



Thixotropie des pâtes cimentaires

Sébastien Jarny

► To cite this version:

Sébastien Jarny. Thixotropie des pâtes cimentaires. Matériaux. Ecole des Ponts ParisTech, 2004. Français.
〈NNT: 〉. 〈tel-00011192〉

HAL Id: tel-00011192

<https://pastel.hal.science/tel-00011192v1>

Submitted on 13 Dec 2005

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

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



HAL Authorization

École Nationale des Ponts et Chaussées

THÈSE

pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DE L'ÉCOLE NATIONALE
DES PONTS ET CHAUSSÉES**

Discipline : Matériaux et Structures

présentée et soutenue publiquement
par

Sébastien JARNY

le 15 décembre 2004

Thixotropie des pâtes cimentaires

JURY

M. Patrice FLAUD	Président du jury
M. Christophe LANOS	Rapporteur
M. Jean-François TASSIN	Rapporteur
M. Robert FLATT	Examineur
M. Philippe MONNET	Examineur invité
M. Robert LE ROY	Conseiller d'études
M. Nicolas ROUSSEL	Conseiller d'études
M. Philippe COUSSOT	Directeur de thèse

Avant-propos

Cette thèse est le fruit d'une collaboration entre le Laboratoire des Matériaux et des Structures du Génie Civil et la division des Bétons et Composites Cimentaires du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées. Au cours de ces trois années, j'ai eu le plaisir de rencontrer de nombreuses personnes sans qui ce travail n'aurait pas été aussi complet.

Je tiens, en tout premier lieu, à remercier Philippe Coussot, Robert Le Roy et Nicolas Roussel de m'avoir accueilli au sein de leurs laboratoires respectifs et surtout d'avoir encadré ces travaux. Ils ont su me supporter, ce qui est déjà très bien, mais ils ont surtout réussi à me donner plus confiance en moi. Merci pour tout.

J'adresse tous mes remerciements au professeur Patrice Flaud qui a accepté non seulement de faire parti de ce jury mais aussi d'en être le président. Tous mes remerciements vont aux professeurs Christophe Lanos et Jean-François Tassin qui ont accepté d'être rapporteurs de ce travail. Un grand merci à Robert Flatt et Philippe Monnet pour avoir accepté de faire parti de ce jury. Leurs diverses observations et critiques constructives ont permis d'améliorer la qualité de ce manuscrit.

J'associe tous les membres du laboratoire à ce travail qui ont fait que ces trois ans sont passés très vite. En particulier Laurent, Alexandre et Frédéric avec qui j'ai partagé de longues heures de manip, pas toujours très marrantes (quoique!!!), et beaucoup d'autres moments, plus agréables ceux-là. Je n'oublie pas François et Stéphane sans qui une grande partie de ce travail n'aurait pas été possible, ainsi que Jean-Pierre et Jean-Sébastien qui été présents au tout début de cette aventure. Je remercie Zahia et Hong-Minh pour le précieux partage de leurs résultats. Merci à Michèle, Carmen, Dhélia et Marie les secrétaires des deux labos qui, en plus de leur bonne humeur, ont toujours été présentes pour répondre à mes problèmes administratifs. Que dire à Sacha, Sabrina, Noushine, Aza, Fabien, Eric et Yue qui sont les responsables de la bonne ambiance régnant au LMSGC. J'ai une pensée pour Mickaël qui nous a malheureusement quitté beaucoup trop tôt. Désolé pour ceux que j'ai oublié...

Enfin, un grand merci à ma famille et à Fanfan et Mumu.

Sommaire

Introduction	1
1 État des connaissances	5
1.1 Rhéométrie	5
1.1.1 Généralités	5
1.1.2 Modèles rhéologiques	6
1.1.3 Techniques de mesures	8
1.1.3.1 Phénomènes perturbateurs	8
1.1.3.2 Géométries de mesures	10
1.1.4 Rhéométrie par IRM	17
1.2 Du ciment à la pâte	18
1.2.1 Un peu d'histoire	18
1.2.2 Fabrication du ciment	20
1.2.3 La pâte de ciment	20
1.2.3.1 Interactions au sein d'une suspension	21
1.2.3.2 Application aux pâtes de ciment	23
1.2.3.3 Influence des superplastifiants	25
1.3 Rhéométrie des matériaux cimentaires	26
1.3.1 Phénomènes perturbateurs	26
1.3.2 Essais rhéométriques	27
1.3.2.1 Régime établi	27
1.3.2.2 Régime transitoire	27
1.3.2.3 Hysteresis	29
1.3.2.4 Structuration au repos	29
1.3.2.5 Modèles de thixotropie	30
1.4 Bilan	31
2 Formulation du matériau "modèle"	33
2.1 Propriétés prérequis du matériau modèle	33
2.2 Choix des adjuvants	34
2.2.1 Protocole de mesure	34
2.2.2 Les superplastifiants	35
2.2.2.1 RESI FLOW N40	37

2.2.2.2	OPTIMA 100	37
2.2.2.3	OPTIMA 175	37
2.2.2.4	OPTIMA 200	38
2.2.2.5	STRUCTURO 132	39
2.2.2.6	STRUCTURO 146	41
2.2.2.7	STRUCTURO 311	42
2.2.2.8	STRUCTURO 333	43
2.2.2.9	CIMFLUID ADAGIO 2017	43
2.2.2.10	L'ordre d'ajout du superplastifiant	44
2.2.2.11	bilan	46
2.2.3	Les retardateurs	46
2.2.4	La nanosilice	47
2.2.5	Bilan	48
2.3	Élaboration finale du protocole	49
2.3.1	Choix de la géométrie	50
2.3.2	Réajustement des dosages	50
2.3.3	Durée de malaxage	52
2.3.4	Volume de malaxage	52
2.3.5	Formulation du matériau "modèle"	53
2.4	Conclusion	55
3	Rhéométrie par IRM	57
3.1	Résultats expérimentaux	57
3.1.1	Description du dispositif	57
3.1.2	Procédure expérimentale	58
3.1.3	Recalage spatial des mesures	59
3.1.4	Profils de vitesse	60
3.1.5	Homogénéité du mélange	63
3.1.6	Mesures du couple	66
3.1.7	Établissement de l'écoulement	67
3.2	Analyse des résultats	69
3.2.1	Profils de vitesse	69
3.2.1.1	Gradient de vitesse critique	69
3.2.1.2	Incertitudes de mesures et d'analyses	71
3.2.1.3	Influence d'un temps de repos	77
3.2.1.4	Loi de puissance tronquée	79
3.2.1.5	Contrainte critique	82
3.2.1.6	Incertitudes de mesures et d'analyses	83
3.2.1.7	Bilan	84
3.2.2	Rhéogrammes "locaux"	85
3.3	Conclusion	90

4	Rhéométrie	91
4.1	Résultats expérimentaux	91
4.1.1	Influence de la rugosité	91
4.1.2	Influence de la taille de l'entrefer	94
4.1.3	Bifurcation de viscosité	99
4.2	Analyse des résultats	100
4.2.1	Correction du phénomène de glissement	100
4.2.2	Modèles de fluide à seuil simple	103
4.2.3	Comparaison avec les données IRM	105
4.2.3.1	Comparaison directe	106
4.2.3.2	Comparaison à l'aide d'une similitude	107
4.2.3.3	Méthodes d'analyse	108
4.3	Conclusion	110
5	Rhéométrie par plan incliné	113
5.1	Résultats expérimentaux	113
5.1.1	Mesures statiques	113
5.1.2	Mesures dynamiques	115
5.2	Analyse des résultats	121
5.2.1	Mesures statiques	121
5.2.2	Mesures dynamiques	122
5.3	Conclusion	128
6	Modélisation et simulations	131
6.1	Description du modèle	131
6.1.1	Écoulements homogènes	133
6.1.1.1	Régime stationnaire	133
6.1.1.2	Régime transitoire sous contrainte imposée	134
6.1.1.3	Régime transitoire sous vitesse imposée	134
6.1.2	Écoulements non homogènes	135
6.1.2.1	Géométrie de Couette	136
6.1.2.2	Géométrie du plan incliné	138
6.1.3	Simulations	140
6.1.3.1	Géométrie de Couette	140
6.1.3.2	Plan incliné	142
6.2	Comparaison avec la rhéométrie par IRM	142
6.2.1	Régime permanent	142
6.2.2	Régime transitoire	145
6.3	Comparaison avec la rhéométrie classique	147
6.4	Comparaison avec le plan incliné	150
6.4.1	Vérification de la modélisation	151
6.4.2	Application aux données expérimentales	154
6.4.2.1	Mesures dynamiques	154
6.4.2.2	Mesures statiques	158

