

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Ibn Khaldoun – Tiaret –



Faculté des Sciences de la Matière

Département des Physique

Mémoire

Présenté par

M^{elle} : ZERROUKI Soria

Pour obtenir le diplôme de

Master

Filière : physique

Spécialité: Génie des matériaux

Sujet :

Etude et évaluation des forces interparticulaires des poudres de ciment
sous consolidation

Soutenu le : 25 /05 /2016

Devant le jury:

M.BELARBI El-habib	Pr Université Ibn Khaldoun Tiaret	Président
M.YANALLAH Khalifa	Pr Université Ibn Khaldoun Tiaret	Examineur
M. TURKI Djamel	M.C.A Université Ibn Khaldoun Tiaret	Encadreur

ANNEE UNIVERSITAIRE : 2015/2016

Remerciement

Au terme de ce travail, je tiens à remercier en premier lieu Dieu Miséricordieux qui
M'a donné la force, le courage et la volonté d'achever cette modeste réalisation.

Je tiens tout d'abord à remercier mon directeur de thèses TURKI Djamel pour l'encadrement.

Je remercie également le président et les membres de jury d'avoir accepté d'examiner mon travail.

Je profite aussi de ces quelques lignes pour remercier vivement les personnes avec lesquelles j'ai eu l'occasion de collaborer au cours de ce travail. Je remercie tout d'abord Messieurs Dodds BAKI El-hadje .

A mes parents sans qui bien entendu je ne serais pas là aujourd'hui : pour leur soutien quotidien dans les bons comme dans les mauvais moments, leurs encouragements sans limites et pour avoir su être présents lorsqu'il le fallait.

Merci à mes sœurs et mes frères pour les conseils qui donner.

Un grand merci à ma famille qui m'a soutenue avec une confiance sans limite tout au long de ces années d'études.

Merci à mes amis : Ameer kheira, Si ziani Nacéra, Benbouchi Nacéra , Djalti Mereime ,Mazari Hanane , Boujnane saida ...etc.

Merci à tous ... pour ces belles années.

Soria

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

À ma mère,

À mon père,

À mon mari

À mes frères et sœurs,

À toute ma famille,

À tous les amis.

Sommaire

Introduction.....01

Chapitre 01: le ciment

I.1.Historique du ciment02

I.2.Définition du ciment03

I.3.Fabrication du ciment04

I.3.1.Les éléments principaux pour fabriquer le ciment.....04

I.3.2.Les étapes de fabrication de ciment04

I.4.Les différents types de ciments08

I.5.Caractéristiques de la poudre de ciment09

I.6.La masse volumique de ciment09

I.6.1.La masse volumique apparente.....09

I.6.2.La masse volumique absolue09

I.7.Propriétés physiques de ciment09

I.8.Influence des caractéristiques physiques09

I.9.Etude sur les poudres modèles10

I.10. Sociétés de production11

I.11.Conservation et stockage du ciment12

Chapitre 02 : classification de Geldart des poudres

II.2.Classification de Geldart des poudres.....13

II.2.Caractéristiques physiques des poudres15

II.3.Distribution granulométrique17

II.3.1.Matériaux granulaires.....	17
II.3.2.Définitions et classification	18
II.3.3.Analyses granulométriques	20
II.4.Mesure de la granulométrie des particules collectées	21
II.5.Cohésion	21
II.6.Mesures des masses volumiques apparentes	22

Chapitre 03 : Interactions physiques entre particules (Forces de Van der Waals)

III.1.Les forces interparticulaires	23
III.1.1.Les forces de dispersion ou forces de van der Waals	23
III.2. Analyse bibliographique.....	27
III.3.Théorie d’hamaker	28
III.3.1. Approximation de Derjaguin	28
III.3.2.Constante d’Hamaker	29
III.4. Essai de cisaillement	32
III.5.Consolidation.....	32
III.5.1.Le test de consolidation	32
III.6.Etudes de la consolidation des particules	34

Chapitre 04 : étude expérimentale

IV. Etude expérimentale	35
IV.1.Introduction	35
IV.2.L'appareil utilisé pour l'essai oedométrique.....	35
IV.3.Partie numérique	36
IV.3.1 Calcul de la porosité ξ	36
IV.3.2Essais de compressible.....	36
IV.4.Feuille d'essai oedimétrique.....	39
I.5.Calcul de la force de van der waals (Fvdw)	42
I.6. Force plastique	43
I.7. Force élastique	44
Conclusion	45

Références bibliographiques

Introduction générale

Introduction générale :

On constate ces dernières années un développement croissant des lits fluidisés, dans des domaines d'application divers tels que : la granulation, le mélange, la réaction chimique, le transfert de chaleur ou de masse, la combustion, l'enrobage, l'encapsulation etc .Ce développement a incité les chercheurs à s'intéresser aux applications autour des poudres de faible taille (poudre cohésive) [1].

Le comportement d'une poudre lors de sa fluidisation dépend directement des caractéristiques intrinsèques des grains (taille, morphologie, densité, état de surface), mais aussi des propriétés de la population constituant le lot de poudre (distribution en taille, masse volumique tassée et non tassée) [2].

Une série de caractérisations sur chaque lot de poudre a été pratiquée afin d'identifier leur groupe d'appartenance par rapport à la classification de Geldart [3], pour obtenir des informations sur leur comportement attendu en lit fluidisé et de bien connaître les caractéristiques des poudres avant traitement ou dépôt [4].

Dans cette recherche on a étudié les poudres de ciment vu leur importance pratique dans plusieurs domaines.

Chapitre 01: le ciment

I.1.Historique du ciment :

Le premier ciment vraiment moderne fut fabriqué en 1845 par Isaac Johnson, qui chauffa un mélange d'argile et de craie jusqu'à la clinkérisation, afin que les réactions nécessaires à la formation des composés hydrauliques aient lieu [5].

Les Romains furent sans doute les premiers à fabriquer des liants hydrauliques susceptibles de durcir sous l'eau. Pour cela, ils mélangeaient de la chaux et des cendres volcaniques de la région de Pouzzoles. C'est de là qu'est venu le terme bien connu de « pouzzolanique », qui se dit d'un matériau capable, en présence d'eau, de fixer la chaux [6].

En revanche, cette propriété d'hydraulicité du mélange ainsi constitué est restée totalement inexploquée jusqu'aux travaux de Louis Vicat qui élabore, en 1817, la théorie de l'hydraulicité et fait connaître le résultat de ses recherches. Il donne des indications précises sur les proportions de calcaire et de silice nécessaires pour constituer le mélange qui, après cuisson à la température convenable et broyage, sera un véritable liant hydraulique fabriqué industriellement : le ciment artificiel. L'industrie du ciment était née. Quelques années plus tard, en 1824, l'Écossais Aspdin donnait le nom de Portland au ciment qu'il fabriquait et qui égalait les performances de la pierre de cette région [6].



Fig 1:Schéma montrant le sac de ciment

I.2.Définition d'un ciment :

Le ciment est un liant hydraulique, c'est-à-dire une matière inorganique finement moulue qui, gâchée avec de l'eau, forme une pâte qui fait prise et durcit par suite de réactions et processus d'hydratation et qui, après durcissement, conserve sa résistance et sa stabilité même sous l'eau [7]. Le ciment est obtenu à partir d'un ou plusieurs constituants.

Le ciment : Le ciment est un liant hydraulique obtenu par cuisson (à 1450°C) et broyage d'un mélange de calcaire et d'argile [8].

Le ciment (du latin *Caementum*, signifiant pierre non taillée) est une matière pulvérulente formant avec l'eau ou avec une solution saline une pâte plastique liante, capable d'agglomérer, en durcissant, des substances variées. Il désigne également, dans un sens plus large, tout matériau interposé entre deux corps durs pour les lier.

C'est une gangue hydraulique durcissant rapidement et atteignant en peu de jours son maximum de résistance. Après durcissement, cette pâte conserve sa résistance et sa stabilité, même sous l'eau. Son emploi le plus fréquent est sous forme de poudre utilisée avec de l'eau pour agréger du sable fin et des graviers (granulats) pour donner le béton. Le mot " ciment " peut désigner différents matériaux comme par exemple :

- Le plâtre
- La Chaux commune,
- La pouzzolane naturelle
- Le ciment prompt,
- Le ciment Portland ou ciment artificiel

Un ciment artificiel est un produit provenant de la cuisson de mélanges artificiels (de la main de l'homme) de silice, d'alumine, de carbonate de chaux, sur lesquels l'eau n'a aucune action (ou qu'une action très lente avant la trituration) et qui, réduits en poudre mécaniquement, font prise sous l'action de l'eau en des temps variables suivant leur qualité [9].

I.3.La fabrication du ciment :

I.3.1.Les éléments principaux pour fabriquer le ciment [10] :

Carbonate de calcium	CaO	65 %
Silice	SiO₂	20 %
Alumine	Al₂O₃	10 %
Oxyde de fer	Fe₂O₃	5 %

Tableau1: les éléments principaux pour fabriquer le ciment [10].

I.3.2.Les étapes de fabrication de ciment : La fabrication du ciment se distingue en cinq étapes majeures :

- l'extraction
- la préhomogénéisation
- le séchage et le broyage
- la cuisson
- le broyage

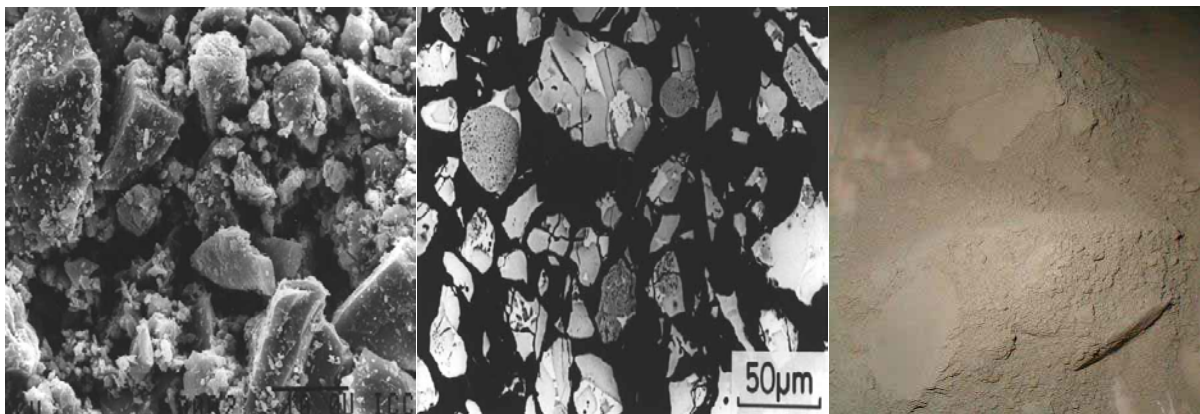


Fig 2 : Schémas montrant des grains de ciment [11].

- **Extraction :**

L'extraction consiste à extraire les matières premières vierges (comme le calcaire et l'argile) à partir de carrières naturelles à ciel ouvert. Ces matières premières sont extraites des parois rocheuses par abattage à l'explosif ou à la pelle mécanique. La roche est acheminée par des dumpers et/ou des bandes transporteuses vers un atelier de concassage. Les matières premières doivent être échantillonnées, dosées et mélangées de façon à obtenir une composition régulière dans le temps. La prise d'échantillons en continu permet de déterminer la quantité des différents ajouts nécessaires (oxyde de fer, alumine et silice) [12].

