



Etude rhéométrique pour la mise au point de sédiments cohésifs modèles transparents pour une approche locale du comportement en érosion

Keang Sè POUV¹, Anthony BESQ¹, Sylvain GUILLOU¹

1. Laboratoire Universitaire des Sciences Appliquées de Cherbourg,
EA4253, Groupe "Mécanique des Fluides et Rhéologie", Site Universitaire,
50130 Cherbourg Octeville, France.
keang-se.pouv@unicaen.fr ; anthony.besq@unicaen.fr ; sylvain.guillou@unicaen.fr

Résumé :

Dans cette contribution, on a recourt à des essais rhéométriques pour caractériser le comportement d'un sédiment cohésif naturel dont une partie est traitée par rayonnement ionisant gamma. On montre que ce traitement conduit à une réduction importante du niveau de résistance du sédiment. Le suivi spécifique des dynamiques d'évolution de la structure du sédiment permet d'établir des relations d'échelle. Le vieillissement au repos met en évidence une loi d'évolution en puissance du temps. L'observation de la transition solide/liquide (processus similaire à l'érosion du fond sédimentaire) permet d'obtenir une relation exponentielle du temps de transition en fonction de l'inverse de la contrainte appliquée. Le fait le plus remarquable est que les dynamiques ne semblent pas affectées par le traitement par irradiation gamma. Pour mieux comprendre les phénomènes mis en jeu dans le processus d'érosion, il est proposé de suivre localement ces dynamiques à l'aide des techniques PTV et LIF. Dans cette optique, il faut disposer de fluides modèles transparents simulant les propriétés rhéologiques des sédiments naturels et notamment les dynamiques particulières présentées précédemment. Deux fluides modèles à seuil (gels) utilisant le carbopol et la laponite sont ainsi mis au point, et on montre la similitude des propriétés.

Soumis le 4 octobre 2011, accepté le 6 janvier 2012, en ligne le 23 janvier 2012.

La seule version examinée est celle écrite en français. La ou les autres versions n'étant pas examinées par le comité de rédaction de la revue, sont donc publiées sous l'entière responsabilité du ou des auteurs.

Pour citer cet article :

POUV K.S., BESQ A., GUILLOU S. (2012). *Etude rhéométrique pour la mise au point de sédiments cohésifs modèles transparents pour une approche locale du comportement en érosion*. *Revue Paralia*, Vol. 5, pp 1.1–1.14.

DOI:10.5150/revue-paralia.2012.001(disponible en ligne – <http://www.paralia.fr> – available online)

1. Introduction et positionnement de la problématique

Dans les ports et les estuaires, les sédiments s'accumulent dans certaines zones et sont érodés dans d'autres. La gestion à long terme de ces espaces nécessite d'être capable de modéliser le comportement en érosion et en transport des sédiments, qui sont par ailleurs le plus souvent cohésifs. Décrire ces propriétés d'érosion requière une phase expérimentale (*in situ* ou en laboratoire) pour évaluer la contrainte hydrodynamique déclenchant l'érosion. Les différentes techniques et essais mis en œuvre, en soumettant le matériau à des contraintes induites par un écoulement d'eau, montrent que cette tâche est complexe. Ainsi, TOLHURST *et al.* (2000) rapportent que le processus d'érosion ne semble pas universel puisque deux modes d'érosion, l'un en surface et l'autre en masse, pouvant s'enchaîner, ont été observés. Une caractéristique essentielle, que l'on peut retenir de ces modes, est la manifestation du processus de rupture. Les auteurs soulignent également l'importance de l'amplitude et de la durée des incréments des sollicitations mécaniques appliquées sur le fond sédimentaire. Par ailleurs, l'identification du déclenchement du processus d'érosion suite à ces sollicitations est très délicate, et donne lieu à considérer différentes valeurs seuil, selon le degré de manifestation de l'enlèvement de matière solide (*i.e.* détectabilité de la quantité de matière accumulée en suspension).

Du point de vue physique, l'érosion du sédiment correspond à une transition entre un état solide et un état fluide qui nécessite d'être capable de caractériser finement la dynamique du comportement mécanique sur un domaine important de déformations. La rhéométrie peut répondre à ces exigences dans le cadre de sollicitations mécaniques en cisaillement simple obtenues en confinant le matériau entre des outils. La relative facilité de mise en œuvre permet de caractériser l'impact de différents facteurs tels que la concentration, la nature et la granulométrie des constituants minéralogiques ; les composants organiques et polymériques ; ..., sur le comportement mécanique.

Les différentes études expérimentales en rhéologie des sédiments ont montré le caractère complexe et évolutif dans le temps de ces matériaux qui dépend de nombreux facteurs (concentration des particules colloïdales et grossières, contenu en matière organique, activité biologique...). Les propriétés de thixotropie et d'existence d'une contrainte seuil ont été rapportées, et une meilleure compréhension de ces propriétés a été possible, ces dernières années, grâce à une approche locale pour différents systèmes présentant les mêmes propriétés. Les travaux, ainsi conduits, mettent en évidence la coexistence de zones fluides et de zones solides au sein du même échantillon qui évoluent spatialement et temporellement selon l'état de la matière (RAYNAUD *et al.*, 2002 ; OVARLEZ *et al.*, 2009). Dès lors, les observations relatives à la transition solide/liquide et liquide/solide associée au concept de contrainte seuil, ainsi qu'au comportement en écoulement, sont directement dépendantes des conditions d'application des sollicitations mécaniques (distribution, temps et taux d'accroissement) (COUSSOT *et al.*, 2002 ; UHLHERR *et al.*, 2005).

Cette vision de la problématique de l'érosion en tant que transition de comportement mécanique pose légitimement plusieurs questions. Compte tenu de la différence de la nature de la sollicitation mécanique en érosion et en rhéométrie, est-il possible de trouver un lien permettant de prévoir le comportement en érosion à partir de "simples" essais rhéométriques ? Une étude spécifique peut être menée dans ce sens, mais elle impose d'une part, d'éliminer l'évolutivité du sédiment inhérente à la composante biologique, et d'autre part, d'obtenir simultanément des informations macroscopiques caractérisant les dynamiques et des informations locales du matériau qui adoptera vraisemblablement une organisation hétérogène. Quelles techniques peut-on alors mettre en œuvre ?

Les techniques "classiques" de RMN, d'imagerie de particules (PIV ou PTV), de vélocimétrie Doppler (ondes sonores ou laser) peuvent répondre à ces objectifs. Elles se différencient par leur caractère potentiellement intrusif (ajout ou non de traceurs), leur résolution spatiale et temporelle ainsi que leur exigence de certaines propriétés du fluide (transparence optique, homogénéité). La technique exploitant la fluorescence induite par laser (LIF) peut également apporter des informations qualitatives sur les phénomènes de diffusion et de déformation au sein du matériau. La conséquence immédiate du choix de techniques basées sur l'imagerie optique est la nécessité d'utiliser un matériau modèle transparent. Cette contrainte offre la possibilité de développer un matériau avec des propriétés ajustables, maîtrisées et stables dans le temps. Il reste alors à définir la nature des propriétés que l'on souhaite contrôler.

Dans cet article, on aborde la problématique de l'érosion de sédiments cohésifs en étudiant les propriétés rhéologiques fondamentales de contrainte seuil et de thixotropie d'un sédiment naturel, en exploitant plutôt des essais de fluage pour caractériser les aspects dynamiques qui ne peuvent être identifiés précisément avec les essais classiques d'écoulement. Ce sédiment sera par ailleurs traité de manière à le perturber et souligner l'importance de la composante biologique. Les résultats obtenus constituent une référence pour la mise au point de matériaux modèles. Ce sont ceux déjà présentés par POUV *et al.* (2010). On décrit, par ailleurs, le protocole de préparation de deux fluides modèles transparents et leur caractérisation démontre la similitude de comportement avec celui des sédiments cohésifs naturels. Ces deux fluides modèles (un gel de carbopol et un gel mixte laponite-carbopol) possèdent un même niveau de seuil et se distinguent par leur caractère thixotrope qui est une composante souvent peu prise en compte dans les études d'érosion. On rappelle que le carbopol (polymère) et la laponite (argile de synthèse de type hectorite) sont des additifs très utilisés et étudiés en rhéologie. Une description détaillée de ces constituants de base est faite par PIAU (2007) et MONGONDRY (2003).

2. Méthodologie

2.1 Echantillons et caractéristiques d'un sédiment naturel

L'échantillon de sédiments marins a été collecté en février 2008, à la benne dans la grande rade de Cherbourg (Lat. 49°40'05.00"N, Long. 01°36'11.00"O) à proximité de la voie maritime de la Passe de l'Est. L'échantillon a été réparti équitablement dans quatre tonnelets hermétiques de 6 l qui ont été transférés le jour même vers le site de Sablé sur Sarthe (72), de la société Ionisos. Un traitement par irradiation gamma (dose de 35 KGy en périphérie) a alors été pratiqué sur seulement 2 colis sans ouverture de ces derniers. Le temps total entre l'envoi et le retour des tonnelets au laboratoire a été de 3 jours. Ce traitement initial permet ainsi d'obtenir, pour des mêmes conditions de stockage, un échantillon caractérisé par une activité biologique normale (croissance/décroissance de bactéries, production de substances extracellulaires, ...) et un autre où à la fois la population bactérienne et les substances polymériques ont été endommagées voir détruites. Ces échantillons seront qualifiés par la suite de naturels et d'irradiés.

La dernière étape de préparation consiste en un tamisage étagé, effectué en trois passes à l'aide de tamis normalisés, avec une taille ultime de coupure de 125 µm.

On note une valeur du pH des sédiments, qu'ils soient irradiés ou non, voisine de 7,5.

