/s

Le calcul de  $T$ , adopté par Ghannam et Esmail (1997) et Edali et al. (2001), ne suffit pas pour comparer de manière fiable la thixotropie des solutions. Il est évident que les valeurs les plus élevées de  $S - S$  correspondent aux solutions les plus visqueuses, mais pas forcément aux

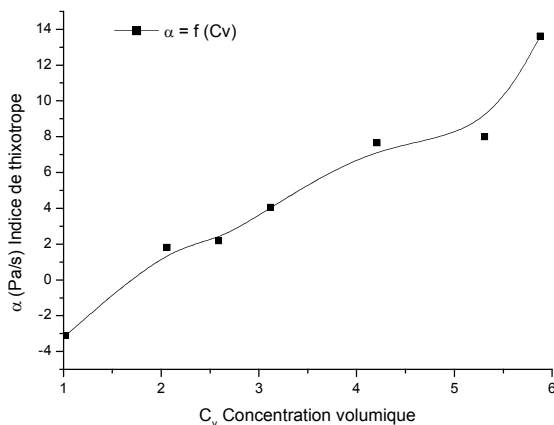
solutions les plus thixotropes. Une alternative serait de calculer le pourcentage de la surface de thixotropie, qu'on appellera indice de la thixotropie:  $\alpha = \frac{S_c}{S_c + S_d} \times 100$ .

Lorsque  $\alpha$  tend vers 0, la courbe de descente coïncide avec la courbe de montée. Le fluide est donc non thixotrope, par contre, l'augmentation de  $\alpha$  traduit l'éloignement de la courbe de descente par rapport à la courbe de montée. Le fluide est donc de plus en plus thixotrope, si  $\alpha$  négative on dit que le fluide est antithixotrope dans le cas de 1.02%.

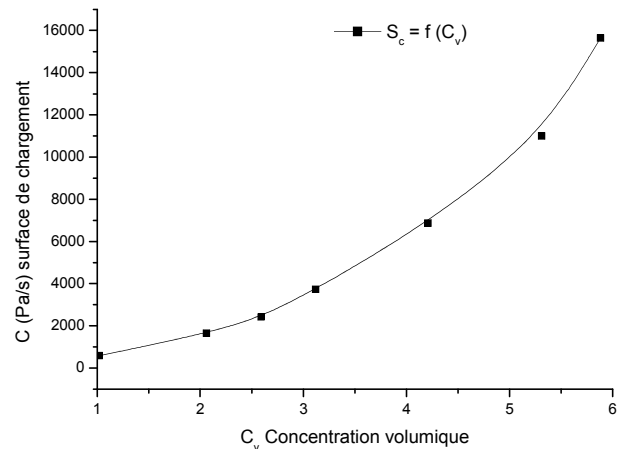
Lorsque la limite de liquidité est de 120.2%, notre échantillons est plastique en effet, nous constatons sur la Tableau.4.5 une croissance de l'indice  $\alpha$ .

**Tab 4.5 :** Variation des paramètres du modèle de Herschel-Bulkley pour différentes suspension de bentonite.

Concentration	1.02%	2.06%	2.59%	3.12%	4.21%	5.31%	5.88%
$\alpha = \frac{S_c}{S_c + S_d} \times 100$	-3.11	1.82	2.18	4.05	7.65	8	13.61
	598.4	1648	2426	3730	6878	11000	15650



**Fig. 4.25.** Variation de l'indice thixotropie en fonction de la concentration



**Fig. 4.26.** Variation de la surface de chargement en fonction de la concentration

Les figures précédentes représentent les rhéogrammes obtenus pour les suspensions de bentonite étudiées dans ce chapitre. Les courbes correspondant aux rampes montantes et descendantes ne se superposent pas sauf pour une concentration de 1.02%, et montrent une dépendance au temps de cisaillement à contrainte égale les gradients de cisaillement de la rampe montante étant inférieurs à ceux de la rampe descendante. Le comportement rhéologique de la suspension est donc de caractère thixotrope, par contre le comportement de bentonite de 1.02% à un caractère antithixotrope.

On remarque que :

1- Les courbes de montée sont décomposées en trois zones distinctes :

- i)** La première est une zone "non cisailée" caractérisée par un seuil d'écoulement apparent. Ce comportement quasi-élastique peut être lié à la propriété de gonflement de l'argile et à l'énergie attractive entre les particules. Ce système cohésif renforce la structure en la rendant plus résistante, mais "déformable", la zone s'étend jusqu'aux très faibles vitesses de déformation mesurées juste après la fin du seuil d'écoulement. Ces faibles déformations peuvent être attribuées à des glissements à des multiples micro- fracturations ou à des déplacements limités de microstructures. Ainsi on remarque que la première zone ne dépend que de la concentration et croît sensiblement lorsque celle-ci augmente.
- ii)** La seconde zone se présente comme un palier où le cisaillement varie fortement pour des faibles variations de la contrainte.
- iii)** La troisième zone montre un changement continu de la pente des rhéogrammes correspondant à l'écoulement des suspensions étudiées. Il s'agit d'un comportement rhéofluidifiant dont la présentation en  $\log(\tau) - \log(\dot{\gamma})$  suit une ligne droite.

Dans ce type de système le taux de déstructuration des agrégats est plus important que le taux de restructuration. Les particules sont donc quasi-inertes et la dissipation d'énergie est essentiellement de nature visqueuse.

2- Le palier correspond à l'application d'une contrainte constante (respectivement 3, 5.3, 7.6, 10.8, 17, 26.1 et 34.9 Pa pour les suspensions de 1.02, 2.06, 2.59, 3.12, 4.21, 5.31 et 5.88% de bentonite). On observe que malgré un temps de montée en contrainte d'une 5mn la viscosité apparente continue à évoluer durant le palier. Ainsi on constate que même en touchant la fin du plateau l'équilibre structurel (floculation- défloculation) n'est toujours pas atteint.

3- La rampe descendante ne laisse apparaître que deux zones distinctes :

- i)** Une zone d'écoulement uniforme correspondant à la troisième zone de la rampe montante. Les vitesses de cisaillement obtenues pour cette rampe sont sensiblement supérieures à celles de la rampe montante, notamment pour les suspensions à 5.31 et 5.88% de bentonite.
- ii)** Une seconde zone correspondant à la première zone de la rampe montante (zone non cisailée). Avec une valeur de contrainte seuil inférieure à celle obtenue en montée pour des suspensions de concentration inférieur à 2.59%.

La rampe descendante décrit le comportement d'un fluide relativement déstructuré proche de l'état d'équilibre. Pour les trois concentrations étudiées, le modèle rhéologique décrivant le

mieux ce comportement "Rhéofluidifiant à seuil" de la suspension de bentonite déstructurée est celui de Herschel-Bulkley.

La figure 4.26 montre une croissance de l'indice thixotropie en fonction de la concentration, donc plus la suspension est concentré plus le fluide est thixotrope.

#### IV.4.2. Mesures à vitesse de cisaillement imposée

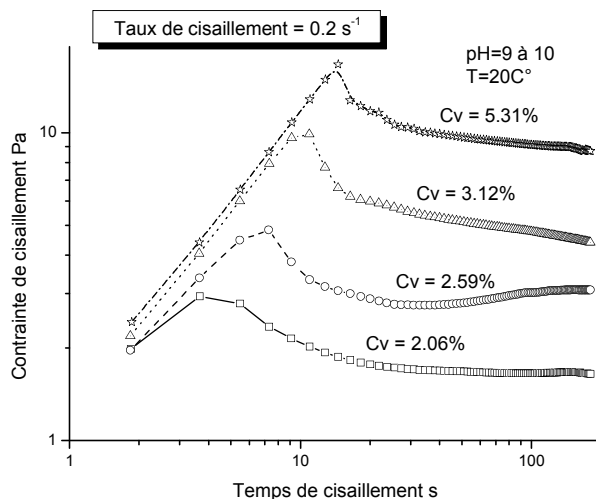


Fig. 4.27. Contrainte en fonction du temps de cisaillement mesurée en appliquant un taux de cisaillement de  $0.2 \text{ S}^{-1}$

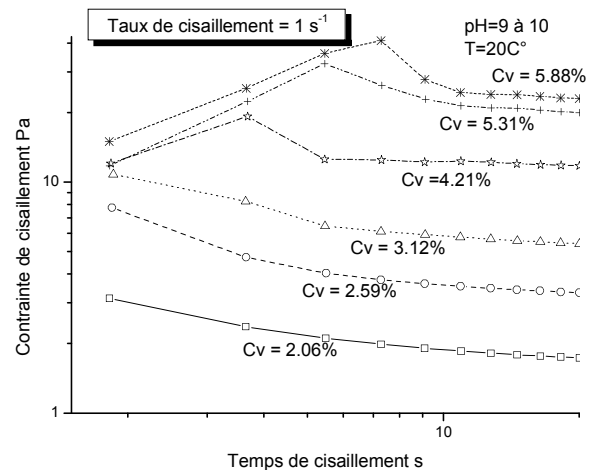


Fig. 4.28. Contrainte en fonction du temps de cisaillement mesurée en appliquant un taux de cisaillement de  $1 \text{ S}^{-1}$

Dans cette partie c'est le rhéomètre à cisaillement imposé (RhéoStresse 600) qui a été utilisé pour mettre en évidence l'évolution de la structure des suspensions. Après la mise en place de l'échantillon, les mesures consistent à appliquer une vitesse de cisaillement constante 0.2, 0.5; 0.8; 1; 1.5;  $\text{s}^{-1}$  et enregistrer l'évolution de la contrainte en fonction du temps.

Les figures montrent des courbes typiques "contrainte-temps de cisaillement" sous forme de cloche. Ces mesures sont obtenues en appliquant une vitesse de cisaillement de  $0.2 \text{ s}^{-1}$  et  $1 \text{ s}^{-1}$  sur les échantillons. On observe qu'au début de l'écoulement la contrainte augmente jusqu'à une valeur limite maximale. Puis une chute rapide est enregistrée suivie par une décroissance lente qui tend vers une valeur limite dite contrainte d'équilibre. Chaque zone de la courbe contrainte-temps correspond à un changement structural de la suspension, à savoir :

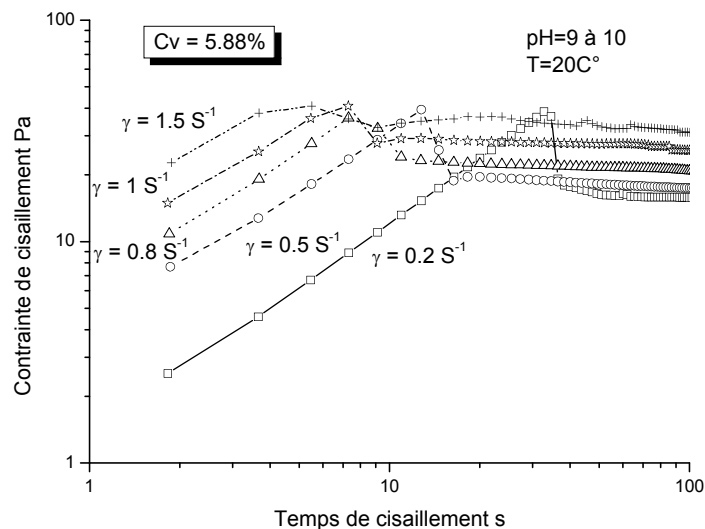
i. La première zone de la courbe présente une évolution de la contrainte en fonction du temps. Cette zone correspond à une déformation élastique de l'échantillon au cours de laquelle la contrainte dans le matériau est inférieure à la contrainte seuil. Cela peut s'expliquer par un réarrangement des agrégats de particules d'argile tout en formant un réseau sans qu'il n'y ait une destruction de l'ensemble. Cette zone donne une indication de l'état de cohésion entre les particules d'argile en s'intéressant au temps critique correspondant au maximum de la

contrainte (zone de la déformation élastique), a noté que ce temps caractéristique est très court.

**ii.** La deuxième zone présente une diminution rapide de la contrainte après le maximum. Dans ce cas, le cisaillement appliqué assure largement le niveau d'énergie requis pour la destruction du réseau d'agrégats. Cette décroissance rapide de la viscosité est associée à une dispersion de l'échantillon et par conséquent son écoulement.