- **Préhomogénéisation :**

La phase de préhomogénéisation consiste à créer dans un hall un mélange homogène en disposant la matière en couches horizontales superposées, puis en la reprenant verticalement.

Le principe de la fabrication du ciment est le suivant: calcaires et argiles sont extraits des carrières, puis concassés, homogénéisés, portés à haute température (1450°C) dans un four. Le produit obtenu après refroidissement rapide (la trempe) est le clinker.

Un mélange d'argile et de calcaire est chauffé. Au début, on provoque le départ de l'eau de mouillage, puis au-delà de 100°C, le départ d'eau davantage liée. À partir de 400°C commence la décomposition en gaz carbonique (CO₂) et en chaux (CaO), du calcaire qui est le carbonate de calcium (CaCO₃).

Le mélange est porté à 1450-1550°C, température de fusion. Le liquide ainsi obtenu permet l'obtention des différentes réactions. On suppose que les composants du ciment sont formés de la façon suivante: une partie de CaO est retenu par Al₂O₃ et Fe₂O₃ en formant une masse liquide. Le SiO₂ et le CaO restant réagissent pour donner le silicate bicalcique dont une partie se transforme en silicate tricalcique dans la mesure où il reste encore du CaO non combiné. Ce sont ces silicates qui donnent l'essentiel des résistances dans le béton [12].

- **Séchage et le broyage :**

Le séchage et le broyage est l'étape visant à favoriser les réactions chimiques ultérieures. Les matières premières sont séchées et broyées très finement (de l'ordre du micron) dans des broyeurs à boulets (ou plus récemment, dans des broyeurs verticaux à meules, plus économes en énergie).

On distingue trois types principaux de "voies" en fonction du type de préparation :

- la voie humide : c'est la technique la plus ancienne. Elle est aussi la plus gourmande en énergie, nécessaire à l'évaporation de l'excédent d'eau.

Dans les deux techniques suivantes, les matières premières sont parfaitement homogénéisées et séchées sous forme de "*cru*" ou "*farine*".

- la voie sèche : la farine est introduite directement dans le four sous forme pulvérulente, après un préchauffage dans une tour à échangeurs thermiques.
- la voie semi sèche : avant introduction dans le four, la farine est transformée en "granules" par humidification dans de grandes "assiettes" rotatives inclinées.

Le cru est ensuite introduit dans un long four (60m à 200m) rotatif (1.5 à 3 tours par minute) tubulaire (jusqu'à 6m de diamètre), légèrement incliné (2 à 3 % d'inclinaison) [12].

- **Cuisson :**

Le cru va suivre différentes étapes de transformation lors de sa lente progression dans le four vers la partie basse à la rencontre de la flamme. Cette source de chaleur est alimentée au charbon broyé, fuel lourd, gaz, ou encore en partie avec des combustibles de substitution provenant d'autres industries, tels que le coke de pétrole, les pneus usagés, les farines animales, les huiles usagées.

La température nécessaire à la clinkerisation est de l'ordre de 1 450°C. L'énergie consommée se situe entre 3 200 et 4 200 k Joules par tonne de clinker, qui est le

produit semi fini obtenu à la fin du cycle de cuisson. Il se présente sous forme de granules grises.

A la sortie du four, un refroidisseur à grilles permet d'assurer la trempe des nodules incandescents et de les ramener à une température d'environ 100°C.

Le clinker est le résultat d'un ensemble de réactions physico-chimiques progressives (clinkerisation) permettant :

- La décarbonatation du carbonate de calcium (donnant la chaux vive)
- La scission de l'argile en silice et alumine
- La combinaison de la silice et de l'alumine avec la chaux pour former des silicates et des aluminates de chaux [12].
- **Broyage :**

Le clinker est ensuite finement broyé pour donner un ciment aux propriétés hydrauliques actives. Ce broyage s'effectue dans des broyeurs à boulets, dispositifs cylindriques chargés de boulets d'acier et mis en rotation.

Lors de cette étape, le gypse (3 à 5 %), indispensable à la régulation de prise du ciment, est ajouté au clinker. On obtient alors le ciment Portland.

Les **ciments à ajouts** sont obtenus par l'addition lors de la phase de broyage d'éléments minéraux supplémentaires contenus dans des matériaux tels que :

- le laitier de hauts fourneaux (résidus de la sidérurgie)
- les cendres volantes de centrales électriques
- les fillers calcaires (granulats)
- les pouzzolanes naturelles ou artificielles



Fig 3: schéma représente préparation de ciment.

I.4. Les différents types de ciments :

Les ciments peuvent être classés en cinq grandes familles et 27 variantes principales (voir la norme (en)EN-197-1-2000) pour plus de détails:

- **Ciment Portland** (noté CEM I)
- **Ciment Portland composé** (noté CEM II)
- **Ciments de hauts fourneaux** (noté CEM III)
- **Ciments pouzzolaniques** (noté CEM IV)
- **Ciments au laitier et aux cendres** ou **ciment composé** (noté CEM V) [12].

I.5. Caractéristiques de la poudre :

La surface spécifique (finesse Blaine) permet de mesurer la finesse de mouture d'un ciment. Elle est caractérisée par la surface spécifique ou surface développée totale de tous les grains contenus dans un gramme de ciment (norme NF EN 1966). Elle s'exprime en cm^2/g . Suivant le type de ciment, cette valeur est généralement comprise entre 2800 et 5 000 cm^2/g .

Le ciment sec est un matériau inorganique finement pulvérisé (poudre blanche ou grise sans odeur) [4].

I.6. La masse volumique de ciment :

I.6.1. La masse volumique apparente: représente la masse de la poudre par unité de volume (vides entre les éléments inclus). Elle est de l'ordre de 1000 kg/m^3 (1 kg par litre) en moyenne pour un ciment.

I.6.2. La masse volumique absolue :

Représente la masse de la poudre par unité de volume (vides entre les éléments exclus). Elle varie de 2900 à 3150 kg/m^3 suivant le type de ciment [4].

I.7. Propriétés physiques de ciment :

Diamètre particulaire moyen: $5-30 \mu\text{m}$

Solubilité dans l'eau ($T = 20 \text{ }^\circ\text{C}$) : légère ($0,1 - 1,5 \text{ g/l}$)

Masse volumique absolue : $2,75-3,20 \text{ g/cm}^3$

Masse volumique apparente : $0,9-1,5 \text{ g/cm}^3$

pH ($T = 20^\circ\text{C}$ dans l'eau): $11-13,5$

Point d'ébullition/de fusion : $> 1.250 \text{ }^\circ\text{C}$

Pression de vapeur, densité de vapeur, taux d'évaporation, point de congélation, viscosité : sans objet [4].

I.8. Influence des caractéristiques physiques :

On a vu que les grains de ciment contiennent plusieurs phases minérales de différentes réactivités. Leur hydratation transforme la surface des particules, libérant des ions au sein de la solution et créant ainsi des charges à la surface des particules. Ces charges favorisent la floculation des particules de ciment.

I.9. Etude sur les poudres modèles :

Comme on l'a vu, les ciments sont des poudres complexes comportant différentes phases. Les compositions minéralogique et chimique des différentes fractions granulométriques peuvent être également différentes.

Certains ciments peuvent aussi contenir des additions minérales, telles que les fumées de silice, les cendres volantes, les laitiers, etc. Les ciments ont des teneurs en C3 A variables. L'importance de la réactivité de C3 A sur la rhéologie des pâtes de ciment est bien connue. Au cours de l'hydratation du matériau, la surface des particules et la composition chimique de la solution changent au cours du temps, entre le mélange de l'eau et du ciment et son durcissement. Les suspensions de ciment forment donc un système extrêmement complexe, rendant l'étude des interactions ciment/superplastifiant très difficile [7].

Formant des systèmes moins complexes et mieux définis, les poudres modèles ont été utilisées à la place du ciment pour étudier les interactions avec les superplastifiants. Des études sur la silice amorphe et sur l'oxyde de titane ont montré que l'adsorption du PNS est fortement influencée par le pH de la suspension. En effet, elle est maximum pour un pH égal à 3 mais elle est négligeable pour les pH alcalins. Ce comportement peut être expliqué par la variation de charge de surface des particules. L'oxyde de titane a son point isoélectrique aux alentours de 6. Pour des pH inférieurs à cette valeur, la particule a une charge de surface positive; pour des pH supérieurs à cette valeur, la surface de la particule est chargée négativement. Le PNS étant un polyélectrolyte anionique comme la plupart des superplastifiants, il s'adsorbe peu sur des particules dont la surface est chargée négativement à cause des répulsions électrostatiques. Cela explique donc que l'adsorption du PNS dépende du pH. A cause de l'importance de ces interactions, il est préférable pour une meilleure représentation que la poudre modèle ait une charge de surface semblable à celle du ciment.

De nombreuses autres poudres ont été étudiées, comme les α -alumines, le trihydroxyde d'aluminium $\text{Al}(\text{OH})_3$, le gypse, le kaolin, le graphite, la portlandite, l'attapulgite et le carbonate de calcium (CaCO_3).

Les ciments possèdent également une large distribution de taille de particules. Les particules de ciments sont probablement réparties sur plusieurs régimes décrits par ce

diagramme, en particulier, les régimes de friction, d'interactions colloïdales, de lubrification et d'effets hydrodynamiques. Ces différentes interactions jouent probablement un rôle important sur le comportement des pâtes de ciment, des mortiers et bétons frais sous contraintes de cisaillement [7].

I.10. Sociétés de production :

La production mondiale de ciment est dominée par quelques groupes internationaux occidentaux (classement à fin 2005) :

- Lafarge, France, n°1 mondial
- Holcim, Suisse, n°2 mondial
- Cemex, Mexique, n°3 mondial
- HeidelbergCement, Allemagne, n° 4 mondial
- Italcementi, Italie, n°5 mondial

Mais il existe également de nombreux producteurs indépendants, par exemple

- France
 - Vicat
- Algérie : ERCE-GIC [11].

I.11. Conservation et stockage du ciment :

Le ciment, liant hydraulique, réagit avec l'eau, doit être protégés contre l'humidité et les intempéries.

Recommandations :

- Stockage du ciment dans des silos (Grand chantier).
- Les sacs de ciment doivent être protégés contre l'humidité :

- Utiliser des palettes pour isoler du sol
- Stocker le ciment de préférence à l'intérieur de locaux secs.
- Couvrir de polyane [8].