La concentration massique en matière solide des échantillons a été déterminée à partir de trois prélèvements pour chaque type de traitement (naturel, irradié), en considérant les valeurs de pesée avant et après séchage à l'étuve (24 h à 70°C). On obtient respectivement pour les systèmes naturels et irradiés, une valeur de 36,1±1,7% et de 36,0±0,1%. En moyenne, les systèmes sont de même concentration. On note, cependant, une plus grande variabilité des valeurs pour le système naturel.

La densité du sédiment sec des mêmes échantillons a été mesurée par pycnométrie à hélium (Accupyc1330, Micromeritics). Une faible variabilité (0,3%) est constatée pour l'ensemble des échantillons qui présentent une densité moyenne de 2,58 g/cm³.

Ces analyses permettent de juger de la bonne homogénéité du matériau quel que soit l'échantillon examiné. Aucune autres analyses n'ont été faites car l'objectif des essais rhéométriques n'est pas d'établir de corrélation entre le comportement mécanique et la composition du matériau.

2.2 Préparation des sédiments modèles

La fabrication des gels de carbopol commence par le mélange d'une masse appropriée de carbopol (0,3%) (Ultrez 21, Noveon) dans de l'eau ultra-pure (14,45%) (Chromasolv 34877, Sigma Aldrich), à l'aide d'un agitateur magnétique (500 tr/min) pendant 20 min. La quantité correspondante de glycérol (85%) (24397.236, VWR International) est ensuite ajoutée dans le mélange et agitée à 1100 tr/min pendant 20 min. Puis, un temps de repos de 20 min est respecté pour que les particules de carbopol puissent bien s'hydrater et gonfler librement dans la solution. La dernière étape consiste à neutraliser

le système par ajout de Triéthanolamine (0,25%) (Fluka 90280, Sigma Aldrich). Au cours de la neutralisation, le mélange est agité manuellement à l'aide d'une spatule métallique jusqu'à l'obtention d'un gel homogène (20 à 30 min). Il faut noter que les pourcentages indiqués représentent les concentrations en poids de chaque constituant.

Après une durée d'environ 24 h, les valeurs du pH et de la conductivité du gel sont respectivement aux alentours de 7,13 et de 4,90 $\mu\text{s}/\text{cm}$. Afin de limiter l'effet du vieillissement et d'obtenir une bonne reproductibilité de préparation, le gel fabriqué est mélangé à l'aide d'un homogénéisateur (Ultra-turrax) à 11000 tr/min pendant 2 min, puis réparti dans des tubes pour une opération de centrifugation à 5000 tr/min pendant 20 min afin d'éliminer toutes les bulles d'air existantes. Dès lors, on obtient un gel transparent d'indice de réfraction à 17°C (mesuré à l'aide d'un réfractomètre Euromex) de 1,446 et de masse volumique de 1,223 g/cm^3 .

Les gels mixtes laponite-carbopol sont obtenus par mélangeage de 45,9% d'une suspension de laponite à 1% (âgé de 2 jours), 39,1% d'un gel de carbopol à 0,3% (âgé de 2 jours) et 15% de glycérol. La préparation des gels de carbopol s'effectue selon la méthode décrite auparavant (sans l'agitation finale avec l'Ultra-turrax). Le protocole de réalisation des dispersions de laponite à 1% est divisé en deux étapes se déroulant sur deux jours consécutifs. Deux mélanges de même masse sont réalisés le premier jour : l'un est la dissolution directe de NaCl (S/3160/53, Fisher Scientific) à $2 \cdot 10^{-3}$ mol/l dans de l'eau ultra-pure, et l'autre est la dispersion de poudre de laponite (RD, Rockwood Additives) à 2% dans de l'eau ultra-pure à l'aide de l'Ultra-turrax (11000 tr/min pendant 15 min). Le jour suivant, les deux solutions sont mélangées entièrement au moyen de l'Ultra-turrax (11000 tr/min pendant 15 min). On obtient ainsi une suspension de laponite ayant une concentration massique de 1% et une force ionique de 10^{-3} mol/l. Le mélange entre le glycérol, les suspensions de laponite et de carbopol s'effectue vigoureusement à l'aide de l'Ultra-turrax (11000 tr/min pendant 2 min). On réalise, pour finir, une étape de centrifugation (5000 tr/min pendant 3 min), en tubes pour éliminer complètement les bulles d'air. On obtient ainsi un gel transparent d'indice de réfraction de 1,392 et de masse volumique de 1,153 g/cm^3 .

2.3 Techniques rhéométriques

Les essais rhéométriques ont été effectués avec deux rhéomètres à contrainte imposée : AR1000 (TA Instruments) utilisé avec une géométrie plan-plan de 40 mm de diamètre pour les sédiments naturels, et Rhéoscope1 (Thermo Fisher Scientific) utilisé avec une géométrie plan-plan de 28 mm de diamètre pour les sédiments modèles. La surface des deux géométries est couverte de dents pyramidales (base $1 \times 1 \text{mm}^2$, hauteur 867 μm) directement usinées dans la matière. Ces géométries cloutées s'apparentent à celle développée par NICKERSON & KORNFIELD (2005) afin de s'affranchir des problèmes de glissement. Des études complémentaires ont montré que ce type de

géométrie permettait également de maîtriser l'homogénéité du champ de cisaillement sur un domaine beaucoup plus grand de valeurs de contrainte (POUV *et al.*, 2009).

Un entrefer de 2 mm est utilisé pour la géométrie dentée PP40, ce qui est suffisant en regard de la taille des particules présentes dans les échantillons de sédiment naturel. Cependant, un entrefer de 1 mm est utilisé pour la géométrie dentée PP28. Compte tenu de la taille des dents, l'épaisseur de cisaillement effective est plus grande que l'entrefer. La quantité supplémentaire à considérer pour pouvoir calculer les grandeurs rhéométriques s'obtient en suivant la méthode d'étalonnage proposée par NICKERSON & KORNFIELD (2005). Dans notre cas, il faut considérer respectivement les valeurs de 165 μm et de 108 μm pour chaque plan des géométries PP40 et PP28.

3. Résultats de l'étude rhéométrique

3.1 Comportement en écoulement

Les essais d'écoulement examinés dans ce point consistent à mettre le matériau naturel, dans un premier temps, dans un état relatif dépendant du protocole retenu (précisaillement à 100 s^{-1} pendant 300 s puis repos de 300 s) compte tenu du caractère thixotrope, puis à imposer une série de sollicitation par valeurs croissantes puis décroissantes (durée totale 40 min). On impose soit la contrainte (CI) ou la vitesse de cisaillement (VI) via un asservissement de la contrainte. Les courbes d'écoulement (figure 1) obtenues pour ces deux modes et les deux types de sédiment mettent clairement en évidence que le système irradié est mécaniquement moins résistant, puisque les niveaux de contrainte mis en jeu pour obtenir un écoulement sur la même gamme de vitesse de cisaillement sont systématiquement plus petits. Ce constat de biostabilisation mécanique du sédiment est cohérent avec la description des effets biologiques présentés dans l'ouvrage de WINTERWERP & VAN KESTEREN (2004).

En mode contrainte imposée, les courbes présentent une première phase où la vitesse de cisaillement évolue peu. Ce régime traduit le caractère solide du sédiment qui se déforme élastiquement sous l'effet de l'accroissement de la contrainte. Au-delà de la valeur de contrainte critique (52 Pa pour le sédiment naturel et 38 Pa pour le sédiment irradié), une transition brutale s'opère et se matérialise par un quasi-plateau en contrainte, qui correspond en fait à un écoulement instable. Il a été montré que la stabilité n'était possible qu'au-delà d'une vitesse de cisaillement critique pour laquelle l'état du fluide est homogène au sein de l'entrefer. Il est important de noter que la transition solide/liquide est associée à une dynamique propre ce qui fait que la contrainte critique correspond à un changement observable sur l'échelle de temps défini par l'essai. Cette valeur est donc plus grande que la valeur de contrainte seuil qui permet d'initier la transition. A la fin du plateau, on est en présence d'un écoulement homogène associé à une vitesse de cisaillement compatible avec le niveau de contrainte imposé. On assiste ensuite à une augmentation conjointe de la vitesse de cisaillement avec la

contrainte qui traduit une déstructuration progressive du sédiment. Cet état déstructuré perdure lorsque les valeurs de contrainte diminuent, si bien que la courbe de descente se trouve en dessous de la courbe de montée. Lorsque le système atteint la valeur de vitesse de cisaillement critique (10 s^{-1} pour le sédiment naturel et 30 s^{-1} pour le sédiment irradié), une bifurcation vers l'état solide a lieu, les vitesses de cisaillement diminuent alors rapidement.

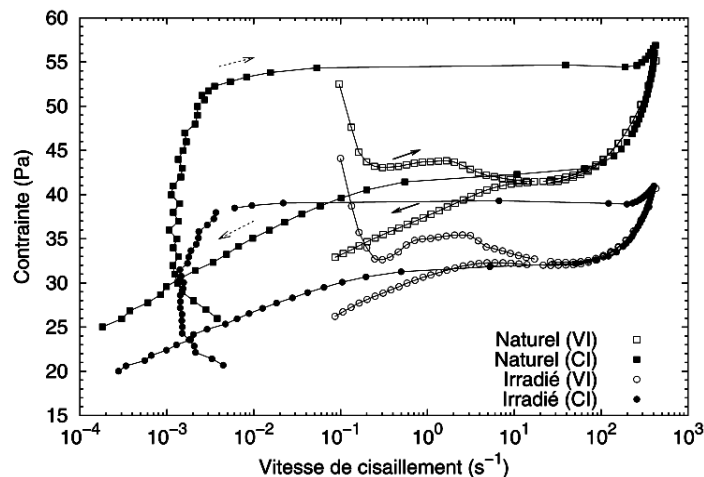


Figure 1. Courbes d'écoulement pour le sédiment naturel (carré) et irradié (cercle) en fonction du mode d'imposition des sollicitations mécaniques. Les flèches indiquent la charge et décharge du système.

