



**HAL**  
open science

## Rhéométrie extensionnelle des matériaux pâteux

Anatole Geffrault, Hela Bessaies-Bey, Nicoals Roussel, Philippe Coussot

► **To cite this version:**

Anatole Geffrault, Hela Bessaies-Bey, Nicoals Roussel, Philippe Coussot. Rhéométrie extensionnelle des matériaux pâteux. 25ème Congrès Français de Mécanique, Association française de mécanique, Aug 2022, Nantes, France. 5 p. hal-04280136

**HAL Id: hal-04280136**

**<https://hal.science/hal-04280136>**

Submitted on 13 Nov 2023

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# Rhéométrie extensionnelle des matériaux pâteux

A. GEFFRAULT<sup>a,b</sup>, H. BESSAIES-BEY<sup>b</sup>, N. ROUSSEL<sup>a</sup>, P. COUSSOT<sup>a</sup>

a. Laboratoire Navier, UMR 8205 (CNRS, Ecole des Ponts, Université Gustave Eiffel),  
anatole.geffrault@univ-eiffel.fr

b. Laboratoire CPDM (MAST), Université Gustave Eiffel

## Résumé :

*Le procédé de base utilisé dans l'impression 3D pour la construction en ciment ou en terre crue consiste en l'extrusion suivie du dépôt d'un filament de fluide à seuil sur une surface en translation par rapport à la buse d'impression. Ce procédé implique un écoulement complexe, qui mixe cisaillement et élongation du filament extrudé. Alors que le comportement des fluides à seuil en cisaillement simple est relativement bien décrit, leur comportement en élongation, qui joue un rôle significatif pour des applications dans l'impression 3D, reste sujet à débat (en particulier pour les fluides à seuil élevé, pâteux).*

*Pour mesurer les propriétés extensionnelles des fluides à seuil, nous avons développé une approche de rhéométrie basée sur l'analyse des déformations d'un extrudat de fluide qui s'écoule sous l'action de la gravité et se rompt sous forme de gouttes allongées successives. En supposant que la vitesse est homogène dans chaque plan transversal, les taux de déformation et contraintes locales instantanées sont déduites des variations de la forme du filament. En poussant l'analyse, il est possible d'identifier les données pour lesquelles les composantes purement élongationnelles des taux de déformation et des contraintes sont dominantes, ce qui permet de déduire la courbe d'écoulement élongationnelle du matériau étudié. Pour une émulsion et une suspension d'argile, toutes les données de contraintes normales en fonction des taux de déformation élongationnelle obtenues dans des conditions d'écoulement différentes tombent sous une unique courbe maîtresse pour chaque matériau. Cette courbe d'écoulement en élongation est bien représentée par le modèle standard d'Herschel-Bulkley en 3D homogène. En particulier, le seuil en élongation est très proche du seuil en cisaillement multiplié par racine de 3 [1].*

*Pour poursuivre ce travail avec une visée plus pratique, nous discutons la possibilité de récupérer la valeur du seuil en élongation avec une simple pesée d'une goutte extrudée de fluide à seuil (technique déjà proposée dans [2]), sans avoir besoin de filmer l'extrusion complète du filament comme dans [1]. Les expériences ont été faites sur les deux fluides à seuil modèles précédents (émulsion et suspension d'argile), ainsi que sur une pâte de ciment, matériau plus complexe, notamment à cause de sa thixotropie. Nous montrons que dans l'extrusion d'un fluide à seuil dont la rupture est pilotée par la gravité, il y a une compétition entre le temps nécessaire à la goutte pour se détacher et un temps caractéristique lié à la vitesse d'extrusion. Ainsi, dans le domaine d'écoulements aux vitesses d'extrusion inférieures à une vitesse critique, la masse de la goutte est toujours la même et renseigne sur une propriété intrinsèque du matériau, le seuil en élongation.*