Chapitre 02 : Classification de Geldert des poudres

II.2. Classification de Geldart des poudres :

L'aptitude des poudres à être fluidisées varie de manière importante suivant le système gaz – solide considéré. Ce sont principalement les caractéristiques des particules qui influent sur la qualité de la fluidisation, en particulier leur taille et leur densité. A partir de ces caractéristiques, Geldart [3] a proposé une classification des poudres qui permet d'appréhender leur comportement dans un lit fluidisé (Figure 3). Il a ainsi pu différencier quatre groupes distincts [13] :

Le comportement hydrodynamique des couches fluidisée dépend des propriétés physique des particules D.GELDART présente une classification des poudres qui repose sur l'aptitude qu'a chaque taille de poudre sur l'hydrodynamique des lits fluidisée cette classification distingue quatre groupes A,B,C et D selon la masse volumique des particules et leur diamètre moyen. Elle est faite aussi en fonction des propriétés du gaz de fluidisation et notamment de sa masse volumique ; suivant le critère hydrodynamique les quatre groupes sont définis comme suit [41] :

➤ **Le groupe A :**

Caractérisé par des particules de petites tailles et de faible masse volumique, $20 < d_p < 100 \mu\text{m}$ et $\rho_p < 1400 \text{Kg/m}^3$ et par une expansion du lit avant l'application des bulles. Exemple : les catalyseurs de craquage d'hydrocarbures etc [1].

Concerné les poudres fines (20 à 150 m) et légères (moins de 1500 kg/m³) pour lesquelles la vitesse minimale de bullage est toujours supérieure à la vitesse au minimum de fluidisation. Entre U_{mf} et U_{mb} , la fluidisation est de type particulaire avec une forte expansion par rapport à l'état fixe et parfois une légère tendance a la formation de canaux préférentiels. Au-de là de U_{mb} , de petites bulles apparaissent. La fluidisation de ces particules est aisée. Lorsque l'on arrête l'alimentation en gaz, la fluidisation est lente [13].

➤ **Le groupe B :** possède les caractéristiques suivantes :

$$40 < d_p < 500 \mu\text{m}$$

$$1400 < \rho_p < 4000 \text{Kg/m}^3$$

Les bulles apparaissent dès que le débit au minimum de fluidisation est dépassé .l'expansion du lit est faible et la taille des bulles augmente avec l'augmentation du débit gazeux [1].

Chapitre 02 : Classification de Geldart des poudres

Regroupe des particules dont la taille moyenne est en général comprise entre 80 et 800 μm et la masse volumique entre 1500 et 4000 kg/m^3 . Le bullage apparait dès la mise en fluidisation ($U_{mf}=U_{mb}$) et les risques de renardage (passage préférentiel) sont faibles. La fluidisation est facile et la fluidisation est rapide [13].

➤ Le groupe C :

Caractérisé par une fluidisation difficile des particules ayant tendance à s'agglomérer (particules cohésives) pour former des cheminées par lesquelles le gaz traverse la couche solide en court circuitant les particules.

Cette classe concerne les petites particules de diamètre inférieur à 30 μm et de faible masse volumique. L'expansion des couches est faible.

Exemple : la farine, le talc, etc [1].

Rassemble les poudres très fines ($< 30 \mu\text{m}$), et très cohésives dont les meilleurs exemples sont la farine ou le talc. Ces poudres sont difficiles à fluidiser du fait de l'existence d'importantes forces inter particules, spécialement de type Van der Waals. Des phénomènes de renardage, de pistonnage voire d'agglomération de la poudre se produisent dans ces lits.

La frontière entre les groupes A et C n'est pas bien définie, elle dépend notamment de l'humidité du gaz et de la résistivité et de la permittivité relative des particules [13].

➤ Le groupe D :

Ce type de poudre est appelé en générale grosses particules, le régime d'écoulement du gaz autour de ces particules est du type turbulent et ce groupe est caractérisé par $d_p > 600 \mu\text{m}$ et $\rho_p > 4000 \text{ Kg}/\text{m}^3$.

Il s'agit donc de matériaux denses et de particules de diamètre important.

Exemple : les céréales, plomb de chasse, etc [1].

Concerne des poudres denses et de fort diamètre ($>800 \mu\text{m}$). Leur mise en fluidisation se fait en général dans des lits à jet, c'est-à-dire des lits fluidisés sans grille distributrice.

En plus des caractéristiques des particules, d'autres paramètres, notamment la géométrie de la colonne de fluidisation et le mode de distribution du débit gazeux influent sur la qualité de fluidisation [14].

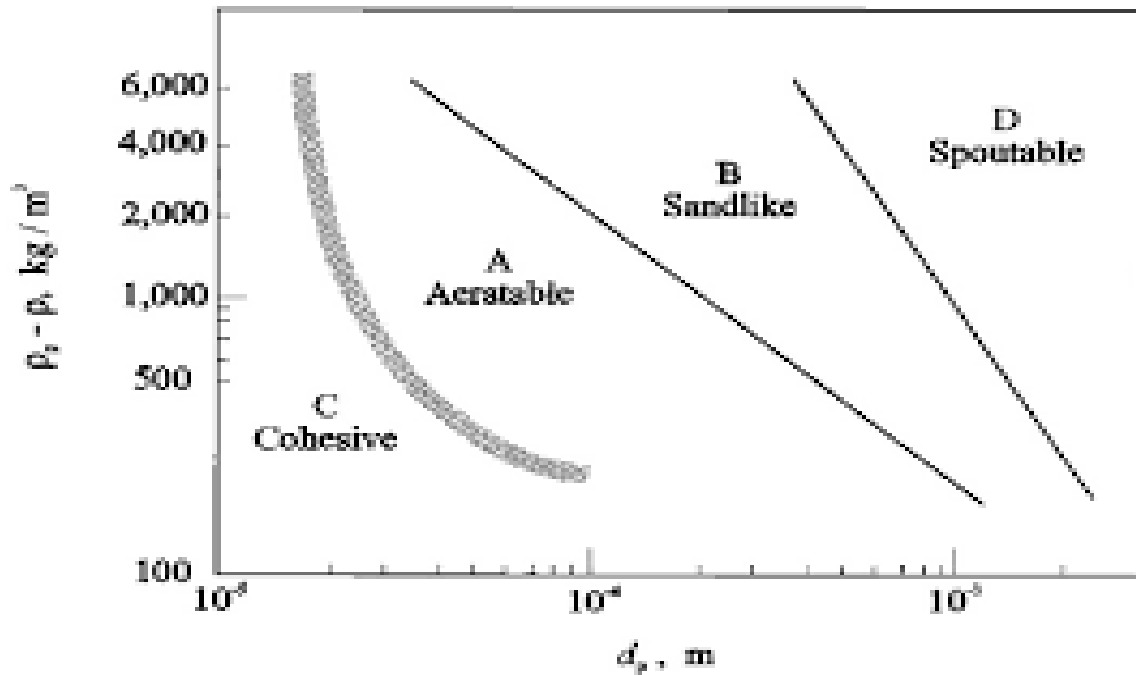


Fig 3 : schéma représente Classification de Geldart des poudres.

II.2.Caractéristiques physiques des poudres :

Nous décrivons dans ce paragraphe les différentes caractéristiques physiques des poudres ainsi que les méthodes permettant de les mesurer et l'interprétation qui peut être faite à partir des valeurs obtenues.

a. Coulabilité :

Cette propriété se définit comme étant l'aptitude d'une poudre à s'écouler de manière continue [15], ayant fait le constat qu'il n'était pas possible d'estimer la coulabilité d'une poudre à partir d'un seul type de mesure, a développé une méthode quantitative consistant à évaluer certaines propriétés de la poudre à partir de différents tests. La coulabilité est donc exprimée à l'aide d'un indice estimé à partir des résultats obtenus à ces tests et exprimés sous forme de notes. Cet indice de coulabilité a été utilisé pour caractériser de nombreuses poudres [16].

Pour déterminer la coulabilité d'une poudre, il est nécessaire d'effectuer des mesures de différentes caractéristiques telles que les masses volumiques apparentes et les angles caractéristiques de la poudre. Nous présentons dans la suite ces différentes propriétés et quelques techniques permettant de les déterminer.

b. Compacité

Un paramètre essentiel caractérisant les milieux granulaires est la compacité, Encore appelée fraction volumique de solide, qui nous renseigne sur le « taux de remplissage » d'un volume donné [17] et qui est définie à l'aide de l'équation suivant :

$$C = V_{\text{solide}} / V_{\text{total}}$$

Où V_{solide} est le volume total des particules et V_{total} est le volume total occupé par l'échantillon de poudre (particules et volume inter particulaire).

La fraction volumique d'un empilement granulaire dépend fortement de sa préparation. Ainsi, suivant le mode de fabrication, il sera possible d'obtenir un empilement lâche (faible compacité) ou dense (forte compacité). Cet empilement pourra alors évoluer d'une configuration vers une autre en fonction des sollicitations extérieures (vibrations, cisaillement, variation de température, etc.) [18] [19]. La valeur maximale de la compacité d'une poudre correspond à un état ordonné dans lequel chaque particule occupe une place telle que le volume inter particulaire soit minimal.

c. Porosité :

La porosité est la grandeur complémentaire de la compacité, elle traduit le volume relatif des vides dans un matériau. Elle est définie par la relation suivante :

$$\varepsilon = 1 - C$$

De la même manière que la compacité, la porosité est fonction du tassement de la poudre et elle est également fonction du nombre de points de contact entre les particules.

d. Fluidisation des poudres :

Une autre propriété remarquable d'une poudre est son aptitude à être fluidisée. La fluidisation est le phénomène qui consiste à donner à des solides, plus ou moins finement divisés, les propriétés d'un fluide grâce à leur mise en suspension dans un gaz ou un liquide.

Cette propriété, qui trouve des applications industrielles variées dans de nombreux domaines comme par exemple le traitement des effluents gazeux ou liquide, la chimie, le transport pneumatique, fait l'objet de nombreux ouvrages et travaux tant expérimentaux que théoriques [20] [21].

Chapitre 02 : Classification de Geldart des poudres

Au cours de l'opération de fluidisation, l'état de la suspension va changer en fonction de la vitesse du courant gazeux. En effet, si les particules sont placées sur une plaque du type tôle perforée ou plaque poreuse, en formant ainsi une couche régulière, et si un courant gazeux ascendant passe au travers de la plaque, on peut observer toute une série de phénomènes, allant de la non fluidisation à l'entraînement des particules, suivant la vitesse du courant gazeux. Compte tenu des caractéristiques physiques des particules, l'opération de fluidisation n'est pas réalisable avec toutes les poudres. Pour des particules de très petite taille, pour lesquelles les forces de contact entre grains sont très importantes par rapport aux forces extérieures, il peut y avoir apparition d'un phénomène de « renardage » (circulation du gaz par de petits geysers) et il sera pratiquement impossible d'atteindre l'état fluidisé. Il en est de même pour les très grosses particules qui offrent, du fait des espaces interstitiels importants, des chemins préférentiels au courant gazeux [9].

II.3. Distribution granulométrique :

II.3.1 Matériaux granulaires :

Le terme « milieux granulaires » désigne les matériaux formés d'une collection de particules comme le sable, les céréales ou autres poudres. Ces matériaux se retrouvent dans de nombreux secteurs industriels allant de l'agro-alimentaire aux industries pharmaceutiques en passant par l'industrie du bâtiment. En géophysique, les milieux formés de grains sont également omniprésents [22] : les avalanches, les glissements de terrain, le mouvement des dunes de sable sont quelques exemples de phénomènes liés à ces matériaux. Outre ce large champ d'applications, les milieux granulaires constituent un domaine de recherche fondamentale très riche, leurs propriétés physiques et dynamiques étant encore très mal comprises. Ceci explique le nombre croissant de travaux de recherche sur les matériaux granulaires et l'abondante littérature qui s'y rapporte [23] [24].

