

# Visualisation de la consolidation durant l'extrusion des matériaux à base cimentaire

Arnaud Perrot

LGCGM. – Equipe Matériaux et Thermique de l'Habitat – INSA de Rennes / Université de Rennes 1 – INSA Rennes Bât. Génie Civil – 20 avenue des Buttes de Coësmes 35 043 Rennes Cedex

---

*RESUME.* L'extrusion des matériaux à base cimentaire est un procédé encore très peu répandu même si elle a déjà fait l'objet d'études, notamment, pour la mise au point de matériaux à hautes performances mécaniques. Cependant, de nombreuses questions subsistent, par exemple, la typologie de l'écoulement et les mécanismes régissant le procédé de mise en forme restent encore à décrire. Des techniques basées sur l'étude de l'évolution des propriétés du matériau au sein de l'extrudeuse au cours de l'extrusion sont développées. Ceci permet de décrire précisément la typologie de l'écoulement et de reconstruire l'histoire du matériau. Les observations montrent une hétérogénéité induite par le process, au sein du matériau dans l'extrudeuse. Finalement, un écoulement biphasique est décrit et permet une meilleure compréhension du process.

*MOTS-CLÉS :* écoulement multiphasique, extrusion, matériaux à base cimentaire.

---

*ABSTRACT.* Cement-based materials extrusion is not a common process even if it has been the subject of works, especially for the development of high performance concrete. However numerous problems are unsolved, as example the flow typology and forming mechanisms are not described yet. Experimental techniques based on the studying of the material in the extruder are developed and allow the observation of the flow typology and the following of the material state evolution inside the extruder. Experimental observations show flow induced heterogeneities inside the material left in the extruder. Finally, the flow typology analysis is completed and allows a better process understanding.

*KEYWORDS:* Multiphasic flow, extrusion, cement based-materials.

---

## 1. INTRODUCTION

L'extrusion est un procédé de mise en forme couramment utilisé pour les matériaux plastiques et viscoplastiques telles que les céramiques, les polymères et les produits de l'agro-alimentaire. L'extrusion de matériaux à base cimentaire est un procédé de mise en forme prometteur pour produire des éléments préfabriqués hautes performances (Mori et Baba, 1994 ; Qian et col., 2003 ; Stang et Pedersen, 1996). Cependant, des progrès considérables sont à faire dans la maîtrise et la compréhension de ce process.

Ainsi, la typologie de l'écoulement et les mécanismes conduisant au blocage de l'extrusion ne sont pas encore maîtrisés. Dans un tel procédé de mise en forme, il convient de lier les phénomènes occurrents (drainage, essorage, raidissement, friction) aux comportements rhéologique et tribologique des pâtes cimentaires soumises à des taux de déformation faibles durant des temps éventuellement longs. Dans de telles conditions, des travaux récents (Toutou et col., 2004, 2005) indiquent le

comportement plastique frottant prédominant de ce type de suspensions concentrées. Ce comportement rend les pâtes cimentaires très sensibles à la consolidation et à la filtration du liquide à travers le squelette granulaire. Un mortier est formulé en accord avec les critères d'extrudabilité fournis par les travaux de Toutou. Le but est ici de confronter un tel matériau à un écoulement d'extrusion. Notre étude se limite au cas de l'extrusion axisymétrique imposée par le mouvement d'un piston.

L'étude se base sur le suivi de l'évolution du matériau au cours de l'extrusion. Pour cela une méthode est mise en place pour visualiser de l'écoulement de la pâte soumise à un écoulement d'extrusion. La technique utilisée est intrusive et basée sur l'étude des propriétés physiques et mécaniques du matériau restant dans l'extrudeuse. Une mesure de pénétrométrie permet d'établir une cartographie des consistances de la pâte. Le cylindre restant dans l'extrudeuse est coupé dans le sens du déplacement du piston et les essais de pénétrométrie sont effectués sur toute la surface coupée. La répétition d'essais d'extrusion stoppés à différents déplacements de piston permet de reconstituer l'évolution du matériau et de localiser les zones de consolidation pour des conditions d'extrusion données. Ce suivi de l'évolution du matériau est complété par une étape de visualisation de la typologie de l'écoulement qui repose sur l'utilisation d'un matériau constitué d'une superposition de couches colorées.