**Mots clefs : rhéométrie, rhéologie, fluide à seuil, élongation, impression 3D**

# 1 Introduction

L'impression 3D ou fabrication additive pour la construction s'est développée récemment avec les matériaux terre crue et ciment. Elle se fait le plus généralement par empilement de couches successives. Le procédé de base dans ce cas est l'extrusion depuis une certaine hauteur suivie du dépôt d'un filament sur une surface en translation par rapport à la tête d'impression (cette surface est généralement le filament précédemment déposé). L'écoulement mis en jeu est complexe, mixant de manière simultanée cisaillement et élongation du filament extrudé. Alors que le comportement des fluides à seuil en cisaillement simple est relativement bien décrit, leur comportement en élongation, qui joue un rôle significatif pour des applications dans l'impression 3D, reste sujet à débat (en particulier pour les fluides à seuil élevé, pâteux). Le modèle le plus fréquemment utilisé pour décrire le comportement en élongation d'un fluide à seuil est un modèle d'Herschel-Bulkley 3D. Il prévoit notamment un rapport entre le seuil en cisaillement et en élongation de racine de 3.

Ici, nous proposons une méthode de mesure des propriétés extensionnelles directe, sans a priori sur la loi de comportement du matériau. Elle se base sur l'étude des déformations d'un filament extrudé depuis une grande hauteur, qui rompt sous l'action de la gravité.

## 2 Matériau et méthode

### 2.1 Matériau

Dans cette étude, nous avons travaillé avec deux fluides à seuil modèles, avec des microstructures et des seuils de contrainte différents. Le premier est une suspension concentrée d'argile, de type kaolin (concentration volumique variant entre 21% et 36%). Les particules de kaolin ont des formes de disques d'environ  $2\mu\text{m}$ . La suspension est obtenue en mélangeant la poudre de kaolin à de l'eau déminéralisée avec un malaxeur. Le deuxième fluide à seuil est une émulsion directe d'huile dans de l'eau (concentration volumique 88%). Les gouttelettes d'huile ont des diamètres d'environ  $2\mu\text{m}$ . La suspension et l'émulsion ont le comportement d'un fluide à seuil simple, non thixotrope. Les essais de rhéométrie en cisaillement montrent que le comportement des deux matériaux en cisaillement sont bien décrits par un modèle de Herschel-Bulkley ( $\tau = \tau_c + K\dot{\gamma}^n$ )(1).

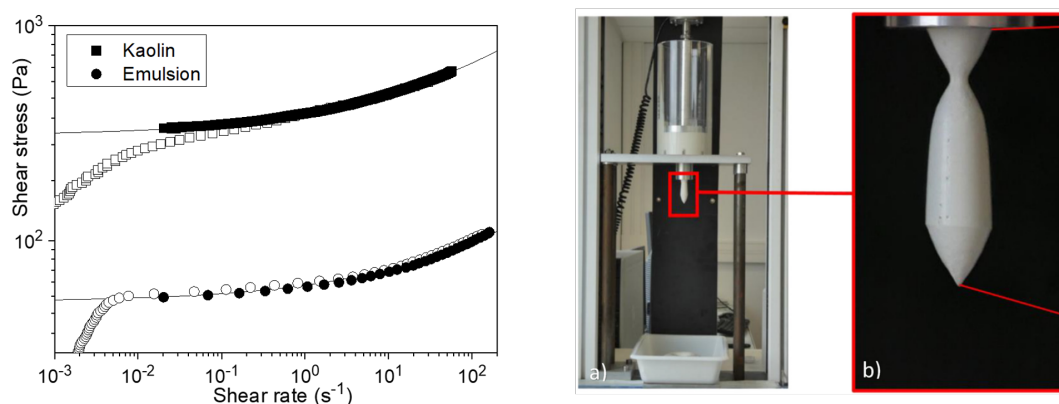


FIGURE 1 – Gauche : Rampes de contraintes croissantes et décroissantes de l'émulsion et du kaolin. Droite : Montage de l'expérience d'extrusion et zoom sur l'image analysée a posteriori.