**iii.** La troisième zone est une variation lente de la contrainte mesurée en fonction du temps. Lorsque cette variation tend vers zéro on estime qu'il y a eu l'équilibre entre la déstructuration et la restructuration de la suspension. L'écoulement s'accélère, par la suite menant à des avalanches semblables à celles des matériaux granulaires, ils ont prouvé que ceci est associé à une bifurcation du comportement rhéologique où :

- i)** Pour des faibles contraintes de cisaillement, la viscosité augmente en fonction du temps et le matériau peut cesser de s'écouler par la suite.
- ii)** Pour des fortes contraintes de cisaillement, la viscosité diminue continuellement en fonction du temps et l'écoulement s'accélère.



**Fig. 4.29.** Contrainte de cisaillement en fonction du temps à différents palier de taux de cisaillement imposés (suspension de bentonite 5.88%)

En raison de la rapidité du processus de déstructuration de nos suspensions, des faibles taux de cisaillement ont été choisis, à savoir :  $\dot{\gamma} = 0.2 s^{-1}$  ,  $0.5 s^{-1}$  ,  $0.8 s^{-1}$  ,  $1 s^{-1}$  et  $1.5 s^{-1}$  . Comme prévu, on observe sur la figure 4.48 que la déstructuration de la suspension est fortement liée à la valeur de cisaillement imposé (échantillon de bentonite 5.88%). En diminuant le niveau de la vitesse de cisaillement appliquée, le maximum de la contrainte décroît alors que le temps correspondant devient plus grand quelques dixièmes de secondes pour le plus grand



cisaillement ( $\dot{\gamma} = 1.5 \text{ s}^{-1}$ ) et près de 30 s pour cisaillement  $\dot{\gamma} = 0.2 \text{ s}^{-1}$ . On note que le même comportement a été observé pour les suspensions à 4.21 et 5.31% de bentonite.

#### IV.5. Argile modifiée par le pH

Afin de contrôler l'effet de pH sur l'état final de la suspension et par conséquent sur son comportement rhéologique. Nous avons adopté des essais rhéologiques sur notre argile pour connaître l'effet de pH sur les paramètres rhéologiques et le protocole de préparation suivant :

La préparation consiste à mélanger la poudre de bentonite à 3.12% dans l'eau distillée. Ce mélange est par la suite agité pendant 24 heures sous agitation magnétique afin d'obtenir l'homogénéisation de la suspension. On ajoute des gouttes de HCL 0.1N pour avoir un pH de solution égale (0.5, 6, 7.2, 8.3, 9.5) et NaOH pour avoir un pH de 11.4. La suspension obtenue est agitée doucement durant deux heures sous agitation magnétique avant de mettre l'échantillon sous la géométrie de mesure.

#### IV.5.1. Mesures à contrainte imposée

##### IV.5.1.1. Courbe d'écoulement

Les courbes suivantes représentent la montée en charge de contrainte pour les différents potentiels hydrogène ( $\text{pH} = 0.5; 6; 7.2; 8.3; 9.5; 11.4$ ) d'une suspension de bentonite 3.12%. Ces essais ont été effectués à la température ambiante à 20°C.

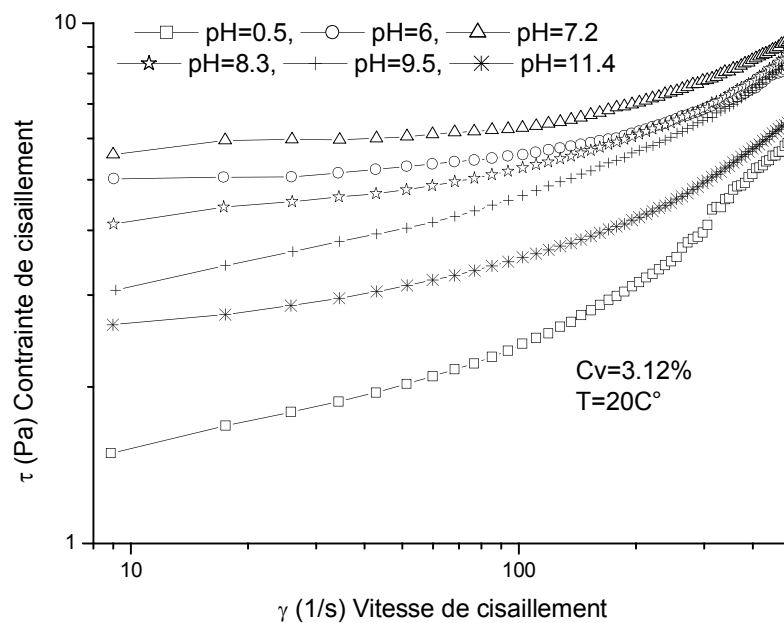


Fig. 4.30. Rhéogrammes de la suspension de bentonite.

### IV.5.1.2. Modélisation du comportement rhéologique des suspensions de bentonite

Modèle d'Herschel-Bulkley  $\tau = \tau_0 + k\dot{\gamma}^n$  pour une suspension de 3.12%.

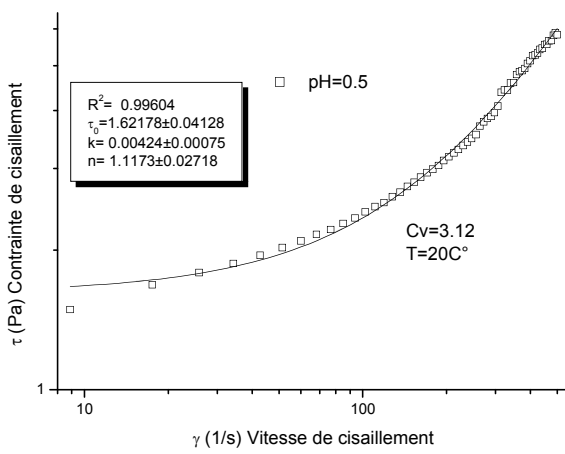


Fig. 4.31. Rhéogrammes de la suspension de bentonite pH = 0.5.

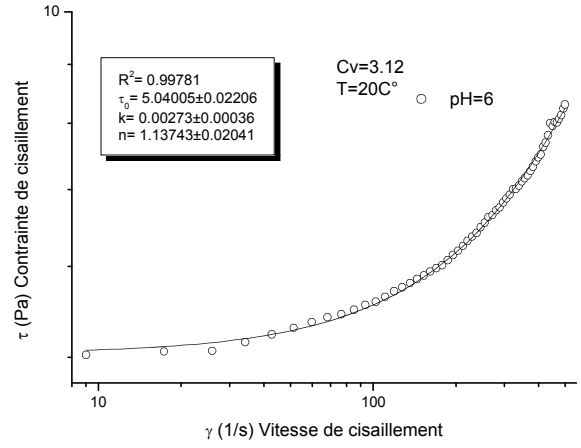


Fig. 4.32. Rhéogrammes de la suspension de bentonite pH = 6.

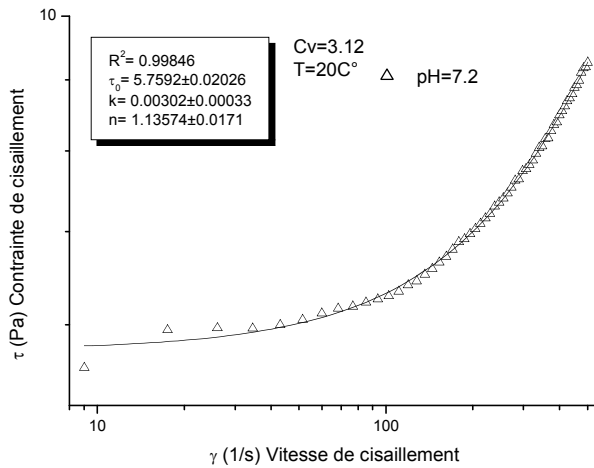


Fig. 4.33. Rhéogrammes de la suspension de bentonite pH = 7.2.

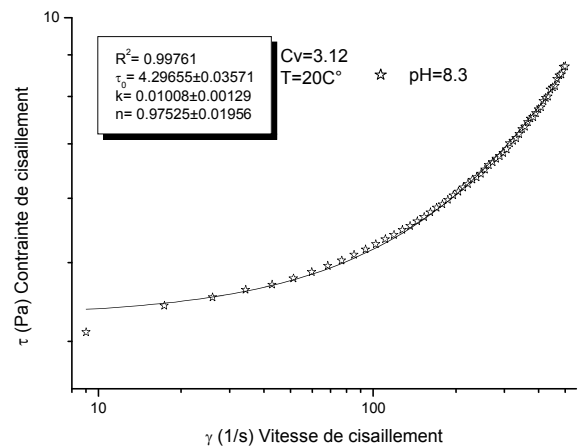


Fig. 4.34. Rhéogrammes de la suspension de bentonite pH = 8.3.

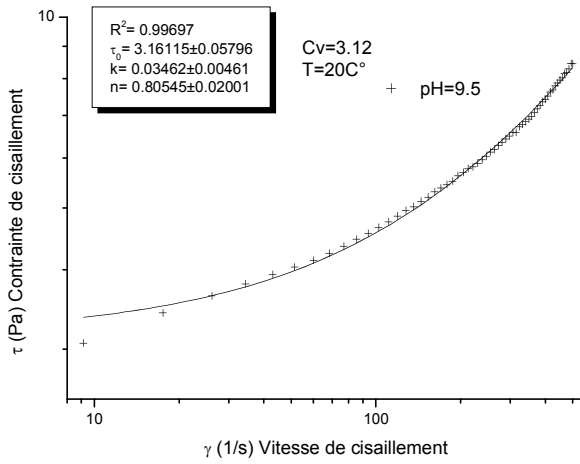


Fig. 4.35. Rhéogrammes de la suspension de bentonite pH =9.5.

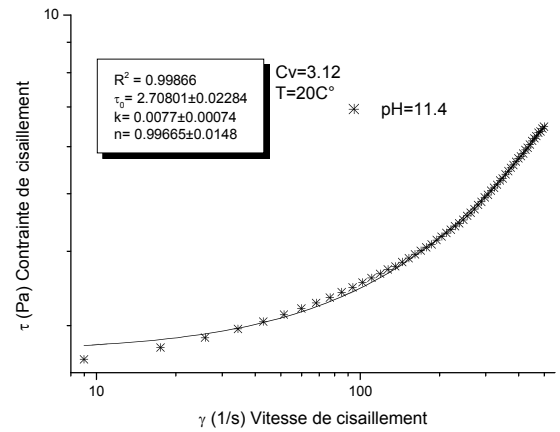


Fig. 4.36. Rhéogrammes de la suspension de bentonite pH =11.4.