Ces travaux permettent de décrire l'écoulement de tels matériaux plastiques frottants et de reconstituer leur histoire au sein de l'extrudeuse. Les hypothèses nécessaires à la mise en place d'un modèle d'écoulement peuvent alors être formulées en accord avec les observations expérimentales.

## **2. PRESENTATION DU MATERIAU A BASE CIMENTAIRE**

### *2.1. COMPOSITION*

En construisant une équivalence test de compression-extrusion (par la théorie puis confirmée expérimentalement), Toutou (2004,2005) a établi empiriquement une formulation optimale de pâte de ciment adjuvantée répondant au mieux à tous les critères d'extrudabilité (rendement, capacité de l'extrudeuse, qualité de l'extrudât...) pour l'extrudeuse de laboratoire utilisée. Cette pâte de ciment est obtenue en couplant un liant de type ciment portland CEM II 32.5R (70% en masse) à d'autres fines possédant des distributions granulométriques et des qualités hydrophiles différentes : la fine (silicate de calcium anhydre 20%), le millisil (quartz broyé 5%) et de la fumée de silice (5%). Ces fines siliceuses permettent d'obtenir une meilleure qualité plastique, une meilleure homogénéité du mélange et donnent au matériau durci, de part leurs propriétés pouzzolaniques, de meilleures résistances. La phase fluide du mélange optimum utilisé contient (en rapport massique) : de l'eau (0,22 de la masse solide) et un plastifiant réducteur d'eau, le plastiment 22S SIKA (0,01 de la masse solide). Le mélange obtenu permet d'avoir un matériau dont le comportement présente un caractère essentiellement plastique, maniable, ayant un seuil de plasticité juste suffisant pour assurer le maintien de la forme (20 kPa). Cependant, cette pâte de ciment présente une fraction volumique solide très élevée, 63 %, ce qui lui confère des propriétés d'écoulement particulières.

## 2.2. COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE ET TRIBOLOGIQUE

D'après Ancey et Coussot (1999), le régime d'écoulement d'une telle suspension soumise à des taux de déformations faibles (rencontrés en extrusion) est frictionnel. Cette prédominance du frottement rend le matériau très sensible à la pression. Récemment, les travaux de Toutou (2004, 2005) montrent le caractère plastique frottant des matériaux fermes à base cimentaire (suspensions hautement concentrées) soumis à des taux de déformation faibles. Ce caractère frottant rend les pâtes cimentaires sensibles à la consolidation et à la filtration du fluide à travers le squelette granulaire.

Des essais de compression simple réalisés par Toutou (2004, 2005) montrent que si cette pâte de ciment présente un comportement plastique parfait à des vitesses de déformation rapides, dans des conditions de sollicitations proches de l'extrusion (vitesse de déformation lente, fort gradient de pression), elle présente un comportement plastique frottant. Le seuil de plasticité de la pâte augmente avec la pression moyenne aux plateaux pour des faibles vitesses de compression comparable à celle d'extrusion ( $0,5 \text{ mm.s}^{-1}$ ).

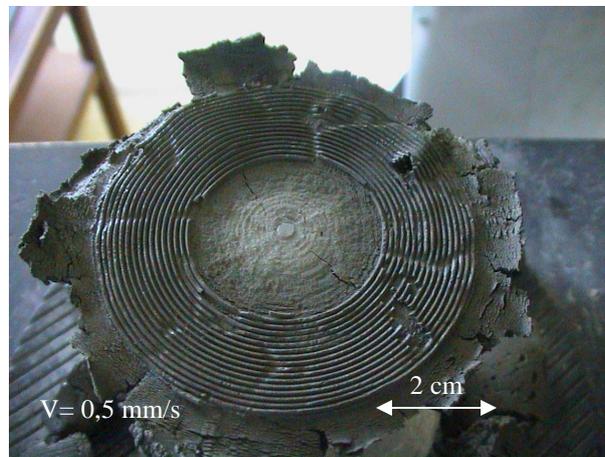


Figure 1. Visualisation de l'assèchement de la zone centrale après compression simple à  $0,5 \text{ mm/s}$ .

