

Étude expérimentale de la compacité de mélanges ternaires de grains secs

Assemblages granulaires modèles et réels

Pierre ADAMIEC
Max NEMOZ-GAILLARD
Marc VINCHES
Jean-Charles BÉNÉZET

Centre des matériaux de grande diffusion
École des Mines d'Alès

RÉSUMÉ

Au cours de la formulation de matériaux granulaires du type ciments ou céramiques, l'assemblage granulaire peut jouer un rôle déterminant sur les propriétés finales recherchées (rhéologique, mécanique, physique). Compte tenu de la complexité des matériaux mis en jeu (ciments, poudres minérales, argiles), cette étude a été menée en deux étapes. Dans la première, seuls des matériaux granulaires modèles constitués de particules sphériques et monodisperses (billes de verre) ont été utilisés. Dans la seconde, des particules de nature industrielle (quartz, wollastonite) ont été étudiées. Les compacités aérée et tassée ont été mesurées et comparées. Un indicateur (indice de compressibilité) a été calculé. Le rôle de la taille et de la forme des particules sur leur arrangement a été mis en évidence à l'aide de trois types de mélanges.

DOMAINE : Ouvrages d'art.

ABSTRACT

EXPERIMENTAL STUDY OF THE COMPACTNESS OF TERNARY DRY GRAIN MIXES: MODELLED AND REAL GRANULAR ASSEMBLIES

In the formation of granular materials, both cements and ceramics, the actual granular materials, both cements and ceramics, the actual granular structure can play an important role in the final properties required (rheological, mechanical, physical). Given the complexity of the materials used (cements, mineral powders and clay), this study has been conducted in two stages. In the first, only model granular materials composed of spherical and monodispersed particles (glass beads) were employed. The second stage focused on particles of an industrial nature (quartz, wollastonite). Both the aered and tapped compactness have been measured and compared. An indicator (compressibility index) has also been calculated. The influence of particle size and shape on their configuration has been shown with the help of three types of mixes.

FIELD: Structural engineering.

INTRODUCTION

Depuis de nombreuses années, les mélanges granulaires secs font l'objet d'une attention particulière dans différents domaines (formulation de bétons, de céramiques, de produits alimentaires, etc.) [1-7]. La formulation des matériaux demande, entre autres, une compacité optimisée du squelette granulaire qui tient compte de l'ensemble des propriétés recherchées (rhéologique, chimique, mécanique ou physique). Cette optimisation passe par la détermination précise des proportions des différentes classes granulaires [8, 9]. Deux propriétés des mélanges granulaires secs sont particulièrement recherchées lors de la formulation des matrices minérales : le dosage en eau et la fluidité [10, 11]. Pour accéder à ces propriétés, deux indicateurs seront étudiés sur des mélanges secs : il s'agit de la compacité (C) et de l'indice de compressibilité (I) des poudres. L'ensemble des matières premières entrant dans la formulation des matériaux à très faible porosité peut être réduit, de façon approchée, à trois classes granulométriques, comme dans un mélange gravier, sable, ciment [12]. Il faut toutefois prendre garde au fait que la notion de diamètres moyens ou médians peut masquer de grandes différences d'étalement granulométrique [13]. C'est pourquoi, seuls des mélanges de trois types de constituants (mélanges ternaires), de répartitions granulométriques les plus monodisperses possible, ont été considérés dans cette étude.

Cette étude a été menée en deux étapes. Dans la première, seuls des matériaux granulaires « modèles » constitués par des billes de verre ont été utilisés. Dans la seconde, des matériaux « réels » usuellement utilisés dans l'industrie minérale ont été étudiés.

La comparaison des critères choisis, dans les différents systèmes étudiés, permettra de mettre en évidence l'effet de la taille, de la forme et de la proportion des particules constituant les mélanges granulaires secs.

MÉTHODES ET MATÉRIAUX

Méthodes

Mesure de la compacité aérée

La compacité aérée traduit l'aptitude des produits à s'arranger sans sollicitation extérieure autre que la gravité. Une augmentation de la compacité révèle une organisation granulaire plus compacte.

Cette propriété est déterminée par mesure de la masse de produit nécessaire au remplissage d'un récipient de volume connu (100 cm^3). Le remplissage du récipient est effectué selon un protocole déterminé : le mélange s'écoule dans le récipient après avoir traversé un tamis. Une vibration permet de faciliter l'écoulement des produits.