Tab 4.6 : Variation des paramètres du modèle de Herschel-Bulkley pour différentes suspension de bentonite de 3.12%.

pH	0.5	6	7.2	8.3	9.5	11.4
$\tau_0$	1.6217 $\pm 0.041$	5.0400 $\pm 0.022$	5.7592 $\pm 0.020$	4.2965 $\pm 0.035$	3.1611 $\pm 0.057$	2.7080 $\pm 0.022$
K	0.0042 $\pm 0.000$	0.0027 $\pm 0.000$	0.0030 $\pm 0.000$	0.0100 $\pm 0.001$	0.0346 $\pm 0.004$	0.007 $\pm 0.000$
n	1.1173 $\pm 0.027$	1.1374 $\pm 0.020$	1.1357 $\pm 0.017$	0.9752 $\pm 0.019$	0.8054 $\pm 0.020$	0.9966 $\pm 0.014$
Coef de corr. r	0.996	0.997	0.998	0.997	0.996	0.998

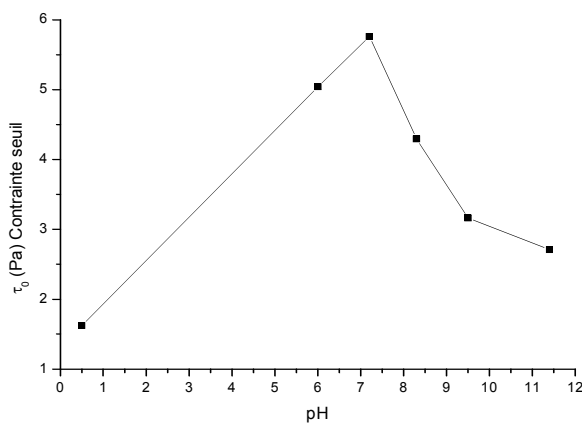


Fig. 4.37. Variation de la contrainte seuil d'écoulement en fonction de pH

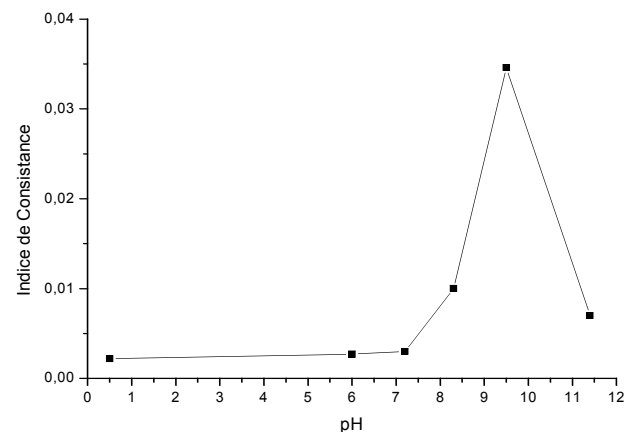


Fig. 4.38. Variation de l'indice de consistance en fonction de pH

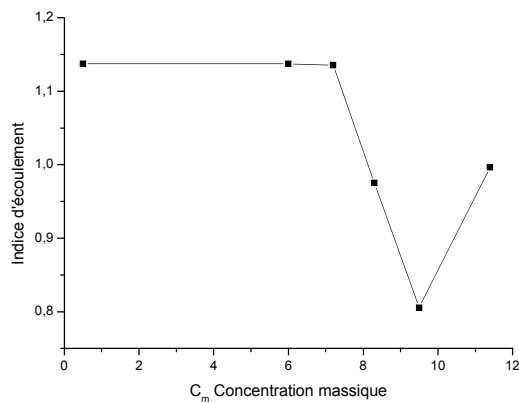


Fig. 4.39. Variation de l'indice d'écoulement en fonction de  $C_m$

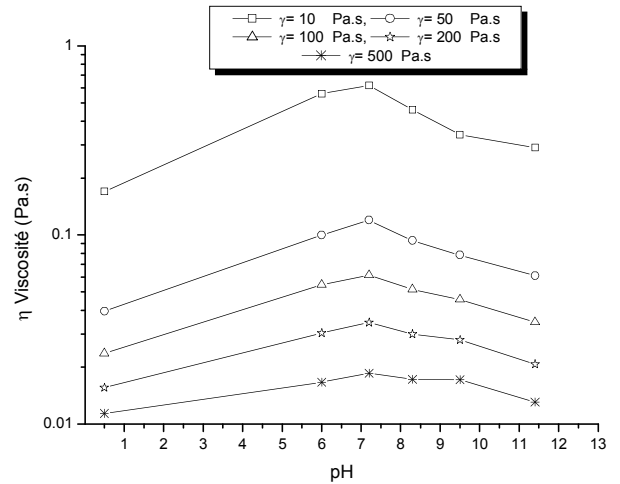


Fig. 4.40. Variation de la viscosité en fonction de pH

Les figures 4.31 à 4.36 précédente représente les rhéogrammes obtenus pour la suspension de bentonite de 3.12% à différents pH étudiées dans ce chapitre. Les courbes correspondant aux rampes montantes.

Figure 4.38 représente la variation de la contrainte seuil en fonction de pH pour une concentration de 3.12%. En constate que la contrainte seuil augmente jusqu'un un pH de 7.2 puis diminuer est liée directement à la présence des électrons libre dans le milieu acide ou basic, et l'eau est imbibé interfoliaire.

Figure 4.41 représente une variation de la viscosité en fonction de pH, et montre que la viscosité maximale pour différent vitesse de cisaillement est pour pH égale 7.2, et la viscosité croît avec la diminution de la vitesse de cisaillement.

#### IV.5.1.3. Courbe d'hystérésis

Les essais ont été effectués sur les suspensions de bentonite de 3.12% pour les mêmes pH précédentes, le protocole expérimental est le suivant :

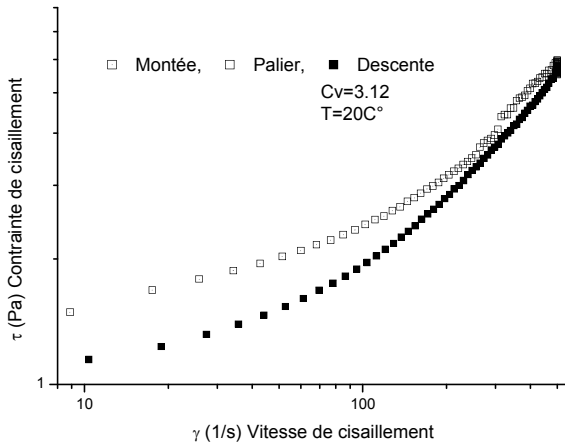


Fig. 4.41. Boucle d'hystérésis d'une suspension de bentonite pH = 0.5.

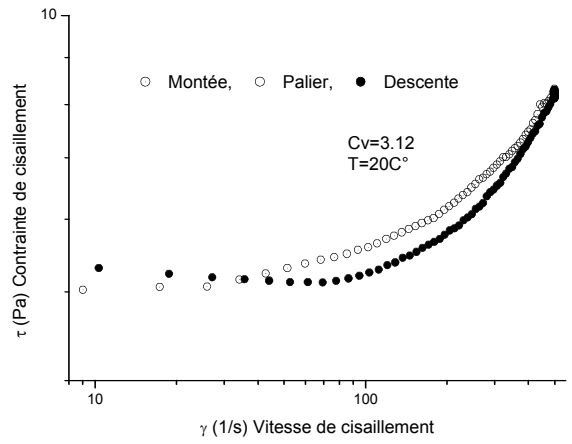


Fig. 4.42. Boucle d'hystérésis d'une suspension de bentonite pH = 6.

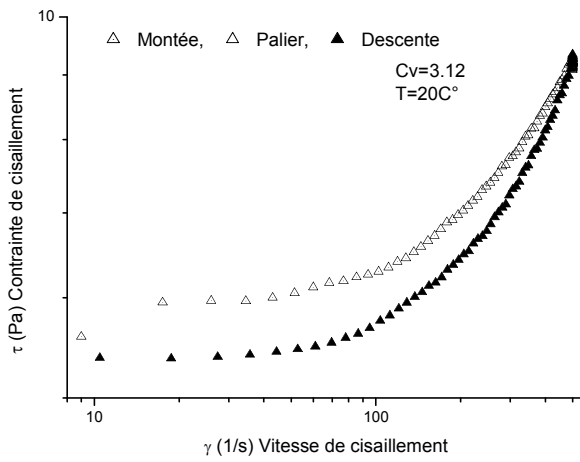


Fig. 4.43. Boucle d'hystérésis d'une suspension de bentonite pH = 7.2.

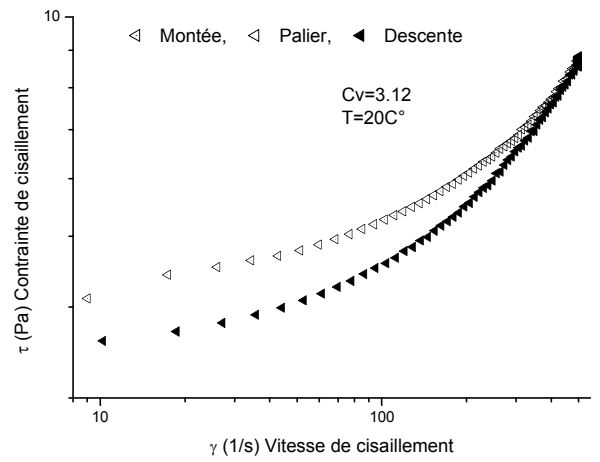


Fig. 4.44. Boucle d'hystérésis d'une suspension de bentonite pH = 8.3.

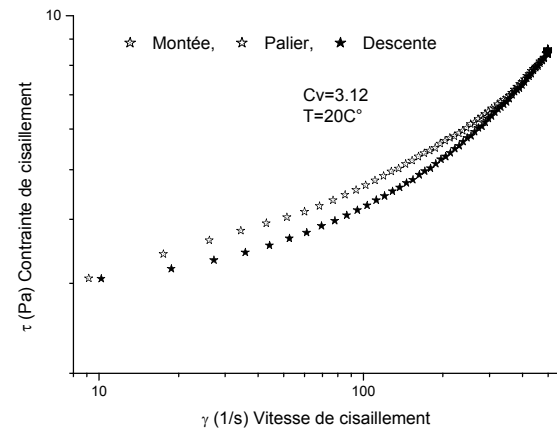


Fig. 4.45. Boucle d'hystérésis d'une suspension de bentonite pH = 9.5.

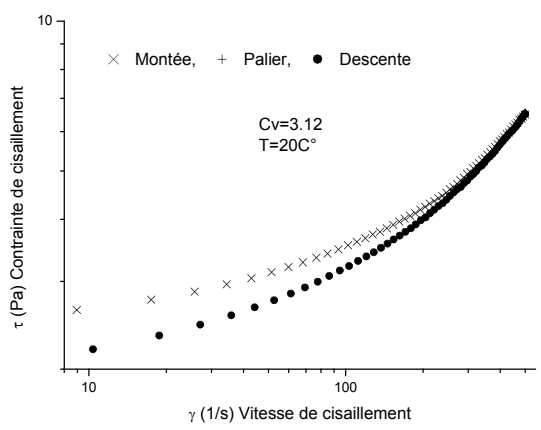


Fig. 4.46. Boucle d'hystérésis d'une suspension de bentonite pH = 11.4.

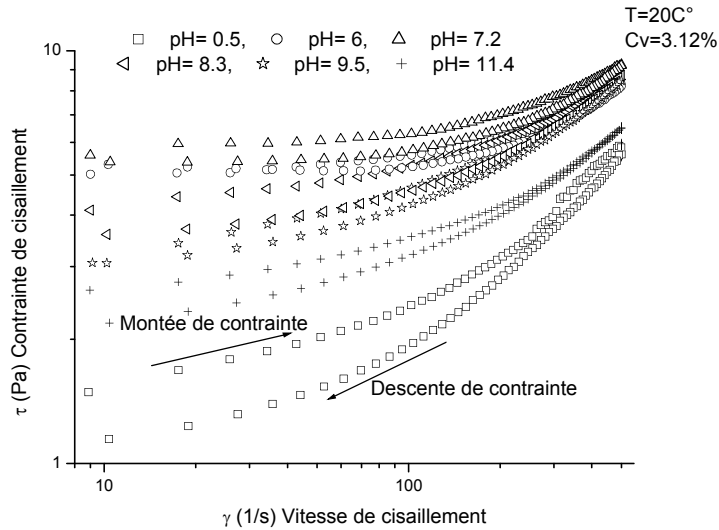


Fig. 4.47. Boucle d'hystérésis d'une suspension de bentonite

Tab 4.7 : Variation des paramètres du modèle de Herschel-Bulkley pour différentes suspension de bentonite.

pH	0.5	6	7.2	8.3	9.5	11.4
$\alpha = \text{---} 100$	181.3	73.48	168.8	168	74.63	55.08
	1803	3188	3610	3158	2935	2239

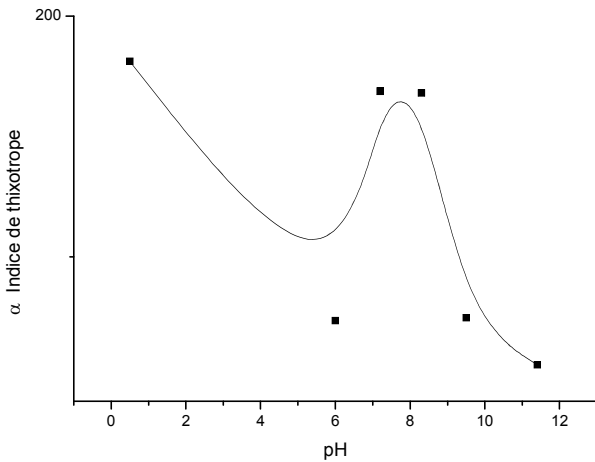


Fig. 4.48. Variation de l'indice thixotropie en fonction de pH

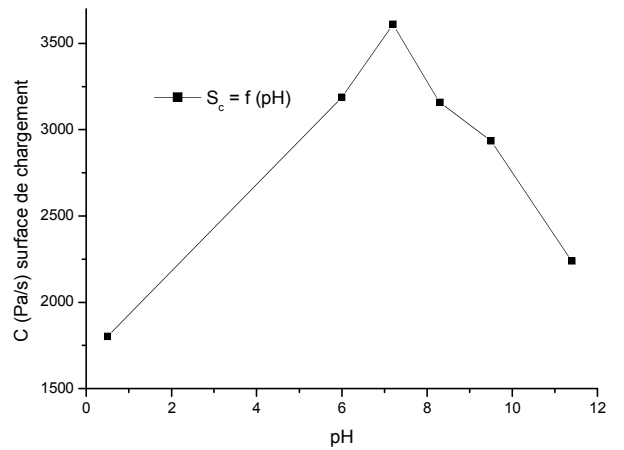


Fig. 4.49. Variation de la surface de chargement en fonction de pH

Les figures précédents représente les rhéogrammes obtenus pour la suspension de bentonite de 3.12% à différents potentiels hydrogène étudiées dans ce chapitre. Les courbes correspondant aux rampes montantes et descendantes ne se superposent pas et montrent une dépendance au temps de cisaillement. A contrainte égale les gradients de cisaillement de la

rampe montante étant inférieurs à ceux de la rampe descendante le comportement rhéologique de la suspension est donc de caractère thixotrope.