Les courbes obtenues pour les essais réalisés en imposant la vitesse de cisaillement, bien que différentes des précédentes, sont parfaitement cohérentes. Lors de la montée, on assiste à une évolution non monotone tant que l'écoulement est instable (coexistence de zones solides et cisailées), c'est-à-dire pour des vitesses de cisaillement inférieures à la vitesse de cisaillement critique. Lorsque l'on est en présence d'un écoulement stable où le matériau est homogène et déstructuré dans tout l'entrefer, la courbe de descente se superpose sur celle enregistrée lors des essais en mode contrainte imposée. Dans cette zone, on constate peu de différences entre la courbe de montée et de descente ce qui suggère que, à partir du moment où tout l'entrefer est cisailé de manière homogène, la cinétique de déstructuration mise en jeu est plutôt lente. Enfin, pour les courbes de descente, on retrouve le phénomène de bifurcation dès lors que la vitesse de cisaillement est inférieure à la valeur critique. Les courbes se distinguent de celles obtenues dans le cas des essais en mode contrainte imposée car les conditions d'application de la sollicitation donnent lieu à une distribution différente des contraintes au sein de l'échantillon.

Pour les matériaux modèles, seuls les essais d'écoulement en mode CI (précisaillement de $\pm 1 \text{ s}^{-1}$ pendant 90 s, temps de repos de 120 s, et durée totale de l'application de

contrainte de 60 min) sont effectués. Pour ces conditions d'essai, on obtient des comportements similaires à ceux rencontrés précédemment pour les sédiments naturels. Les courbes d'écoulement illustrées sur la figure 2 montrent que l'on est en présence de deux matériaux qui présentent une même réponse de type solide élastique. On peut estimer que les valeurs de contrainte seuil sont voisines de 16 Pa. Le passage à l'écoulement s'effectue très progressivement pour le gel de carbopol et beaucoup plus brutalement pour le gel mixte carbopol-laponite comme c'était le cas pour les sédiments naturels. La valeur de la vitesse de cisaillement critique du gel de carbopol (environ $0,01 \text{ s}^{-1}$) est ainsi beaucoup plus faible que celle du gel mixte laponite-carbopol (environ 2 s^{-1}). La différence entre les courbes de montée et de descente suggère que seul le gel mixte laponite-carbopol possède un caractère thixotrope plus prononcé. C'est le système qui s'apparente le plus au sédiment naturel traité dans cette étude.

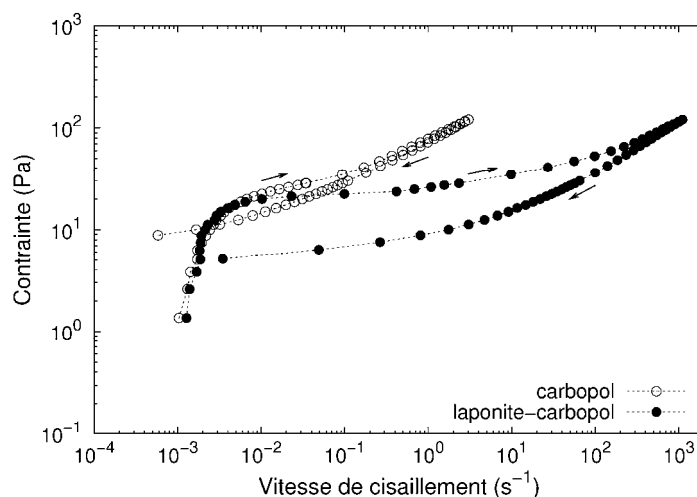


Figure 2. Courbes d'écoulement des sédiments modèles obtenues avec le mode de contrainte imposée. Les flèches indiquent la charge et décharge du système.

3.2 Dynamique de vieillissement

Pour évaluer le niveau de résistance du sédiment atteint après une période de repos t_w faisant suite à remaniement contrôlé (300 s de précisaillement à 100 s^{-1} qui est une valeur plus grande que la vitesse de cisaillement critique), on réalise des essais de fluage avec une même valeur de contrainte de 40,8 Pa pour le sédiment naturel et 28,8 Pa pour le sédiment irradié. Ces valeurs sont volontairement inférieures aux valeurs de contrainte critique de manière à s'approcher au mieux de la valeur de contrainte seuil que l'on ne cherche pas à déterminer précisément. Quatre valeurs du temps de repos t_w ont été retenues (300, 900, 1800 et 3600 s). Ce temps de repos est classiquement vu comme un temps de vieillissement du matériau au cours duquel une réorganisation structurelle se déroule. C'est pourquoi, on choisit de prendre comme origine des temps l'instant faisant suite au précisaillement. PHAM VAN BANG *et al.* (2007) ont observé

que cette réorganisation conduisait à une augmentation de la contrainte seuil avec le temps de repos ; dès lors les résultats d'une étude d'érosion deviennent directement dépendants de l'histoire mécanique du sédiment (solicitations et repos). Il est important de souligner que ce vieillissement, traduisant une reprise de structure du matériau, ne doit pas être confondu avec une évolution des propriétés au cours du stockage due à la composante biologique et organique. Les deux phénomènes existent mais avec des échelles de temps différentes.

La figure 3 présente l'évolution de la déviation angulaire (*i.e.* la déformation) de la géométrie au cours du temps pour le sédiment naturel. Une même réponse linéaire est enregistrée dans les tous premiers instants. Elle traduit un comportement de type solide élastique. On observe ensuite un régime oscillatoire qui correspond au couplage entre la réponse viscoélastique du matériau et l'inertie du rhéomètre. L'évolution devient par la suite continue et on assiste à une hiérarchisation des niveaux de déformation selon le temps de repos. Pour finir, on constate pour les temps longs une transition complexe vers un régime d'écoulement mise en évidence par l'incurvation des courbes. La transition solide/liquide s'amorce d'autant plus tardivement que le temps de repos est grand.

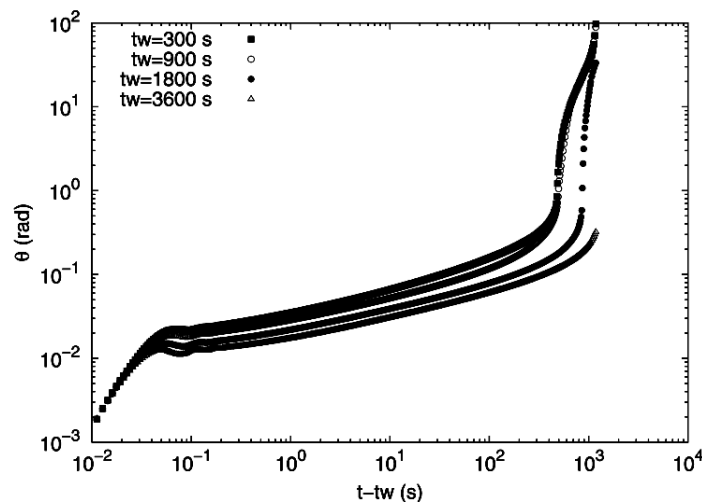


Figure 3. Courbes de fluage à 40,8 Pa pour le sédiment naturel en fonction du temps et pour différents temps de repos t_w .

Pour caractériser la dynamique de vieillissement, on utilise ces essais pour relever le temps nécessaire afin d'atteindre un même niveau de complaisance J_0 (*i.e.* même rapport déformation sur contrainte). Le tracé en double échelle logarithmique des valeurs de temps pour $J_0 = 1,08 \cdot 10^{-2} \text{ Pa}^{-1}$ en fonction du temps de repos, pour les sédiments naturels et irradiés, suggère un même comportement en loi de puissance d'exposant μ valant 1,43 (figure 4.a). La valeur de μ ne dépend pas de la valeur J_0 fixée.

L'origine physique du processus de vieillissement reste à déterminer. En tout cas, il ne semble pas affecté par la présence des substances polymériques qui doivent avoir un poids moléculaire plus faible dans le cas du sédiment irradié.

L'utilisation de cette loi de puissance permet alors d'adimensionner la variable temps et d'obtenir des courbes de fluage selon une même courbe maîtresse (figure 4.b). Les courbes restent toutefois différentes pour la partie caractérisée par la dynamique de transition solide/liquide qui dépend du réseau structurel développé au sein de l'échantillon.

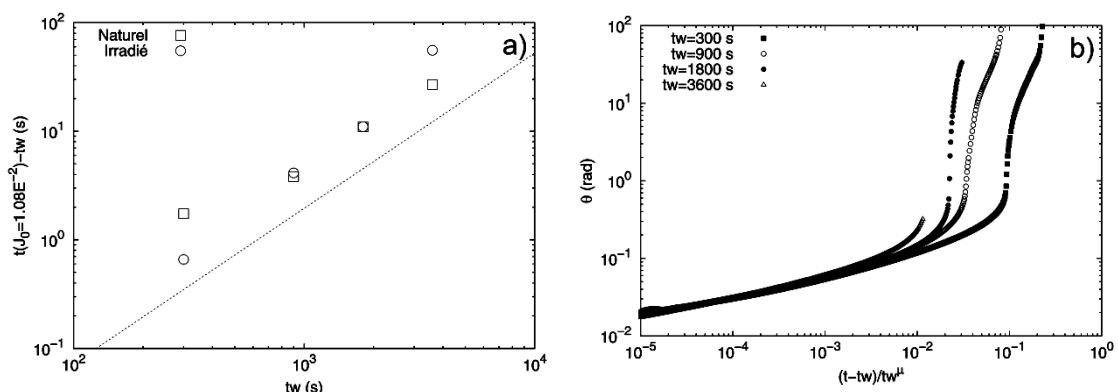


Figure 4. a. Evolution du temps d'atteinte d'une même valeur de complaisance pour les sédiments naturel et irradié (la droite matérialise une pente de 1,43). b. Utilisation de la loi de vieillissement pour adimensionner les courbes de fluage.