6.5 Conclusion	159
Conclusions et perspectives	161
Annexes	165
A Fiches techniques des différents produits utilisés	167
A.1 Fiche technique du ciment blanc CALCIA ® utilisé	168
A.2 Analyses du ciment blanc réalisées au LCPC	170
A.3 Fiches techniques des produits AXIM ® utilisés	180
A.4 Fiches techniques des suspensions de nanosilice (MBT ® et RHODIA ®) utilisées	184
A.5 Fiches techniques des produits CHRYSO ® utilisés	188
A.6 Fiches techniques des produits FOSROC ® utilisés	194
B Principes de l'imagerie par résonance magnétique	199
B.1 Vélométrie par IRM	199
B.2 Dispositif expérimental	200
C Dispositif expérimental du plan incliné	207
C.1 Mesure de vitesse	208
C.2 Mesure de la hauteur	209
C.3 Incertitudes sur les mesures	210
D Article publié dans <i>Rhéologie</i>, vol. 2, 52-63, 2002 [65]	211
Références	225

Introduction

Les matériaux cimentaires sont couramment utilisés dans le domaine du génie civil. Au cours des années de nombreux progrès ont été apportés à ces matériaux, et notamment au niveau de la formulation. L'utilisation de plus en plus croissante d'adjuvants de nature organique et/ou minérale permet de modifier leurs propriétés rhéologiques. Un intérêt particulier se porte en ce moment sur les bétons fluides (autoplaçants, autonivellants ou pompés) qui se mettent en place sous leur propre poids (*Fig. 1*). Néanmoins, l'arrivée de ces nouveaux matériaux s'est accompagnée de nouveaux problèmes :

- blocage de l'écoulement en conduite (écoulements bouchon).
- problèmes de pression sur les parois des coffrages (pression hydrostatique ou pas).
- problèmes de redémarrage du pompage après un temps d'arrêt prolongé.
- ségrégation.



FIG. 1 – *Écoulement d'un béton autoplaçant. Chantier expérimental du Projet National Béton Auto Plaçant.*

Afin de répondre à ces problèmes il est important de pouvoir identifier le comportement en écoulement de ces matériaux. Actuellement un regain d'intérêt se porte sur l'étude de la thixotropie de tels systèmes [11, 13, 70, 114]. En effet, ce phénomène réversible de structuration (au repos) - liquéf-

tion (en écoulement) du matériau pourrait être à l'origine de certains de ces nouveaux problèmes. Une meilleure compréhension et par conséquent un meilleur contrôle de cette propriété permettrait une mise en œuvre plus aisée.

Ce travail se focalise donc sur la détermination des propriétés rhéologiques, et plus particulièrement de la thixotropie, d'une pâte de ciment blanc. Notre approche consiste à croiser les techniques expérimentales afin de caractériser, d'une façon aussi complète que possible, les propriétés en écoulement de ce matériau. L'analyse des mesures effectuées nous permet alors de développer un modèle simple de thixotropie.

Pour commencer, le chapitre 1, est consacré à une vue d'ensemble des connaissances acquises au cours des années. Ainsi nous posons les bases de la rhéométrie et une description générale des différentes techniques de mesure et d'analyse est alors réalisée. Nous insistons particulièrement sur les géométries d'écoulement qui sont utilisées dans la suite de cette étude. Nous faisons ensuite le point sur les interactions interparticulaires pouvant exister au sein d'une suspension et notamment dans une pâte de ciment. Enfin, les propriétés rhéologiques des matériaux cimentaires sont passées en revue avec une attention spéciale sur la thixotropie.

Afin d'étudier le comportement thixotrope d'une pâte de ciment, il est nécessaire de s'assurer que le matériau présente cette propriété. De plus, il faut que cette dernière soit compatible avec les techniques expérimentales que nous souhaitons employer. C'est pourquoi la première phase de ce travail consiste à mettre au point la formulation d'une pâte de ciment, que nous appelons "modèle" (chapitre 2). Pour ce faire, nous testons de nombreux adjuvants, de nature organique et minérale, nous permettant d'obtenir les propriétés que nous avons définies au préalable. Au cours de cette étape, nous mettons aussi en évidence les paramètres de formulation influençant les propriétés rhéologiques des matériaux cimentaires.

Le matériau "modèle" ainsi défini est alors étudié par application de la vélocimétrie par Imagerie par Résonance Magnétique (chapitre 3). Cette technique innovante nous donne accès aux profils de vitesse au sein de l'entrefer d'une géométrie à cylindres coaxiaux, dans laquelle une vitesse de rotation peut être appliquée sur le cylindre intérieur. L'obtention de ces mesures locales nous permet alors de remonter aux propriétés rhéologiques réelles, qui nous servent de référence pour la suite de l'étude.

Puis, des techniques plus classiques de rhéométrie sont utilisées (chapitre 4). La comparaison de ces résultats à ceux obtenus localement nous autorisent à vérifier la validité des hypothèses introduites implicitement par

l'utilisation de rhéomètres ou de viscosimètres.

Enfin, une étude plus spécifique de l'écoulement de cette pâte de ciment sur plan incliné est présentée (chapitre 5). L'utilisation de cet outil simple de caractérisation a un double but. D'une part l'obtention d'informations complémentaires par des essais spécifiques et d'autre part la vérification des résultats déterminés par les autres techniques. En effet, cette technique, qui au premier abord peut paraître rudimentaire, pourrait, à terme, déboucher sur la mise au point d'un essai simple, applicable sur chantier, de caractérisation de la thixotropie d'un matériau cimentaire.

Le dernier chapitre (chapitre 6) a pour objet la présentation d'un modèle simple de thixotropie développé à partir des observations faites au préalable par l'intermédiaire de toutes les techniques. Des simulations sont alors réalisées pour les différentes géométries et sont comparées aux résultats expérimentaux.

Chapitre 1

État des connaissances

1.1 Rhéométrie

1.1.1 Généralités

L'objectif de la rhéométrie est de donner une description mathématique précise du comportement mécanique macroscopique observé. Dans ce but, nous nous plaçons dans le cadre de la mécanique des milieux continus où la distribution des contraintes et des déformations sont représentées sous forme tensorielle. Les relations entre ces champs sont appelées lois de comportement.

Le tenseur des contraintes $\underline{\underline{\Sigma}}$ se décompose en deux termes :

- la pression hydrostatique qui ne conduit pas à la déformation du fluide
- le déviateur des contraintes $\underline{\underline{T}}$, qui se rapporte aux contraintes tendant à déformer le fluide.

Finalement nous avons :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = -p\underline{\underline{I}} + \underline{\underline{T}} \quad (1.1)$$

avec p la pression et $\underline{\underline{I}}$ le tenseur identité.

Au cours d'un écoulement, les éléments fluides peuvent se déplacer les uns par rapport aux autres, ce qui conduit à l'obtention de vitesses différentes d'un point à un autre. Le tenseur gradient de vitesse $\underline{\underline{\nabla}}\vec{u}$ est par conséquent non nul. Les termes de la diagonale caractérisent des efforts en traction ou en compression, alors que les autres représentent les efforts associés au cisaillement.

Les lois de comportement, en général, relient le déviateur des contraintes $\underline{\underline{T}}$ au tenseur des taux de déformation $\underline{\underline{D}}$ défini comme la partie symétrique du tenseur gradient de vitesse :

$$\underline{\underline{D}} = \frac{1}{2} \left(\underline{\underline{\nabla}}\vec{u} + (\underline{\underline{\nabla}}\vec{u})^T \right) \quad (1.2)$$

La loi de comportement la plus simple est celle obtenue pour un fluide newtonien :

$$\underline{\underline{T}} = 2\mu\underline{\underline{D}} \quad (1.3)$$

où μ est la viscosité du fluide.