Comme la masse volumique réelle de chaque poudre n'est pas strictement la même, le calcul de la compacité des mélanges a été réalisé en utilisant les valeurs des masses volumiques réelles des constituants du mélange ($2,53 \text{ g.cm}^{-3}$ pour les billes, $2,65$ et $2,9 \text{ g.cm}^{-3}$ pour les poudres), les masses volumiques apparentes des mélanges et les proportions massiques de chacun des trois constituants de taille différente (F : fin, M : moyen et G : gros) selon la relation (1) :

$$C = d_{\text{app}}(\text{mélange}) / (\%F \times d_r(F) + \%M \times d_r(M) + \%G \times d_r(G)) \quad (1)$$

Dans cette relation, C est la compacité du mélange, $d_{\text{app}}(\text{mélange})$ est la masse volumique apparente du mélange, $d_r(F)$, $d_r(M)$ et $d_r(G)$ sont les masses volumiques réelles des constituants et %F, %M et %G sont les proportions massiques de chacun des trois constituants.

Mesure de la compacité tassée

La mesure de la compacité tassée correspond à l'aptitude d'un produit à s'organiser sous l'effet de sollicitations mécaniques (chocs verticaux) [14, 15]. Cette compacité est obtenue après un tassement du mélange granulaire provoqué par un certain nombre de percussions verticales du récipient. La valeur du nombre de « coups » auxquels le récipient est soumis correspond à l'asymptote de la courbe de tassement pour les diverses populations de constituants (stabilité de la valeur de la compacité [16]). Le nombre de percussions exercées sur les mélanges de billes sera égal à 200 tandis qu'il sera de 400 pour les mélanges « réels » constitués de poudres. La hauteur de percussion verticale correspond à une hauteur standard pour ce type d'essai.

Mesure de l'indice de compressibilité

L'indice de compressibilité permet d'appréhender le type d'arrangement des particules les unes par rapport aux autres. Cette valeur est calculée à partir des mesures de compacités aérée et tassée. Le calcul se fait à partir de l'indice de Carr [14] selon la formule (2) :

$$\text{Indice de compressibilité} = \frac{C_{\text{tassée}} + C_{\text{aérée}}}{C_{\text{tassée}}} \times 100 \quad (2)$$

Cet indice est assez proche d'un autre indicateur couramment utilisé qui est le rapport d'Hausner ($RH = C_{\text{tassée}}/C_{\text{aérée}}$) [17]. Les deux indicateurs sont liés par la relation (3) :

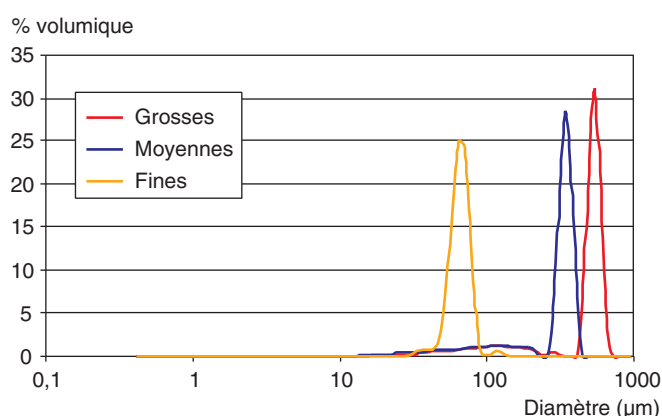
$$\text{Indice de compressibilité} = [1 - (1/RH)] \times 100 \quad (3)$$

Un mélange d'indice de compressibilité élevé possèdera une aptitude à l'écoulement plus faible [18]. Les réarrangements de l'empilement au sein des produits expliquent ce phénomène. Ces réarrangements interparticulaires incluent aussi la possibilité d'agglomération ou d'adsorption des particules [19].

Matériaux granulaires

Billes de verres

Les particules « modèles » sont constituées de billes de verre ayant par classe une répartition granulométrique quasi-unimodale de faible dispersion (Fig. 1). Les trois courbes granulométriques, obtenues par granulométrie laser, possèdent une répartition monomodale très peu étendue. Elles sont suffisamment espacées de manière à éviter au maximum le recouvrement de classe des populations de billes. Les diamètres modaux (extrema des courbes granulométriques) des différentes populations sont égaux à 517 μm pour les « Grosses », 324 μm pour les « Moyennes » et 60 μm pour les « Fines ». Le choix de la taille de ces produits permet, d'une part de travailler sur des granulométries fines (inférieures à 800 μm) et, d'autre part, de disposer de trois rapports de tailles différents (G/M : 1,6 ; M/F : 5 et G/F : 8,3). Les densités des billes de verre sont identiques et égales à $2,53 \text{ g.cm}^{-3}$. Les constituants sphériques seront notés G, M et F dans la suite de ce travail.



□ Figure 1

Répartitions granulométriques des billes de verre.