L'indice thixotropie est au maximum pour un pH neutre et pour un pH acide.

#### IV.5.2. Mesures à vitesse de cisaillement imposée

Les mesures consistent à appliquer une vitesse de cisaillement constante  $0.2 \text{ s}^{-1}$  et enregistrer l'évolution de la contrainte en fonction du temps.

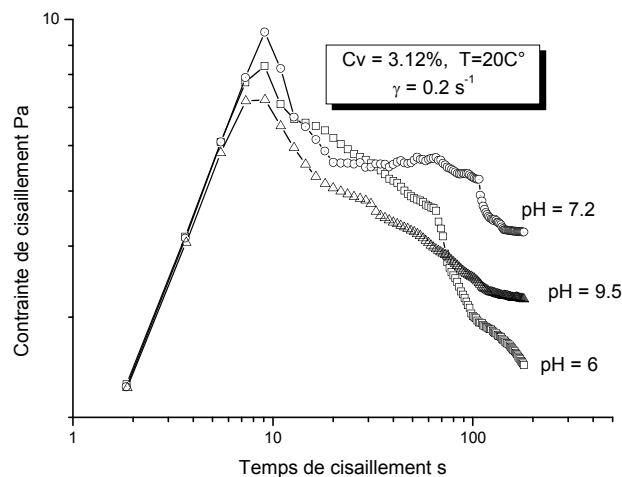


Fig. 4.50. Contrainte de cisaillement en fonction du temps à différents palier de taux de cisaillement imposés (suspension de bentonite 3.12%)

La figure 4.50 montre des courbes typiques, ces mesures sont obtenues en appliquant une vitesse de cisaillement de  $0.2 \text{ s}^{-1}$  sur les échantillons. On observe qu'au début de l'écoulement la contrainte augmente jusqu'à une valeur limite maximale, en diminuant le niveau de la potentiel hydrogène. Le maximum de la contrainte croît, puis une chute rapide est enregistrée suivie par une décroissance lente qui tend vers une valeur limite dite contrainte d'équilibre chaque zone de la courbe contrainte-temps correspond à un changement structural de la suspension.

En raison de la rapidité du processus de déstructuration de nos suspensions, des faibles taux de cisaillement ont été choisis, à savoir :  $\dot{\gamma} = 0.2 \text{ s}^{-1}$  comme prévu. On observe sur la figure 4.69 que la déstructuration de la suspension est fortement liée à la valeur de pH. En diminuant le niveau de pH, le maximum de la contrainte croît alors que le temps correspondant est la même.

## IV.6. Argile modifiée par la température

Afin de contrôler l'effet de température sur l'état final de la suspension et par conséquent sur son comportement rhéologique. Nous avons adopté des essais sur notre argile pour connaître l'effet de la température sur les paramètres rhéologiques et le protocole de préparation qui se suit :

La préparation consiste à mélanger la poudre de bentonite à 3.12% dans de l'eau distillée, ce mélange est par la suite agité pendant 24 heures sous agitation magnétique afin d'obtenir l'homogénéisation de la suspension. La suspension obtenue est agitée doucement durant deux heures sous agitation magnétique avant de mettre l'échantillon sous la géométrie de mesure et à l'aide de thermostats de RS600 nous avons régler la température voulue.

### IV.6.1. Mesures à contrainte imposée

#### IV.6.1.1. Courbe d'écoulement

Les courbes suivantes représentent la montée en charge de contrainte pour les différentes puissances hydro-génique d'une suspension de bentonite 3.12%, ces essais ont été effectués à la température de 5 à 45°C.

Le protocole expérimental adopté est le suivant:

Dans un premier temps, l'échantillon est mis en température voulue pendant 600 secondes.

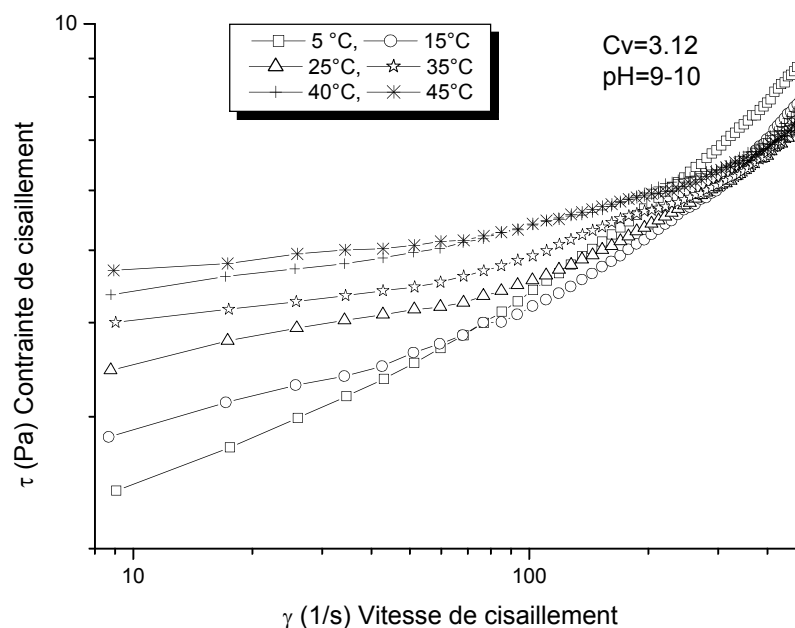


Fig. 4.51. Rhéogrammes de la suspension de bentonite.



### IV.6.1.2. Modélisation du comportement rhéologique des suspensions de bentonite,

Modèle d'Herschel-Bulkley  $\tau = \tau_c + k\dot{\gamma}^n$

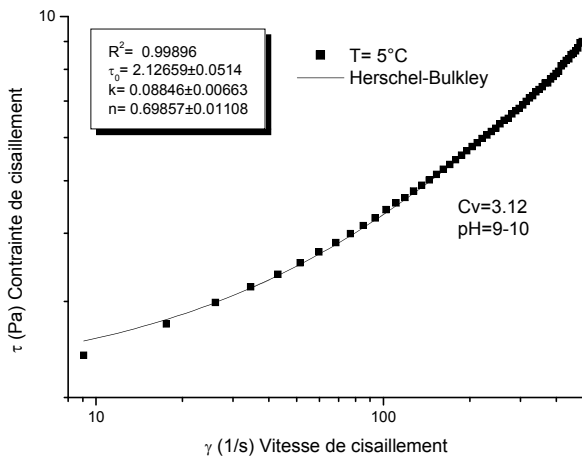


Fig. 4.52. Rhéogrammes de la suspension de bentonite 5 C°.

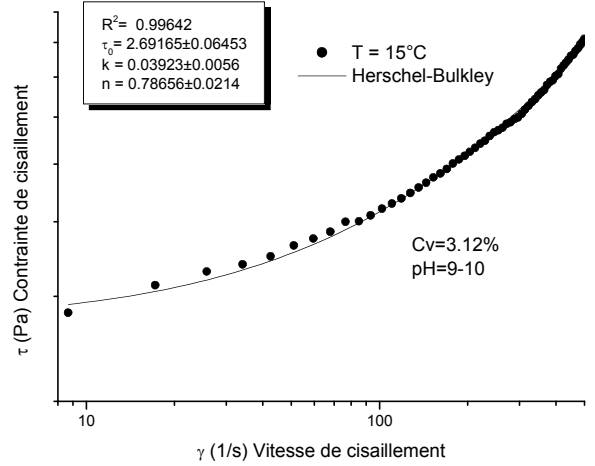


Fig. 4.53. Rhéogrammes de la suspension de bentonite 15 C°.

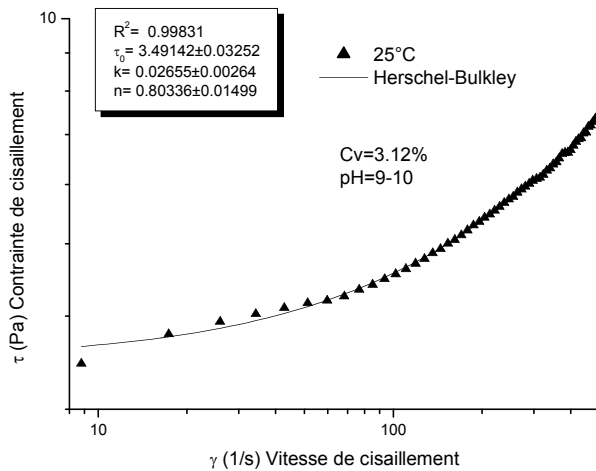


Fig. 4.54. Rhéogrammes de la suspension de bentonite 25 C°.

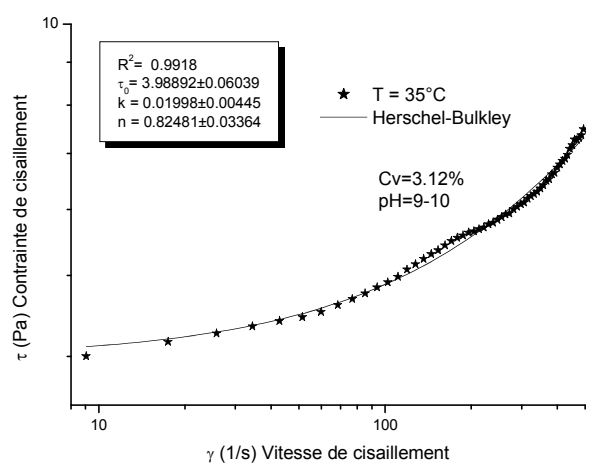


Fig. 4.55. Rhéogrammes de la suspension de bentonite 35 C°.

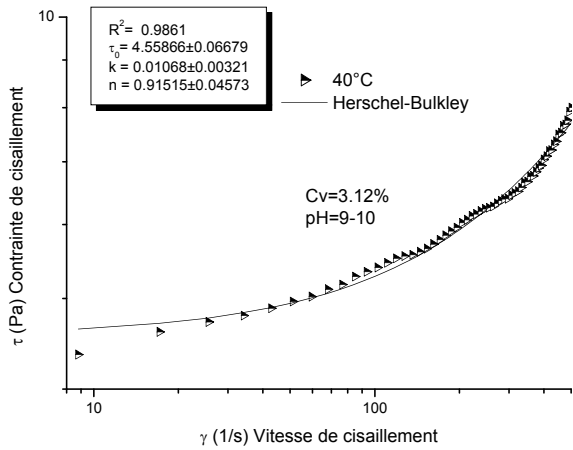


Fig. 4.56. Rhéogrammes de la suspension de bentonite 40 C°.