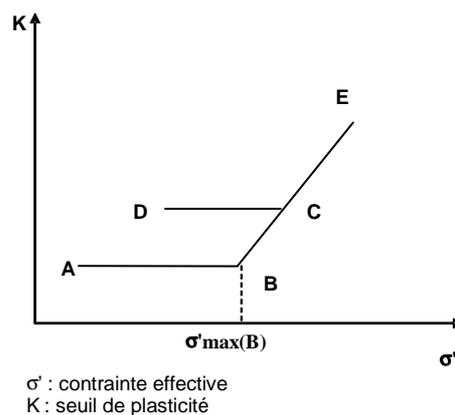


Figure 2. Evolution du seuil de plasticité en fonction du chemin de contraintes de matériaux subissant une consolidation quasi-instantanée (conditions drainées). Visualisation de chemin réversible AB, BA, CD, DC et irréversible BC et CE.

Ce comportement est irréversible et correspond à un changement structurel du matériau et plus précisément un changement local de sa composition. Une observation de l'échantillon écrasé montre une zone centrale essorée et donc durcie présentant un seuil de plasticité plus important (figure 1). Ce comportement est similaire à celui d'un sol en consolidation comme illustré sur la figure 2. Sur cette figure, la consolidation du matériau apparaît quand le matériau est soumis à une pression où une contrainte plus importante que ce qu'il avait connu jusque là (chemin de contraintes BC, CE). La consolidation est alors irréversible et le matériau garde les caractéristiques (composition, indice des vides, seuil de cisaillement) acquises pendant la sollicitation. Au contraire, si le matériau est soumis à une contrainte inférieure à la contrainte maximale connue auparavant, le matériau ne rentrera pas en consolidation (chemin AB et DC). Cette illustration analogue aux bases de la consolidation utilisées en mécanique des sols conditionne la dépendance du comportement du matériau au chemin de contraintes qu'il va connaître dans l'extrudeuse.

### 3. TYPOLOGIE DE L'ÉCOULEMENT D'EXTRUSION

#### 3.1. FLUIDE PLASTIQUE PUR

Afin de connaître la structure de l'écoulement, dans le but de prévoir et de quantifier les déformations subies par la pâte dans l'extrudeuse, nombre de techniques de visualisations expérimentales (RMN, parois transparentes, ...) et de simulation (Zienkiewicz et Godbole, 1976) ont été développées. Une étude de la littérature montre que les différents auteurs s'accordent pour une décomposition en trois zones de l'écoulement d'extrusion des matériaux plastiques purs (Figure 3) : un écoulement central plastique essentiellement élongationnel, où la vitesse (le long de l'axe centrale de l'extrudeuse) est la plus grande. Il peut exister une couche fortement cisailée le long des parois de l'extrudeuse (couche très fine), un écoulement très cisailant au niveau du rétrécissement à l'entrée de la filière et une zone où le matériau reste immobile autour du rétrécissement brutal. Cette partie de l'écoulement est qualifiée de zone morte.

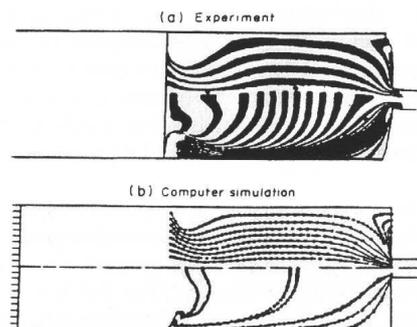


Figure 3. Typologie écoulement d'un matériau plastique parfait prévu par simulation numérique. Demi-extrudeuse supérieure : ligne de courant, Demi-extrudeuse inférieure : déplacement (d'après Zienkiewicz et Godbole, 1976).

#### 3.2. PÂTE CIMENTAIRE EXTRUDABLE

La sensibilité au drainage du mélange formulé peut entraîner une modification de la typologie de l'écoulement avec notamment la création de zone d'écoulement privilégié où le matériau nécessite moins d'énergie pour s'écouler et se déformer. Des essais ont été effectués pour vérifier que la

typologie d'écoulement d'extrusion d'un fluide plastique frottant est influencée par la consolidation. Pour ce faire, nous avons mis en œuvre l'extrusion d'un matériau constitué de couches alternées de couleurs différentes (Figure 4). Pour obtenir une coloration, une petite quantité de poudre de carbone (1% de la masse de ciment) est ajoutée à la pâte sans modifier de manière notable le comportement de la pâte. L'épaisseur d'une couche est de 25 mm. L'observation de la forme des frontières entre couches confirme la typologie d'écoulement observée dans le cas de fluides plastiques purs (zones mortes, écoulement bouchon puis écoulement fortement cisailé près de la filière).