## 2.2 Méthode

L'expérience consiste à extruder depuis une grande hauteur un filament de fluide à seuil. Nous avons utilisé pour cela une machine de traction Instron adaptée de manière à pouvoir faire des essais d'extrusion (1). La vitesse du filament en sortie de buse est contrôlée et varie entre  $0.036\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$  et  $900\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$ . Le diamètre de la buse varie entre 1 et 4cm. Chaque extrusion est filmée à 60 images par seconde, avec une résolution d'au moins 200 pixels/cm. Un code python a été écrit pour récupérer les données de la vidéo sous la forme de rayon en fonction de la distance au bas du filament à un temps  $t$  (ie  $R(Z, t)$ ).

## 3 Résultats

### 3.1 Rhéométrie gravitaire extensionnelle

Dans cette étude [1], on filme une extrusion complète, depuis la séparation du filament précédent jusqu'à la séparation du filament étudié (2). Nous faisons l'hypothèse que dans cet écoulement, la vitesse longitudinale est constante dans un plan radial. Alors, le taux de déformation local instantané se déduit de la variation du diamètre de chaque plan radial du filament. La contrainte, elle, est la somme de l'accélération et du poids du matériau situé sous ce plan radial. Il suffit de récupérer le profil du filament en chaque instant  $R(Z, t)$  pour avoir accès à toutes les valeurs des taux de déformation et contraintes locales instantanées.

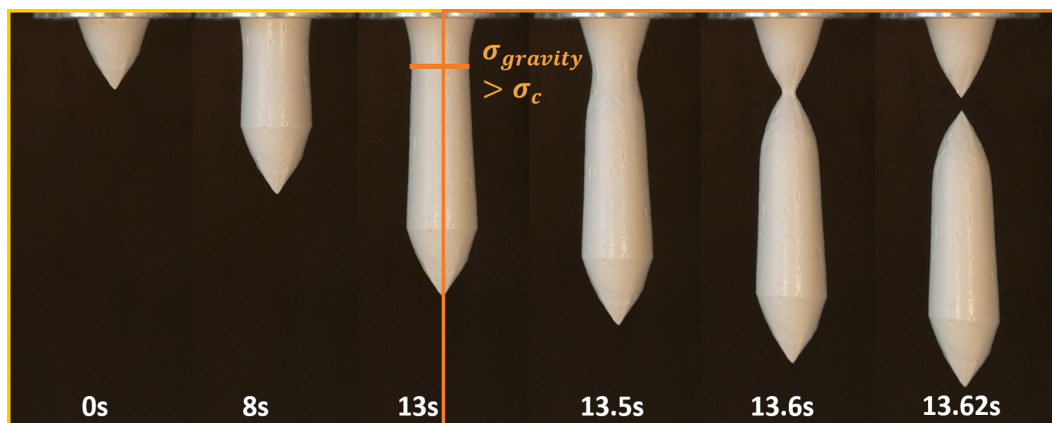


FIGURE 2 – Extrusion complète d'un filament de kaolin de 2cm de diamètre à  $V_{exit} = 3.6\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$

Chaque plan radial (dont l'information est contenue dans chaque point du profil, grâce à l'hypothèse de vitesse longitudinale constante) est déformé avec un taux de déformation différent de son voisin (puisque la contrainte qui agit dessus est différente). Cette différence induit un cisaillement radial, et l'écoulement devient donc plus complexe qu'un écoulement purement élongationnel. A partir des équations de conservation de la masse et du mouvement, il est possible d'obtenir les expressions respectives du tenseur des taux de déformation et tenseur des contraintes (tenseurs locaux et instantanés), qui fournissent une expression (non nulle) de la quantité de cisaillement radial. Nous avons ainsi pu quantifier l'impact du cisaillement, et constaté que pour tout temps  $t$  de l'écoulement, le rapport entre le cisaillement radial et l'élongation diminue entre le bas et le haut du filament. En particulier, au niveau du pincement, où

le diamètre du filament passe par un minimum, le rapport entre contrainte de cisaillement et contrainte normale est inférieur à 1%, et le rapport entre les taux de déformation en cisaillement et en élongation est inférieur à 25% (3). A cette position, en prenant note des incertitudes, l'écoulement du matériau s'approche d'un écoulement purement élongationnel.