Nous exposons dans la suite la classification des matériaux granulaires et certaines caractéristiques intervenant sur leurs comportements et permettant d'expliquer par exemple les phénomènes d'écoulement, de répartition des forces, de formations de voûtes [28].

Chapitre 02 : Classification de Geldart des poudres

La granulométrie a pour objet la mesure de la taille de particules élémentaires ou de grains. Les méthodes qui permettent cette mesure doivent être reproductibles
Laboratoire central des Ponts et Chaussées, Granulométrie, Bulletin de Liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées, Ministère de l'Équipement et du Logement, Paris, 1988

II.3.2. Définitions et classification

Le terme milieu granulaire est un terme générique utilisé pour désigner une vaste famille de matériaux [26]. ont proposé une terminologie et des définitions propres aux matériaux granulaires qui sont encore utilisées aujourd'hui (figure 4). Ainsi, les matériaux granulaires sont classés en différentes catégories pouvant elles-mêmes être subdivisées le cas échéant.

Un matériau granulaire est donc un ensemble de solides discrets qui restent en contact. Cette définition exclut tout ce qui concerne les lits fluidisés, les suspensions et autres milieux peu concentrés [25].

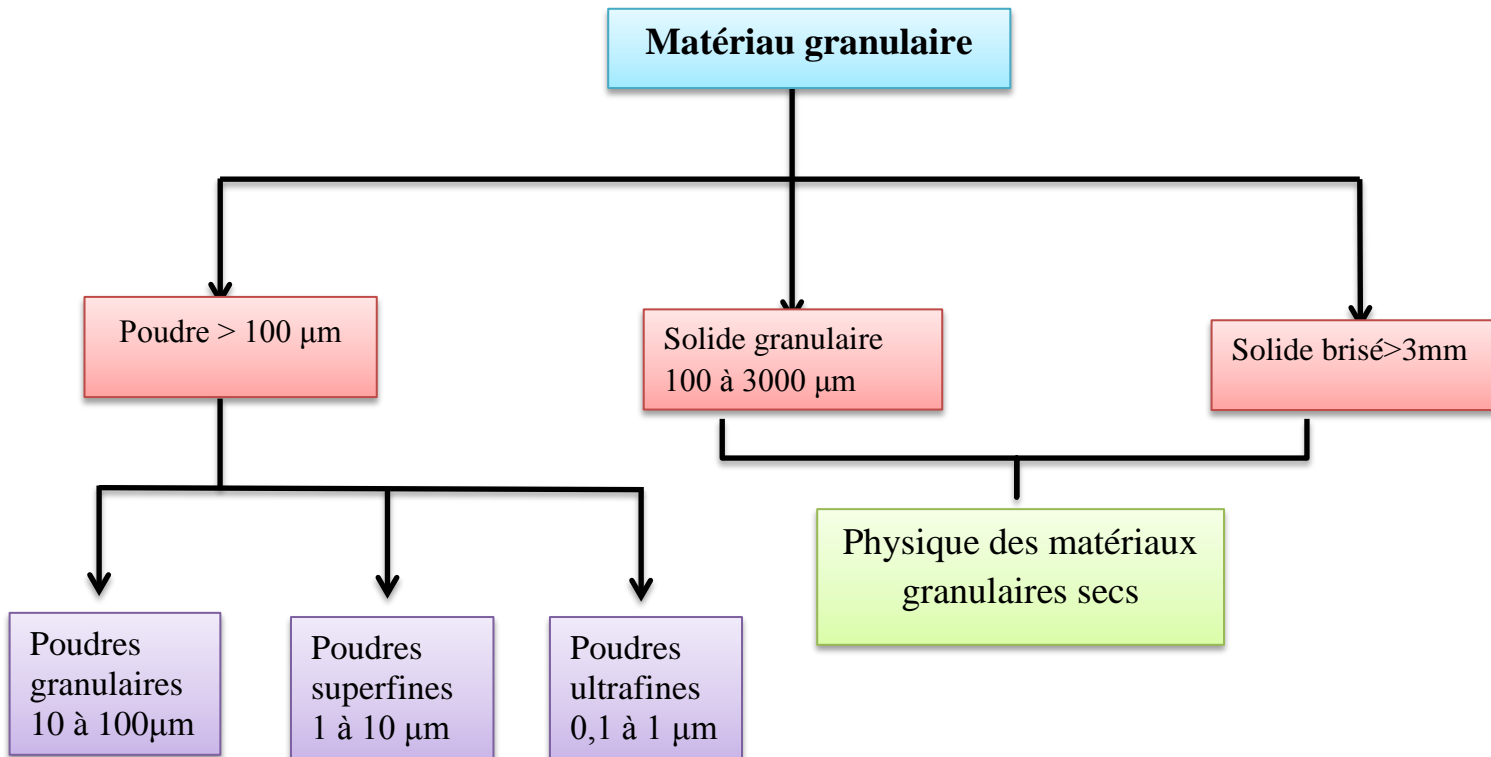


Figure 04 : Classification des matériaux granulaires [25].

Les milieux granulaires présentent un comportement original, intermédiaire entre celui des trois états de la matière. En effet, une poudre résiste, dans une certaine mesure, à l'écrasement et au mouvement comme les solides, elle peut s'écouler comme les liquides et elle peut être compressée comme les gaz [27] [28]. Par exemple, lorsqu'une poudre est contenue dans un réservoir elle va se comporter comme un liquide ou comme un solide selon l'inclinaison donnée au réservoir. Cette transition entre le comportement liquide et solide est la propriété la plus remarquable des milieux granulaires. Néanmoins, contrairement aux liquides et aux solides dont les propriétés et le comportement sont bien connus, les milieux granulaires sont un état hybride de la matière dont la description est encore largement phénoménologique.

Après cette brève description de la classification, nous allons voir maintenant plus particulièrement les différentes propriétés physiques permettant de caractériser les matériaux granulaires.

II.3.3. Analyses granulométriques :

Il existe différentes techniques d'analyses granulométriques basées sur des principes variés [29]. Des analyses granulométriques de chacune des poudres sont réalisées au moyen de trois dispositifs d'analyse, mettant en œuvre trois techniques qui sont couramment employées.

a. Granulomètre Coulter Multi-Sizer II :

Cette méthode est basée sur la technique Coulter et permet de réaliser une mesure de la granulométrie des échantillons à la fois en nombre et en volume en fonction du diamètre équivalent en volume des particules [29] [30].

Le principe de fonctionnement de ce compteur, illustré sur (**figure 5**), est basé sur la variation de résistance d'un liquide électrolyte provoquée par les particules, qui sont au préalable mises en suspension dans ce liquide. La résistance est mesurée entre deux électrodes placées de part et d'autre d'un orifice calibré au travers duquel les particules sont aspirées. A chaque fois qu'une particule traverse cet orifice, elle déplace son propre volume d'électrolyte provoquant ainsi une variation de résistance proportionnelle au volume de liquide déplacé. Chaque particule est donc comptée de façon individuelle et son volume est mesuré [29].



Fig 5 : schéma montrant le principe de fonctionnement méthode Granulomètre Coulter Multi-Sizer II

Chapitre 02 : Classification de Geldart des poudres

Le point délicat de cette méthode est la mise en suspension de l'échantillon à analyser dans le liquide électrolyte, ainsi que l'obtention et le maintien de l'homogénéité de cette suspension devant l'orifice lors de la mesure. De plus, la concentration de l'échantillon dans la suspension ne doit pas être trop élevée. En effet, la probabilité de passage dans l'orifice de plusieurs particules en même temps doit être faible afin que des phénomènes de coïncidence ne faussent pas la mesure. Les analyses granulométriques ont été effectuées après mise en suspension de l'échantillon de poudre dans un bécher contenant une solution électrolyte (ISOTON - Beckman-Coulter). L'orifice calibré utilisé a un diamètre de 200 μm , permettant de mesurer des particules dont les diamètres sont compris entre 4 et 120 μm . Au cours des mesures, un agitateur en verre a été utilisé afin d'homogénéiser l'échantillon. Au préalable, un procédé a été effectué par un étalonnage de l'orifice de mesure utilisé à l'aide de billes de latex mono dispersées, de différents diamètres, afin de s'assurer de la linéarité de la réponse de l'appareil sur la gamme de mesure de l'orifice. Les résultats de cet étalonnage, montrent la bonne adéquation entre les mesures réalisées et les valeurs de référence des particules utilisées, ainsi que la linéarité de la réponse de l'appareil sur la gamme de mesure considérée.

II.4. Mesure de la granulométrie des particules collectées :

Les distributions granulométriques des particules collectées sont mesurées à l'aide du granulomètre Coulter Multi-Sizer II dont le principe de fonctionnement a été présent précédemment. Les analyses granulométriques des échantillons sont réalisées à l'aide du même orifice de mesure que celui utilisé pour les poudres afin de pouvoir par la suite comparer les granulométries. De plus, un agitateur en verre est utilisé au cours des mesures afin d'assurer l'homogénéisation des échantillons.

Les caractéristiques physiques d'une poudre dépendent de paramètres tels que la taille, la forme et la masse volumique des particules [31] mais également de l'arrangement de celles-ci les unes par rapport aux autres.

II.5. Cohésion :

La cohésion dans les milieux granulaires a de multiples origines possibles, aussi bien de type physique que chimique. Les mécanismes de cohésion sont pour la plupart des

Chapitre 02 : Classification de Geldart des poudres

phénomènes locaux qui permettent de lier des grains entre eux, contribuant ainsi à la tenue mécanique du milieu granulaire dans son ensemble.

Une poudre cohésive est définie comme une poudre qui ne s'écoule pas librement. En réalité, ce type de poudre cohésive présente des interactions interparticulaires plus importantes que le simple effet de la force de la gravité sur ces particules. Ainsi, si le poids des particules est insuffisant pour vaincre cette cohésion et rompre les interactions entre les particules, l'écoulement n'a pas lieu. Nous décrivons dans la suite brièvement les principales forces de cohésion [25].

II.6. Mesures des masses volumiques apparentes :

Les masses volumiques apparentes des échantillons de poudres ont été déterminées à l'aide de l'appareil Powder Tester (Hosokawa Micron), qui utilise la méthodologie développée par [15]. Ainsi, les masses volumiques apparentes sont déterminées en mesurant les masses de poudres nécessaires pour remplir un réservoir eninox de 100 ml de volume. Pour la mesure de la masse volumique en vrac, la poudre passe préalablement à travers un tamis avant de tomber à l'intérieur du réservoir ce qui permet d'obtenir une répartition homogène de la poudre dans le récipient. Une fois le réservoir rempli, celui-ci est arasé pour enlever l'excès de poudre puis sa masse est mesurée.

L'autre mesure possible avec cet appareil est celle de la masse volumique tassée. Pour cela, il faut installer une rehausse sur le réservoir et verser une quantité supplémentaire de poudre à l'intérieur de ce dispositif (réservoir + rehausse). Ensuite, un piston situé sous le réservoir applique des chocs sur ce dernier pour tasser la poudre. Après l'étape de tassement, la rehausse est retirée, le réservoir arasé et la masse mesurée [25].