La forme tensorielle de la loi de comportement reste trop générale afin de pouvoir la caractériser expérimentalement. C'est pourquoi, l'objectif de la rhéométrie est de réaliser des écoulements simples conduisant à une simplification de la forme des tenseurs. Nous nous intéressons ici au cas du cisaillement simple qui conduit à la simplification suivante des tenseurs $\underline{\underline{T}}$ et $\underline{\underline{D}}$ en coordonnées cartésiennes :

$$\underline{\underline{T}} = \begin{pmatrix} \tau_{xx} & \tau_{xy} & 0 \\ \tau_{xy} & \tau_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & \tau_{zz} \end{pmatrix} \quad (1.4)$$

et

$$\underline{\underline{D}} = \frac{\dot{\gamma}}{2} \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (1.5)$$

où $\dot{\gamma}$ représente la vitesse de cisaillement ou le gradient de vitesse. La contrainte tangentielle de cisaillement est définie par τ_{xy} , qui sera par la suite notée simplement τ . Les première et seconde différences de contraintes normales sont respectivement : $N_1 = \tau_{xx} - \tau_{yy}$ et $N_2 = \tau_{yy} - \tau_{zz}$.

1.1.2 Modèles rhéologiques

De nombreux modèles ou lois de comportement, reliant la contrainte de cisaillement τ au gradient de vitesse $\dot{\gamma}$, ont été développés afin de décrire les comportements rhéologiques les plus couramment rencontrés.

Le cas le plus simple correspond à celui des fluides newtoniens : $\tau = \mu\dot{\gamma}$ où μ représente la viscosité du fluide.

Viennent ensuite les fluides dont les propriétés ne dépendent pas du temps. La loi d'Ostwald de Waele ou loi de puissance $\tau = k\dot{\gamma}^n$ permet de décrire la rhéofluidification ou le rhéoépaississement. En effet, cette équation permet de définir une viscosité apparente $\eta = \tau/\dot{\gamma} = k\dot{\gamma}^{n-1}$ qui décroît avec $\dot{\gamma}$ lorsque n est inférieur à 1 (rhéofluidification) et croît avec $\dot{\gamma}$ dans le cas contraire (rhéoépaississement). Le cas du fluide newtonien est retrouvé pour $n = 1$.

Dans cette classe, il y a aussi les fluides à seuils qui sont caractérisés par une contrainte seuil τ_s . Si la contrainte appliquée reste inférieure à cette valeur critique, le matériau se comporte comme un solide. Dans le cas contraire,

le matériau retrouve le comportement d'un fluide. Les deux modèles les plus usités sont ceux :

- de Bingham :

$$\begin{cases} \tau = \tau_s + \eta_{pl}\dot{\gamma} & \text{si } \tau > \tau_s \\ \dot{\gamma} = 0 & \text{si } \tau \leq \tau_s \end{cases} \quad (1.6)$$

où η_{pl} est la viscosité plastique. Ce modèle permet de représenter un comportement newtonien au delà de la contrainte seuil.

- de Herschel-Bulkley :

$$\begin{cases} \tau = \tau_s + k\dot{\gamma}^n & \text{si } \tau > \tau_s \\ \dot{\gamma} = 0 & \text{si } \tau \leq \tau_s \end{cases} \quad (1.7)$$

Nous retrouvons la loi de puissance décrite précédemment au delà de la contrainte seuil.

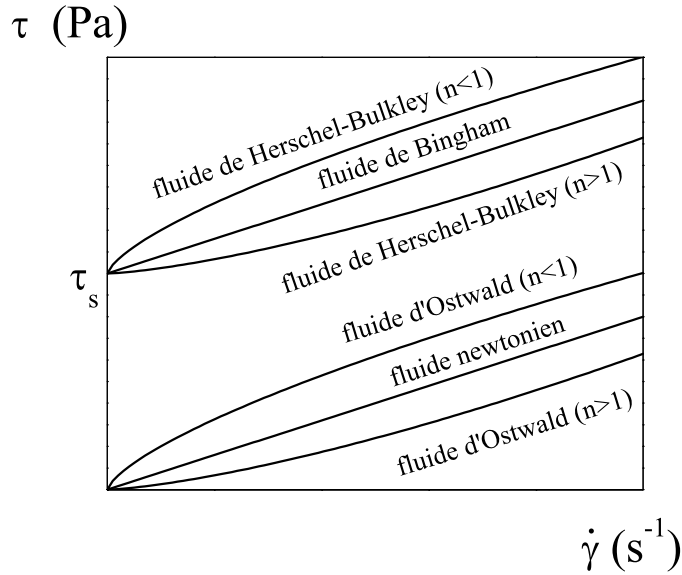


FIG. 1.1 – *Lois de comportement élémentaires.*

Les fluides dont les propriétés évoluent avec le temps pour un niveau de sollicitation donné correspondent à des comportements plus complexes : la thixotropie et la rhéopexie. La thixotropie peut être définie de la manière suivante :

- la viscosité apparente est une fonction décroissante de la durée d'écoulement pour une sollicitation donnée, maintenue constante dans le temps.
- le matériau retrouve son état initial après un temps de repos suffisamment long.

De nombreux modèles ont été développés au cours de ces dernières années pour décrire ce phénomène. Des revues très complètes ont été réalisées par Mewis [82], par Barnes [15] et plus récemment par Mujumdar *et al.* [85]. Cette propriété, engendrant une structuration du matériau au repos, est à relier à la notion de seuil d'écoulement. Nous reviendrons plus en détail sur cette propriété au chapitre 6.

1.1.3 Techniques de mesures

En pratique, un écoulement viscosimétrique en cisaillement simple est réalisé par un confinement du fluide dans différentes géométries dont les conditions aux limites sont contrôlées. Ces écoulements sont réalisés par l'intermédiaire de rhéomètres ou viscosimètres qui permettent, à partir de considérations géométriques et d'hypothèses sur l'écoulement, de relier les paramètres macroscopiques (couple, vitesse de rotation, débit, différence de pression...) aux paramètres régissant les lois de comportement que sont la contrainte de cisaillement τ et le gradient de vitesse $\dot{\gamma}$.

Tout d'abord, nous détaillons les phénomènes indésirables pouvant intervenir au cours d'essais d'écoulement, ainsi que les précautions à prendre pour limiter leurs effets sur les résultats. Par la suite, nous décrivons les géométries les plus utilisées en rhéométrie et nous accordons une attention plus particulière à celles principalement employées dans la suite de cette étude. Néanmoins, de nombreux auteurs [21, 29, 96] ont réalisé une description détaillée de ces techniques.

1.1.3.1 Phénomènes perturbateurs

Coussot et Ancey [31] font une revue détaillée de ces phénomènes. Nous reprenons, ici, ceux susceptibles d'intervenir pour les suspensions.

Dimensions des géométries

Il faut, bien entendu, que les dimensions des géométries d'écoulement soient d'un ordre de grandeur plus important que celui de la taille des éléments constitutifs du matériau. Si cette condition n'est pas remplie, l'hypothèse de milieu continu ne serait plus valable. Il n'existe, malheureusement, pas de règles précises pour s'assurer que cette hypothèse sera valide. La pratique veut que l'écart minimal entre les outils doit être supérieur à, au moins, dix fois la taille des plus grosses particules en suspension. Néanmoins, cette

condition n'est pas forcément suffisante et dépend du matériau à étudier. C'est pourquoi, le choix de la géométrie de mesure doit être fait en fonction du matériau à tester. Pour cela, il faut déterminer laquelle est la mieux adaptée, tant du point de vue de la forme que de la taille, tout en conservant une marge de sécurité.

Glissement aux parois

Le glissement aux parois est le phénomène le plus couramment rencontré lors de l'étude des suspensions. Il peut se produire dans toutes les géométries d'écoulement et résulte du cisaillement préférentiel d'une fine couche du fluide testé près des parois. La décroissance naturelle de la concentration solide près d'une paroi lisse, en l'absence d'interactions particulières entre le fluide et la paroi, est, en général, à l'origine du glissement [14, 60]. Cela a pour conséquence d'abaisser la viscosité mesurée par rapport à sa valeur réelle.

Au vu de ces remarques, il semble que la forme de l'interface entre le fluide et la paroi puisse jouer un rôle prépondérant au cours du glissement. En effet, l'application d'une rugosité conduit, en général, à l'éviction ou à la réduction de ce phénomène. La taille et la forme de celle-ci contrôlent son mode d'action. La mise en place d'une rugosité permet de rétablir un profil de concentration massique homogène à l'approche de la paroi. Les particules s'insèrent, en effet, au sein de la rugosité et peuvent être considérées comme fixées à la paroi. Ainsi, il est préférable d'utiliser une rugosité dont la taille est au moins égale celle des plus grosses particules de la suspension. De plus, des écoulements secondaires peuvent apparaître suivant la forme de la rugosité. Pour éviter cela, une surface de rugosité organisée aléatoirement est mieux adaptée.