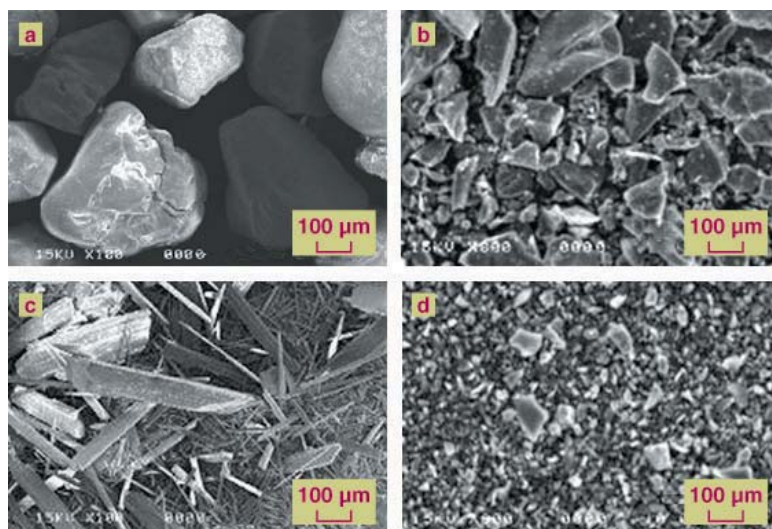
Poudres

Pour les mélanges « réels », quatre constituants différents ont été utilisés. Ils correspondent à des produits utilisés dans le génie civil pour la confection de bétons et de mortiers (tableau I).

Pour mener à bien cette étude, il a été nécessaire de choisir un produit anguleux dans chaque catégorie de poudres (Grosse, Moyenne et Fine). La fraction moyenne sous forme d'aiguille permettra la substitution de la fraction moyenne anguleuse. La forme de chaque population de particules est particulièrement bien représentée sur la figure 2. Par la suite, les produits « réels » seront nommés A, B, C et D.

TABLEAU I
Caractéristiques physico-chimiques des constituants

Constituants	Nature	Forme	Diamètre modal (μm)	Masse volumique réelle (g/cm^3)	Catégorie
A	Quartz	Anguleuse	295,5	2,65	G
B	Quartz	Anguleuse	31,5	2,65	M
C	Wollastonite	Aciculaire	153,8	2,9	M
D	Quartz	Anguleuse	3,4	2,65	F



□ **Figure 2**

Particules anguleuses et aciculaires.

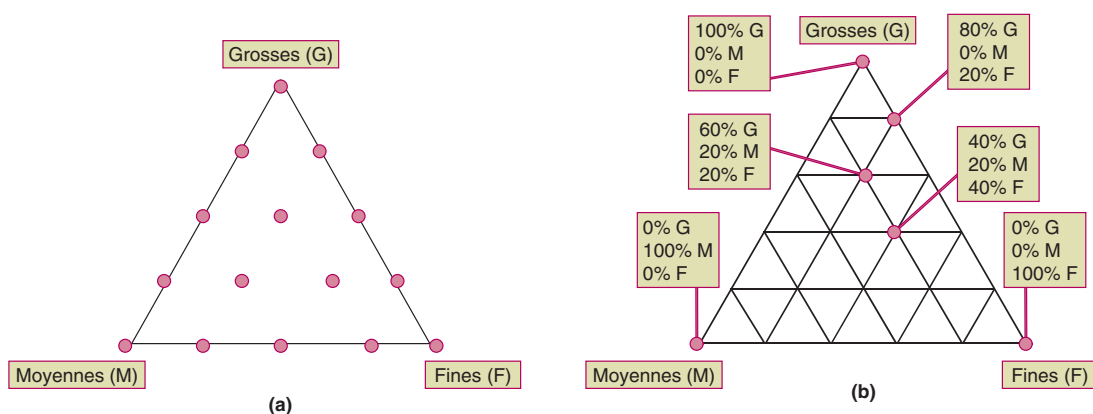
a. Particules A ; b. Particules B ; c. Particules C ; d. Particules D.

Mélange des populations

Le mélange massique des billes a été effectué, sur une masse totale de 200 g, à l'aide d'un mélangeur à mouvement tridimensionnel (Rotator Drive STR4) durant 10 min à une vitesse de 90 tr/min. Le mélange massique des poudres a été réalisé, sur une masse totale de 250 g, à l'aide d'un mélangeur à turbine (Janke et Kunkel, RW 20 DZM) équipé d'une turbine à 4 pales, durant 10 min à une vitesse de 1 000 tr/min. Pour les deux types de mélangeurs, on fait l'hypothèse que la même contrainte est appliquée sur les solides divisés. Les masses ont été, au préalable, optimisées afin d'analyser la totalité des mélanges au cours de chaque essai et éviter ainsi tout problème de représentativité des échantillons. Les mélanges sont réalisés juste avant les mesures expérimentales et dans le même lieu afin d'éviter tout phénomène lié au stockage et au transport des poudres (agglomération ou ségrégation par exemple).