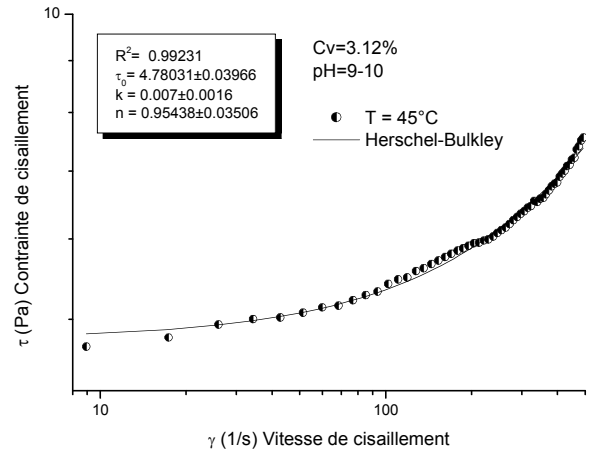


Fig. 4.57. Rhéogrammes de la suspension de bentonite 45 C°.

**Tab 4.8 :** Variation des paramètres du modèle de Herschel-Bulkely pour différentes suspension de bentonite.

Température	5 C°	15 C°	25 C°	35 C°	40 C°	45 C°
$\tau_0$	2.126 ±0.051	2.691 ±0.06	3.491 ±0.03	3.988 ±0.06	4.558 ±0.06	4.780 ±0.03
K	0.088 ±0.00	0.039 ±0.00	0.026 ±0.00	0.019 ±0.00	0.010 ±0.00	0.007 ±0.00
	0.698 ±0.01	0.786 ±0.02	0.803 ±0.01	0.824 ±0.03	0.915 ±0.04	0.954 ±0.03
Coef de corr. r	0.998	0.996	0.998	0.991	0.986	0.992

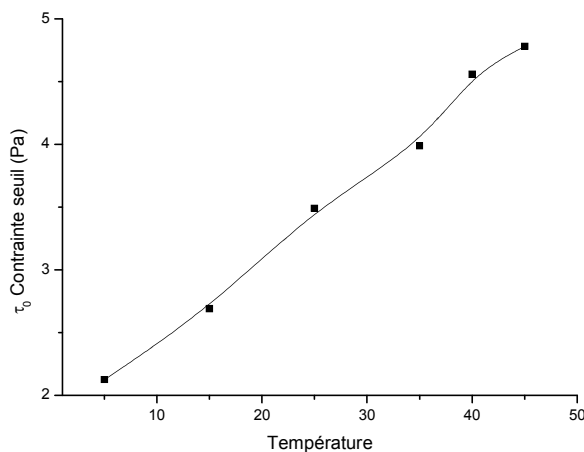


Fig. 4.58. Variation de la contrainte seuil d'écoulement en fonction de la température.

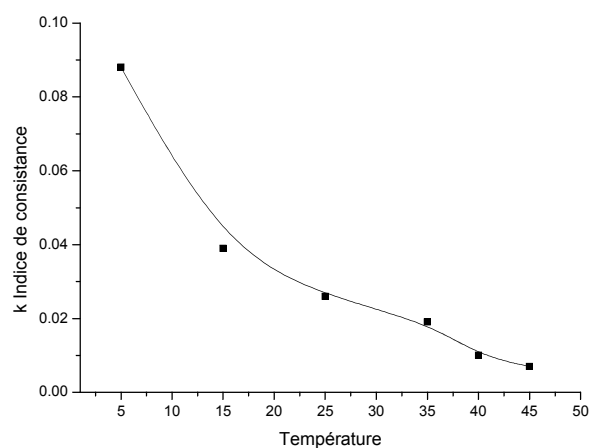


Fig. 4.59. Variation de l'indice de consistance en fonction de la température.

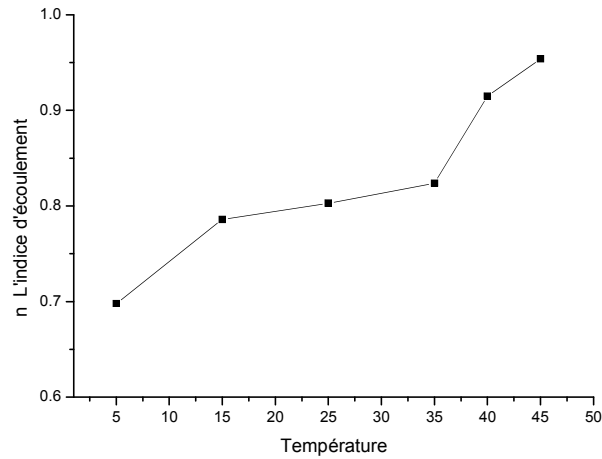


Fig. 4.60. Variation de l'indice d'écoulement en fonction de la température.

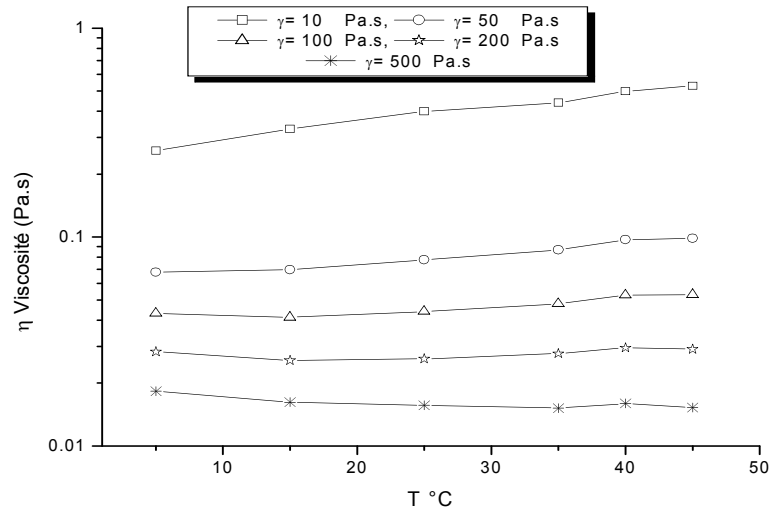


Fig. 4.61. Variation de la viscosité en fonction de la température

Les figures précédentes représentent les rhéogrammes obtenus pour les suspensions de bentonite de 3.12% à différentes températures étudiées dans ce chapitre. Les courbes correspondant aux rampes montantes,

La contrainte seuil croît lorsque la température est augmentée.

### IV.6.2. Mesures à vitesse de cisaillement imposée

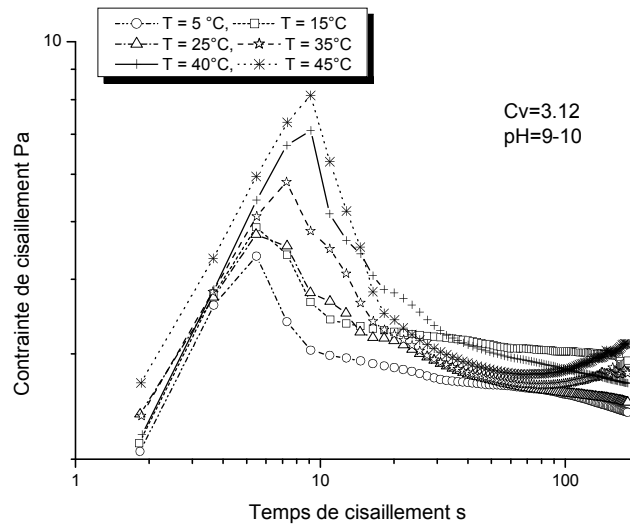


Fig. 4.62. Contrainte de cisaillement en fonction du temps à différents palier de taux de cisaillement imposés (suspension de bentonite 3.12%)

La figure montre des courbes typiques "contrainte-temps de cisaillement", ces mesures sont obtenues en appliquant une vitesse de cisaillement de  $0.2 \text{ s}^{-1}$  sur les échantillons. On observe qu'au début de l'écoulement la contrainte augmente jusqu'à une valeur limite maximale. Puis une chute rapide est enregistrée suivie par une décroissance lente qui tend vers une valeur limite dite contrainte d'équilibre. Chaque zone de la courbe contrainte-temps correspond à un changement structural de la suspension.

En raison de la rapidité du processus de déstructuration de nos suspensions, des faibles taux de cisaillement ont été choisis, à savoir :  $\dot{\gamma} = 0.2 \text{ s}^{-1}$  comme prévu. On observe sur la figure 4.62 que la déstructuration de la suspension est fortement liée à la valeur de la température. En diminuant le niveau de la température le maximum de la contrainte décroît alors que le temps correspondant devient plus grand quelques dixièmes de secondes pour une température plus important  $T=45^\circ\text{C}$ , et près de 5 s pour une température de  $5^\circ\text{C}$ .

### IV.7. Conclusion

Pour la caractérisation de matériaux au comportement thixotrope. Les essais rhéologiques réalisés à vitesse imposée et à contrainte imposée présentent chacun leurs avantages et il est recommandé de pouvoir les associer pour obtenir les informations les plus complètes.

La courbe d'écoulement obtenue par incrémentation progressive de la contrainte permet une bonne mesure du seuil d'écoulement. Tandis que la boucle d'hystérésis obtenue entre les courbes d'écoulement à vitesse de déformation imposée croissante et décroissante caractérise de manière traditionnelle la déstructuration thixotrope.

Les rhéomètres modernes permettent l'association de ces différentes méthodes avec un enchaînement automatique lié à des critères de stabilité et de franchissement de seuils tenant compte du comportement du matériau en cours d'essai.

Les protocoles associatifs combinant les techniques de contrainte imposée et de vitesse de déformation imposée offrent de nombreux avantages par rapport aux méthodes qui ne font intervenir qu'une technique. Tel que gain de temps, inutilité de remplacer l'échantillon si les critères de fin d'essai ont été convenablement choisis, passage d'un type d'essai à un autre sans temps mort. Les données correspondant à une phase peuvent bien entendu être traitées individuellement.

La méthode décrite illustre les possibilités de mesure d'un rhéomètre moderne. Elle n'exclut naturellement pas la nécessité d'essais préliminaires indispensables à la détermination des paramètres d'essai pertinents. Après optimisation de ces paramètres. La méthode des protocoles associatifs est également un outil très utile pour les mesures à caractère répétitif. Elle permet de travailler de manière simple et parfaitement reproductible tout en donnant une grande qualité d'information.

Tous les paramètres clés permettant de définir le comportement rhéologique des suspensions de bentonite, à savoir la valeur de la contrainte seuil. L'amplitude de la thixotropie et la viscosité apparente, dépendent des interactions entre les particules d'argile aux différentes échelles dans la suspension. Les propriétés rhéologiques seront donc affectées par tous les paramètres pouvant modifier cet équilibre, nous pouvons les résumer en : pH de la suspension, concentration en électrolyte, concentration de bentonite, structure des particules argileuses (charge, surface spécifique, granulométrie, capacité d'échange cationique), nature des cations compensateurs, température, âge de la suspension, histoire mécanique...

En conclusion, les suspensions aqueuses de bentonite présentent un comportement rhéologique très complexe. La bentonite forme des gels dans l'eau à de très faibles concentrations. La stabilité des gels dans l'eau et leur rigidité sont affectées par les facteurs cités plus haut. La forte sensibilité de ce type de suspensions au taux de cisaillement et la dépendance par rapport au temps de leurs propriétés rhéologiques demeurent des paramètres clés à respecter. Il faut donc préciser des protocoles minutieux de préparation, conservation et manipulation des échantillons et surtout bien choisir son protocole de caractérisation. Si l'on veut pouvoir comparer le comportement rhéologique des suspensions. Pour cette raison, nous expliciterons le protocole de préparation et de mesure avant chaque présentation de nos résultats expérimentaux. Ainsi, nous avons acquis une certaine connaissance des caractéristiques intrinsèques de la bentonite et de ses propriétés rhéologiques en milieu aqueux. Cette étude expérimentale doit nous aider à appréhender le comportement de ces suspensions lors de modifier par le pH et ou par la température.