Chapitre 03 : Interactions physiques entre particules (Forces de Van Der Waals)

III.1. Les forces inter particulaires :

III.1.1. Les forces de dispersion ou forces de van der Waals :

Dans le courant du XIX^{ème} siècle, les forces de dispersion ont été découvertes lors d'observations microscopiques de suspensions colloïdales. Les particules ont tendance à former des agglomérats à la suite de collisions, induites par le mouvement Brownien. Cela indique la présence de forces d'attraction entre les particules. Ces forces sont connues sous le nom de forces de van der Waals.

Les forces de van der Waals sont la somme de trois forces: les forces de Keesom, les forces de Debye et les forces de London [32].

$$F_{vdW} = F_{Keesom} + F_{Debye} + F_{London}$$

En chimie[30], une **force de van der Waals**, **interaction de van der Waals** ou **liaison de van der Waals** est une interaction électrique de faible intensité entre atomes, molécules, ou entre une molécule et un cristal. Bien qu'il soit possible de décrire sommairement cette interaction en considérant les forces électriques qui sont présentes entre tous les couples de charges électriques qui forment ces atomes et ces molécules en définitive, c'est un phénomène qui ne peut bien se comprendre que dans le cadre de la physique quantique. Ces forces ont été nommées en l'honneur du physicien néerlandais Johannes Diderik van der Waals (1837 — 1923), prix Nobel de physique 1910, qui fut le premier à introduire leurs effets dans les équations d'état des gaz en 1873 (voir Gaz de van der Waals et Équation d'état de van der Waals).

On retrouve les effets de cette force à l'extrémité des pattes du gecko, assurant ainsi leur forte adhésion sur du verre.

Chapitre 03 : Interactions physiques entre particules (Fvdw)

Les forces de van der Waals ont trois origines :

- L'interaction électrostatique attractive ou répulsive entre deux multipôles permanents selon leurs orientations (effets d'orientation). On les appelle les forces de Keesom.
- L'interaction attractive entre un multipôle permanent et un multipôle induit (effets d'induction). On les appelle les forces de Debye.
- L'interaction électrostatique attractive entre deux multipôles induits (effets de dispersion). On les appelle les forces de London [33].

L'énergie des forces de van der Waals $E_{\text{van der Waals}}$ peut donc se formuler de la façon suivante :

$$E_{\text{van der Waals}} = -\frac{1}{r^6} \left[\underbrace{\frac{\mu_1^2 \cdot \mu_2^2}{3(4\pi \cdot \epsilon_0 \cdot \epsilon)^2 \cdot k_B \cdot T}}_{E_{\text{Keesom}}} + \underbrace{\frac{\mu_1^2 \cdot \alpha_2 + \mu_2^2 \cdot \alpha_1}{(4\pi \cdot \epsilon_0 \cdot \epsilon)^2}}_{E_{\text{Debye}}} + \underbrace{\frac{3}{4} \cdot \frac{h \cdot \nu \cdot \alpha_1 \cdot \alpha_2}{(4 \cdot \pi \cdot \epsilon_0)^2}}_{E_{\text{London}}} \right]$$

Les trois termes de cette expression peuvent être décomposés de la manière suivante [36] :

$$E_{\text{Keesom}} = -\frac{1}{r^6} \left[\frac{\mu_1^2 \cdot \mu_2^2}{3(4\pi \cdot \epsilon_0 \cdot \epsilon)^2 \cdot k_B \cdot T} \right]$$

Cette énergie est liée aux forces de Keesom, dues à l'interaction entre deux molécules polaires [33].

L'interaction dipôle-dipôle est beaucoup plus faible qu'une interaction ion-dipôle puisque l'interaction se produit entre charges partielles. L'énergie potentielle typique de ce type d'interaction est de l'ordre de 2 kJ/mol. Elle varie de façon inversement proportionnelle avec la distance à la puissance 6 entre le centre des dipôles de chacune de ces molécules [34].

Chapitre 03 : Interactions physiques entre particules (Fvdw)

$$E_{\text{Debye}} = -\frac{1}{r^6} \left[\frac{\mu_1^2 \cdot \alpha_2 + \mu_2^2 \cdot \alpha_1}{(4\pi \cdot \epsilon_0 \cdot \epsilon)^2} \right]$$

Cette énergie est liée aux forces de Debye, dues à l'interaction entre une molécule polaire et un dipôle induit.

$$E_{\text{London}} = -\frac{1}{r^6} \left[\frac{3}{4} \cdot \frac{h \cdot \nu \cdot \alpha_1 \cdot \alpha_2}{(4 \cdot \pi \cdot \epsilon_0)^2} \right]$$

Cette énergie est liée aux forces de London, dues à l'interaction entre deux dipôles induits [33].

Ici, on a utilisé les notations suivantes [35] :

- ϵ_0 est la constante diélectrique du vide ;
- h la constante de Planck ;
- k_B la constante de Boltzmann ;
- T la température absolue ;
- r la distance moyenne entre les molécules considérées ;
- μ les moments dipolaires des molécules considérées ;
- ν , la fréquence électronique d'absorption (Hz) ;
- α les polarisabilités électroniques.

Ces forces peuvent s'exprimer de manière différente, lorsque les distances entre les molécules mises en jeu deviennent plus grandes que quelques nanomètres. Il faut alors prendre en compte les *effets de retard* dus à la propagation de la lumière avec une vitesse finie (forces de Casimir-Polder).

Les forces de van der Waals peuvent expliquer le phénomène responsable de la capacité des geckos à rester collé aux surfaces. Par plusieurs moyens, des chercheurs tentent de mettre en application cette qualité sous la forme d'un produit adhésif. Le but que les chercheurs se sont fixé est de créer un produit étant deux cents fois plus adhérent que le matériel naturel (gecko) [36]. DARPA (Defense Advanced Research Projects Agency) est présentement en train de développer un moyen qui permettrait à

Chapitre 03 : Interactions physiques entre particules (Fvdw)

un soldat de grimper un mur à une vitesse de 0,5 m/s dans le cadre du projet Z-Man. Les expériences en laboratoire mettent à l'essai de nouvelles technologies nano adhésives reprenant les propriétés des forces de van der Waals. Des chercheurs tels que les Dr. Ali Dhinojwala, Betul Yurdumakan, Nachiket Raravikar et Pulickel Ajayan à l'Université d'Akron et l'Institut Polytechnique Rensselaer de New-York aux États-Unis ont mis au point un matériel à base de colonnes de nanotubes qui réagirait un peu comme les pattes d'un gecko bien que quatre fois plus collant que celles-ci. L'avantage de cette nanotechnologie est le fait que le matériel adhère solidement mais qu'il peut ensuite être retiré sans perdre aucune adhérence et par conséquent être réutilisé [37]. Les développements financés par la DARPA auprès de l'Université du Massachusetts (UMass) ont donné lieu à la création en février 2012 d'un matériau baptisé "Geckskin" (litt. peau de gecko) capable de supporter plusieurs centaines de kilogrammes avec environ 100 cm² de produit [38].

Les forces inter particulaires sont difficiles à contrôler, mesurer ou à modéliser. Généralement l'écoulement des poudres est déterminé à partir de la taille des particules primaires. Pour des poudres fines, les forces interarticulaires sont plus importantes que les forces de gravité, par conséquent, ceci résulte de la formation des agglomérats instables qui réduisent l'écoulement des poudres.

Les forces interparticulaires sont considérables et contrôlent le comportement micronique et nanométrique des particules du lit de poudre. Cette attraction physique est l'effet combiné de la grande intensité interne des forces entre les particules primaires. Dans le cas d'un système particulaire dans l'air et lorsque la taille et la distance entre les particules est très faible, ce sont essentiellement les forces de Van der Waals qui prédominent plutôt que les autres forces d'interactions (forces capillaires et électrostatiques). Les interactions particule-particule sont effectuées principalement par contact. Si les particules ne sont pas en contact, aucune force ne s'exerce entre elles. Les forces de Van der Waals entre deux corps macroscopiques se calculent d'une manière différente de celle des forces microscopiques. En effet, la force d'interaction entre deux solides dépend de la taille, de la forme et des

Chapitre 03 : Interactions physiques entre particules (Fvdw)

aspérités des particules aussi bien que la distance entre les particules. Ces forces sont calculées.

Partir des approximations de Derjaguin et de la théorie de Lifshitz [14]. L'évaluation des forces de Van der Waals est définie comme la somme de toutes les interactions entre les molécules se trouvant à la surface des particules face à face, principe d'additivité des interactions de Van der Waals en négligeant l'effet de retard des interactions moléculaires. L'importance de ces forces augmente avec la réduction de la taille des particules et devient dominante comparée au poids des particules.

Les forces de Van der Waals sont le résultat des interactions entre les moments de dipôles des atomes et des molécules. Les limites de ces forces sont difficiles à quantifier, avec un domaine sensiblement plus grand que les forces d'attraction entre les molécules, et par conséquent ils ont une plus grande portée pour l'adhésion des particules. Cette partie a été consacrée principalement à la description de ces forces. Des bilans de forces ont été établis afin de décrire l'effet de la cohésive des poudres. Différents arrangements entre particules et aspérités ont été étudiés pour détecter l'influence des rugosités des surfaces des particules sur l'adhésion des particules ainsi qu'un équilibre de forces a été établi pour comprendre le phénomène de cohésion et l'évaluation du diamètre des agglomérats au cours de la fluidisation.

III.2. Analyse bibliographique:

Les forces de Van der Waals entre les molécules, ont été développées pour comprendre leur influence sur le comportement des solides. Quand ces forces sont plus importantes qu'aux forces de gravité et aux forces aérodynamiques, dans le cas des poudres du groupe C de Geldart [3], ces particules tendent à former des agglomérats et d'adhérer aux équipements. L'effet de contrôler ces forces de Van der Waals est favorable dans la plupart des processus des poudres fines. En transport pneumatique, l'aptitude de rupture des agglomérats formés principalement par les forces de Van der Waals peut amener à la consolidation de la structure. Si les forces de Van der Waals sont significatives pendant la fluidisation (gaz-solide), le lit des

Chapitre 03 : Interactions physiques entre particules (Fvdw)

particules présentera une fluidisation hétérogène. Dans certains processus des craquelures et des cheminées sont présentes dans le lit de poudre et Agglomération des particules est favorisée.

Généralement les particules ont des surfaces rugueuses. Ces rugosités peuvent diminuer la cohésion entre particules. Les forces d'adhésions dépendent principalement des forces de séparations, qui sont considérablement dépendant de la taille, la forme et de la rugosité des particules.