Présentation des résultats

Les mélanges sont représentés dans un diagramme de Féret dont chaque sommet représente un système unaire (un seul constituant), chaque côté un système binaire, l'intérieur du triangle correspon-



□ **Figure 3**

Diagrammes représentatifs des mélanges de billes (a) et de poudres (b).

quant à des systèmes granulaires ternaires. Pour chaque diagramme, les grosses particules sont placées sur le sommet supérieur du triangle, les particules de taille moyenne sur le sommet inférieur gauche et les plus fines sur le sommet inférieur droit (Fig. 3). Les diagrammes ont été parcourus à l'aide de 15 points dans le cas des billes et de 21 points dans le cas des poudres.

Les proportions respectives des constituants des mélanges se déduisent de la position des points dans le triangle. Trois types de triangles ont été réalisés : l'un à partir des constituants « modèle » (ternaire G/M/F) et deux autres à partir des constituants « réels » (ternaires A/B/D et A/C/D). La comparaison des valeurs contenues dans ces deux derniers ternaires permettra d'appréhender l'effet de la forme, via la substitution de la fraction moyenne.

RÉSULTATS

Compacité aérée

Compacité aérée des billes

Dans les systèmes unaires, la compacité aérée augmente en fonction de la taille des particules (Fig. 4). Pour ces systèmes unaires, les billes les plus grosses possèdent une compacité plus forte car elles créent une porosité interparticulaire plus faible. Dans les mélanges binaires, les plus petites compacités sont obtenues lorsqu'il y a une forte proportion (75 %) de fines particules. De même, la compacité augmente si la différence de taille entre deux populations est plus importante. Les petites billes peuvent ainsi s'intercaler plus facilement dans les vides laissés par les plus grosses billes. C'est dans les mélanges ternaires que l'on trouve la valeur la plus élevée (0,70) du diagramme, en accord avec les travaux de White et Walton [20]. Sur les trois points représentant les mélanges ternaires, la relation entre la valeur de la compacité et la taille des billes est retrouvée. Les valeurs les plus fortes sont obtenues pour les mélanges contenant le plus de billes de grande taille.

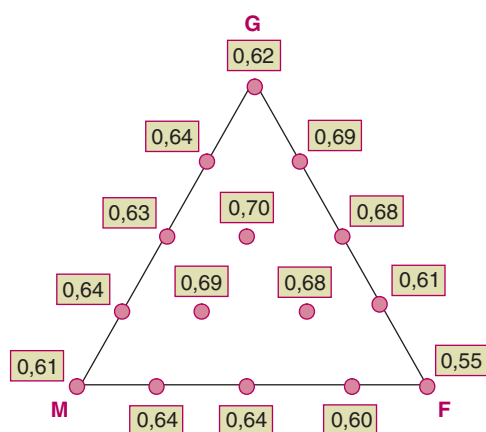
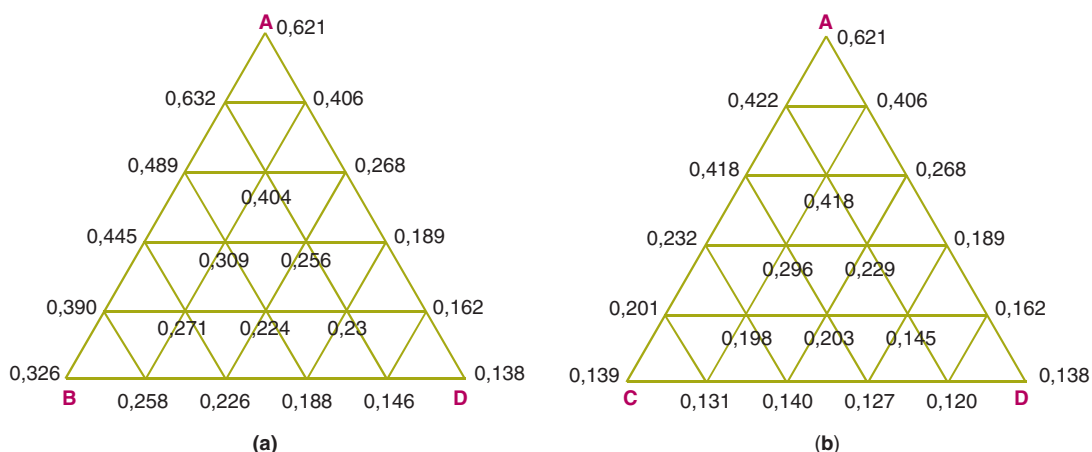


Figure 4
Valeurs des compacités aérées des billes.