La composition (bentonite + eau) présente un caractère thixotrope, au sens de l'invention. Une composition structurée qui fluidifie (notamment sa viscosité diminue) lorsqu'on lui applique une action non chimique, en particulier mécanique qui récupère toute ou partie de sa viscosité initiale après un temps de repos suffisant qui peut être plus ou moins long à température ambiante.

En particulier, la composition a les propriétés suivantes :

- ✓ La composition a un caractère rhéofluidifiant, c'est-à-dire que la viscosité de la composition diminue lorsque l'on applique à la composition des cisaillements croissants.
- ✓ L'application d'un cisaillement intense sur la composition se fluidifie (notamment sa viscosité diminue). La viscosité, la consistance et l'élasticité de la composition après sa déstructuration et un temps de repos d'une minute avoir appliqué le cisaillement sont inférieures à celles de la composition avant l'application du cisaillement intense c'est la thixotrope.
- ✓ La composition régénère partiellement ou totalement la structure liquide lorsque le pH du mélange devient acide ou basique.

***CONCLUSION***  
***GENERALE***

## CONCLUSION GENERALE

---

---

L'objectif principal du présent travail est la caractérisation physico-chimique et rhéologique de la bentonite de Maghnia. Notre argile est très plastique subit sur la loi de Herschel-Bulkley pour une concentration supérieur à 4% et newtonienne pour une concentration inférieur à 2%.

Nous avons commencé par une synthèse bibliographique sur la microstructure et les propriétés colloïdales et rhéologiques des suspensions de bentonite. Il en ressort que la littérature actuelle est très riche de contributions traitant. D'une part, les propriétés rhéologiques de ces fluides à structure, et d'autre part, la nature des interactions entre leurs composantes. Néanmoins, la relation entre les propriétés rhéologiques et la microstructure de ces suspensions n'a pas été bien établie,

La partie expérimentale a été entamée par une étude physico-chimique par les limites d'Atterberg, essais de cisaillement. L'essai au bleu de méthylène et la teneur en carbonate de calcium et rhéologique des suspensions de bentonite montrent que notre argile est composée par un mélange de montmorillonite et illite avec la présence des impuretés sous forme des calcites et quartz. D'un caractère basique qui est dû à la présence d'une forte teneur en sel basique solubles tels que le carbonate.

Le but était de mieux comprendre le système eau-bentonite, à différentes concentrations (2, 4, 5, 6, 8, 10 et 11%), et l'influence de potentiel hydrogénique et la température sur le comportement de suspension de bentonite.

Le comportement des suspensions de bentonite a été étudié, on l'a constaté que les dispersions de bentonite partiellement restructurée montrent un comportement non newtonien dépendant du temps. La variation des facteurs principaux affectant les propriétés rhéologiques dans la dispersion étaient la valeur et la durée de cisaillement. Le modèle de Herschel-Bulkley s'est avéré pour se corréliser bien avec le comportement des suspensions de bentonite.

Il est important de signaler que l'appareil de mesure RS600 ne donne pas des résultats exactes relativement car l'influence de glissement, et principalement car l'évaporation.



# *REFERENCES*

- [1] Adel BENCHABANE, Etude du comportement rhéologique de mélanges argiles-polymères. Effets de l'ajout de polymères. Thèse de Doctorat.
- [2] BELHALFAOUI Belkacem Fayçal, Etude de l'élimination des métaux lourds en solution aqueuse par une bentonite et une cellulose modifiées, thèse doctorat 2010.
- [3] A.DECAREAU « matériaux argileux structure, propriété et application » ouvrage collectif, société français de minéralogie des argiles (PARIS 1990).
- [4] S.CAILLRE. S.HENIN. M. RAUTUREAU « minéralogie des argiles : classification et nomenclature » tome I et tome II (2eme édition) MASSON (PARIS 1982).
- [5] F.MOKHTARI. synthèse et caractérisation d'argiles pontées a AL., Ti, thèse de magister, université ES.SENIA ORAN 1991.
- [6] A.BENDJAMA « étude de la bentonite algérienne, application a la décoloration des huiles » thèse de magister ENP ALGER 1981.
- [7] A.BENACHERA, L.BENFRHAT « étude des caractéristiques rhéologiques d'une boue de forage » projet de fin d'étude PFE d'hydraulique USTO ORAN 1998.
- [8] NICOLAS Tixier, approche des propriétés rhéologiques de suspensions biologiques floculées. Thèse de Doctorat.
- [9] MARTY Nicolas, Modélisation couplée (transport - réaction) des interactions fluides - argiles et de leurs effets en retour sur les propriétés physiques de barrières ouvragées en bentonite. Thèse de Doctorat.
- [10] RAHMANI yahia, Eude rhéologique des argiles modifiée en vue de leurs utilisations dans l'épuration des eaux usée industrielles, mémoire de magistère.
- [11] Fatima zohra AZZOUZ. Contribution à l'étude de la stabilisation chimique de quelques de argiles gonflantes de la région de Tlemcen. Thèse de Magistère.
- [12] Jérôme GAOMBALET. Le gonflement des argiles et ses effets sur les ouvrages souterrains de stockage. Thèse de Doctorat.
- [13] S. CARIOU, C.A.DAVY. Propriétés de gonflement de la bentonite MX80 : approches expérimentale et micromécanique. Thèse de Doctorat.
- [14] Nadia SAIYOURI, Daniel Tessier. Etudes du gonflement d'argiles fortement compactées, Approche microstructurale. Thèse de Doctorat.
- [15] Martine LEFLOCH, Caractérisation physico-chimique et traçage des émissions particulaires métalliques d'une usine d'incinération d'ordures ménagers dans l'aire ambiant, Thèse de Doctorat.
- [16] F.RAHAL « purification des eaux résiduaires contenant le bleu de méthylène, à l'aide de la bentonite ROUSSEL de Maghnia » thèse de magister, BAB EZZOUAR Alger 1983.
- [17] BULTEL frédérie « Prise en compte du gonflement des terrains pour le dimensionnement des revêtement des tunnels » thèse doctorat l'école nationale des ponts et chaussées 2001.
- [18] Mansour BELHADRI, Ecoulement des fluides à seuil au travers de singularités convergentes et divergentes. Thèse de Doctorat 1992.
- [19] EG. PARADAS, EV SANCHEZ, MY SANCHEZ, FR BUENO, AV GRACIA et AG RARARIGNEZ « Evolution of surface proprétés in bentonite as a fonction of acide and heat traitement » J TECH BIOTECHONLY 52.211-218 (1991).
- [20] A, BAKHTI « contribution à l'étude de l'argile de Maghnia et échange des cations du chrome Cr<sup>+3</sup> et zinc Zn<sup>+2</sup> » thèse de magister USTO 1996.
- [21] Mourad GARECHE « Caractérisation mécanique d'un fluide complexes » Thèse de magister I.N.H 1997.
- [22] G.COARRAZ et J.L.GROSSIORS « Initiation à la rhéologie » laboratoire de physique pharmaceutique centre Châtenay-Malabry Université Paris 1991.
- [23] K.BEKKOUR « Caractérisation rhéologique et en écoulement d'émulsion d'huile de vaseline et d'eau et d'émulsion chargé en solide » thèse de doctorat à l'université de louis Pasteur strasbourg 1991.
- [24] GRACIA C et PARICOT P, (boue de forage) édition technip 1981.
- [25] OLIVARI G (Mécanique des sols) édition 1980.
- [26] NOUAR R et MEKKAOUI M (Etude rhéologique des huiles) PFE 1999.
- [27] TRAORE cheick et TAMERI saad, La rhéologie de la bentonite de Maghnia, PFE 2007-08.
- [28] C.C MILL (Rhéology of disperse système) programon press, 1959.

- [29] Group français de rhéologie (dictionnaire de rhéologie) institut de mécanique de fluide, Toulouse h988.
- [30] Ian C. BOURG, Caractérisation du comportement d'une bentonite sodique pour l'isolement des déchets : Transport diffusif des traceurs ioniques ( $\text{Na}^+$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Cs}^+$  et  $\text{Cl}^-$ ) dans la bentonite sodique compactée saturée, et titration acide-base de la montmorillonite. Thèse de Doctorat.
- [31] Samia ACHOUR, Leila YUCEF, Possibilité de traitement des eaux fluorées du sud algérien par adsorption sur bentonite activée. Thèse de Doctorat.
- [32] Samia ACHOUR, Leila YUCEF, Elimination des phosphates par des procédés physico-chimiques. Thèse de Doctorat.
- [33] A. BENAMAR, Reconstitution de sol argileux en laboratoire, Thèse de Doctorat.
- [34] Jean Claude TCHAMBA, Sofiane AMZIANE- Vincent PICANDET. Construction aux parois lors de la structuration des fluides à seuil. Thèse de Doctorat.
- [35] Abdellah GHENAIM. Caractérisation rhéologique de suspensions de bentonites. Thèse de Doctorat.
- [36] Mourad GARECHE. Etude rhéologique et comparative de fluide de forage par les modèles classiques et structuraux. Thèse de Doctorat.
- [37] Anne PASQUIOU. Pellets d'argiles gonflantes élaboration et caractérisation hydromécanique. Thèse de Doctorat.
- [38] Nabil ABOUBEKER, Sidi Mohamed AISSA MAMOUNE, Stabilisation des sols gonflants par les sels. Thèse de Doctorat.
- [39] Koblan WILFRIED, Adel BENCHABANE. Etude comparative des propriétés rhéologiques de mélanges bentonite-PEO de différentes masses moléculaires. Résumé de Thèse de Doctorat.
- [40] Koblan WILFRIED, Adel BENCHABANE, Abderrahmane MELLAK. Effet de l'ajout de polyanionique et de KCl sur le comportement rhéologique de la suspension de bentonite de Maghnia(Algérie). Résumé de Thèse de Doctorat.
- [41] L.AUGUSTO, V.BADEAU, D.ARROUAYS. Caractérisation physico-chimique des sols à l'échelle d'une région naturelle à partir d'une compilation de données. Thèse de Doctorat.
- [42] Adel BENCHABANE, karim BEKKOUR. Etudes de l'effet d'un polymère anioniques sur le comportement rhéologique de suspension de bentonite. Thèse de Doctorat.
- [43] Fayza GRIDI-BENNADJI. Matériaux de mullité à microstructure organisé composés d'assemblages muscovite-kaolinite. Thèse de Doctorat.
- [44] N.KHERFELLAH. K. BEKKOUR. Utilisation de systèmes argileux pour le colmatage des pertes de boues de forage en circulation. Thèse de Doctorat.
- [45] W.LERTWIMOLNUN et B. VERGNES. Influence de la dispersion sur le comportement rhéologique de nanocomposites polypropylène/argile. Thèse de Doctorat.
- [46] Jean-luc MAEGHT, Claude HAMMECKER. Dispositif expérimental pour le suivi de l'évolution physico-chimique des sols et la détermination de leurs paramètres hydrodynamiques au laboratoire. Thèse de Doctorat.
- [47] Jean-Christophe BAUDEZ. Rhéologie et physico-chimie des boues résiduaireuses pâteuses pour l'étude du stockage et de l'épandage. Thèse de Doctorat.
- [48] Jean-marie FLEUREAU. Etude hydromécanique et physico-chimique de deux argiles en présence de cations métalliques. Thèse de Doctorat.
- [49] Ferroir TRISTAN. Influence des vibrations sur les matériaux thixotropes : cas de la bentonite et de laponite.
- [50] Altin Théodore MANTHO. Echanges sol-Atmosphère application à la sécheresse, Thèse de Doctorat.
- [51] Jad WAKIM, Influence des solutions aqueuses sur le comportement mécanique des roches argileuses. Thèse de Doctorat.
- [52] Maria Vita DI GIANDOMENICO, Comportement chimique du protactinium (V) en présence d'ions sulfate. Thèse de Doctorat.
- [53] A, BENTOUHAMI, M.S, OUALI, journal of colloid and interface science.
- [54] A, MABILLOT (le forage d'eau) guide pratique, édition 1986.
- [55] M<sup>elle</sup> Abid Allah Fatiha et M<sup>elle</sup> BNSAHA Assia Zajia. Contribution à l'étude minéralogique et rhéologique des argiles algérienne, mémoire d'ingénieur 2000.
- [56] M<sup>r</sup> DJELLELI Tayeb. Influence de certains paramètres sur la capacité d'échange cationique de l'argile de maghnia. Mémoire d'ingénieur 2009.
- [57] BABA HAMED ; caractérisation rhéologique et physico-chimique des boues de

forage (évacuation des déblais) thèse de magistère 1998.