III.3. Théorie d'Hamaker :

III.3.1. Approximation de Derjaguin [38]:

Pour deux sphères de rayon R_1 et R_2 distantes de σ , si $R_1 \gg \sigma$ et $R_2 \gg \sigma$, alors la force d'attraction entre les deux sphères est obtenue en intégrant la force entre les portions circulaires de surfaces $2\pi \cdot x \cdot dx$ distant de $Z = \delta + z_1 + z_2$. En appliquant une simple transformation mathématique (figure 06) [12]. Ainsi, la surface efficace de contact entre deux particules peut être donnée par:

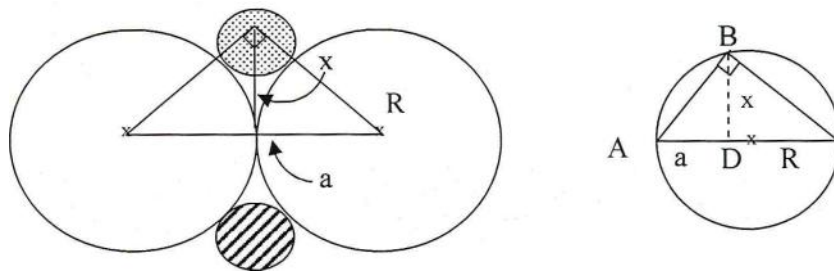


Fig06: Surface efficace de contact entre deux particules [38].

En 1937, Hamaker proposa une théorie expliquant le phénomène de la coagulation macroscopique. Les forces intermoléculaires à longue distance entre deux particules décrites par London peuvent conduire à des forces attractives à longue distance. Pour deux particules, l'énergie d'interaction est obtenue en effectuant la somme des énergies d'interactions de chacune des molécules de la particule avec l'autre particule.

Chapitre 03 : Interactions physiques entre particules (Fvdw)

Chacune de ces interactions est également la somme des énergies d'interactions de cette molécule avec chacune des molécules de l'autre particule. Le calcul proposé par Hamaker se résume à une double somme d'interactions de chaque molécule d'une particule avec chaque molécule de l'autre particule.

Cette théorie est appelée la méthode d'addition d'Hamaker. Pour de mieux comprendre cette méthode de calcul, considérons un ensemble de N molécules aux positions R_i ($i=1, 2, 3, \dots, N$).

La distance de séparation des molécules i et j est R_{ij} , définie selon l'équation:

$$R_{ij} = |R_j - R_i|$$

L'énergie d'interaction du système défini par les N molécules est calculée selon la méthode d'addition d'Hamaker, est donnée dans l'équation:

$$V_{\text{int}}^{1,2, \dots, N} = 1/2 \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N V_{\text{int}}(R_{ij})$$

Avec $V_{\text{int}}^{ij}(R_{ij})$ est l'énergie d'interaction des molécules i et j séparées par une distance R_{ij} en l'absence de toute autre molécule. L'énergie d'interaction V se réduit à un produit de deux termes: la constante de Hamaker A et un facteur géométrique H . La constante de Hamaker dépend des propriétés optiques des particules, du matériau les constituant et du milieu continu les séparant. Le facteur géométrique dépend de la morphologie des particules qui interagissent.

Dans ce cas, l'équation prend la forme suivante:

$$V_A(R) = -AH_{(a1, a2, R)}$$

Suspensions de ciment

III.3.2. Constante d'Hamaker :

Flatt et Bowen ont montré que la distribution des différentes espèces ioniques des suspensions de ciment peut être utilisée pour calculer la charge et la concentration d'un électrolyte symétrique équivalent. Dans les régions où le potentiel est négatif (de 0 jusqu'à -30mV), le calcul mène à une solution équivalente correspondant à un électrolyte 1:1. Dans les régions où le potentiel est positif (de 0 jusqu'à 10 mV), la solution prend la forme d'un électrolyte 3:3. Pour des potentiels de surfaces allant de -30 à 10 mV, les forces de répulsions électrostatiques sont relativement bien décrites par l'approximation de Debye-Hückel. Flatt a également estimé les constantes

Chapitre 03 : Interactions physiques entre particules (Fvdw)

d'Hamaker pour le ciment à l'aide des valeurs de différents minéraux, tels que le mica, la silice amorphe, l'oxyde de magnésium, la calcite, le quartz. Ces minéraux ont été sélectionnés pour leurs similarités avec les phases du ciment. Les forces mises en jeu entre les particules de ciment dans une gamme de taille de 0,4 μm à 50 μm peuvent être approximées de façon satisfaisante. Les interactions sont proportionnelles au rayon harmonique moyen et inversement proportionnelles au carré de la distance de séparation [32].

Souvent les particules de surfaces irrégulières présentent des aspérités, ainsi les forces de Van der Waals peuvent être décrites de la manière suivante :

- Attraction entre les particules primaires
- Attraction entre les particules et les aspérités
- Attraction entre les aspérités.

III.4.L'essai de cisaillement :

Une fois l'étape de consolidation réalisée, la contrainte de consolidation est enlevée et une nouvelle contrainte σ_s (inférieure à σ_c) est appliquée sur le milieu granulaire. Au cours d'un essai de cisaillement, la force tangentielle (τ_s) nécessaire pour remettre en écoulement la poudre sous cette contrainte est mesurée.

La procédure complète pour obtenir la courbe du lieu cinématique de rupture consiste à répéter ces deux étapes expérimentales pour différentes charges normales de rupture inférieures à la charge de consolidation [40]. Les différents couples (σ_s , τ_s)

Obtenus constituent les points du lieu cinématique de rupture de la poudre pour la consolidation σ_c .

III.5.La consolidation:

Une charge normale de consolidation (contrainte σ_c) est appliquée sur l'échantillon, puis la poudre est cisailée. La contrainte de cisaillement augmente jusqu'à ce que le milieu cède et se mette en écoulement. La force nécessaire pour maintenir le glissement, τ_c , va alors peu à peu se stabiliser et l'état de consolidation critique est atteint.

III.5.1. Le test de consolidation :

Le test de consolidation permet de quantifier l'aptitude qu'a une poudre à se consolider, c'est-à-dire diminuer de volume sous l'effet d'une contrainte normale croissante. Pour cela une masse de poudre connue est introduite dans un cylindre gradué de $< 30\mu\text{m}$ de diamètre. L'extrémité inférieure du cylindre est fermée par une plaque poreuse pour permettre l'évacuation de l'air emmagasiné dans la couche de poudre de ciment lors de la consolidation. Un twister est introduit dans le cylindre pour homogénéiser la surface de la poudre sans pour autant la consolider. Un piston en verre est appliqué sur la poudre de ciment et la variation du volume est mesurée en fonction de la force (F) appliquée sur le cylindre (Fig 7) [1].



Fig 7 : schéma représente le test de consolidation

Chapitre 03 : Interactions physiques entre particules (Fvdw)

La structure de poudre est consolidée dans le cylindre par une contrainte normale δ . Cette structure est compressible tant que le volume de la structure sera constamment réduit. En plus de l'augmentation de la masse volumique de la structure due au surcroît de la contrainte normale, une augmentation de la force de réaction de la structure est également observée. Par conséquent, cette structure est consolidée et compacte par l'effet de la contrainte de consolidation.

Si après consolidation, la plaque poreuse est enlevée et on applique une contrainte verticale croissante de consolidation, alors la structure de poudre se fracturera à une certaine contrainte et coulera. Donc l'écoulement d'une poudre est dû principalement à la dilatance du solide dans la région de la surface de fracture résultante à l'accroissement de la distance entre les différentes particules. Par conséquent le début d'écoulement est le résultat d'une déformation plastique avec une diminution de la valeur de la masse volumique de la structure.

Puisque la structure de poudre de ciment se désagrège à une certaine valeur de contrainte qui est égale à la contrainte de compression, donc il doit exister une limite pour que cette structure commence à couler [1].

III.6. Etudes de la consolidation des particules :

Forces interarticulaires peuvent être l'origine de la déformation de la surface de contact et une bonne estimation des forces de contact peut aider à surmonter les problèmes de flux en poudre. Par conséquent, la force d'adhérence peut être liée à la force appliquée à la compression (consolidation). Le comportement des poudres cohésives est déterminé par l'interaction entre les extérieures les forces et les forces de cohésion [41].

Lorsque le système est consolidé, il y a équilibre entre la force normale (F) en raison contrainte extérieure, la force d'attraction due au van der Waals force (F_{vdw}) Et la force élastique ou plastique est donné la force de solide (F_s), Telle que développée par Molerus (1875) :

$$F + F_{vdw} = F_s \quad [1]$$

Chapitre 03 : Interactions physiques entre particules (Fvdw)

Les forces plastiques et élastiques sont données par [1]:

$$F_{\text{plastique}} = \frac{7534,5 \sigma^3 \gamma R^2}{K^2}$$

$$F_{\text{élastique}} = \frac{371,4 \sigma^3 \gamma R^2}{K^2}$$

Chapitre 04 : étude expérimentale

IV. Etude expérimentale :

IV.1.Introduction :

L'étude expérimentale exploitée dans ce travail de recherche se résume en l'utilisation de l'appareil oedométrique pour mesurer sa variation ΔH de hauteur H avec l'application des charges différentes, le matériau objet de cette étude est un ciment, et ce travail a été effectué dans le laboratoire de mécanique des sols (génie civil Université Ibn Khaldoun – Tiaret –).

IV.2.L'appareil utilisé pour l'essai oedométrique :



Fig 8: représente l'appareil d'essais oedométrique.

IV.3. Partie numérique :

IV.3.1 Comment on calcule la porosité ξ :

$$V_T = V_A + V_w + V_s$$

$$V_v = V_A + V_w$$

Avec :

V_T : Volume total, V_A = Volume d'air , V_w : Volume d'eau , V_s = Volume de solide .

On a :

$$\xi = V_v / V_T$$

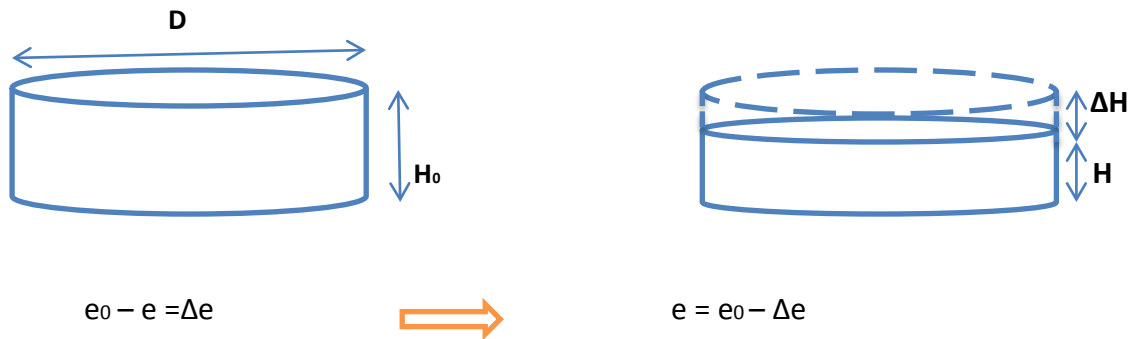
Et :

$$e = V_v / V_s$$

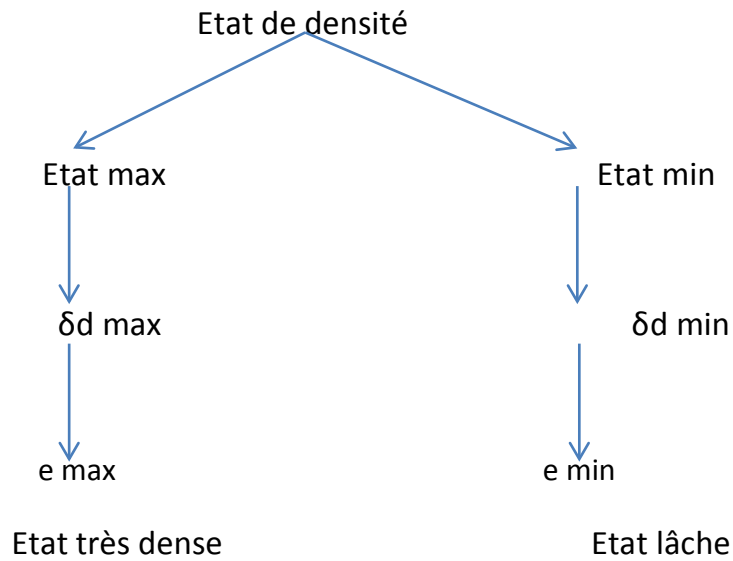
Donc :

$$\xi = \frac{V_v}{V_T} = \frac{V_v}{V_s + V_v} = \frac{V_v}{V_s(1 + \frac{V_v}{V_s})} = \frac{e}{1 + e}$$

IV.3.2 Essais de compressible :



Chapitre 04 : étude expérimentale



Indice de densité :

$$ID = \frac{e_{\max} - e}{e_{\max} - e_{\min}}$$

Avec :

δs : densité des grains solides .