Évaporation

L'évaporation intervient surtout dans les suspensions lors d'essais comportant une surface libre. Ce phénomène conduit à une diminution du volume étudié. Ceci pourrait se traduire par une diminution de la viscosité apparente mesurée. D'un autre côté, une augmentation de la concentration massique apparaît, qui se traduit par une augmentation de la viscosité apparente. Par conséquent, nous sommes en présence d'un phénomène dont les effets sont contradictoires. Il apparaît évident que ce phénomène est d'autant plus important que le rapport des surfaces libres sur le volume du matériau étudié est grand. Les techniques pratiques, utilisées pour minimiser les perturbations, consistent à travailler sous atmosphère saturée par le fluide interstitiel ou à placer un film liquide sur les surfaces libres. Il faut, bien entendu, vérifier que la saturation ne modifie pas la concentration massique du matériau

et que le film liquide soit très peu visqueux et non miscible avec le matériau.

Sédimentation et migration

Nous distinguons la sédimentation, relative à l'action de la pesanteur sur les particules, de la migration, résultant d'un déplacement des particules lié à une hétérogénéité de cisaillement.

La sédimentation peut se produire lors de toute expérience réalisée sous l'action de la gravité, ce qui est le cas dans la plupart des essais de rhéométrie. Cela conduit à une accumulation de particules dans la partie basse de la géométrie d'écoulement. Le matériau est alors hétérogène et peut être représenté, de manière simplifiée, par des couches visqueuses superposées de valeurs différentes. Ainsi, les couches supérieures sont moins visqueuses que le matériau initial, alors que les couches inférieures sont plus visqueuses du fait de l'accumulation des particules. Suivant la géométrie d'écoulement les effets peuvent être très différents et son contrôle n'est pas aisé.

Les causes principales de la migration sont l'inertie et l'hétérogénéité de cisaillement au sein de l'écoulement. Cela se traduit par un déplacement des particules vers des zones préférentielles, pouvant être différentes suivant la géométrie d'écoulement et le matériau étudié. Ce phénomène a été observé pour des suspensions de particules non colloïdales [67, 81]. De plus, dans le cas des suspensions concentrées, une évaluation du flux de particules peut être faite en l'absence d'effets d'inertie [76]. Néanmoins, ce phénomène est assez mal connu et sa présence pendant les essais est difficile à mettre en évidence. Son contrôle n'en est alors que plus ardu.

1.1.3.2 Géométries de mesures

Géométrie cône-plan

Dans cette géométrie, le fluide est cisailé entre un plan et un cône tronqué coaxiaux en rotation à des vitesses différentes (*Fig. 1.2*). En pratique, le cône tronqué est le plus souvent mobile alors que le plan reste fixe. Son avantage principal réside dans le fait que le gradient de vitesse reste homogène tant que l'angle du cône reste faible (inférieur à 6° environ). De plus, cette géométrie permet de tester de petits volumes de matériau avec une mise en place et un nettoyage aisés. Par contre, son inconvénient majeur est de permettre uniquement des expériences avec des matériaux contenant des particules très fines compte tenu du faible entrefer (espace entre le plan et la troncature du cône). En effet, la présence de particules grossières peut conduire à un blocage à ce niveau. La surface libre, relativement grande par rapport au volume testé, favorise le phénomène d'évaporation.

Dans cette configuration, les effets d'inertie sont négligés et l'angle est supposé petit. Le gradient de vitesse et la contrainte sont considérés comme

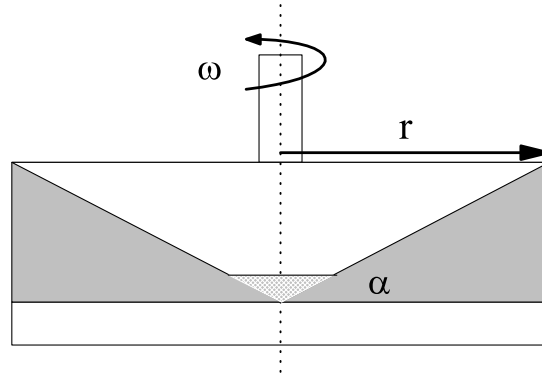


FIG. 1.2 – Géométrie cone-plan.

homogènes à l'intérieur du volume cisailé. Ces valeurs sont alors calculées à partir des mesures de couple et de vitesse de rotation de la manière suivante :

$$\dot{\gamma} = \frac{\Omega}{\tan \alpha} = \frac{\Omega}{\alpha} \quad (1.8)$$

et

$$\tau = \frac{3C}{2\pi r^3} \quad (1.9)$$

où α est l'angle du cône, $\dot{\gamma}$ le gradient de vitesse, τ la contrainte appliquée, C le couple, Ω la vitesse de rotation du cône et r le rayon du cône.

Géométrie plan-plan

Dans cette géométrie, le fluide est cisailé entre deux disques coaxiaux en rotation à des vitesses différentes (*Fig. 1.3*). Le plus souvent, le disque supérieur est mobile alors que le disque inférieur est fixe. Les avantages de cette géométrie, comme la précédente, résident dans la faible quantité de fluide à utiliser et dans une mise en place et un nettoyage aisés. De plus, l'entrefer (espace entre les deux disques) de cette géométrie n'est pas fixe et peut être réglé à l'épaisseur souhaitée. Cela permet donc de tester des matériaux contenant des particules plus grossières. L'inconvénient dans cette géométrie est un gradient de vitesse très hétérogène (nul au centre et maximal à la périphérie) dans l'échantillon. Néanmoins, il ne faut pas utiliser un trop grand entrefer si l'on veut réduire la surface libre, et par conséquent les effets de bords et le phénomène d'évaporation qui en découlent.

Avec cette géométrie, les effets d'inertie sont négligés. De plus, elle présente l'avantage de transmettre une contrainte constante suivant des tranches

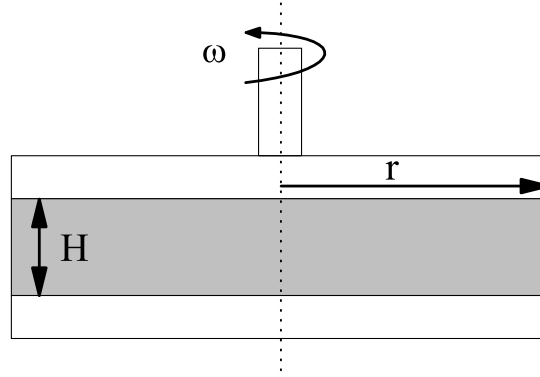


FIG. 1.3 – Géométrie plan-plan.

parallèles aux disques solides. En théorie, le gradient et la contrainte de cisaillement se définissent par :

$$\dot{\gamma} = \frac{\Omega r}{H} \quad (1.10)$$

$$\tau(\dot{\gamma}_R) = \frac{3C}{2\pi R^3} + \frac{\dot{\gamma}_R}{2\pi R^3} \frac{dC}{d\dot{\gamma}_R} \quad (1.11)$$

où $\dot{\gamma}_R = \Omega R/H$ est le gradient de cisaillement à la périphérie du disque.

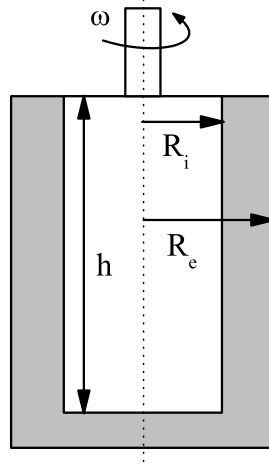
Les relations ne sont pas directes et, en pratique, il est nécessaire d'avoir un jeu de mesures (C, Ω) pour pouvoir déterminer $(\tau, \dot{\gamma}_R)$. Mais, en fait, des simplifications sont introduites dans les logiciels des rhéomètres. Celui que nous utilisons, par exemple, applique ces formules :

$$\dot{\gamma} = \frac{3R\Omega}{4H} \quad (1.12)$$

$$\tau = \frac{3C}{2\pi R^3} \quad (1.13)$$

Géométrie à cylindres coaxiaux

Cette géométrie est constituée de deux cylindres coaxiaux en rotation relative (*Fig. 4.3*). Le matériau est cisailé dans l'intervalle compris entre les deux cylindres, ce qui rend sa mise en place un peu moins aisée que pour les autres géométries, ainsi que son nettoyage. Son avantage principal réside dans la possibilité d'étudier des matériaux très fluides, ne pouvant pas rester au sein des géométries planes au cours des essais.