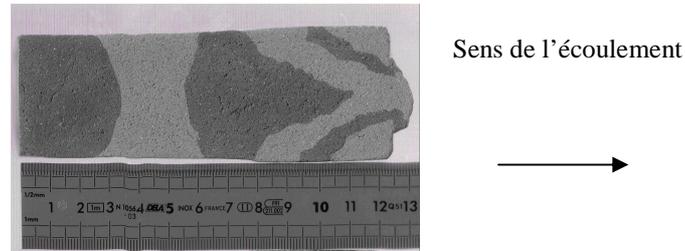


Figure 4. Typologie de l'écoulement d'une pâte cimentaire ( $d/D = 0,35$  ;  $V = 1 \text{ mm.s}^{-1}$  et  $V$  la vitesse d'avance du piston).

Une technique de mesure de la « dureté » de surface a été développée dans le but de déterminer et de localiser la consolidation de la pâte au sein de l'extrudeuse. Après un temps d'écoulement donné, le cylindre de pâte est retiré de l'extrudeuse puis coupée en deux dans le sens de l'écoulement. Le demi cylindre est alors placé sous une presse et l'effort nécessaire à 5mm d'enfoncement d'une aiguille cylindrique de 1,5 mm est mesuré en plusieurs points de la surface coupée. Cet effort est un indicateur de l'état de consolidation de la pâte et montre les régions où le matériau nécessitera plus d'énergie pour être cisailé (figure 4 et 5). La répétition de cet essai en stoppant l'extrudeuse en des temps différents permet d'obtenir des cartographies de notre indicateur de dureté de surface qui montrent comment s'effectue la migration de l'eau à travers le squelette granulaire. Avant extrusion, la pâte résiste à un effort de pénétration de référence de 2 N. L'effort d'extrusion  $F$  est indiqué en correspondance afin de pouvoir lier l'état de la pâte à l'énergie nécessaire à la mettre en forme.

Les essais sont réalisés sur une extrudeuse à piston de 43,3 mm de diamètre avec un rapport d'extrusion de 0,35 et sur un échantillon de matériau de 600 g. Deux vitesses de piston sont testées : 0,1 et 1  $\text{mm.s}^{-1}$ . Les essais sont réalisés une demi-heure après la confection de la pâte pour s'affranchir du vieillissement de celle-ci. Le seuil de cisaillement de la pâte est contrôlé avant chaque essai à l'aide d'un essai scissométrique et est égal à  $20 \pm 1$  kPa. Les mesures effectuées au scissomètre sont réalisées à vitesse de rotation imposée (1tr/min) et le couple maximal de mise en écoulement est utilisé pour calculer le seuil d'écoulement.

Sur les figures 4 et 5, on note l'apparition de zones consolidées au sein du matériau près du piston et au niveau de la zone morte. Ces observations montrent que l'extrusion induit bien des hétérogénéités au sein du matériau en écoulement. L'écoulement se fait notamment avec la création d'une zone de dureté moindre au centre constituant une zone de mise en forme préférentielle. Les résultats montrent que l'étendu de la zone consolidée située près du piston dépend de la vitesse du piston.