[58] Manuel pratique de fluide de forage, édition technip. 1969 Paris.

[59] « Rhéomètres à contrainte imposée » Brookfield.

[www.labomat.com/produits/rheometre/php](http://www.labomat.com/produits/rheometre/php)

[60] Thermo Electron corporation. Haake. Rhéostress600 Rotational rhéomètre.

[www.thermo.com/com/cda/product/detail/0.1055.20553.00.html](http://www.thermo.com/com/cda/product/detail/0.1055.20553.00.html).

***ANNEXE***

## A.1. Masse volumique de notre bentonite

### A.1.1. Appareillage d'usage

- Pycnomètre de 50 cm<sup>3</sup> de capacité, muni d'un bouchon rodé à tube capillaire.
- Balance dont la portée limite est compatible avec les masses à peser et permettant de faire toutes pesées avec une précision relative de 0,1 %.
- Eau distillée ou déminéralisée.



**Fig. A.1** : Pycnomètre de 50 cm<sup>3</sup>

### A.1.2. Matériau soumis à l'essai

En isole 20 g de bentonite à travers un tamis de 0,08 mm, puis on sécher à 105°C.

## A.2. Essai au bleu de méthylène a la tache

### A.2.1. Appareillage

Balance dont la portée limite est compatible avec les masses à peser et permettant de faire toutes les pesées avec une précision relative de 0,1 %.

Chronomètre au 1/10 s, tamis de 0,08 mm et 0,4 mm, pissette de 500 ml, béccher plastique de 3 ayant un diamètre intérieur de 155 mm, spatule, une burette de capacité 100ml et de graduation 1/10 ml et une micropipette de 5ml et une de 2ml.

Papier filtre: grammage: 95g/m<sup>2</sup> , épaisseur: 0,2 mm, vitesse de filtration 75, rétention : 8 micromètres.

Une baguette de verre: Longueur 300 mm, diamètre 8 mm, un agitateur à ailettes, bac carré en matière plastique de 150 mm de côté et 60 mm de hauteur.

### A.2.2. Matériau soumis à l'essai

Solution de bleu de méthylène de qualité médicinale à 10 g/l, la durée maximale d'utilisation de la solution est de un mois, elle doit être conservée à l'abri de la lumière, eau distillée, et notre argile séchée à 105°C.

## A.3. Teneur en carbonate de calcium CaCO<sub>3</sub>

### A.3.1. Appareillage

Le Calcimètre se compose d'un bâti et ainsi que:

\* Un flacon (5) à réaction d'environ 100cm<sup>3</sup>, avec son bouchon monté sur le tube, et un tube à essai (6) d'au moins 10 cm<sup>3</sup>. Une burette (2) d'au moins 100cm<sup>3</sup> graduée tous les centimètres cubes, avec un robinet (3) à son extrémité supérieure. Un flacon (1) avec ampoule de niveau d'au moins 100 cm<sup>3</sup>, un tube souple (9) reliant la burette (2) à l'ampoule de niveau (1). Un bac d'eau de refroidissement (4) à température ambiante, un chronomètre donnant la seconde.

(1) Flacon avec ampoule de niveau

(2) Burette graduée

(3) Robinet

(4) Bac d'eau de refroidissement

(5) Flacon à réaction

(6) Tube à essai

(7) Matériau soumis à essai

(8) Système réfrigérant

(9) Tubulure souple reliant (1) à (2)

(10) Liquide (avec colorant éventuel)

(11) Gaz dégagé par la réaction

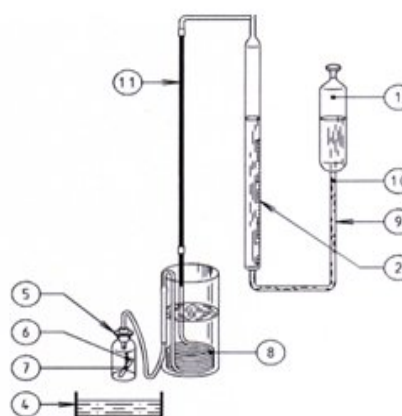


Fig.3.3: Schéma d'un Caldimètre

\* Une balance dont les portées minimale et maximale sont compatibles avec les masses à peser, et telle que les pesées sont effectuées avec une incertitude de 1/1000 de la valeur mesurée. Un tamis à maille carrée d'ouverture de maille inférieure ou égale à 400  $\mu$ m. Une pipette pour l'acide chlorhydrique, matériel courant de laboratoire, une étuve de dessiccation à température réglable à 105 °C.

### A.3.2. Matériau soumis à l'essai

Eau distillée, acide chlorhydrique concentré de densité 1,19 (qualité analytique reconnue), poudre de carbonate de calcium pur pour analyse, 10 gramme de bentonite séché.

## A.4. Paramètres d'état (limites d'Atterberg)

### A.4.1. Appareillage

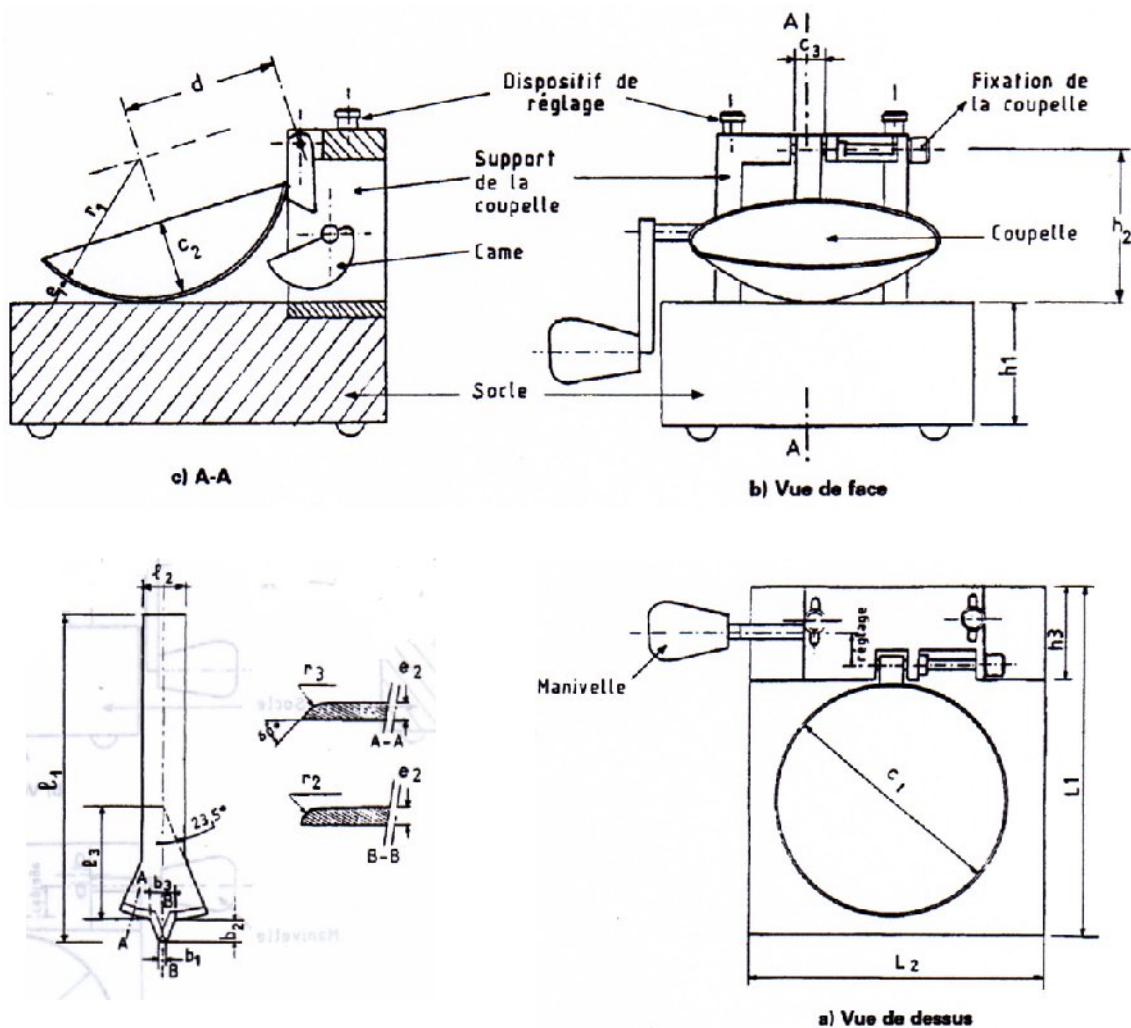
Le matériel nécessaire à la préparation du sol est distingué du matériel utilisé pour la détermination des limites.

Un récipient d'au moins 2 , un bac de dimensions minimales en centimètres 30x20x8, un tamis de 400 d'ouverture.

i. Matériel pour la détermination de la limite de liquidité : *Un appareil de Casagrande*

Il est représenté et se compose:

D'un socle en bois bakélite de masse volumique comprise  $1300 \text{ kg/m}^3$  et de contrainte de rupture en compression comprise entre 220 MPa ou en toute autre matière de même dureté, monté sur quatre pieds en caoutchouc.



**Fig. A.2** : Appareil de Casagrande et l'outil de rainure

D'un support métallique portant une coupelle et une came actionnée par une manivelle pour soulever la coupelle de 10 mm au-dessus du socle. Ce support métallique doit en outre, permettre le réglage de la hauteur de chute de la coupelle.

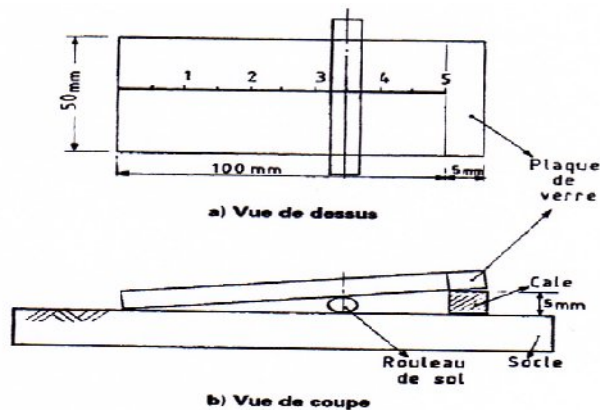
D'une coupelle en laiton chromé amovible, la forme d'une portion de sphère, leur surface interne de la coupelle est soit lisse.



Un outil à rainurer, d'une cale de 10 mm d'épaisseur. Une étuve de dessiccation. Une enceinte thermique ou une étuve de dessiccation à température réglable à 105°C et à 50°C. Balance de portées minimale et maximale compatibles avec les masses à peser et telle que les pesées sont effectuées avec une incertitude de 1/1000 de la valeur mesurée, des capsules ou boîtes de Pétri, spatules, truelles.

**ii. Matériel pour la détermination de la limite de plasticité**

Une plaque lisse en marbre ou en matériau équivalent pour le malaxage et la confection des rouleaux de sol, des capsules ou boîtes de pétri, des spatules, une balance. Une étuve, une plaque de verre de 5 cm de largeur et de 10,5 cm de longueur portant une graduation tous les 1cm et une cale de 0,5 cm ou tout autre dispositif permettant d'apprécier le diamètre des rouleaux de sol de  $3 \pm 0,5$  (mm).



**Fig. A.3** : Système d'évaluation du diamètre du rouleau de sol

**A.4.2. Matériau soumis à l'essai**

Après échantillonnage la bentonite et homogénéisation par brassage, une masse de matériau  $m$  est mise à imbiber dans un récipient d'eau à agitation mécanique pendant 24 heures.

Cette masse  $m$ , exprimée en grammes, doit être supérieure à 200 fois la dimension des plus gros éléments de sol appréciée visuellement et exprimée en millimètres. De même. Elle doit être telle que le tamisât au tamis de 400  $\mu$ m donne au moins 500g de particules solides.