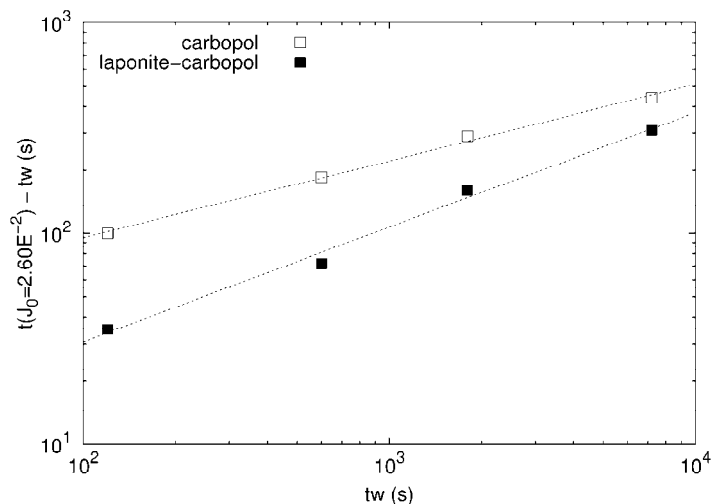


Figure 5. Valeurs de temps pour $J_0 = 2,60 \cdot 10^{-2} Pa^{-1}$ en fonction du temps de repos (cas de sédiments modèles). Les deux droites matérialisent une pente de 0,40 pour le gel de carbopol et une pente de 0,55 pour le gel mixte laponite-carbopol.

La figure 5 met en évidence qu'il existe également les phénomènes de vieillissement pour les deux sédiments modèles. Les exposants des lois de puissance obtenus (0,40 et 0,55 respectivement pour les gels de carbopol et de laponite-carbopol) sont cohérents avec les résultats trouvés dans la littérature (0,91 pour le gel de carbopol concentré à 1,8% (TABUTEAU, 2005), entre 0,5 et 0,7 pour les suspensions colloïdales concentrées (DEREC *et al.*, 2000)). L'exposant de vieillissement du gel de carbopol est plus petit que celui du gel mixte laponite-carbopol car son caractère thixotrope (niveau de restructuration dépendant du temps) est beaucoup moins prononcé. Cela diffère du cas des sédiments naturels (traités ou non) où la résistance mécanique n'est pas la même mais le caractère thixotrope semble identique (mêmes temps caractéristiques). Ces réponses soulignent l'importance de caractériser le comportement mécanique du matériau à la fois du point de vue thixotropie et seuil de contrainte.

3.3 Dynamique de la transition solide-liquide

Partant d'un même état structural initial obtenu en conditionnant l'échantillon de sédiment au moyen d'une phase de précisaillement (5 min à 100 s^{-1}) suivi d'un repos de 5 min , on examine de nouveau le comportement lors d'essais de fluage pour différentes valeurs de contrainte situées au voisinage de la contrainte seuil. On analyse ces essais en examinant l'évolution temporelle du taux de déformation. Pour le sédiment naturel, la figure 6.a présente les réponses enregistrées une fois la phase oscillatoire vue précédemment achevée. On assiste à une première étape de diminution en loi de puissance du temps qui est suivie, pour peu que la contrainte soit suffisante et que le temps d'observation soit assez grand, par un minimum temporel correspondant à un changement qualitatif du comportement du matériau. L'abscisse temporelle de ce minimum augmente lorsque la contrainte diminue. La dernière étape qui fait suite à ce minimum peut amener le matériau à l'écoulement.

Ce minimum est la seule quantité objective mesurable déjà rapportée par CATON & BARAVIAN (2007) pour d'autres fluides et qui a été appelée temps de transition. Cela dit, il reste à connaître l'organisation locale qu'adopte le matériau au sein de l'entrefeuille jusqu'à ce que ce temps soit atteint. Le graphique en échelle semi-logarithmique donnant l'évolution du temps de transition en fonction de l'inverse de la contrainte τ appliquée (figure 6.b) présente une même évolution selon une loi exponentielle de la forme $a.exp(b/\tau)$ pour les sédiments naturel et irradié. Ce qui est étonnant c'est que les deux matériaux semblent être caractérisés par une même valeur de b . La valeur de a diffère car, les matériaux ne présentant pas le même niveau de résistance mécanique, il est logique d'obtenir des temps de transition d'autant plus courts que le niveau de résistance est faible.

Le même principe d'essai (précisaillement de $\pm 1 \text{ s}^{-1}$ pendant 90 s , et temps de repos de 120 s) est opéré pour les sédiments modèles. Les évolutions exponentielles du temps de transition en fonction de l'inverse de contrainte obtenues avec les deux sédiments

modèles sont analogues et caractérisées par la même pente b mais différents coefficients a associés au niveau de résistance mécanique de chaque matériau (figure 7). Il n'est pas étonnant que les valeurs de a et b obtenues dans les cas de sédiments naturels et modèles soient différentes car ces deux familles de matériau ne présentent pas des organisations structurales identiques et des interactions entre les constituants de même nature.

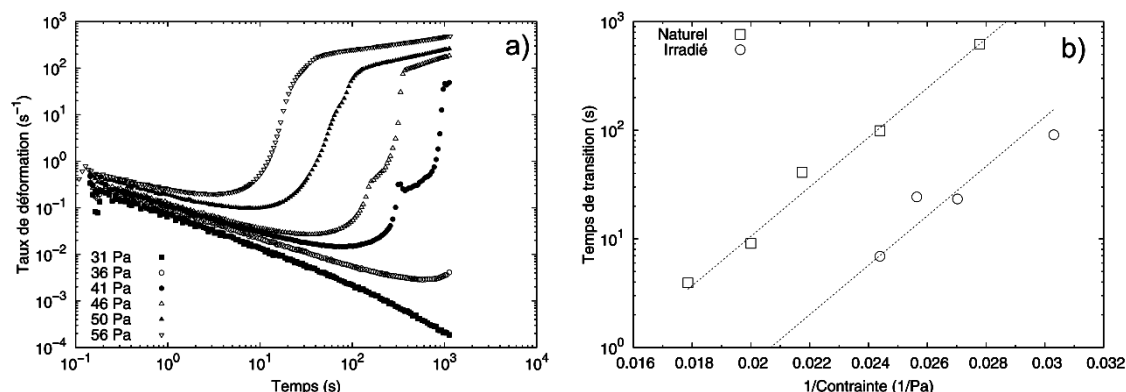


Figure 6. a. Evolution du taux de déformation calculé à partir des essais de fluage (cas du sédiment naturel). b. Evolution de la position temporelle du minimum du taux de déformation pour les sédiments naturel et irradié.

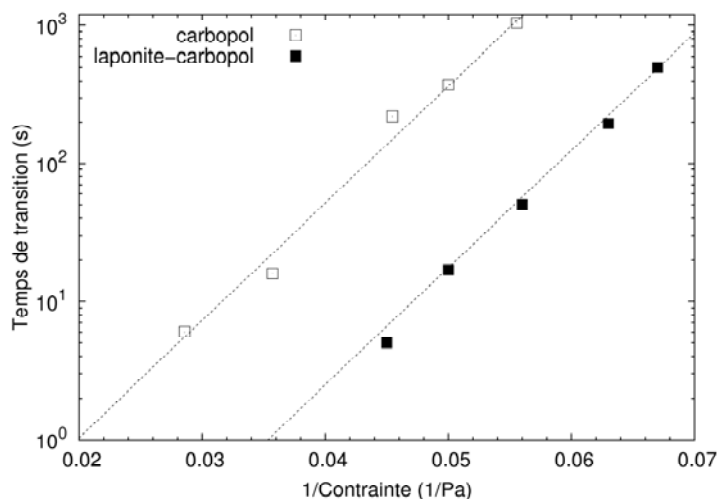


Figure 7. Evolution de la position temporelle du minimum du taux de déformation pour les sédiments modèles.

Ces résultats soulignent donc l'importance de l'échelle de temps d'observation dans le processus de transition solide/liquide du fait des propriétés dépendantes du temps (degré de seuil et de thixotropie). Cette échelle de temps dépend intimement des conditions expérimentales (niveau de contrainte, état initiale). Cela confirme l'intérêt d'être en

mesure de caractériser la dynamique de déformation/rupture lors d'essais d'érosion plutôt que d'observer un enlèvement de matière.

4. Conclusion

Les essais d'écoulement sont des essais simples de mise en œuvre qui permettent d'obtenir, pour peu que l'on exploite un domaine de valeurs de vitesse de cisaillement suffisamment grand, une première description d'un matériau. Les essais réalisés ont montré que les sédiments étudiés étaient des fluides à seuil thixotropes et qu'un traitement par irradiation gamma conduit à une réduction importante du niveau de résistance du sédiment, du fait de l'endommagement des éléments stabilisants inhérents à la présence de microorganismes. Des essais complémentaires en fluage ont été réalisés pour suivre les dynamiques d'évolution de la structure du sédiment au cours du vieillissement et de la transition solide/liquide. Une loi d'évolution en puissance du temps et exponentielle en inverse de la contrainte appliquée a respectivement été identifiée pour ces deux cas. Le fait le plus remarquable est que les dynamiques ne semblent pas affectées par le traitement par irradiation gamma.

Sur la base de ces résultats, un travail de mise au point de fluides modèles transparents a été entrepris et a débouché sur une méthode de préparation de deux fluides modèles à partir d'eau, de glycérol, de carbopol (polymère) et de laponite (argile de synthèse de type hectorite). Les premières caractérisations montrent que l'on est en présence de deux fluides présentant des valeurs de contrainte seuil voisines et des caractères thixotropes différents. Il a été mis en évidence que les comportements de ces fluides modèles et des sédiments naturels étudiés étaient similaires. La caractérisation des dynamiques locales des fluides modèles fera l'objet d'une étude ultérieure. Cette dernière sera menée à partir de suivis particuliers de traceurs pour deux modes de sollicitation mécanique, l'un en érosion, l'autre en rhéométrie. Compte tenu des résultats présentés, un intérêt particulier sera porté à la manière dont un saut en contrainte est pratiqué, de manière graduelle ou instantanée.