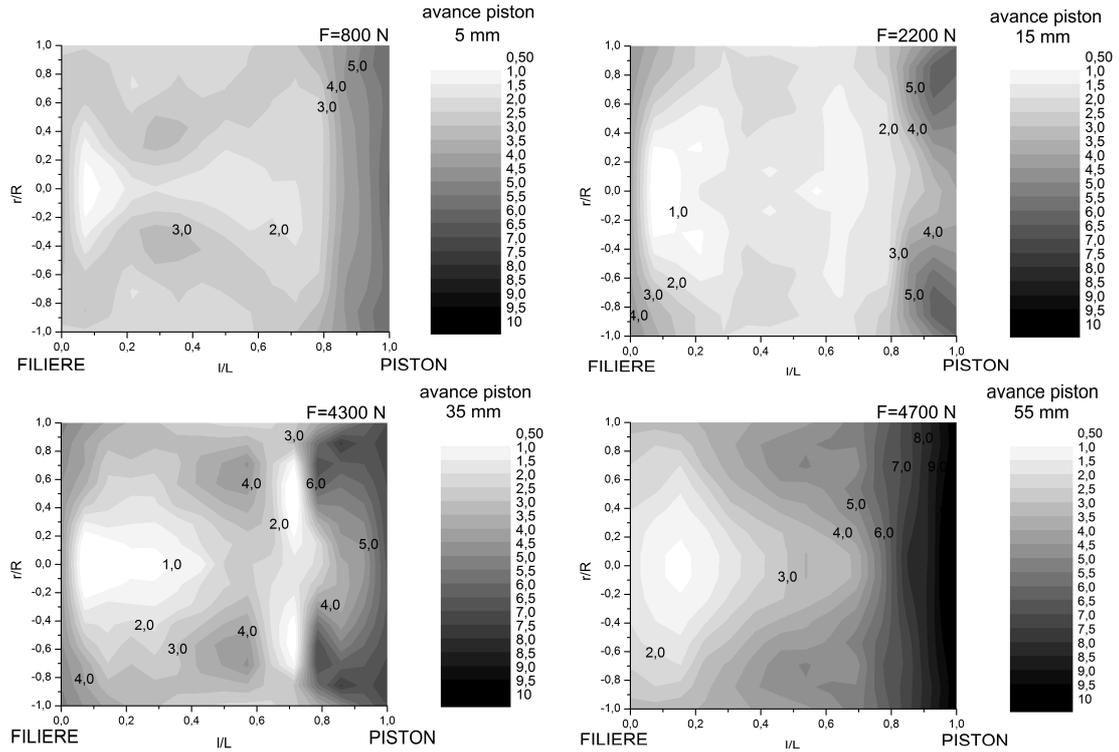


Figure 4a-d. Localisation de la consolidation de la pâte. Mesure de dureté de surface. Extrusion réalisée à  $V = \text{mm.s}^{-1}$  ;  $d/D = 0,35$  et stoppée 5, 15, 35 et 50s après son commencement.