δd : densité sèche.

δm : densité humide.

$$e = \frac{\delta s}{\delta d} - 1$$

On a :

$$V_T = V_s + V_v$$

$$e_0 = V_{v0} / V_s$$

$$\Delta e = e_0 - e = \Delta V / V_s$$

$$\Delta e = \Delta V / V_s$$

$$V_0 = H_0 \times S$$

$$V = S \times H$$

$$\Delta V = V_0 - V = S (H_0 - H)$$

$$\Delta V = S (\Delta H)$$

$$\Delta V = S (\Delta H)$$

Donc :

Et :

$$\Delta e = (S / V_s) \Delta H$$

$$\Delta e = (S / V_s) (H_0 - H)$$

$$S \times H_0 = V_0$$

$$\Delta e = (V_0 / H_0 V_s) (H_0 - H) = \left(\frac{V_v + V_s}{V_s} \right) (\Delta H / H_0) = V_s (V_v / V_s + 1) / V_s$$

$$\Delta e = e_0 + 1 (\Delta H / H_0)$$

$$\Delta e = (1 + e_0) (\Delta H / H_0)$$

Chapitre 04 : étude expérimentale

IV.4. Feuille d'essai oedimétrique :

		t	0 S	15S	30 S	1min	2min	4min	8min	15min	30min
2 Kg	$\delta_1=0,516$	ΔH	10	11	12	12,1	12,2	12,2	12,3	12,3	12,3
		t	0 S	15S	30 S	1min	2min	4min	8min	15min	30min
4 Kg	$\delta_2=1,032$	ΔH	18	19	20	20,1	20,1	20,3	20,3	20,3	20,3
		t	0 S	15S	30 S	1min	2min	4min	8min	15min	30min
8 Kg	$\delta_3=2,064$	ΔH	23	24	25	25,2	25,3	25,3	25,4	25,4	25,4
		t	0 S	15S	30 S	1min	2min	4min	8min	15min	30min
16 Kg	$\delta_4=4,128$	ΔH	45	46	47	47,3	47,5	47,8	47,9	47,9	48
		t	0 S	15S	30 S	1min	2min	4min	8min	15min	30min
32 Kg	$\delta_5=8,02$	ΔH	55	56	57	57,2	57,4	57,6	57,7	57,9	58
		t	0 S	15S	30 S	1min	2min	4min	8min	15min	30min
45 Kg	$\delta_6=11,16$	ΔH	56	57	57,2	57,3	57,4	57,5	57,8	58	58,1

Chapitre 04 : étude expérimentale

On prendre la masse de ciment 50g.

$M=50\text{g}$, $H =3,5\text{cm}$, $D =5\text{cm}$

On fixe $\delta s = 3,1$

Et : $V= \pi D^2 / 2$

AN : $V= 3,14(5)^2 /2= 39,26991$

$$V=39,2699$$

$\delta d = M / V = 50 / 39,26991=1,27324$

$$\delta d =1,27324$$

$e0 =(\delta s / \delta d) -1=(3,1/ 1,27324) -1$

$e0 = 1,434734$

$K= (1+e0) / H = (1+ 1,434734) / 35$

$$K= 0,069564$$

Prendre la ligne finale (30min) de ΔH dans la feuille oedométrique pour faire le calcul.

Chapitre 04 : étude expérimentale

Contrainte	ΔH	e0	ξ	1- ξ
0,516	0,123	1,426178	0,587829	0,412171
1,032	0,203	1,420613	0,586881	0,413119
2,064	0,254	1,417065	0,586275	0,413725
4,128	0,48	1,401344	0,583566	0,416434
8,02	0,58	1,394387	0,582357	0,417643
11,61	0,581	1,394318	0,582344	0,417656

Tableau 2: Les valeurs des contraintes appliquées et ΔH , e0, ξ , 1- ξ .

Fig 9 montrer la variation de la fraction de solide en fonction de contrainte appliquée.

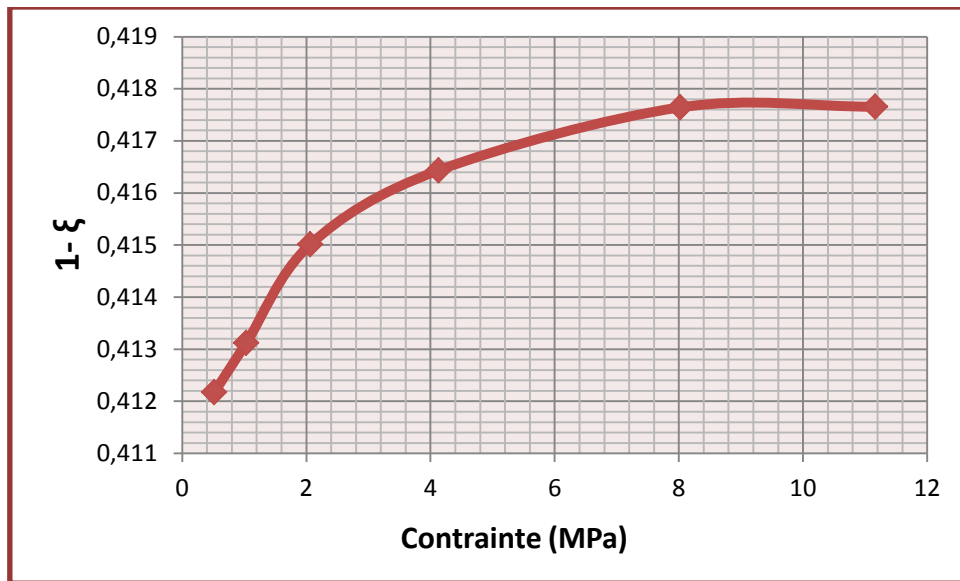


Fig 9 : représente évolution de la fraction de solide en fonction de contrainte appliquée.

Deux expériences ont été effectuées :

- La première expérience un mélange homogène avec le ciment normal et l'eau, a été effectuée, puis on va chauffer ce mélange à une température 60° dans un four.
- La deuxième expérience un mélange homogène avec le ciment consolidé et l'eau a été effectuée, puis on va chauffer ce mélange à une température 60° dans un four.

Remarque :

- Dans La première expérience quand le mélange est à sec on remarque un craquement de la structure de ciment.
- Dans La deuxième expérience la surface de ciment n'est pas fendue et aucun craquement n'est visible.

I.5. calcul de la force de van der waals (Fvdw) :

$$F_{vdw} = \frac{A d}{12 Z^2}$$

Avec :

$$A=1,72 \times 10^{-11} \text{ (j)}$$

$$Z= 4 \times 10^{-10} \text{ (m)}$$

$$R= 1,2 ,3 \dots \dots \dots ,8 \text{ (}\mu\text{m)}$$

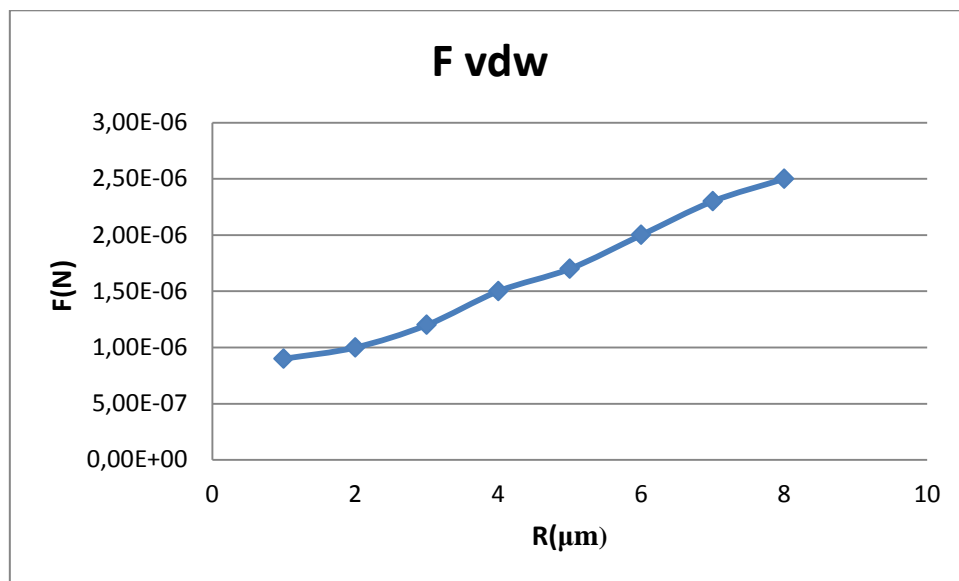


Fig 10 : représente évolution de Fvdw en fonction de R de ciment

I.6.La force plastique :

$$F_{\text{plastique}} = \frac{7534,5 \sigma^3 y R^2}{K^2}$$

Avec :

$$\sigma= 0,516 \times 10^6 \text{ Pa}$$

$$y=0,32 \times 10^9 \text{ Pa}$$

$$z= 4 \times 10^{-10} \text{ m}$$

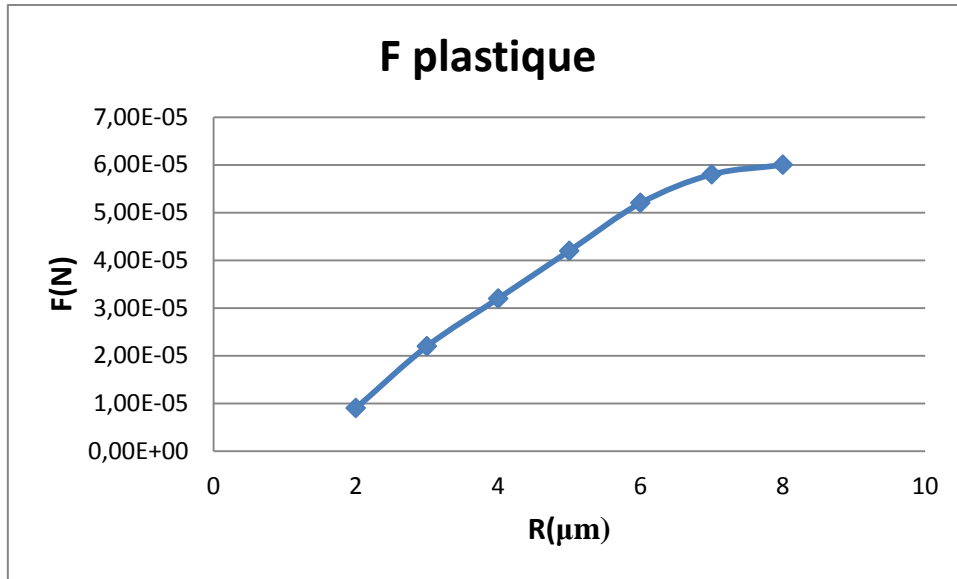


Fig 11: représente évolution de F plastique en fonction de R de ciment

I.7.La Force élastique :