5. Références bibliographiques

CATON F., BARAVIAN C. (2007). *Du vieillissement à la rupture des fluides à seuils*. 42ème colloque du Groupe Français de Rhéologie, Clermont-Ferrand.

COUSSOT P., NGUYEN Q.D., HUYNH H.T., BONN D. (2002). *Viscosity bifurcation in thixotropic, yielding fluids*. Journal of Rheology, 46(3), pp 573-589. doi:10.1122/1.1459447

DEREC C., AJDARI A., DUCOURET J., LEQUEUX F. (2000). *Rheological characterization of aging in a concentrated colloidal suspension*. C. R. Acad. Sci. Paris, t. 1, Série IV, pp 1115-1119. doi:10.1016/S1296-2147(00)01106-9

MONGONDRY P. (2003). *Structure et comportement rhéologique des suspensions aqueuses de Laponite en présence de plusieurs additifs*. Thèse, Université du Maine

- NICKERSON C.S., KORNFIELD J.A. (2005). A "cleat" geometry for suppressing wall slip, *Journal of Rheology*, 49(4), pp 865-874. doi:10.1122/1.1917846
- OVARLEZ G., RODTS S., CHATEAU X., COUSSOT P. (2009). *Phenomenology and physical origin of shear localization and shear banding in complex fluids*. *Rheologica Acta*, 48(8), pp 831-844. doi:10.1007/s00397-008-0344-6
- PHAM VAN BANG D., OVARLEZ G., TOCQUER L. (2007). *Effets de la densité et de la structuration sur les caractéristiques rhéologique de la vase*. *La Houille Blanche*, 2, pp 85-93. doi:10.1051/lhb:2007023
- PIAU J.M. (2007). *Carbopol gels: Elastoviscoplastic and slippery glasses made of individual swollen sponges meso- and macroscopic properties, constitutive equations and scaling laws*. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 144, pp 1-29. doi:10.1016/j.jnnfm.2007.02.011
- POUV K.S., BESQ A., GUILLOU S. (2009). *Outils rhéo-optiques pour la caractérisation macroscopique et locale de matériaux transparents*. 44ème colloque du Groupe Français de Rhéologie, Strasbourg.
- POUV K.S., BESQ A., GUILLOU S. (2010). *Caractérisation rhéométrique des conditions de transition solide/liquide de sédiments cohésifs : vers un lien avec le comportement en érosion ?* Journées Nationales Génie Côtier - Génie Civil, Les Sables d'Olonne, pp 529-538. doi:10.5150/jngcgc.2010.062-P
- RAYNAUD J.S., MOUCHERONT P., BAUDEZ J.C., BERTRAND F., GUILBAUD J.P., COUSSOT P. (2002). *Direct determination by NMR of the thixotropic and yielding behavior of suspensions*. *Journal of Rheology*, 46(3), pp 709-732. doi:10.1122/1.1463420
- TABUTEAU H. (2005). *Etude du comportement de fluides viscoélastiques sur un disque en rotation. Applications à l'épandage des boues résiduaires*. Thèse, Ecole Nationale du Génie Rural des Eaux et des Forêts, 152 p.
- TOLHURST T.J., BLACK K.S., PATERSON D.M., MITCHENER H.J., TERMAAT G.R., SHAYLER S.A. (2000). *A comparison and measurement standardisation of four in situ devices for determining the erosion shear stress of intertidal sediments*. *Continental Shelf Research*, 20(10-11), pp 1397-1418. doi:10.1016/S0278-4343(00)00029-7
- UHLHERR P.H.T., GUO J., TIU C., ZHANG X.M., ZHOU J.Z.Q., FANG T.N. (2005). *The shear-induced solid-liquid transition in yield stress materials with chemically different structures*. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 125(2-3), pp 101-119. doi:10.1016/j.jnnfm.2004.09.009
- WINTERWERP J.C., VAN KESTEREN W.G.M. (2004). *Introduction to the physics of cohesive sediment dynamics in the marine environment*. Elsevier, 576 p.

Rheometric study for elaborating transparent model of cohesive sediments for local investigations of erosion behaviour

Keang Sè POUV¹, Anthony BESQ¹, Sylvain GUILLOU¹

1. Laboratoire Universitaire des Sciences Appliquées de Cherbourg,
EA4253, Groupe "Mécanique des Fluides et Rhéologie", Site Universitaire,
50130 Cherbourg Octeville, France.
keang-se.pouv@unicaen.fr ; anthony.besq@unicaen.fr ; sylvain.guillou@unicaen.fr

Abstract:

In this paper, the behaviour of cohesive sediments is studied using rheometric experiments. Results have shown that the treatment of natural sediments using gamma irradiation leads to an important reduction of their original mechanical strengths. The dynamics of evolution of sediment structure during ageing gives rise to a characteristic time written as a power law of the rest period. The observation of the solid/liquid transition (similar process to the erosion of sedimentary bed) allows us to obtain an exponential law of the inverse of applied shear stress. It is very unlikely that these dynamics are affected by gamma irradiation treatment. For better understanding of the phenomena regarding the erosion process, it is suggested to study these dynamics locally by using PTV and LIF techniques. These optical techniques require the use of transparent model materials having very similar rheological properties to those of natural sediments. Two yield stress fluids (gels) that have been specifically prepared using carbopol and laponite are proposed within this framework.

Keywords:

Solid/liquid transition – Erosion – Thixotropy – Yield stress – Cohesive sediments – Model fluids

1. Introduction and work scope

In ports and estuaries, sediments accumulate in some regions and are eroded elsewhere. The long term management of these areas demands an understanding of the erosion and transport behaviours of sediments which are usually cohesive. Describing these erosion properties requires either in situ or laboratory experiments for evaluating the critical shear stress. Different techniques and experiments conducted so far have revealed that this task is complicated. TOLHURST *et al.* (2000) state that the erosion process is not universal since there exist two types of erosion (surface and mass erosion) which could happen consecutively or independently. An essential characteristic related to these erosion modes is the onset of a break-up process. The same authors also underline the importance of the amplitude and the duration of increments of the mechanical solicitations applied to a sedimentary bed. Furthermore, the identification of the starting point of erosion process following these solicitations is very delicate and may lead to consider different threshold levels according to the quantity of matter in suspension involved (e.g. detectability of the amount of sediment accumulated in suspension).

From the physical point of view, the erosion phenomenon corresponds to a transition between the solid and the liquid state which requires an accurate characterization of the dynamics of mechanical behaviour over a large scale of deformation. The rheometry can fulfil these demands in the framework of mechanical solicitations in simple shear obtained by confining studied material between two tools. The relative ease in performing tests allows us to investigate the impact of different factors such as concentration, nature and size of mineralogical components, and organic and polymeric components, on the mechanical behaviour.

Experimental rheological studies have revealed the complex and time dependent character of sediments which depends on numerous factors (concentration of colloidal and coarse particles, content of organic material, biological activity, etc.). The thixotropic property and the existence of yield stress have been also reported, and a better understanding of these properties has been possible over the years thanks to local approaches with different systems exhibiting the same properties. Such local studies indicate the coexistence of fluid and solid regions within the sample that develop spatially and temporally according to material conditions (RAYNAUD *et al.*, 2002; OVARLEZ *et al.*, 2009). Henceforth, observations related to the solid/liquid and the liquid/solid transition linked to the concept of yield stress and flow behaviour, are directly dependent upon the conditions of mechanical solicitations (distribution, time and increasing rate) (COUSSOT *et al.*, 2002; UHLHERR *et al.*, 2005).

This view of the erosion phenomenon, like the transition between two physical states, poses many legal questions. With regards to the difference in the nature of mechanical solicitation between erosion and rheometric tests, are there any possible links enabling us to predict the erosion behaviour from just “simple” rheometric tests? A specific study

can be conducted in this way, but it demands, on the one hand, to eliminate time dependent character of sediment due to biological component, and on the other hand, to simultaneously obtain macroscopic information characterizing the dynamics and local information of material structure which will arrange in a heterogeneous manner. Which techniques could be employed then?

The techniques like Nuclear Magnetic Resonance (NMR), Particle Image Velocimetry (PIV), Particle Tracking Velocimetry (PTV), Laser or Acoustic Doppler Velocimetry (LDV or ADV) can respond to these objectives. They are different from each other by their intrusive characters (with or without seeding tracers), spatial and temporal resolutions, as well as requirements about fluid properties (optical transparency, homogeneity). The technique using Laser-Induced Fluorescence (LIF) may also provide qualitative information about the diffusion and deformation phenomena within material. The choice of optical based techniques implies consequently the use of transparent model materials. This constraint offers the possibility of preparing materials with tuned, well controlled, and stable properties. It only remains therefore to define the nature of the properties to be controlled.

In this paper, we focus on two crucial rheological parameters, yield stress and thixotropy, of natural cohesive sediments by performing creep tests for characterizing dynamics feature that may not be identified accurately from only classical flow tests. In addition, this sediment will be treated by gamma irradiation in order to underline the importance of biological component. The obtained results constitute a reference for fabricating model materials such as those names suggested previously by POUV *et al.* (2010). Thus, we will detail the preparation protocol of two transparent model materials having similar behaviour to that of natural cohesive sediments. These fluids (a carbopol gel and a mixed laponite-carbopol gel) are characterized by very close yield stress values but very different thixotropic feature which is a key parameter rarely taken into account in erosion study. It should be noted that carbopol (polymer) and laponite (synthetic hectorite clay) are amongst popular additives which are largely used and studied in the field of rheology. The description of these main products can be found in the paper of PIAU (2007) and the thesis of MONGONDRY (2003).