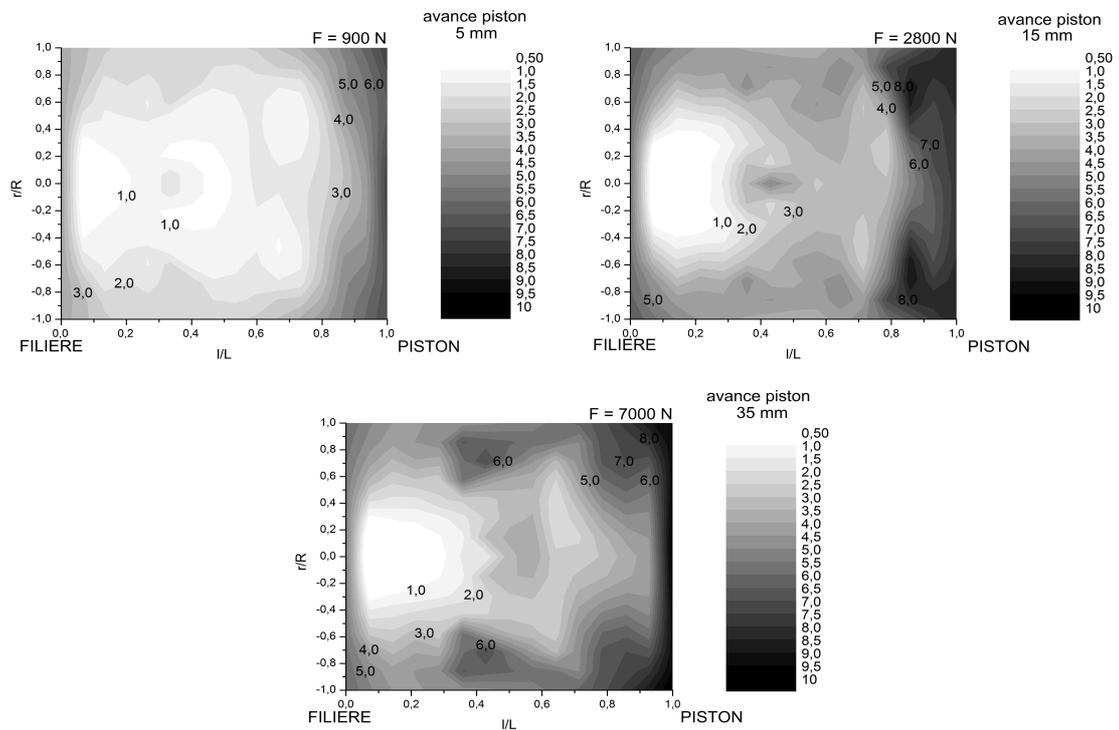


Figure 5a-c : Carte de l'indicateur de dureté (force de pénétration de l'aiguille en N) du matériau restant dans l'extrudeuse pour une extrusion de 600 g de mortier réalisée à  $d/D = 0,35$  et  $V = 0,1 \text{ mm.s}^{-1}$  et stoppée pour une avance de piston de (a) 5 mm, (b) 15 mm, (c) 35 mm.

Pour une avance du piston donnée, la longueur de la couche de matériau consolidé est plus petite pour la plus grande vitesse ( $1 \text{ mm.s}^{-1}$ ). L'augmentation de l'effort d'extrusion semble donc liée, pour les deux vitesses d'avance à l'extension de la zone consolidée. La localisation et l'étendu de la zone consolidée peuvent être expliquées par la vitesse relative entre le squelette granulaire et la phase liquide et par la durée au cours de laquelle le matériau est soumis à la consolidation. La durée de consolidation est plus grande quand la vitesse du piston diminue alors que la vitesse relative augmente avec quand la vitesse du piston diminue. Ces deux phénomènes vont dans le sens d'une extension plus rapide de la zone consolidée dans le cas de la vitesse du piston la plus faible ( $0,1 \text{ mm.s}^{-1}$ ). Une comparaison entre le suivi de l'évolution de la pâte et les mesures du seuil de plasticité K (tableau 1) des extrudats montre que la consolidation du matériau induit une migration du fluide vers la filière et les extrudats, ce qui produit une zone de plus forte teneur en eau au niveau de celle-ci. Finalement, le matériau subissant les déformations plastiques est localisé dans une zone d'écoulement préférentiel située près de la filière entre deux zones consolidées (la zone proche du piston et la zone morte). Comme attendu, la mesure de l'indicateur de dureté permet une localisation précise de la zone morte. La zone consolidée proche du piston se comporte comme un convergent progressif. Les mécanismes de formation de la zone morte semble être les mêmes pour les deux vitesses d'avance mais la zone morte se forme plus vite pour des vitesses d'avance du piston faibles. On note également que la diminution du seuil de cisaillement des extrudats avec la diminution de la vitesse du piston montre une plus forte migration du fluide dans le cas de faibles vitesses d'extrusion.

Billet mass	360 g			450 g			600 g			
	d/D	0.18	0.36	0.45	0.18	0.36	0.46	0.18	0.36	0.46
V = 1 mm/s	x	6 kPa	5 kPa	3 kPa	4 kPa	6.2 kPa	4 kPa	x	6.1 kPa	
V = 5 mm/s	3 kPa	8 kPa	11 kPa	8.6 kPa	9.1 kPa	10 kPa	7.7 kPa	9.2 kPa	8.3 kPa	
V = 10 mm/s	x	9 kPa	10 kPa	6.3 kPa	11 kPa	12 kPa	9.5 kPa	11 kPa	12 kPa	

*Tableau 1 : Seuil de plasticité mesuré au vane test des extrudats réalisés en mortier dans toutes les configurations d'extrusion testées*

L'écoulement se déroule avec une extension de la zone consolidée au droit du piston. Globalement, l'hypothèse de l'avancée d'un front consolidé du piston vers la filière peut être émise et reliée à l'augmentation de l'effort d'extrusion. Des mesures complémentaires montrent que les variations de teneur en eau locales associées aux variations de consistance apparaissent extrêmement faibles. La méthode du suivi de l'évolution du matériau suivi de l'indicateur de dureté nous a montré comment se comporte le matériau dans l'extrudeuse et l'influence de son comportement plastique frottant dans un contexte d'extrusion. De plus, il permet d'émettre une hypothèse géométrique sur l'évolution du matériau (consolidation du matériau par tranches du piston vers la filière) qui pourrait permettre de modéliser l'effort d'extrusion (Perrot, 2006).