Compacité aérée des poudres

Les compacités aérées les plus fortes sont obtenues pour le pôle constitué uniquement de grosses particules (ternaire A/C/D) ou bien proche de ce pôle (et contenant un peu de particules moyennes dans le ternaire A/B/D) (Fig. 5). Il semble que la forme anguleuse permette de s'insérer plus facilement entre les particules de diamètre important puisque, dans le ternaire A/B/D, la compacité maximale est obtenue par un mélange de grosses et de moyennes particules (en faible proportion). Les compacités les plus faibles correspondent aux empilements constitués uniquement de particules fines. Dans le cas de ces mesures, la taille des particules joue un rôle essentiel.



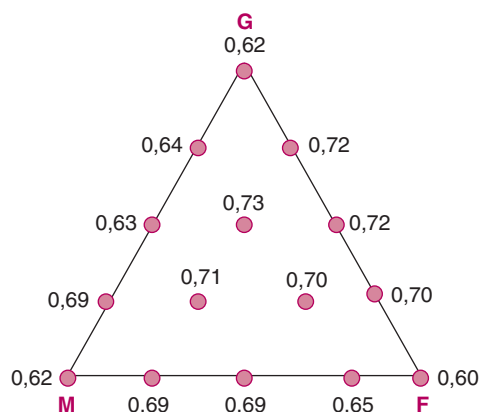
□ **Figure 5**
Compacités aérées dans le ternaire A-B-D (a) et A-C-D (b).

Compacité tassée

Compacité tassée des billes

Comme dans le cas des compacités aérées, la valeur la plus faible est obtenue pour un produit constitué uniquement par des billes « fines » (Fig. 6). De façon générale, il apparaît que le tassement favorise l'empilement des mélanges et n'a pas d'effet sur les produits ne contenant qu'un seul type de billes. Les secousses subies par le mélange entraînent un réarrangement du système particulaire. Les particules « glissent » les unes sur les autres pour obtenir une diminution de leur encombrement général. Compte tenu de la morphologie particulière des particules utilisées (sphères), la différence entre une mise en place par gravité et par application de percussions est peu significative.

□ **Figure 6**
Valeurs des compacités tassées des billes.



Compacité tassée des poudres

Les mesures de la compacité apparente tassée des mélanges « réels », sous l'effet de 400 chocs verticaux, sont reportées sur la figure 7.

Dans le cas où une contrainte est appliquée afin d'organiser les poudres dans un volume déterminé, la valeur la plus faible est obtenue pour un produit constitué uniquement de poudre D (fines). Les secousses subies par le mélange provoquent dans ce cas aussi un réarrangement du système particulaire. Ce phénomène est mis en évidence puisqu'à présent les compacités les plus élevées sont obtenues avec des mélanges contenant des grosses et des moyennes particules. L'ajout de particules fines semble désorganiser ces empilements granulaires (baisse de la compacité).

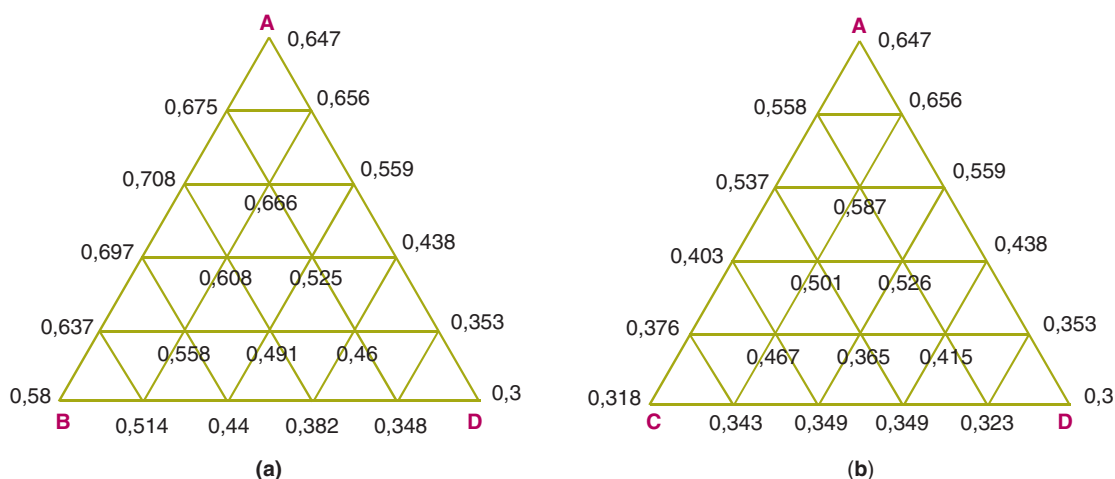


Figure 7
Compacité tassée dans les ternaires A-B-D (a) et A-C-D (b).