FIG. 1.4 – *Géométrie de Couette cylindrique.*

Néanmoins, son inconvénient majeur vient du fait que la distribution des contraintes dans l'entrefer est hétérogène et dépend de la taille de l'entrefer. La relation reliant le couple à la contrainte s'écrit :

$$\tau = \frac{C}{2\pi r^2 h} \quad (1.14)$$

où h représente la hauteur d'immersion du cylindre intérieur, r le rayon et C le couple.

Par conséquent, la contrainte varie de manière proportionnelle à l'inverse du carré du rayon et donc plus l'entrefer est large plus la variation est importante. Il en résulte que le gradient de vitesse n'est pas homogène dans l'intervalle entre les cylindres. Mais, en faisant l'hypothèse que l'espace entre les deux outils est faible ($R_e - R_i \ll R_i$) il vient :

$$\tau \approx \frac{C}{2\pi R_i^2 h} \quad (1.15)$$

et

$$\dot{\gamma} \approx \frac{\Omega R_i}{R_e - R_i} \quad (1.16)$$

où R_i et R_e sont respectivement les rayons intérieur et extérieur, Ω la vitesse de rotation du cylindre intérieur¹.

¹Nous considérons dans ce cas que le cylindre intérieur est mobile alors que celui extérieur est maintenu fixe.

Le cylindre intérieur peut être remplacé par un croisillon constitué de plusieurs pales. Dans ce cas, le rayon est pris comme étant celui du cylindre équivalent. Cette géométrie "vane" limite les effets de glissements, du fait que les contacts fluides parois sont réduits. Elle est souvent utilisée pour mesurer les propriétés de fluides à seuil [16, 92] et plus particulièrement le seuil de contrainte [89, 90].

Cette hypothèse d'entrefer mince est introduite implicitement dans les rhéomètres commerciaux. Il est nécessaire, lors de l'utilisation d'entrefers larges, de vérifier les mesures données par l'appareil et de ne pas s'y fier aveuglement. Pour ce faire, des méthodes de calculs des contraintes et des gradients de vitesse plus générales ont été développées [29, 91, 118]. Nous ne faisons, dans ce cas, plus d'hypothèses particulières et le gradient de vitesse s'écrit maintenant :

$$\dot{\gamma} = \left| r \frac{\partial \omega}{\partial r} \right| = -r \frac{\partial \omega}{\partial r} \quad (1.17)$$

où ω est la vitesse de rotation du cylindre intérieur.

La vitesse relative s'exprime alors :

$$\Omega = \int_{R_i}^{R_e} -\frac{\partial \omega}{\partial r} dr = \int_{R_i}^{R_e} \frac{\dot{\gamma}}{r} dr \quad (1.18)$$

Soit en appliquant le changement de variable à partir de la formule reliant la contrainte au rayon :

$$\Omega = -\frac{1}{2} \int_{\tau(R_i)}^{\tau(R_e)} \frac{\chi(\tau)}{\tau} d\tau \quad (1.19)$$

où χ est la fonction inverse de la loi de comportement ($\dot{\gamma} = \chi(\tau)$).

Toutes les méthodes ont pour point de départ cette équation. Considérons, tout d'abord, celle développée par Coleman *et al.* [29] (voir aussi [96]) qui est la plus générale. Pour ce faire, il suffit de dériver l'équation 1.19 par rapport au couple C et ainsi obtenir :

$$2C \frac{\partial \Omega}{\partial C} = \dot{\gamma}(\tau(R_i)) - (\tau(R_e)) \quad (1.20)$$

Il reste alors à sommer sur une série de couples décroissants dans un rapport $\beta = (R_i/R_e)^2$. Or, comme nécessairement un gradient de vitesse nul est associé à un couple nul, il vient :

$$\dot{\gamma}(\tau(R_i)) = \sum_{p=0}^{\infty} \left(2C \frac{\partial \Omega}{\partial C} \right)_{\beta^p \tau(R_i)} \quad (1.21)$$

Cette somme converge d'autant plus rapidement que β est grand.

Nguyen et Boger [91] propose une méthode simplifiée qui s'appuie sur le fait que, si une zone non cisailée existe dans l'entrefer, l'une des bornes

de l'intégrale 1.19 ne dépend pas du couple si bien que l'équation peut se réécrire sous la forme :

$$\Omega = -\frac{1}{2} \int_{\tau(R_i)}^{\tau(R_c)} \frac{\chi(\tau)}{\tau} d\tau \quad (1.22)$$

qui après dérivation donne :

$$\dot{\gamma}(\tau(R_i)) = 2C \frac{d\Omega}{dC} = 2\Omega \frac{d \ln \Omega}{d \ln C} \quad (1.23)$$

Cette équation est valide s'il existe une zone rigide dans l'écoulement.

Quoi qu'il en soit ces méthodes restent délicates à mettre en œuvre en pratique car elles nécessitent de calculer des dérivées d'ordre 1 de courbes expérimentales. Des erreurs significatives peuvent être commises si les mesures sont imprécises ou suivant la taille de l'entrefer et la loi de comportement recherchée. Darby [40] et Toormann [112] quantifient ces erreurs pour des fluides à seuil, conduisant à des solutions analytiques, pour des écoulements dans des géométries de Couette. Darby fait une étude précise des erreurs introduites par les modèles de Bingham et Casson. Les erreurs sur les gradients de vitesse dépassent 10% pour un fluide de Bingham avec un rapport $R_i/R_e \geq 0,9$. Pour un fluide de Casson, elles sont deux fois inférieures. Toormann, quant à lui, met en place une technique itérative permettant de retrouver la loi de Worrall-Tuliani. Cette méthode donne les mêmes résultats que celle de Coleman décrite auparavant et les erreurs sont, pour ce modèle particulier, négligeables.

Géométrie du plan incliné

Cette géométrie est la moins utilisée en rhéométrie car elle requiert souvent un dispositif plus volumineux. Cette technique peut servir, non seulement, à déterminer la courbe d'écoulement d'un matériau, mais aussi à estimer la valeur d'un seuil de contrainte.

Nous considérons un écoulement permanent uniforme. La contrainte tangentielle au sein du fluide varie en fonction de la distance à la paroi (*Fig. 1.5*). Pour une nappe de fluide où l'épaisseur h est faible devant la longueur L ($h/L \ll 1$), les effets de bords sont négligeables, et tout se passe comme si les couches de fluide parallèles au plan glissent les unes sur les autres. La contrainte suivant l'un de ces plans est donc constante et le bilan des forces sur un tronçon de fluide situé à une hauteur y du plan nous donne :

$$\tau(y) = \rho g(h - y) \sin \beta = \tau_p \frac{h - y}{h} \quad (1.24)$$

où ρ est la masse volumique du fluide, g l'accélération de la pesanteur, β l'angle d'inclinaison et $\tau_p = \tau(y = 0)$ la contrainte à la paroi.

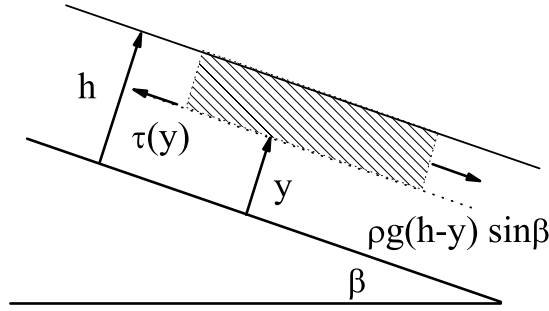


FIG. 1.5 – Géométrie de plan incliné.

Le gradient de vitesse varie, par conséquent, du fond vers la surface libre. Nous sommes, comme pour la géométrie de Couette, face à une hétérogénéité de gradient de vitesse.

Nous pouvons cependant remonter à la loi de comportement d'un fluide quelconque ($\dot{\gamma} = \chi(\tau)$) à partir de la définition du gradient de vitesse :

$$\dot{\gamma} = \frac{du}{dy} \quad (1.25)$$

où $u(y)$ représente la vitesse au sein du matériau.

En intégrant cette équation nous obtenons :

$$\int_0^h \frac{du}{dy} dy = \int_0^h \dot{\gamma} dy \quad (1.26)$$

Soit

$$\int_0^{V_{surf}} du = V_{surf} = \int_0^{\tau_p} \frac{h}{\tau_p} \chi(\tau) d\tau \quad (1.27)$$

En dérivant l'expression de la vitesse surfacique ainsi définie nous avons :

$$\left(\frac{dV_{surf}}{dh} \right)_\beta = \chi(\tau_p) \quad (1.28)$$

Cette équation permet de déterminer la courbe d'écoulement, à partir du moment où nous disposons d'un ensemble de couples $(h; V_{surf})$ dans une large gamme.