2. Methodology

2.1 Samples and characteristics of natural sediment

The sample of marine sediment was collected in February, 2008, from Cherbourg harbour (Lat. 49°40'05.00"N, Long. 01°36'11.00"W) near the sea route of the East Pass. The sample was distributed equally in four hermetic kegs of 6 l which were transported on the same day to the site of Ionisos Company in Sablé sur Sarthe (72). The gamma irradiation treatment (dose of 35 KGy at the periphery) was applied to two kegs only. The total duration between the shipment and the return of the kegs to the laboratory was

3 days. This initial treatment allows us to obtain, for the same storage conditions, one sample characterized by normal biological activity (increase/decrease of bacteria, production of extracellular substances...) and another characterised by the fact that both bacterial populations and polymeric substances are damaged or even destroyed. Afterwards, in this paper, they will be called natural and irradiated samples, respectively.

The last step of the preparation consists in a sieving procedure executed in three steps using the normalized sieves with an ultimate cut-off size of 125 μm . The pH values of both kinds of sediment are close to 7.5. The mass concentration of solid particles was determined from three samples for each type of treatment ("natural" and "irradiated"), by considering the weights measured before and after oven-drying (24 h at 70°C). We get the values of $36.1\pm 1.7\%$ and $36.0\pm 0.1\%$ for the natural and irradiated sediments, respectively. On average, both systems have the same concentration. However, variability is higher for the natural system. The sediment dry density of each sample was measured by helium pycnometry (Accupyc1330, Micromeritics). We find that all the samples have a mean density of 2.58 g/cm^3 with very little variability (0.3%). The analysis allows us to judge the homogeneity of material for whichever sample studied. No further analysis has been made since the main objective of rheometric tests is not to develop a correlation between mechanical behaviour and material components.

2.2 Preparation of model sediments

The preparation of carbopol gel is started by mixing the presumed weight of carbopol powder (0.3 wt. %) (Ultrez 21, Noveon) in ultrapure water (14.45 wt. %) (Chromasolv 34877, Sigma Aldrich) using a magnetic stirrer (at 500 rpm for 20 min). The appropriate quantity of glycerol (85 wt. %) (24397.236, VWR International) is then added into the mixture and stirred at 1100 rpm for 20 min. Then, a rest time of 20 min allows carbopol particles to hydrate and swell freely in the solution. The last step of the preparation consists in neutralizing the system by adding a small amount of triethanolamine (0.25 wt. %) (Fluka 90280, Sigma Aldrich). During the neutralization, the mixture is stirred manually by using a metal spatula until the gel becomes visibly homogeneous (about 20 to 30 min).

The values of pH and conductivity of the gel, measured after 24 hours, are around 7.13 and $4.90 \mu\text{s/cm}$, respectively. In order to limit ageing effect and obtain reproducible results, the fabricated gel is homogenized using an Ultra-turrax tool (at 11000 rpm for 2 min) before being distributed in different tubes for centrifugal process (at 5000 rpm for 20 min) that leads to completely removed air bubbles. Finally, we achieve a transparent gel with refractive index of 1.446 at 17°C (measured using a Euromex refractometer) and density of 1.223 g/cm^3 .

Laponite-carbopol gel is obtained by a mix of 45.9 wt. % of laponite suspension at 1 wt. % (2 days old), 39.1 wt. % of carbopol gel at 0.3 wt. % (2 days old) and 15 % of

glycerol. The preparation of carbopol gel follows the same procedure as described above but without the final stirring using the Ultra-turrax. The preparation protocol of laponite dispersion at 1 wt. % involves two steps to be conducted during two straight days. During the first day, two mixtures with the same weight are produced: a direct dissolution of NaCl (S/3160/53, Fisher Scientific) at $2 \cdot 10^{-3}$ mol/l in ultrapure water, and a dispersion of laponite powder (RD, Rockwood Additives) with concentration of 2 wt. % in ultrapure water. The latter dispersion is subjected to 11000 rpm for 15 min by using the Ultra-turrax. During the second day, both systems are entirely mixed together at 11000 rpm for 15 min by means of the same homogenizer. This is a laponite suspension with a concentration of 1 wt. % and ionic strength of 10^{-3} mol/l. The mix between glycerol, laponite and carbopol suspensions is subjected to vigorous 11000 rpm for 2 min using Ultra-turrax. To finalize the preparation, a centrifugal process is operated at a speed of 5000 rpm during 3 min in order to get rid of air bubbles. Thus, we could obtain a transparent gel with refractive index of 1.392 and density of 1.153 g/cm^3 .

2.3 Rheometric techniques

Rheometric tests are carried out using two controlled-stress rheometers: an AR1000 (TA Instruments) employed with a plate-plate geometry (40 mm in diameter) for natural sediments, and a Rheoscope1 (Thermo Fisher Scientific) employed with a plate-plate geometry (28 mm in diameter) for model sediments. The surfaces of both geometries are covered with a mesh of pyramidal tooth (base of 1 mm x 1 mm, height of 0.867 mm) directly machined within the material. These cleat geometries have similar characteristics to the one developed by NICKERSON & KORNFIELD (2005) which helps to overcome wall slip problems. Complementary studies have shown that this kind of geometry can also improve the homogeneity of shear fields over a much larger range of shear stress values (POUV *et al.*, 2009).

A gap of 2 mm, which is sufficient to deal with the size of particles present in the specimens of natural sediments, is set for the cleat geometry PP40. However, a gap of 1 mm is fixed for the cleat geometry PP28. In view of the cleat dimensions, the effective shear layer is bigger than the gap. The extra layer to be taken into account for correcting rheometric parameters values could be determined by following the calibration method proposed by NICKERSON & KORNFIELD (2005). In our case, we have to consider respectively the values of 165 μm and 108 μm for each plate of geometries PP40 and PP28.

3. Results of rheometric experiments

3.1 Flow behaviour

The flow tests investigated here consist, firstly, in putting the natural sediment in a relative state depending on the established protocol (preshear at 100 s^{-1} during 300 s

followed by a rest of 300 s) owing to the thixotropic character, and secondly, by applying a set of solicitations with increasing and then decreasing amplitudes (total duration of 40 min). We control either shear stress (CSS) or shear rate (CSR) via a fixed stress loop. The flow curves of both natural and irradiated sediments obtained for these two solicitation modes (figure 1) prove clearly that the irradiated system is mechanically less resistant since the necessary levels of shear stress for reaching the flow state over the same interval of shear rate are systematically smaller. This assessment of mechanical biostabilization of sediment is in agreement with the description of biological effects presented by WINTERWERP & VAN KESTEREN (2004).

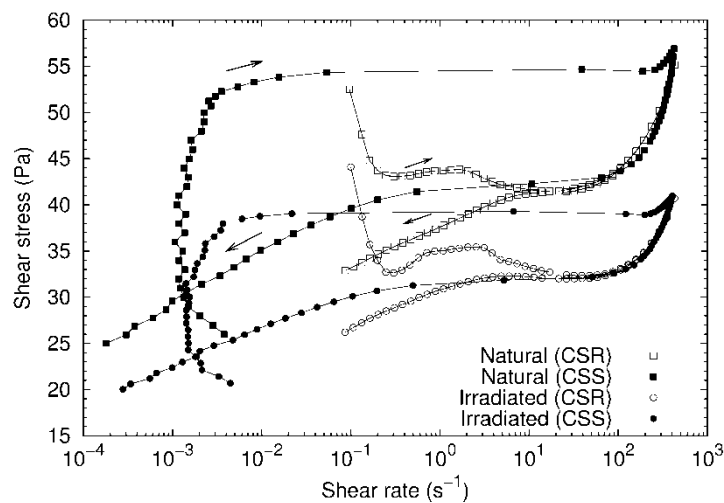


Figure 1. Controlled-shear-stress (CSS) and controlled-shear-rate (CSR) flow curves of natural (square) and irradiated sediments (circle). The arrows indicate the charge and discharge of the system.

The curves obtained with the CSS method present an early stage with little variation of shear rate. This regime underlines the solid character of sediment which deforms elastically under the effect of increasing shear stress. Above the critical stress value (about 52 Pa for natural sediment and 38 Pa for irradiated sediment), a brutal transition appears and is materialized by a quasi-plateau of shear stress which in fact corresponds to an instable flow. It has been suggested that flow stability is only reached beyond a critical shear rate value associated with a homogeneous state of fluid within the gap. It is important to note that the solid/liquid transition is characterized by a proper dynamic which implies that the critical stress corresponds to an observable change imposed by the characteristic time of experiment. Therefore, its value is bigger than the yield stress one which initiates the transition. At the end of the plateau, the flow becomes homogeneous and the shear rate is compatible with the level of imposed shear stress. From that point, both the shear rate and the shear stress increase according to a progressive break-up process of sediment structure. This state of broken structure

endures, although the shear stress begins to decrease from the maximum value as we clearly see in the fact that the bottom curve stays below the upper one. As soon as the system reaches the value of critical shear rate (10 s^{-1} for natural sediment and 30 s^{-1} for irradiated sediment), a bifurcation towards the solid state takes place and the shear rates decrease rapidly.

Even though the curves obtained from the CSR experiments are different from the previous ones, they are fully coherent. For the charge stage, we can see a non monotonous evolution as long as the flow is unstable (coexistence of solid and sheared zones), the shear rate is lower than the critical one. For a developed stable flow characterized by a homogenous shear of material, the discharge curve superimposes on the one obtained from the CSS test for the same material. In this region, there are little differences between the upper and lower curves. This suggests that the structural break-up kinetics is rather slow and that only then will the whole gap be sheared in a homogenous way. Lastly, for the discharge curves, the bifurcation phenomenon appears again once the shear rate value becomes lower than the critical one. As controlling conditions differ, it gives rise to different distributions of stress within the sample, and thus to different curves.