Dans les mélanges A/C/D où la fraction moyenne est constituée par des produits possédant une forme aciculaire, les compacités les plus faibles sont obtenues à la fois pour des mélanges possédant des particules fines et ceux possédant des particules sous forme aciculaire. Dans ce cas, la taille et la forme des particules jouent un rôle sur cette caractéristique. Les compacités les plus fortes sont une nouvelle fois obtenues avec les mélanges constitués de grosses particules. Le tassement n'a pas favorisé l'insertion de particules moyennes permettant d'augmenter la compacité des mélanges.

Indice de compressibilité

Indice de compressibilité des billes

Les mélanges de billes de verre montrent que l'indice de compressibilité est maximal pour un produit constitué très majoritairement par des billes « fines » (Fig. 8). Les percussions produisent une augmentation considérable de la compacité des mélanges contenant des billes « fines ». Par contre, les tassements n'ont que peu d'effet sur les mélanges n'en contenant pas. Dans ce ternaire, la taille des particules est le facteur déterminant pour les valeurs de compressibilité.

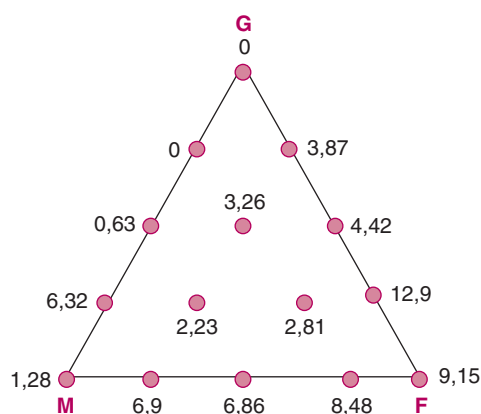


Figure 8
Valeurs des indices de compressibilité des billes.

Indice de compressibilité des poudres

Dans le cas du diagramme ternaire A/B/D (particules anguleuses), les forts indices de compressibilité sont mesurés pour des mélanges constitués de trois poudres dont le pourcentage de particules fines est supérieur à 40 % (Fig. 9). Plus la compacité aérée initiale est faible et plus il existe des possibilités de l'augmenter en appliquant des chocs. Cela conduit à un fort indice de compressibilité.

Dans le cas du diagramme ternaire contenant un constituant sous forme d'aiguille (A/C/D), les indices de compressibilité les plus élevés sont obtenus dans le cas de mélanges binaires ou ternaires contenant au moins 60 % de particules fines et des particules aciculaires. L'effet de la forme est mis en évidence dans ce cas, si l'on compare ce résultat à celui obtenu dans le ternaire A/B/D.

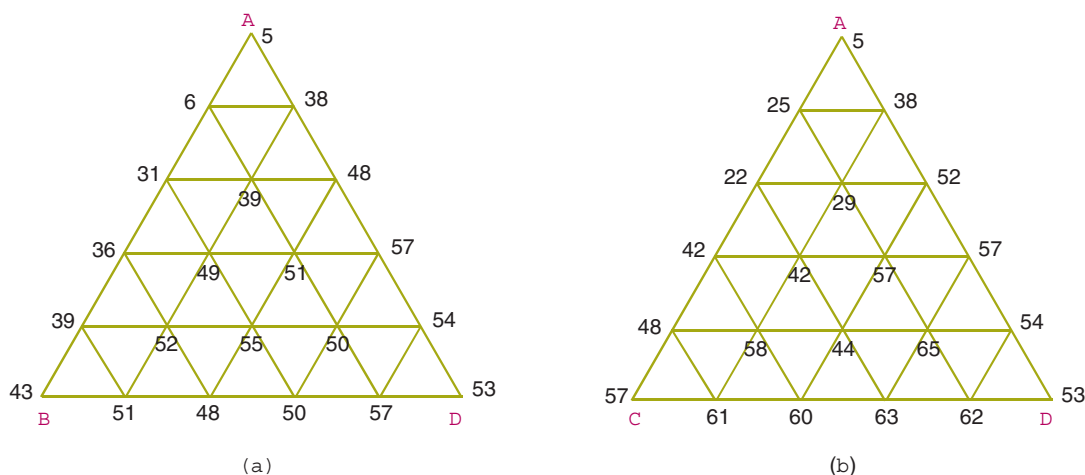


Figure 9

Valeurs des indices de compressibilité dans les ternaires A-B-D (a) et A-C-D (b).