La contrainte seuil peut, elle aussi, être déterminée à l'aide cette géométrie. L'expression de la contrainte indique qu'au dessus d'une certaine épaisseur y_c par rapport au plan celle-ci devient inférieure à la contrainte seuil τ_c :

$$\tau_c = \rho g(h - y_c) \sin \beta \quad (1.29)$$

Ainsi la contrainte seuil τ_c est atteinte quand l'épaisseur y_c est nulle, il n'y a alors plus d'écoulement. En pratique, il est aisé de mesurer l'épaisseur finale h après arrêt de l'écoulement, pour un angle d'inclinaison fixé. Nous avons alors directement accès à la contrainte seuil dont la précision dépend de celle de la mesure de cette épaisseur, cette dernière devant rester faible devant la longueur.

Une autre méthode, à laquelle se sont intéressés Uhlherr *et al.* [116], consiste à déterminer l'angle critique de démarrage de l'écoulement β_c pour une couche uniforme de matériau d'épaisseur connue. Dans ce cas, la contrainte critique est définie par :

$$\tau_c = \rho g h \sin \beta_c \quad (1.30)$$

Cette technique, comme la précédente, correspond à une mesure à contrainte imposée, mais la précision de la mesure dépend de la détection du début d'écoulement. Néanmoins, cette technique permet d'obtenir une estimation de la contrainte seuil dans le cas des suspensions concentrées [32, 34, 42, 79, 108].

1.1.4 Rhéométrie par IRM

L'utilisation de l'imagerie par résonance magnétique dans le domaine de la rhéologie est récente, mais se développe de plus en plus. En effet, cette technique permet d'obtenir des informations locales sans perturbations de l'écoulement et aucun marqueur n'est nécessaire. Miller [83] fait une revue, non exhaustive, des différentes techniques utilisées ainsi que des applications possibles, notamment en rhéologie des fluides et des matériaux granulaires. En ce qui concerne les techniques propres à la résonance magnétique nucléaire, des ouvrages spécialisés donnent des informations plus complètes [22, 74].

À partir d'écoulements en conduite, les propriétés rhéologiques, déterminées à l'aide de techniques traditionnelles, sont comparées à celles obtenues localement par l'intermédiaire des profils de vitesse. Des résultats intéressants sont obtenus pour des suspensions aqueuses de polyacrylamide [78], de carboxyméthyl cellulose [8, 77], des solutions de hyaluronan [59] ou de surfactants [99]. McCarthy *et al.* [81] mettent en évidence la migration de particules (graines de moutarde) dans un fluide newtonien au cours de l'écoulement. La viscosité de la suspension est alors reliée à la concentration volumique des particules.

Par la suite, des géométries identiques à celles utilisées en rhéométrie sont utilisées. Britton *et al.* [19, 80] montrent la possibilité d'obtenir des effets de

glissement en dessous d'un gradient de vitesse critique en visualisant l'écoulement de micelles dans une conduite et dans une géométrie de Couette. Le même phénomène de bande de cisaillement est aussi observé dans une géométrie cône-plan [18]. Ceci montre que les hypothèses de gradient de vitesse homogène ne sont pas forcément respectées. Götz *et al.* [53] visualisent les profils de vitesse dans une géométrie de Couette pour différentes pâtes. Ils insistent sur les effets perturbateurs (migration, glissement) pouvant intervenir au cours d'essais rhéométriques et sur le fait que la rhéométrie par IRM permet de les détecter. Les effets de migration dans une géométrie de Couette sont confirmés pour des billes en suspension dans un fluide newtonien [30, 55]. Néanmoins, la plupart de ces expériences sont réalisées dans des géométries placées horizontalement et dans des dimensions ne permettant pas d'étudier les fluides du génie civil pouvant contenir des particules grossières (mortiers, bétons...).

Enfin, cette technique permet, enfin, d'obtenir des renseignements dans des géométries plus complexes, comme des extrudeurs [2], des malaxeurs [100] ou des conduites non linéaires [54].

Depuis peu, une méthode alternative à ces mesures locales de vitesses d'écoulement existe. En effet, Baudez *et al.* [17] ont mis au point une technique de reconstruction de profils de vitesse à partir d'essais réalisés avec une géométrie de Couette dans un milieu semi infini. Ils partent du principe que pour une contrainte appliquée correspond une vitesse tangentielle unique et ce quelle que soit la position dans l'entrefer. Ainsi, en appliquant plusieurs contraintes et en mesurant la vitesse de rotation correspondante à un endroit précis, les profils de vitesse sont reconstruits. Ces profils, comparés à ceux déterminés directement par IRM [98], présentent une très bonne corrélation. Néanmoins, bien que cette technique nécessite de nombreux essais, elle permet d'obtenir des informations locales intéressantes sans avoir recours à une technique lourde.

Par la suite les informations locales et globales seront différenciées. Ainsi les mesures réalisées par rhéomètre, dont les valeurs sont obtenues à partir des formules détaillées précédemment, seront notées contrainte apparente (τ_{app}) et gradient de vitesse apparent ($\dot{\gamma}_{app}$). Les informations mesurées localement, sans hypothèses préalables, seront simplement appelées contrainte (τ) et gradient de vitesse ($\dot{\gamma}$).

1.2 Du ciment à la pâte

1.2.1 Un peu d'histoire

Pendant la préhistoire et au début de l'antiquité, on utilisait de la terre argileuse comme liant pour maçonner les pierres. Lors de la construction des pyramides, les Égyptiens utilisèrent un plâtre obtenu par cuisson d'un gypse. Plus tard les Grecs puis les Romains se servirent de la chaux produite

par la cuisson du calcaire dans leurs constructions : les mortiers à base de chaux, après ajout d'eau et mise en œuvre, présentent l'aspect d'un matériau calcaire dur, assurant une assise et un liant pour les éléments de pierre ou de terre cuite qu'ils assemblent. À partir du 1er siècle av. JC, les romains améliorent la technique du mortier : ils ajoutent à la chaux du sable et de l'argile, ainsi que des matériaux pulvérulents (cendre volcanique, pouzzolane ou brique pilée). Les grandes constructions romaines font une large utilisation de mortier, de pierraille et de briques (*Fig. 1.6 a*). Cet âge d'or du mortier va se terminer en occident avec les invasions barbares. Repris dans les constructions Byzantines (*Fig. 1.6 b*), ce "ciment romain" va être utilisé à peu près jusqu'au XVII^{ème} siècle, mais avec des fortunes très diverses : le savoir faire des romains se perdant au fil des siècles, la qualité des mortiers médiévaux est très médiocre et l'amélioration de la stabilité et de la complexité des bâtiments sera désormais due au progrès de l'architecture et de la stéréotomie ou art de la taille des pierres.



FIG. 1.6 – Exemples de monuments antiques réalisés avec du "ciment romain" a) Le Panthéon à Rome b) Sainte Sophie à Istanbul.

En 1756, l'Anglais Smeaton lors de la construction du phare d'Eddystone, mélangea empiriquement des chaux hydrauliques et des pouzzolanes qu'il cuit à environ 700°C. Il obtint ainsi le premier liant industriel avec lequel il prépara un mortier aussi dur et de la même couleur que la pierre de Portland dont il emprunta le nom.

Des progrès dans les techniques de cuisson, les essais plus systématiques des produits mélangés à la chaux et une meilleure interprétation des réactions chimiques entre la chaux et l'eau conduiront, durant la première moitié du XIX^{ème} siècle, à la mise au point de liants hydrauliques plus performants.

En 1817, l'ingénieur français Louis Vicat, suivi au début des années 1820 par Treussart ainsi que par Pavin met au point les formules et les règles de fabrication d'une bonne chaux maigre, capable de durcir dans l'eau. Le ciment actuel était né. En 1824, l'Anglais Joseph Aspdin dépose un brevet pour la fabrication d'un ciment "aussi dur que la pierre de l'île de Portland".

A partir du milieu du XIX^{ème} siècle, le ciment est non seulement un liant mais surtout la clé d'un matériau nouveau qui va ouvrir des perspectives immenses au bâtiment et aux travaux publics : le béton. Le dernier ciment mis au point en 1908 fut le ciment alumineux.