Nous avons répété les expériences en faisant varier les vitesses de sortie du filament entre  $0.036\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$  et  $36\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$ , ainsi que les diamètres de buse, entre 1 et 4cm. Les données de contrainte normale en fonction du taux de déformation prises au niveau du pincement à chaque temps de l'extrusion tombent toutes sous une même courbe maîtresse, quel que soit le paramètre vitesse ou diamètre (3). Nous en avons conclu que cette courbe maîtresse était la courbe d'écoulement élongationnel du fluide à seuil étudié. On peut relever que le fait que le diamètre n'a pas d'influence sur la courbe est particulièrement probant puisque le taux de déformation en cisaillement est fonction linéaire du rayon, tandis que le rayon n'a pas d'influence sur sa composante élongationnelle. Cette étude permet donc une rhéométrie extensionnelle pour les fluides à seuil grâce à la visualisation d'un écoulement gravitaire.

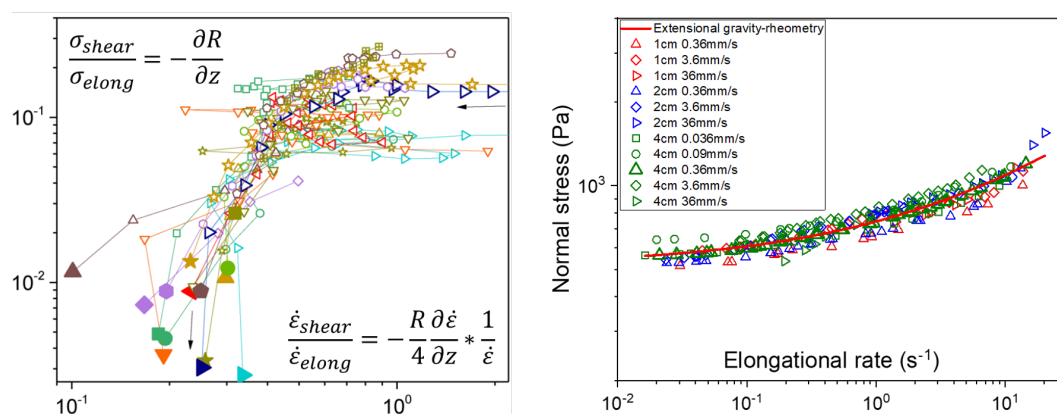


FIGURE 3 – Gauche : Quantification du cisaillement par rapport à l'élongation. Chaque courbe correspond à un temps différent. Les différents points d'une même courbe sont pris à des hauteurs différentes. Les motifs pleins correspondent au point du pincement. Droite : Courbes d'écoulement élongationnel du kaolin.

### 3.2 Forme finale de la goutte

Une méthode utilisée dans l'impression 3D pour la construction pour mesurer le seuil en élongation d'un fluide à seuil (en général un matériau cimentaire) consiste à peser une goutte extrudée qui se serait détachée par gravité, et à relier sa masse à son seuil par la relation selon un critère plastique de Von Mises (en accord aussi avec Herschel Bulckley 3D). A partir de notre étude de rhéométrie extensionnelle par gravité, nous étudions une extrusion d'un fluide à seuil dans l'optique de relier les données de l'état final de l'extrusion (forme et/ou masse de la goutte séparée) aux propriétés du matériau. L'étude a été conduite sur l'émulsion et le kaolin, ainsi que sur une pâte de ciment, matériau plus complexe, notamment par sa thixotropie.

Dans l'extrusion d'un fluide à seuil dont la rupture est pilotée par la gravité, il y a une compétition entre le temps  $t_{sep}$  nécessaire à la séparation du filament (lié aux propriétés constitutives du matériau) et un temps  $t_{exit}$  caractéristique lié à la vitesse de sortie de buse. Il en résulte que pour des vitesses de sortie "faibles" ( $t_{exit} \gg t_{sep}$ ), la masse et la forme finale de la goutte séparée ne varient pas avec la vitesse. Lorsque  $t_{sep}$  et  $t_{exit}$  ont le même ordre de grandeur, la goutte s'allonge, jusqu'à former un filament

continu quand  $t_{exit} \ll t_{sep}$  (4).