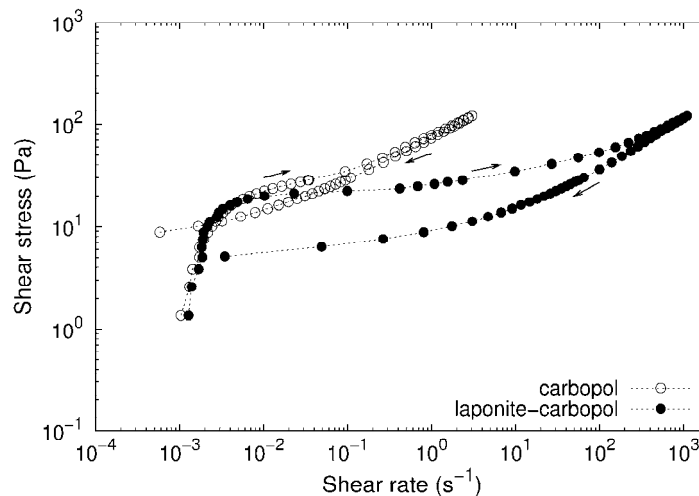


Figure 2. Controlled-shear-stress (CSS) flow curves of model sediments. The arrows indicate the charge and discharge of the system.

Regarding model materials, only CSS flow tests (preshear at $\pm 1 \text{ s}^{-1}$ during 90 s, rest time of 120 s, total duration of shear stress application of 60 min) are carried out. With these experimental conditions, we obtain similar behaviours compared to those of natural sediments reported previously. The flow curves depicted in figure 2 reveal that the two studied materials present the same elastic solid response. We can estimate that the yield stress values of these materials are very close to 16 Pa. The onset of the flow goes along very progressively for carbopol gel and more brutally for laponite-carbopol gel like in

the case of natural sediments (steepness of the stress quasi-plateau). The critical shear rate value of carbopol gel (0.01 s^{-1}) is a lot smaller than the one for laponite-carbopol gel (2 s^{-1}). The difference between the upward and downward curves suggests that laponite-carbopol gel possesses a more pronounced thixotropic character. Therefore, it is the system which has the closest characteristics to the natural sediment used in this study.

3.2 Ageing dynamics

For evaluating the strength level of sediment achieved after a rest period t_w following the conditioning step (300 s of pre-shear at 100 s^{-1} which is greater than the critical shear rate value), we perform some creep tests with the same shear stress value of 40.8 Pa for natural sediment and 28.8 Pa for irradiated sediment. These lower values compared to the critical stresses are selected with a view to approach at best the yield stress values which, however, will not be determined precisely. Four values of rest time t_w are picked out (300, 900, 1800 and 3600 s). This time is classically viewed as an ageing stage leading to structural reorganization. Consequently, time origin is fixed after the pre-shear step. PHAM VAN BANG *et al.* (2007). This reorganization leads to an increase of yield stress level with rest time. It means that results of erosion tests become directly dependent on mechanical history of sediment (solicitation and rest). It is important not to confuse this ageing phenomenon corresponding to the recovery of material structure, with the evolution of properties throughout storage period because of biological and organic components. In fact, both phenomena exist, but with different time scales.

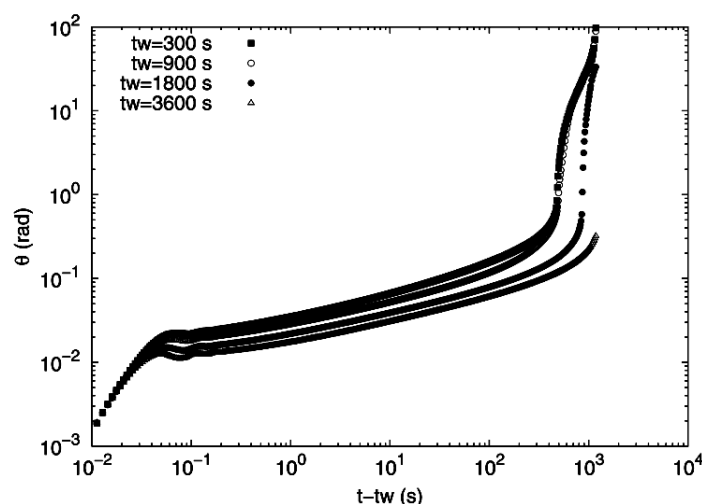


Figure 3. Creep curves (40.8 Pa) of natural sediment obtained for different rest time.

Figure 3 shows the temporal evolution of angular deviation (*e.g.* deformation) of the geometry in the case of natural sediment. A single linear response associated to elastic

solid behaviour is recorded very early. It is followed by an oscillatory regime corresponding to the coupling between the viscoelastic response of the material and the inertia of the rheometer. After that, the evolution becomes continuous and we can observe a hierarchy of strain levels with the rest time. For longer periods, a complex transition towards a flow regime materialized by the bending of the curves is revealed. The longer the rest time lasts, the later the solid/liquid transition will appear.

For characterizing ageing dynamics, creep experiments are used to find out the periods of time taken to reach an arbitrary compliance level J_0 (e.g. deformation/stress ratio) . The log-log representation of the time values for $J_0=1.08 \cdot 10^{-2} \text{ Pa}^{-1}$ in function of the rest time reveals the same behaviour, described by a power law with an exponent μ equal to 1.43, for the natural and the irradiated sediment (figure 4.a). The exponent μ does not depend on J_0 . The physical origin of the ageing process remains to be determined. In any case, the presence of polymeric substances does not seem to be involved even if the mean molecular weight should be lower for the irradiated system.

The power law allows us to normalize the time and to obtain a master creep curve for smaller deviation angles (figure 4.b). For greater deviation angles, the dynamics of solid/liquid transition depend on structural network built up.

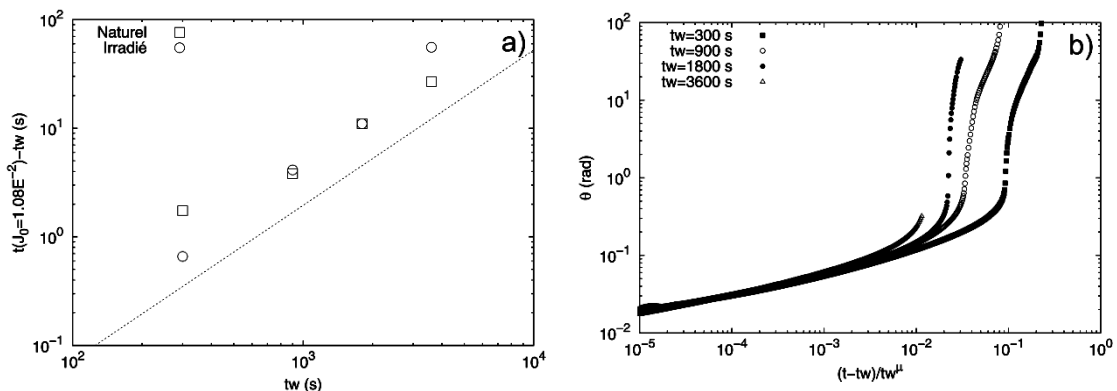


Figure 4. a. Evolution of time to reach the same compliance level for natural and irradiated sediments (the line materializes a slope of 1.43). b. Use of aging law for normalizing creep curves.

Figure 5 shows clearly that the two model sediments exhibit ageing phenomena. The exponents of both power laws (0.40 and 0.55 for carbopol and laponite-carbopol gels, respectively) are coherent with the results found in literature (0.91 for concentrated carbopol gel at 1.8 wt. % (TABUTEAU, 2005), between 0.5 and 0.7 for concentrated colloidal suspensions (DEREC *et al.*, 2000)). The ageing exponent of carbopol gel is smaller than the one for laponite-carbopol gel because its thixotropic character (rate of structural build-up) is much less pronounced. This result differs from the case of natural/irradiated sediments, for which the mechanical resistances are not the same but

the thixotropic characters seem to be identical (same characteristic time). These features accentuate the importance of characterizing mechanical behaviour of material from the viewpoint of both thixotropy and yield stresses.

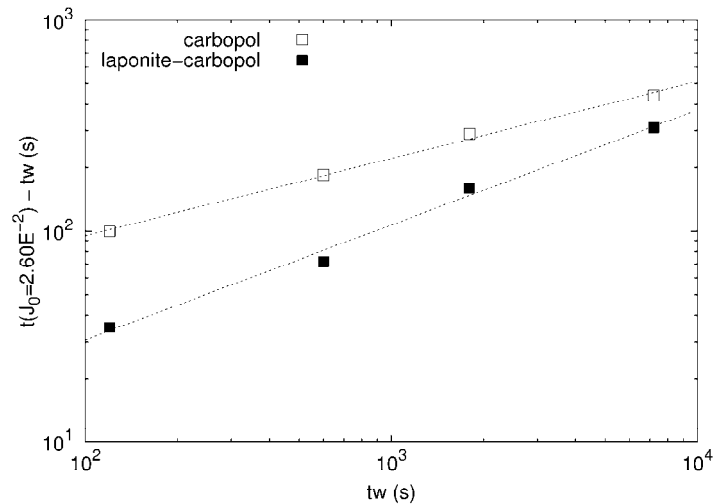


Figure 5. Values of time for $J_0 = 2.60 \cdot 10^{-2} \text{ Pa}^{-1}$ as a function of the rest time for model sediments. The two lines materialize respectively a slope of 0.40 and 0.55 for carbopol and laponite-carbopol gels.

3.3 Dynamics of solid/liquid transition

Starting from the same initial structural state obtained by conditioning the specimen of sediment by means of a pre-shear phase (5 min at 100 s^{-1}) followed by a rest of 5 min, we again investigate the behaviour of material through creep tests for different values of shear stress around the yield point. We analyze these experiments by focusing on the temporal evolution of shear rate and ignoring the first oscillatory response. For natural sediment, the evolution shown in figure 6.a presents an initial decreasing step with respect to a power law in function of time. When the applied shear stress and the time scale are large enough, the decrease is followed by a temporal minimum corresponding to a qualitative change of material behaviour. The temporal abscissa of the minimum increases once the shear stress decreases. The phase following the minimum indicates the flow regime of material.