DISCUSSION – COMPARAISON ENTRE MATÉRIAUX « MODÈLES » ET MATÉRIAUX « RÉELS »

Compacité aérée

Dans le cas de produits sphériques, les valeurs de compacité aérée les plus élevées sont obtenues pour des mélanges constitués de trois composants. Par contre, dans le cas de matériaux « réels » de forme anguleuse ou aciculaire, les valeurs les plus élevées se trouvent soit sur un sommet (un seul constituant) dans le cas du ternaire A/C/D, soit pour des mélanges à base de deux constituants (ternaire A/B/D). Quelle que soit la forme des particules, les valeurs les plus faibles sont obtenues pour des produits contenant essentiellement des particules fines. Seule la forme aciculaire permet d'obtenir des valeurs de compacité aérée encore plus faible si l'on intègre des particules possédant cette forme. Les compacités les plus élevées seront préférentiellement obtenues avec de fortes quantités de particules de grande taille et les plus faibles avec de fortes quantités de fines particules. Les valeurs des compacités sont plus importantes pour des particules de forme sphérique et sont les moins élevées dès que l'on introduit du désordre dans les arrangements granulaires (introduction de particules aciculaires).

Compacité tassée

Des observations proches de celles formulées pour les mesures des compacités aérées peuvent être faites pour les mesures des compacités tassées. Les compacités tassées les plus élevées sont obtenues pour des mélanges de trois constituants dans le cas de mélanges de billes, tandis que seuls deux cons-

tituants sont nécessaires dans le cas des poudres. Les valeurs les plus faibles sont encore obtenues pour des produits constitués uniquement de particules fines, et ce quelle que soit la forme des particules. Dans ce cas, l'effet du réarrangement a atténué les différences précédentes, que l'on avait attribuées à la forme aciculaire des particules. Les valeurs les plus faibles des compacités sont tout de même différentes dans des proportions allant du simple au double (0,3 et 0,6) lorsque l'on passe d'un système « réel » à un système « modèle ». Pour les valeurs les plus élevées, les différences sont moindres car on atteint les valeurs limites des compacités possibles [21].

Indice de compressibilité

La compressibilité traduit l'aptitude des mélanges à se réorganiser sous l'effet de contraintes. Les valeurs de compressibilité les plus élevées seront rencontrées, quelle que soit la forme des particules, dans le domaine où les compacités étaient les plus faibles. Les mélanges contenant une grande proportion de fines particules seront les plus compressibles. L'effet de la forme des particules est néanmoins conservé puisque l'on observe que les fortes compressibilités seront obtenues pour des mélanges de fines et de grosses particules pour les mélanges de billes et les mélanges A/B/D tandis qu'elles seront obtenues pour des mélanges de fines et de moyennes (aciculaires) particules dans le cas des mélanges A/C/D. La forme aciculaire des particules moyennes est responsable des fortes valeurs de compressibilité. C'est dans ce ternaire que les valeurs de compressibilité les plus fortes (65) sont obtenues car on rencontre à la fois un effet de taille et de la forme des particules (faible taille des particules fines couplées à la forme aciculaire des particules moyennes). Les valeurs les plus faibles sont obtenues pour des produits constitués de billes sphériques de grande taille : le tassement n'a exercé aucune modification sur l'empilement granulaire de ce produit.

CONCLUSION

La formulation de matériaux à base de solides divisés (bétons, mortiers, céramiques, etc.) consiste en partie à déterminer le pourcentage approprié de particules fines afin d'obtenir une porosité interparticulaire maîtrisée. Ce pourcentage dépendra de la propriété recherchée (fluidité, perméabilité, réactivité, etc.). La présence de particules fines permet d'augmenter les points de contact entre particules et de diminuer, en général, la porosité interparticulaire [22]. L'ensemble des relations qui peuvent être établies avec la compacité nécessite de distinguer les mélanges avec ou sans particules fines. Certains auteurs [23] ont montré que la compacité expérimentale dépend de la présence des particules « fines ». Dans le cas de la compacité non tassée, l'arrangement n'est pas optimisé et les particules « fines » s'arrangent particulièrement mal. L'arrangement des particules entre elles est le phénomène prépondérant si l'on souhaite utiliser des modèles fondés sur le nombre de contact.

Il est possible d'utiliser des mélanges de billes de verre pour « modéliser » les mélanges granulaires. En effet, l'utilisation de ces particules permet d'appréhender les tendances sur l'évolution des propriétés des mélanges en fonction des proportions des différents constituants. Néanmoins, la forme particulière des billes ne permet pas de prévoir précisément les proportions des constituants (mais seulement les tendances), ni de prévoir les valeurs des caractéristiques considérées. L'effet de la forme des particules a été particulièrement mis en évidence en substituant une fraction de particules anguleuses par une fraction de particules de forme aciculaire. Dans le premier type de mélange (où toutes les particules sont de forme anguleuse), le rôle de la taille a été mis en évidence. Les particules les plus fines désorganisent rapidement l'empilement des particules moyennes et grosses. Dans le second cas (où le ternaire possède des particules moyennes en forme d'aiguille), le rôle de la forme a été mis en évidence car, cette fois, les particules moyennes « perturbent » fortement l'empilement des particules grosses et fines.