Une fois imbibé, le matériau est tamisé par voie humide au tamis de 400  $\mu$ m, l'eau de lavage et le tamisât sont recueillis dans un bac.

Après une durée de décantation d'au moins 12 h, sans aucun additif destiné à accélérer le dépôt ni sans utilisation d'un procédé quelconque de centrifugation. L'eau claire du bac est siphonnée sans entrainer de particules solides, l'eau excédentaire est évaporée à une température ne dépassant pas 50 °C.

### A.4.3. Mode Opératoire

#### i. Détermination de la limite de liquidité :

Après le contrôle du fonctionnement de l'appareil il faut s'assurer que:

La largeur  $b_1$  de la pointe de L'outil à rainurer est inférieure à 2.2 mm, la hauteur de chute de la coupelle est de 10 mm (tolérance  $\pm 0,5\text{mm}$ ).

Le réglage se fait à l'aide d'une cale de contrôle de 10 mm d'épaisseur, si nécessaire la plaque coulissante de l'appareil de Casagrande est déplacée de telle sorte que la hauteur de chute de la coupelle soit égale à l'épaisseur de la cale. Lorsque la came, en commandé par la manivelle, positionnée la coupelle au point le plus haut.

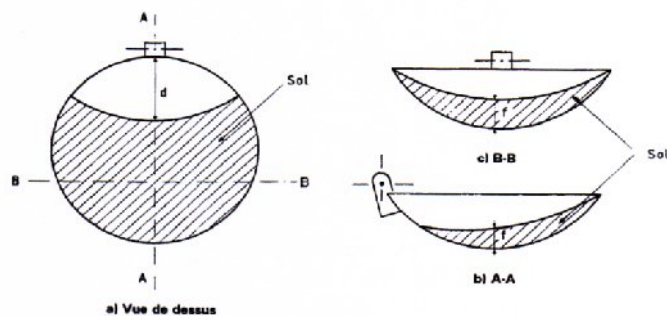


Fig. 3. 1. Remplissage de la coupelle de Casagrande

La totalité du tamisât est malaxée afin d'obtenir une pâte homogène et presque fluide.

En réparti avec la spatule, dans la coupelle propre et sèche, une masse d'environ 70g de pâte. Cette pâte étalée en plusieurs couches afin d'éviter d'emprisonner des bulles d'air, présente en fin d'opération un aspect symétrique comme indiqué sous dessus.

La pâte recouvre le fond de la coupelle, sauf sur une partie d'environ 3 cm et son épaisseur est au centre de l'ordre de 15 à 20 mm, en partage la pâte en deux. Au moyen de l'outil à rainurer, en le tenant perpendiculairement à la surface de la coupelle et en présentant sa partie biseauté face à la direction du mouvement.

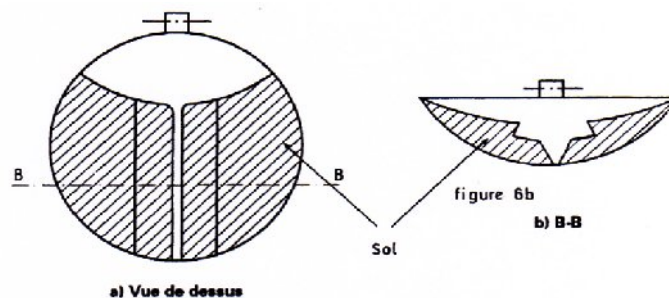


Fig. 3. 2. Réalisation de la rainure

En fixe délicatement a coupelle sur le support métallique de l'appareil de Casagrande.

La came est actionne de façon à soumettre la coupelle à une série de chocs à la cadence de 2 coups par seconde ( $2 \pm 0,25$ ).

En prend le nombre N de chocs nécessaires pour que les lèvres de la rainure se rejoignent sur une longueur d'environ 1 cm comme représenté suivant.

La fermeture de la rainure doit se produire par affaissement de la pâte dans sa masse et non par glissement sur la paroi de la coupelle. La coupelle rugueuse a pour but d'éviter ce glissement, elle doit être employée lorsque le phénomène se produit.

Si  $N$  est inférieur à 15, le processus est recommencé avec un matériau plus sec et homogénéisé à nouveau (le séchage peut être accéléré par une température inférieure à 50 °C).

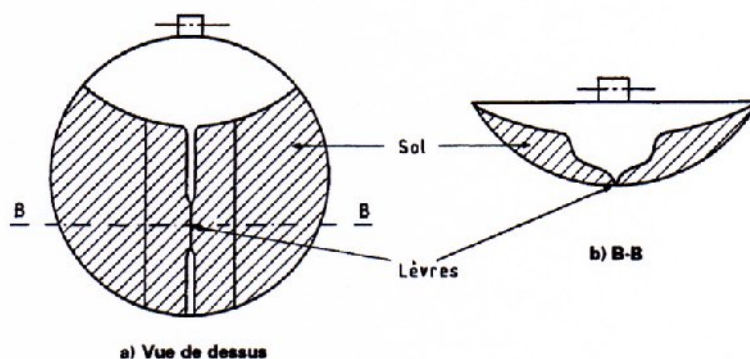


Fig. 3. 3. Fermeture de la rainure

Si  $N$  est supérieur à 35, l'opération est renouvelée sur un prélèvement de pâte auquel e été ajouté un peu d'eau distillée ou déminéralisée.

L'essai n'est poursuivi que lorsque  $N$  est compris entre 15 et 35.

En prélever dans la coupelle, à l'aide d'une spatule, environ 5 g de pâte, de chaque côté des lèvres de la rainure et au voisinage de l'endroit où elles se sont refermées, afin d'en déterminer la teneur en eau. Le prélèvement est placé dans une capsule ou boîte de Pétri de masse connue et pesé immédiatement avant d'être introduit dans l'étuve.

L'opération complète est effectuée quatre fois sur la même pâte, mais avec une teneur en eau différente à chaque fois.

Les nombres de chocs de la série d'essais doivent encadrer 25 et l'écart entre deux valeurs consécutives doit être inférieur ou égal à 10.

**ii. Détermination de la limite de plasticité**

En forme une boulette à partir de la pâte préparée, puis en roule la boulette sur une plaque lisse, à la main à l'aide d'une plaquette, de façon à obtenir un rouleau qui est aminci progressivement jusqu'à ce qu'il atteigne 3 mm de diamètre et 15 cm de longueur.

La cadence du mouvement de la main doit être régulière, l'amincissement du rouleau se fait de manière continue et sans effectuer de coupure dans le sens de sa longueur. Le rouleau au moment où il atteint un diamètre de  $3,0 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$  doit avoir environ 10 cm de longueur et ne doit pas être creux.

La limite de plasticité est obtenue lorsque, simultanément, le rouleau se fissure et que son diamètre atteint  $3 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$ .

Si aucune fissure n'apparaît, le rouleau est réintégré à la boulette. La pâte est malaxée tout en étant séchée légèrement, éventuellement sous un flux d'air chaud à une température inférieure à 50 °C, en reforme un nouveau rouleau.

En prélève, une fois les fissures apparues, la partie centrale du rouleau et la placer dans une capsule ou une boîte de pétri de masse connue, la peser immédiatement et l'introduire dans l'étuve.

En effectuer un deuxième essai sur une nouvelle boulette.

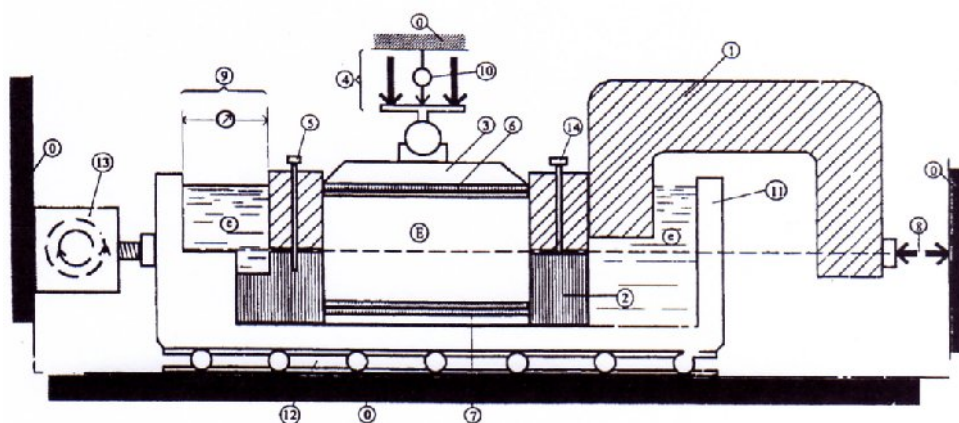
**A.5. Paramètre de comportement mécanique (essais de cisaillement)****A.5.1. Appareillage**

L'appareillage spécifique à l'essai comprend:

- Le bâti, La boîte de cisaillement.
- Le dispositif d'application de l'effort normal sur l'éprouvette, et le dispositif produisant le déplacement relatif horizontal entre les deux demi boîtes.
- Le système de mesurage des efforts, des déplacements et du temps.

**A.5.1.1. Le bâti**

Le bâti indéformable, sous l'effet des efforts appliqués supporte la boîte de cisaillement et son châssis et les maintient horizontalement avec une tolérance  $\pm 10$



**Fig. A.4** : Schéma de la boîte de cisaillement, 0 Bâti

1	Demi-boîte supérieure	9	Dispositif de mesure du déplacement relatif horizontal
2	Demi-boîte inférieure	10	Dispositif de mesure du déplacement vertical $h$
3	Piston rigide	11	Châssis étanche
4	Dispositif d'application de l'effort vertical centré sur le piston	12	Glissière sans frottement
5	Solidarisation des demi-boîtes	13	Système de déplacement à vitesse constante
6	Plaque drainante supérieure	14	Vis de soulèvement de la demi-boîte
7	Plaque drainante inférieure amovible		Eau déminéralisée
8	Dispositif de mesure de l'effort horizontal		Eprouvette de sol

#### **A.5.1.2. La boîte de cisaillement**

Une boîte de cisaillement comporte les éléments suivants:

- a) Deux demi boîtes (l'une inférieure, l'autre supérieure), carrée ( $L = 60 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$  ou  $100 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ ).
- b) La demi boîte supérieure est équipée de vis permettant un léger soulèvement.
- c) Un blocage ou une solidarisation des deux demi boîtes de telle façon qu'elles aient le même axe de symétrie intérieur.
- d) Un châssis étanche support de la demi boîte inférieure.
- e) Une plaque drainante à la base de la demi boîte inférieure.

f) Un piston rigide muni à sa base d'une plaque drainante, l'ensemble glissant librement dans la demi boîte supérieure, Ce piston possède en son centre, à sa partie supérieure, un logement pour la rotule transmettant l'effort vertical.

Les plaques drainantes (pierres poreuses,...) sont planes et reliées à des orifices pour la circulation des fluides.

Les matériaux utilisés sont inertes chimiquement vis-à-vis du sol et des fluides qu'il contient.

La surface de contact entre les deux demi boîtes est plane et lisse.

### **A.5.2. Système de mesure**

#### **i. Force verticale**

L'intensité de la force verticale constante ( ) est connue avec une incertitude de 1/100 de sa valeur.

#### **ii. Effort de cisaillement**

La mesure de l'effort horizontal ( $\tau$ ) s'effectue au moyen d'un capteur avec une incertitude de 1/100 de la valeur maximale lue au cours de l'essai.

#### **iii. Déplacements**

a) Le déplacement vertical  $\delta h$ , dans l'axe du piston placé à la partie supérieure de l'éprouvette, est mesuré par rapport à un repère fixe avec une incertitude de 0,05mm.

b) Le déplacement horizontal  $\delta$  des deux demi boîtes l'une par rapport à l'autre est mesuré au moyen d'un capteur avec une incertitude de 0,05 mm.

### **A.5.3. Matériel complémentaire**

Il comprend:

\* Une balance de portées maximale et minimale compatible avec les masses à peser et telle que les pesées sont effectuées avec une incertitude de 1/1000 de la valeur mesurée. Une enceinte thermique ou une étuve de dessiccation à température réglable à 50 °C et à 105 °C.

\* Les outils nécessaires au découpage et à la préparation des éprouvettes.

\* Un chronomètre donnant la seconde.