This minimum is the only measurable objective quantity reported earlier by CATON & BARAVIAN (2007) for their study with other fluids and called transition time. That being said, the local arrangement of material within the gap until reaching transition time remains to be examined. The semi-logarithmic representation of the transition time versus the inverse of applied shear stress (figure 6.b) reveals similar exponential evolution $a \cdot \exp(b/\tau)$ for natural and irradiated sediments. One remarkable thing is that the same b value seems to characterize both materials. The values of a are different due

to the fact that both materials do not have the same strength level. It is logical to obtain a shorter transition time for a weaker strength.

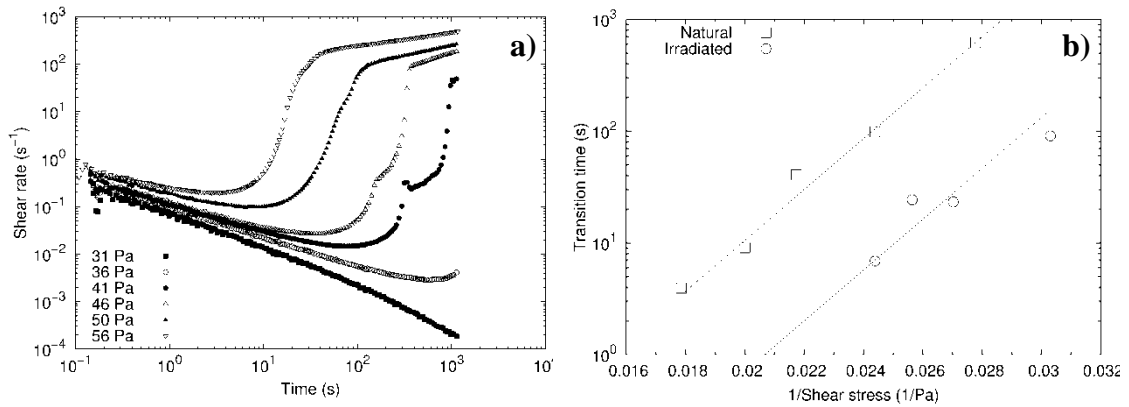


Figure 6. a. Evolution of shear rate obtained from creep tests (natural sediment). b. Evolution of temporal position of the minimum of shear rate for natural and irradiated sediments.

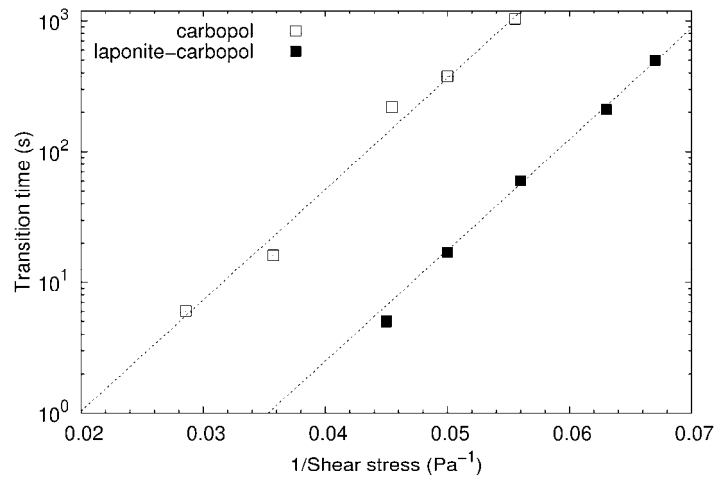


Figure 7. Evolution of temporal position of the minimum shear rate for model sediments.

Experiments with model sediments are carried out in a similar manner (*i.e.* pre-shear at $\pm 1 \text{ s}^{-1}$ for 90 s followed by a rest period of 120 s). Likewise, exponential evolutions of the transition time as a function of the inverse of shear stress are observed once again (figure 7). They are characterized by the same slope b but different coefficients a associated to the level of mechanical strength of each material. It is not surprising that the values of a and b for the model sediments differ from those of the real sediments since we understand that these two families do not have identical structural organization and interaction between their components.

These results have highlighted the importance of the observation time scale in the process of solid/liquid transition because of time dependent properties of sediment (thixotropy). This time scale is strongly connected to experimental conditions (stress level, initial state). The results have also pinpointed the characterization of the dynamics of deformation/break-up rather than the simple observation of material removal during erosion tests.

4. Conclusion

Flow tests are easily carried out and can give preliminary description of material properties if a large range of shear rate values is explored. The conducted experiments have shown that the studied sediments were fluids characterized by thixotropic thresholds and the gamma irradiation treatment leads to an important reduction of strength level of material since it damages stabilizing elements produced by microorganisms. Creep tests were also performed to investigate the dynamics of either structural evolution during ageing or solid/liquid transition. The former is characterized by a power law based on the rest time when the latter exhibits an exponential law of the transition time with the inverse of applied shear stress. The most remarkable fact is that these dynamics are not seemingly affected by the gamma irradiation treatment.

Taking these results into account, specific model fluids were developed and prepared by the use of ultrapure water, glycerol, carbopol (polymer) and laponite (synthetic clay of hectorite type). Basic characterization has proved that the two model fluids present close yield stress values and different thixotropic character. More importantly, it has been revealed that the behaviours of both fluids are very similar to those of natural sediments. The characterization of local dynamics for the same fluids is the aim of the upcoming study. This will be explored by tracking seeded particles in the case of rheometric and erosion flume tests. With regards to the current results, a particular interest will concern the response of material to different variations of applied shear stresses (e.g. gradual or instantaneous increase of stress values).

5. References

- CATON F., BARAVIAN C. (2007). *Du vieillissement à la rupture des fluides à seuils*, 42ème colloque du Groupe Français de Rhéologie, Clermont-Ferrand.
- COUSSOT P., NGUYEN Q.D., HUYNH H.T., BONN D. (2002). *Viscosity bifurcation in thixotropic, yielding fluids*. Journal of Rheology, 46(3), pp 573-589. doi:10.1122/1.1459447
- DEREC C., AJDARI A., DUCOURET J., LEQUEUX F. (2000). *Rheological characterization of aging in a concentrated colloidal suspension*. C. R. Acad. Sci. Paris, t. 1, Série IV, pp 1115-1119. doi:10.1016/S1296-2147(00)01106-9
- MONGONDRY P. (2003). *Structure et comportement rhéologique des suspensions aqueuses de Laponite en présence de plusieurs additifs*. Thèse, Université du Maine

Etude rhéométrique pour la mise au point de sédiments cohésifs modèles transparents pour une approche locale du comportement en érosion : 1.27

- NICKERSON C.S., KORNFIELD J.A. (2005). A "cleat" geometry for suppressing wall slip, *Journal of Rheology*, 49(4), pp 865-874. doi:10.1122/1.1917846
- OVARLEZ G., RODTS S., CHATEAU X., COUSSOT P. (2009). *Phenomenology and physical origin of shear localization and shear banding in complex fluids*. *Rheologica Acta*, 48(8), pp 831-844. doi:10.1007/s00397-008-0344-6
- PHAM VAN BANG D., OVARLEZ G., TOCQUER L. (2007). *Effets de la densité et de la structuration sur les caractéristiques rhéologique de la vase*. *La houille blanche*, 2, pp 85-93. doi:10.1051/lhb:2007023
- PIAU J.M. (2007). *Carbopol gels: Elastoviscoplastic and slippery glasses made of individual swollen sponges meso- and macroscopic properties, constitutive equations and scaling laws*. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 144, pp 1-29. doi:10.1016/j.jnnfm.2007.02.011
- POUV K.S., BESQ A., GUILLOU S. (2009). *Outils rhéo-optiques pour la caractérisation macroscopique et locale de matériaux transparents*. 44ème colloque du Groupe Français de Rhéologie, Strasbourg.
- POUV K.S., BESQ A., GUILLOU S. (2010). *Caractérisation rhéométrique des conditions de transition solide/liquide de sédiments cohésifs : vers un lien avec le comportement en érosion ?* Journées Nationales Génie Côtier - Génie Civil, Les Sables d'Olonne, pp 529-538. doi:10.5150/jngcgc.2010.062-P
- RAYNAUD J.S., MOUCHERONT P., BAUDEZ J.C., BERTRAND F., GUILBAUD J.P., COUSSOT P. (2002). *Direct determination by NMR of the thixotropic and yielding behaviour of suspensions*. *Journal of Rheology*, 46(3), pp 709-732. doi:10.1122/1.1463420
- TABUTEAU H. (2005). *Etude du comportement de fluides viscoélastiques sur un disque en rotation. Applications à l'épandage des boues résiduaires*. Thèse, Ecole Nationale du Génie Rural des Eaux et des Forêts, 152p.
- TOLHURST T.J., BLACK K.S., PATERSON D.M., MITCHENER H.J., TERMAAT G.R., SHAYLER S.A. (2000). *A comparison and measurement standardisation of four in situ devices for determining the erosion shear stress of intertidal sediments*. *Continental Shelf Research*, 20(10-11), pp 1397-1418. doi:10.1016/S0278-4343(00)00029-7
- UHLHERR P.H.T., GUO J., TIU C., ZHANG X.M., ZHOU J.Z.Q., FANG T.N. (2005). *The shear-induced solid-liquid transition in yield stress materials with chemically different structures*. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 125(2-3), pp 101-119. doi:10.1016/j.jnnfm.2004.09.009
- WINTERWERP J.C., VAN KESTEREN W.G.M. (2004) *Introduction to the physics of cohesive sediment dynamics in the marine environment*, Elsevier, 576 p.