1.2.2 Fabrication du ciment

Le ciment est obtenu par cuisson de mélanges de calcaire et d'argile (*Fig. 1.7*). Cette dernière peut être remplacée par des matériaux plus spécifiques, tels que la bauxite ou le kaolin, pour l'obtention d'un ciment blanc. En effet, ce ciment nécessite des produits exempts d'oxydes de fer conférant la couleur grise au ciment traditionnel. Le procédé de fabrication consiste à concasser et à broyer ces deux matières premières et à les mélanger dans des proportions bien définies. Au cours de cette opération des contrôles réguliers sont effectués de façon à toujours obtenir la même composition, les écarts sont corrigés par ajouts. Le mélange obtenu, appelé le cru est ensuite calciné dans un four rotatif porté à la température d'environ 1450 °C. Les matériaux s'agglomèrent et fusionnent partiellement pour former des nodules durs et noirs de 5 à 30 mm de diamètre : le clinker. Celui-ci est constitué de quatre phases principales :

- le silicate tricalcique ($SiO_2 - 3 CaO$), noté² C_3S
- le silicate bicalcique ($SiO_2 - 2 CaO$), noté C_2S
- l'aluminate tricalcique ($Al_2O_3 - 3 CaO$), noté C_3A
- le ferro-aluminate tétracalcique ($Al_2O_3Fe_2O_3 - 4 CaO$), noté C_4AF

Le clinker est alors broyé finement et du gypse est généralement rajouté afin de contrôler la vitesse de prise. On obtient alors le ciment Portland.

D'autres types de ciment peuvent être obtenus en mélangeant le clinker broyé avec d'autres constituants broyés eux aussi, qui présentent des propriétés hydrauliques ou pouzzolaniques.

1.2.3 La pâte de ciment

Dès que le ciment et l'eau sont mis en contact, plusieurs réactions chimiques ont lieu. La chaux libre et les sulfates se dissolvent et la surface des grains de ciment se recouvrent d'un film d'hydrates. Les réactions s'opèrent alors plus lentement pendant une période dite dormante, avant d'accélérer pendant la phase de prise [110]. Dans la suite, nous nous intéressons plus particulièrement à cette phase dormante correspondant à la période où la pâte

²En notation cimentière : C pour CaO , S pour SiO_2 , A pour Al_2O_3 , F pour FeO_3 .



FIG. 1.7 – Résumé du processus de fabrication du ciment.

de ciment reste fluide. Dans un premier temps, nous détaillons les interactions pouvant intervenir dans les suspensions. Puis, l'influence de polymères (les superplastifiants dans le cas des pâtes de ciment) sur ces interactions est étudiée.

1.2.3.1 Interactions au sein d'une suspension

La plupart des suspensions colloïdales sont composées de particules chargées en surface. Ces charges peuvent être intrinsèques ou le résultat d'interactions entre deux phases via des phénomènes de dissolution, d'adsorption ou d'ionisation. Le champ électrostatique provenant de ces charges est décrit par le modèle de double couche (*Fig. 1.8*). La couche interne, ou couche de Stern, est composée de contre-ions immobiles du fait de la surface de la par-

ticule. Au delà, une couche diffuse, composée des ions repoussés de la surface par des charges de mêmes signes, est présente.

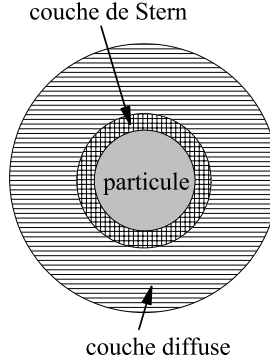


FIG. 1.8 – Représentation schématique du modèle de double couche.

L'épaisseur de cette double couche est fonction uniquement de la concentration en électrolytes et de la température et peut être déterminée par :

$$\kappa = e \sqrt{\frac{I_c N}{\epsilon_0 \epsilon_r k T}} \quad (1.31)$$

où e est la charge d'un électron, N le nombre d'Avogadro, ϵ_r la constante diélectrique du milieu, ϵ_0 la permittivité diélectrique du vide, k la constante de Boltzmann. La force ionique de la solution I_c est définie par :

$$I_c = \frac{1}{2} \sum C_i z_i^2 \quad (1.32)$$

où C_i représente la concentration en ion i et z_i la valence de ces ions i .

La présence de cette double couche électronique est à l'origine des interactions interparticulaires au sein des suspensions colloïdales. En effet, il existe alors des forces répulsives et attractives contrôlant l'état structural dans lequel se trouve la suspension. Nous décrivons par la suite les principales forces pouvant intervenir.

Forces répulsives

Le potentiel répulsif U_R provient des forces électrostatiques entre deux particules chargées de même signe. Lorsque les particules s'approchent l'une de l'autre, leurs doubles couches interagissent et créent un potentiel répulsif :

$$U_R = 2\pi\epsilon_0\epsilon_r a \zeta^2 \ln(1 + \exp(-\kappa(r - 2a))) \quad (1.33)$$

où a est le rayon de la particule, $(r - 2a)$ est la distance entre les surfaces des deux particules et ζ le potentiel électrique présent entre la couche de Stern et la couche diffuse.

Forces attractives

Le potentiel attractif U_A , quant à lui, est à relier aux forces de Van der Waals :

$$U_A = -\frac{A_H}{12} \left[\frac{4a^2}{r^2 - 4a^2} + \frac{4a^2}{r^2} + 2 \ln \left(1 - \frac{4a^2}{r^2} \right) \right] \quad (1.34)$$

où A_H est la constante d'Hamaker dépendant du type de matériau et de la phase suspendante.

Théorie *DLVO*

La théorie *DLVO* fait le bilan des potentiels répulsif et attractif en sommant les deux :

$$U_{tot} = U_R + U_A \quad (1.35)$$

Ainsi suivant la forme que prend le potentiel total, tracé en fonction de la distance entre les particules, il est possible de déterminer l'état dans lequel se trouve la suspension (*Fig. 1.9*).

- Courbe *A* : Dispersion stable. Le potentiel répulsif est supérieur au potentiel attractif et les particules se repoussent entre elles. Cela conduit à un état stable.
- Courbe *B* : Suspension flocculée. Il existe un minimum secondaire. Les particules vont s'établir dans cet état d'équilibre et vont ainsi former une suspension flocculée.
- Courbe *C* : Suspension coagulée : Le potentiel attractif est supérieur au potentiel répulsif et les particules s'attirent entre elles, conduisant à un état coagulé.

1.2.3.2 Application aux pâtes de ciment

La théorie *DLVO* reste néanmoins difficile à appliquer sur les pâtes de ciment. Les interactions sont, en effet, plus compliquées entre les grains de ciment du fait des nombreuses réactions chimiques s'opérant simultanément. La surface de ces grains se recouvre progressivement de nouveaux produits libérant dans la solution de nouvelles espèces chimiques. Cela se traduit par une évolution de la force ionique au cours du temps. Malgré la complexité des réactions chimiques, certains auteurs tentent d'appliquer cette théorie sur les pâtes de ciment en simplifiant les données du problème.

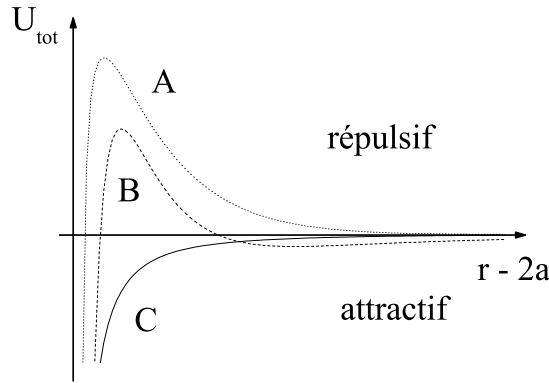


FIG. 1.9 – Présentation des différents cas de figures du potentiel DLVO.

Yang *et al.* [124] vérifient l'influence de la force ionique sur la cohésion d'une pâte de ciment. Ils simplifient le problème en utilisant les cinq principales espèces ioniques (Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , OH^- , SO_4^{2-}) présentes dans une pâte de ciment et la constante d'Hamaker obtenue pour la calcite. Des mesures de potentiels zeta sont alors réalisés pour des suspensions de ciment dans deux milieux différents : l'eau déionisée et l'alcool. Ces dernières sont complétées par des mesures de sédimentation statique, afin de trouver un lien entre les deux mesures et ainsi prévoir la stabilité d'une pâte de ciment. Finalement, ils obtiennent une bonne concordance entre la théorie et les essais de sédimentation, dans les deux cas la suspension est coagulée. De plus, comme la force ionique est supérieure à la concentration critique, le degré de flocculation est indépendant du potentiel zeta, du moins pour des valeurs inférieures à 20 mV.