#### 4. CONCLUSION

L'étude de l'écoulement montre comment les spécificités (forte hétérogénéité, forte fraction volumique solide) de nos matériaux affectent l'écoulement de la matière dans l'extrudeuse. La forte fraction volumique solide et les faibles taux de cisaillement induits par l'écoulement d'extrusion sont des conditions très favorables à la consolidation de la pâte et au drainage du fluide dans le squelette granulaire. Dans les process de mise en forme, l'homogénéité de la pâte est un paramètre clé vis-à-vis

de la qualité des matériaux durcis. Nous avons pu mettre en évidence les hétérogénéités induites par l'écoulement et l'évolution de la pâte au cours de l'écoulement. L'étude de la typologie de l'écoulement a permis de mettre en évidence la formation de zones présentant des aptitudes différentes vis-à-vis de l'écoulement :

- Deux zones consolidées, une au voisinage du piston et l'autre constituant la zone morte. Ces zones essorées sont difficilement déformables et présentent peu d'aptitudes à l'extrusion. On note que la zone consolidée proche du piston peut former une voûte granulaire qui s'arc bute sur les parois et s'oppose à l'écoulement.
- Une zone d'écoulement préférentiel, au droit de la filière qui présente une plus forte teneur en eau et où le matériau nécessite moins d'eau pour être mis en forme.
- L'influence de la vitesse du piston sur la typologie de l'écoulement et la cinétique d'évolution de la pâte a pu être mise en évidence.

Ces travaux montrent aussi les limites de l'utilisation d'une modélisation plastique de l'effort d'extrusion pour ce type de matériau plastique frottant. En effet, la modélisation plastique suppose une homogénéité du matériau spatiale et temporelle. Le suivi du matériau dans l'extrudeuse montre que l'écoulement induit des hétérogénéités dans l'extrudeuse et que le matériau évolue au cours de l'extrusion. Les méthodes de suivi de l'écoulement développées au cours de cette étude donnent les informations nécessaires à la formulation d'hypothèses nécessaires à la modélisation de l'écoulement de tels matériaux.

## 5. BIBLIOGRAPHIE

- Ancey C., Coussot P., « Rheophysical classification of concentrated suspensions and granular pastes », *Comptes Rendus de l'académie des Sciences de Paris*, vol. 327, 1999, p. 515-522.
- Mori A., Baba A., « A method for predicting the operating characteristics during extrusion moulding process for cementitious materials », *Proc. Int. Symp., Brittle Matrix Composites 4'*, Warsaw 1994.
- Perrot A., Lanos C., Estellé P., Mélinge Y., Ram extrusion force for a frictional plastic material: model prediction and application to cement paste, *Rheologica Acta*, accepté
- Qian X., Zhou X., Mu B., Li Z., « Fiber alignment and property direction dependency of FRC extrudates », *Cement and Concrete Research*, vol. 33, 2003, p. 1575-1583.
- Stang H., Pedersen C., « HPFRCC – Extruded pipes », *Materials for the new millennium*, Ken P. Chong, Vol. 2, 1996, p. 261-270.
- Toutou Z., Roussel N., Lanos C., « The squeezing test, a tool to identify firm cement based material's rheological behaviour and evaluate their extrusion ability », *Cement and Concrete Research*, online first, 2004.
- Toutou Z., Lanos C., Mélinge Y., « The use of squeezing test-extrusion flow similitude to identify cement based materials extrudability », *Proc. XIVth Int. Congr. On Rheology*, Seoul, Korea, 2004, MP23.
- Zienkiewicz O.C., Godbole P.N., « Flow of solids during forming and extrusion : Some aspects of numerical solutions », *Int. J. Num. Meth. In Engng.*, vol. 8, 1976, p. 3-16.