Le rôle de la taille et de la forme sur l'arrangement des particules ayant été mis clairement en évidence à l'aide de ces trois types de mélanges, la formulation du matériau considéré pourra alors être entreprise en fonction de la propriété recherchée (fluidité, réactivité, etc.).

- [1] TANIGAWA Y., MORI H., Rheology of high flowing concrete, *CAJ Proc. Cem. Concr.*, **558**, **1993**, pp. 8-14.
- [2] KASAI T., KASAI Y., Study on closest packing of cement – silica fume powder, *Processing of 49th Cement Technology Conference*, **1995**, pp. 210-215.
- [3] SHI Y., MATSUI I., FENG N., Effect of compound mineral powders on workability and rheological property of HPC, *Cement and Concrete research*, **32**, **2002**, pp. 71-78.
- [4] De LARRARD F., Concrete mixture proportionning, *Modern concrete technology 9*. E & FN SPON, **1999**.
- [5] ANISHCHIKS V., MEDVEDEV N.N., Three-Dimensional Apollonian Packing as a model for dense granular systems, *Physical Review Letters*, **75**, **23**, **1995**, pp. 4314-4317.
- [6] SERVAIS C., JONES R., ROBERTS I., The influence of particle size distribution on the processing of food, *Journal of Food Engineering*, **51**, **2002**, pp. 201-208.
- [7] MEKKAOU L., ILARI J.-L., Poudre de lait écrémé et ses fractions : relations entre caractéristiques et propriétés, applications potentielles, *4^e colloque Sciences et Technologie des Poudres*, Compiègne, **2004**.
- [8] SEDRAN T., De LARRARD F., ANGOT D., Préviation de la compacité des mélanges granulaires par le modèle de suspension solide I, *Bulletin de liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, **194**, **1994**, pp. 59-70.
- [9] SEDRAN T., De LARRARD F., ANGOT D., Préviation de la compacité des mélanges granulaires par le modèle de suspension solide II, *Bulletin de liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, **194**, **1994**, pp. 71-86.
- [10] LEWIS A., SIMPKIN G., TABLETTING., An industrial viewpoint (part 2) in Deleuil M., Chulia D, Pourcelot Y, *Handbook of Powder Technology and Pharmaceutical Processes*, vol. 9, Elsevier, **1994**, pp. 473-492.
- [11] AL-RAWIK. AL-MURSKIDI R.S., Effect of w/c ratio and mix proportions in accelerated testing of concrete, *Cement and Concrete research*, vol. 8, **1978**, pp. 343-350.
- [12] BOURNONVILLE B., HUYNH H.T., COUSSOT P., CHÂTEAU X., Influence de la granulométrie d'un mélange polydisperse de billes sur les propriétés d'entassement de grains secs, *Congrès du Groupe Français de Rhéologie*, Brest, **2003**.
- [13] MOLERUS O., NYWLT M., The influence of the fine particle content on the flow behavior of bulk materials, *Powder Technology*, **37**, **1984**, pp. 145-154.
- [14] CARR R.L., Classifying flow properties of solids, *Chem. Eng.*, **72**, **1965**, pp. 69-72.
- [15] KNIGHT J.B., Density relaxation in a vibrated granular media, *Phys. Rev.*, **51**, p. 3957, **1995**.
- [16] ABDULLAH E.C., GELDART D., The use of bulk density measurements as flowability indicators, *Powder Technology*, **102**, **1999**, pp. 151-165.
- [17] SANTOMASO A., LAZZARO P., CANU P., Powder flowability and density ratios : the impact of granulates packing, *Chem. Eng. Sci.*, **58**, 2857, **2003**.
- [18] CARR R.L., Evaluating flow properties of solids, *Chem. Eng.*, **72**, **1965**, pp. 163-168.
- [19] ANDRÉANI P.-A., *Modélisation des propriétés complexes par composition de sous-ensembles : Application aux cendres volantes de lit fluidisé circulant*, thèse de doctorat, **2002**, 302 pages.
- [20] WHITE H.E., WALTON S.F. in Jouenne C.A, *Traité de céramiques et matériaux minéraux*, Chap. VIII, Ed. Septima, Paris, **1984**.
- [21] SEDRAN T., *Rhéologie et rhéométrie des bétons. Applications aux bétons autonivelants*, thèse de doctorat, ENPC, **1999**, 220 pages.
- [22] DELEUIL M., CHULIA D., POURCELOT Y., Particle and powder dynamics, in Deleuil M., Chulia D., Pourcelot Y., *Handbook of powder Technology and Pharmaceutical Processes*, vol. 9, Elsevier, **1994**, pp. 115-163.
- [23] MARTINENT V., *Étude de suspensions ciment alumineux - eau. Corrélations rhéologie – granularité – compacité*, thèse de doctorat, École des Mines, Saint-Étienne, **1997**, 183 pages.