Nous avons suivi l'évolution du volume sous le pincement en fonction du rayon du pincement au cours d'une extrusion complète d'un filament de fluide à seuil extrudé à une vitesse "faible". Dans un premier temps, il apparaît que le volume sous le pincement augmente de manière importante avec la diminution du rayon. Puis, dans un deuxième temps, le volume arrête d'augmenter (ou augmente très légèrement, au maximum de quelques %, que l'extrusion se fasse avec une buse de 1 ou 4cm), et le rayon diminue jusqu'à ce que la goutte se sépare. Cela veut dire que le volume final de la goutte, et donc la masse finale de la goutte est décidé dès le début de ce deuxième temps. Or, au moment de la transition de l'évolution importante du volume vers un plateau, la contrainte normale au pincement correspond exactement au seuil élongationnel d'après l'étude précédente de rhéométrie élongationnelle. Cela veut dire qu'il est possible de connaître le point de séparation dès le commencement de l'écoulement, et que ce point de séparation est directement lié au seuil en élongation du fluide à seuil. Il paraît donc possible, avec la seule forme finale d'une goutte, de proposer une valeur de son seuil en élongation. La mesure de sa masse en revanche, peut fournir une indication mais nécessite de faire une hypothèse sur la forme du filament (on ne connaît pas a priori la valeur du rayon du pincement au moment de la mise en écoulement).

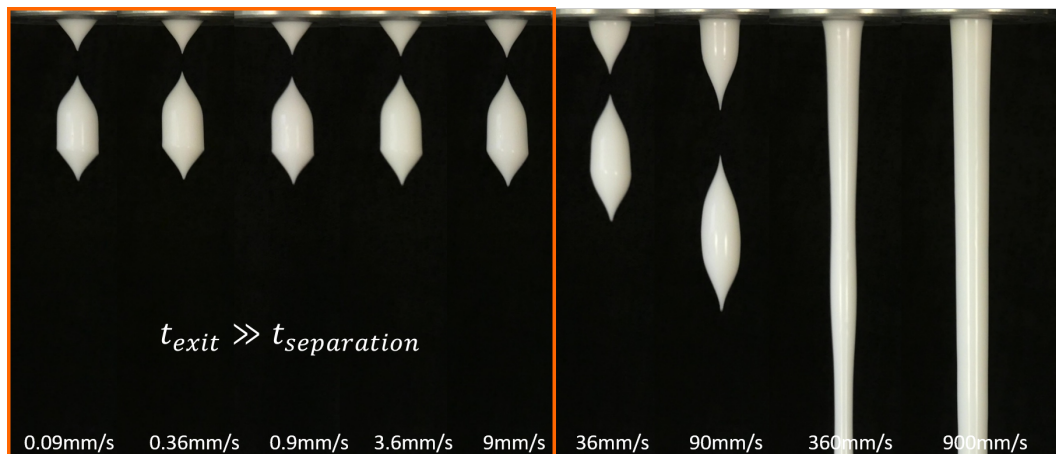


FIGURE 4 – Formes finales de gouttes d'émulsion extrudées à des vitesses comprises entre 0.09mm/s et 900mm/s.

## Références

- [1] Geffrault, A., Bessaies-Bey, H., Roussel, N., Coussot, P., Extensional gravity-rheometry (EGR) for yield stress fluids, *Journal of Rheology* 65, 887–901, 2021.
- [2] Ducoulombier, N., Mesnil, R., Carneau, P., Demont, L., Bessaies-Bey, H., Caron, J.-F., Roussel, N., The “Slugs-test” for extrusion-based additive manufacturing : Protocol, analysis and practical limits, *Cement and Concrete Composites* 121, 104074, 2021.