$$F_{\text{élastique}} = \frac{371,4 \sigma^3 y R^2}{K^2}$$

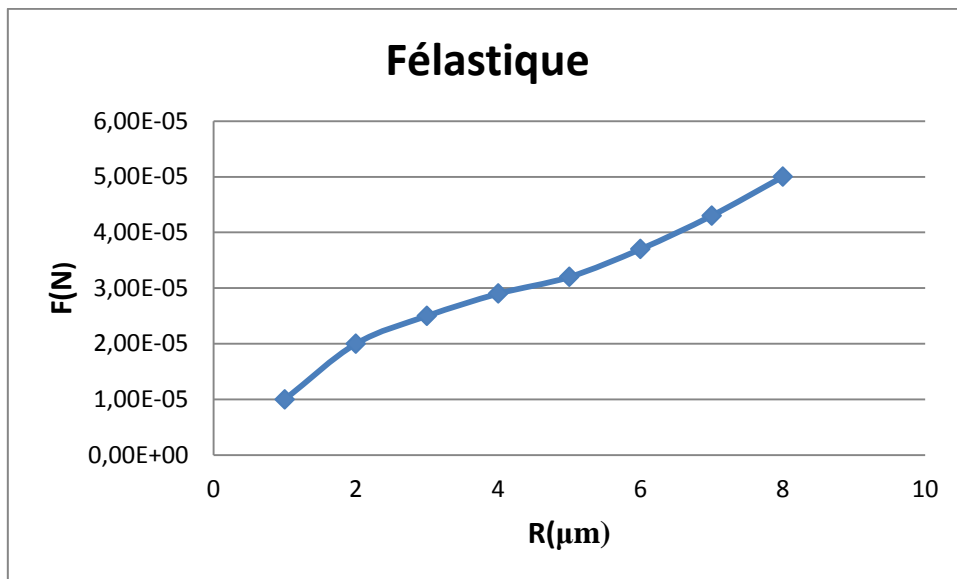


Fig 12: représente évolution de F élastique en fonction de R de ciment

Chapitre 04 : étude expérimentale

Remarque : on remarque que la force de vdw augmente en fonction du rayon des particules du ciment.

Conclusion générale

Conclusion générale :

Le but de cette recherche est d'éviter les craquements de la structure de ciment pour ça on va procéder à la consolidation de cette structure.

Cette étude montre la complexité des poudres cohésives et l'évolution du degré de cohésion sous des forces extenes. Ce travail ne prétend pas répondre à toutes les questions, mais tente d'apporter de nouveaux éléments concernant le rôle de chaque force d'interaction (van der Waals, élastique et plastique) sur l'évolution de la structure solide.

Les résultats confirment que les forces de van der Waals sont la cause réelle de la cohésion entre les particules (sans effet de consolidation) lorsque la taille des particules est dans l'ordre nanométrique, ce qui provoque une grande interaction entre les surfaces des particules. La déformation plastique est engendrée lors de l'application de forces extérieures (test de consolidation), d'après les figures 11,12, on remarque clairement que les forces plastique dominant l'interaction.

Cette déformation plastique conduit à la base de la force de cohésion grande. De mémé on a remarqué que la structure du ciment consolidé après humidification que le craquement de cette structure est négligeable par rapport à un échantillon de ciment initial non consolidé.

Nomenclature :

VT : Volume total (kg^3)

VA : Volume d'air (kg^3)

Vw : Volume d'eau (kg^3)

Vs : Volume de solide (kg^3)

ξ : La porosité

e : Indice de vide

δ_s : densité des grains solides.

δ_d : densité sèche.

δ_m : densité humide.

t : le tems (s)

M : la masse de l'échantillon de ciment (g)

H : hauteur de l'échantillon de ciment (cm)

d : diamètre de l'échantillon de ciment (cm)

ΔH : variation de la hauteur (cm)

1- ξ : fraction de solide (%)

Fvdw : Force de van der walls (N)

F_{plastique} : Force plastique (N)

F_{élastique} : Force élastique (N)

A : constante d'hamaker

Z : la distance entre deux particules (m)

σ : la contrainte appliquée (MPa)

Nomenclature

R : le rayon des particules de ciment (μm)

F_s : la force de solide

C : la compacité

CaCO₃ : le carbonate de calcium

Al(OH)₃ : le trihydroxyde d'aluminium

Références bibliographiques :

- [1] Turki D. * and Fatah N., « description of consolidation forces on nanometric powders » Braz J Chem Eng Vol. 27, No. 04, pp. 558, October - December, 2010.
- [2] Cadoret L. « Etude d'un procédé de dépôt de silicium par CVD sur poudres cohesives submicroniques en lit fluidisé vibré » Thèse de Doctorat, INP de Toulouse (2007).
- [3] Geldart D. (1973). Types of gaz fluidization. *Powder Technology*, **7**, 285-292.
- [4] file:///C:/Users/samsung/Desktop/m%C3%A9moire/PAGE%2012.pdf
- [5] TOUZOUTI Kamila , Mémoire de Magistère « introduction aux nano ciments et nano bétons » ,Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, année 2012 p .2
- [6] fiches techniques Les constituants des bétons et des mortiers édition septembre 2005 p34.
- [7] Électif 10 Mise en forme industrielle des sols et matériaux granulaires cours 2 Les ciments, liants hydrauliques « Norme NF P 15-301 de 1994 » p 2.
- [8] Dr Hadj Sadok Chapitre II « Le ciment Portland », Année 2011, p6.
- [9] Cement data book de Walter H. Duda
- [10] Session 2.7 NORMES, CONSTITUANT ET BETON PPT p15.
- [11] Thomas Telford Bye « Portland Cement », année 1999, p67.
- [12] Cédric Avenier, Grenoble, Glénat « Ciment naturel », année 2007, 176 p.

- [13] AICHE BELKADILe Lynda Thèse « modification des propriétés de surface de poudres en lit fluidise assiste par une post décharge » l'Université de Toulouse III-Paul Sabatier, 11 décembre 2009 p .12
- [14] Kunii D. and Levenspiel O., « Fluidization Engineering », Butterworth-Heinemann, Boston, (1991).
- [15] Carr R.L. (1965). Evaluating flow properties of solids. *Chem. Eng.*, **72**, 163-168.
- [16] Carr R.L. (1965). Classifying flow properties of solids. *Chem. Eng.*, **72**, 69-72.
- [17] Guyon E., Hulin J.-P. et Petit L. (2001). *Hydrodynamique physique*. EDP Sciences, Nouvelle édition, revue et augmentée.
- [18] Philippe P. (2002). Etude théorique et expérimentale de la densification des milieuxgranulaires. Thèse de doctorat de l'université de RENNES I.
- [19] Chen K., Cole J., Conger C., Draskovic J., Lohr M., Klein K., Scheidemantel T. et Schiffer P.(2006). Packing grains by thermal cycling. *Nature*, **442**, 257.
- [20] Geldart D. (1972). The effect of particle size and size distribution on the behaviour of gazfluidisedbeds. *Powder Technology*, **6**, 201-215.
- [21] Molerus O. (1982). Interpretation of Geldart's type A, B, C and D powders by taking intoaccount interparticle cohesion forces. *Powder Technology*, **33**, 81-87.
- [22] Ildefonse B., Allain C. et Coussot P. (1997). *Des grands écoulements naturels à la dynamiquedu tas de sable : introduction aux suspensions en géologie et en physique*. CEMAGREF EDITIONS, Paris.
- [23] Cambou B. et Jean M. (2001). *Micromécanique des matériaux granulaires*. Ed. Hermes Science Publication, Traité MIN Série Géomatériaux, Paris.

- [24] Melcion J.-P. et Iliari J.-L. (2003). *Technologie des pulvérulents dans les IAA*. Ed. Tec & Doc Lavoisier, Sciences et techniques agro-alimentaires.
- [25] JACQUELIN Marjorie thèse « Etude de la mise en suspension de particules par chute de poudre » Université paris xii – val de marne octobre 2007 ISRN/IRSN 2007 p 98.
- [26] Brown R.L. et Richards J.C. (1970). *Principles of powder mechanics : essays on the packing and flow of powders and bulk solids*. Ed. Pergamon Press, Oxford.
- [27] Fayed M.E. et Otten L. (1997). *Handbook of powder science & technology*. Second edition. Ed. Chapman & Hall, New York.
- [28] Tomas J. (2004). Product design of cohesive powders – Mechanical properties, compression and flow behaviour. *Chem. Eng. Technol.*, **27**, 605-618.
- [29] Allen T. (1990). *Particle size measurement*. 4th ed. Chapman and Hall. Powder Technology series.
- [30] AFNOR NF X 11-670 (1989). Granulométrie-Analyse granulométrique de particules en suspension dans un électrolyte par compteur à variation de résistance. NF X11-670, Septembre 1989.
- [31] Hausner H.H. (1967). Friction conditions in a mass of metal powder. *Int. J. Powder Metallurgy*, **3**, 7-13.
- [32] PERCHE François thèse « adsorption de polycarboxylates et de lignosulfonates sur poudre modèle et ciments » Université de Rouen, France et de nationalité française, année 2004, p 7.
- [33] <http://chimge.unil.ch/En/inter/1III07.htm> [archive]
- [34] P. W. Atkins, *Chimie Générale*, Inter Editions, 1992.
- [35] P. W. Atkins, *Physical Chemistry*, Freeman 5th edition, 1996, chapitre 22.

- [36] Synthetic gecko foot-hairs leading to reusable adhesives, consulté le 30 avril 2009.
- [37] <http://www.umass.edu/newsoffice/newsreleases/articles/146885.php> [archive]
- [38] JN Israelachvili, intermolecular and surface forces Academic press London (1985)
- [39] Jenike A.W. (1964). Storage and flow of solids. *The Utah Engineering Experiment Station*, University of Utah, Bulletin n°123, vol.53, n°26.
- [40] Molerus O. (1982). Interpretation of Geldart's type A, B, C and D powders by taking into account interparticle cohesion forces. *Powder Technology*, **33**, 81-87.
- [41] Derjaguin, B, Untersuchungen uber die Reibung und Adhasion *Kolloid.Zeits* &.1934.69.P.155.