Plus récemment, Flatt et Bowen [46] se focalisent sur le calcul des forces électrostatiques. Ils utilisent la distribution de différentes espèces ioniques dans une solution non idéale d'électrolytes d'une pâte de ciment pour calculer la concentration et la charge d'un électrolyte symétrique équivalent. Pour que cette hypothèse soit valide il faut que les solutions de l'équation de Poisson-Boltzmann pour l'électrolyte symétrique et la phase aqueuse d'une suspension de ciment soient identiques. Cette approche permet d'obtenir une description plus précise du potentiel électrostatique local à l'approche des particules de ciment.

Par la suite, Flatt [45] examine l'importance de la constante d'Hamaker sur le calcul des forces de dispersions dans une suspension. Pour cela, il confronte deux théories : la théorie microscopique et la théorie continue. Dans la première, la constante d'Hamaker ne dépend pas de la distance entre deux particules alors que c'est le cas dans la deuxième. On dit alors que la

constante est retardée. Il applique ces deux théories à des données obtenues sur des minéraux susceptibles de représenter le ciment. Il trouve alors un retard équivalent pour tous les minéraux, exception faite de la calcite. Cette approche permet une meilleure évaluation des forces d'interactions dans une pâte de ciment.

Finalement, malgré les récents développements obtenus sur les forces d'interactions au sein d'une pâte de ciment, une évaluation quantitative de ces forces reste limitée compte tenu de la complexité d'un tel système. En effet, la forme irrégulière des grains de ciment, ainsi que la grande diversité des minéraux présents sont des paramètres importants qui ne sont pas encore introduits dans ces théories.

1.2.3.3 Influence des superplastifiants

Nous portons maintenant notre attention sur les interactions des grains de ciment en présence d'ajouts organiques : les superplastifiants. Ces derniers sont, en fait, des polymères de différentes natures permettant d'obtenir des pâtes de ciment aux propriétés rhéologiques modifiées. Le mode d'action de ces produits repose essentiellement sur deux effets :

- la modification du potentiel zeta entraînant des forces répulsives plus importantes (effet électrostatique)
- l'effet stérique

Néanmoins, suivant la nature du superplastifiant utilisé les deux effets sont combinés, avec parfois une prédominance de l'un des deux. Nous pouvons ainsi distinguer, de manière très simplifiée, les polyélectrolytes ("ancienne génération") des polymères greffés ("nouvelle génération"). Jolicoeur et Simard [66], puis plus récemment Flatt [44] font une revue de l'effet de différents produits ainsi que de leur mode d'action. Aïtcin *et al.* [5], quant à eux, s'intéressent en détail à la compatibilité ciment-superplastifiant pour une variété précise de polymère : les polysulfonates. Sakai *et al.* [104] font une revue des différentes natures de superplastifiants utilisés au Japon. Ce sont des polymères branchés dont les extensions sont obtenues avec différentes natures chimiques. Ils relient les problèmes de compatibilité à la nature du polymère.

L'effet des polyélectrolytes, comme leurs noms le laissent supposer, est basé sur les répulsions électrostatiques. Ils viennent s'adsorber à la surface des particules de ciment créant ainsi une force répulsive par la présence de charges de même signe. Flatt *et al.* [48] étudient l'adsorption de superplastifiants sur des poudres modèles, avec un pH et un potentiel zeta identiques à celui d'une pâte de ciment. Ils relient la répulsion électrostatique au potentiel zeta.

Le mode d'action des polymères greffés, qui est un point très discuté actuellement, provient d'une combinaison des deux effets. En effet, ils sont composés d'une chaîne chargée venant s'adsorber à la surface des particules,

sur laquelle sont greffées d'autres chaînes se déployant dans la solution. Uchikawa *et al.* [115] prouvent, pour la première fois, l'action des forces stériques responsables de la dispersion dans une pâte de ciment. Ces forces sont prépondérantes suivant la nature du polymère. Un polymère branché conduit à un effet stérique important du fait des longues chaînes, alors qu'un polynaphtalène est régi par l'effet électrostatique. Neubauer *et al.* [87] reprennent les expériences de Yang *et al.* [124], mais cette fois ci avec des adjuvants différents : superplastifiants, réducteurs d'eau, retardateurs et accélérateurs. Grâce aux mesures de potentiels zeta et de sédimentation, ils mettent en évidence que l'effet stérique est très important dans la défloculation des pâtes de ciment.

Bien que le mode d'action de ces adjuvants ne soit pas totalement compris, des avancées significatives ont été faites au cours des dernières années. Il faut néanmoins, compte tenu du fait de la complexité du système étudié, prêter attention aux interprétations des résultats obtenus [47]. Les méthodes de mesures sont souvent globales et peuvent entraîner des erreurs.

1.3 Rhéométrie des matériaux cimentaires

Nous nous intéressons maintenant à l'application des techniques rhéométriques, décrites auparavant, aux pâtes de ciment. Le comportement rhéologique des matériaux cimentaires est étudié depuis de nombreuses années. Ceux-ci englobent les pâtes de ciment, les mortiers et les bétons. Les techniques de mesure doivent être adaptées au type de matériau étudié. Nous nous focalisons ici sur les pâtes de ciment. Les bétons, du fait de leur large étendue granulométrique, nécessitent des outils spécifiques. Des informations sur ces outils, tels que les rhéomètres à béton, sont disponibles dans [1, 57, 62, 125].

1.3.1 Phénomènes perturbateurs

Shaughnessy [107] met l'accent sur le phénomène de glissement aux parois dans la géométrie à cylindres coaxiaux, causant ainsi une sous estimation de la viscosité apparente. Il néglige, néanmoins, la présence de ce phénomène dans les autres géométries. Plus récemment, Saak *et al.* [103] évaluent l'influence de ce phénomène sur la mesure de la contrainte seuil. Ils obtiennent alors des valeurs deux fois supérieures pour la géométrie où le cylindre intérieur lisse est remplacé par un croisillon. De plus, ils montrent que ce phénomène devient prépondérant pour la géométrie lisse lors de l'application de contrainte proche de la contrainte seuil.

Les problèmes relatifs à la taille de l'entrefer sont aussi pris en considération dans la revue faite par Shaughnessy [107]. Il conseille d'utiliser un entrefer dont la taille doit être de 10 à 100 fois supérieure au diamètre moyen des particules. Il prévient, néanmoins, qu'il faut le conserver aussi

faible que possible afin de s'assurer d'un écoulement uniforme, notamment pour la géométrie de Couette.

Enfin, la sédimentation, qui intervient préférentiellement dans la géométrie de Couette, n'est pas à négliger avec les pâtes de ciment. Gelade [50] met en évidence ce phénomène en réalisant des mesures de gammadensimétrie au cours d'essais rhéométriques dans cette géométrie. Il constate alors qu'un coulis, qui reste homogène au repos, présente une sédimentation lorsqu'il est soumis à un cisaillement constant. Ce phénomène dépend du gradient de cisaillement appliqué : il est plus important pour un gradient de 10 s^{-1} que pour 50 s^{-1} . Aucune explication de cette dépendance n'est fournie.

1.3.2 Essais rhéométriques

Les propriétés des pâtes de ciment peuvent être déterminées suivant différentes techniques en fonction des paramètres recherchés. Tattersall et Banfill [110], puis Shaughnessy [107] font une revue très complète des méthodes utilisées dans l'étude des propriétés rhéologiques des pâtes de ciment fraîches.

1.3.2.1 Régime établi

Les pâtes de ciment sont considérées comme des fluides à seuil, dont la viscosité dépend du gradient de vitesse. Des comportements rhéofluidifiant ou rhéoépaississant sont observés. Les modèles de Bingham ou Bingham modifié, Herschel-Bulkley, Ellis, Casson ou Eyring conviennent plus ou moins à la description du régime établi des pâtes de ciment (*Fig. 1.1*). Atzeni *et al.* [10] testent ces modèles sur des pâtes de ciment Portland et concluent que les modèles de Herschel-Bulkley et de Eyring décrivent correctement le comportement non linéaire des courbes d'écoulement. Plus récemment, Yahia et Khayat [122] étudient l'influence du choix d'un modèle de cette liste sur l'identification de la contrainte seuil. Ils obtiennent bien sûr des valeurs différentes suivant le modèle utilisé. Il convient de retenir que suivant la plage de taux de cisaillement étudiée et le comportement réel du fluide, ce doit être le bon sens qui guide l'ingénieur vers le choix d'un modèle. Chandler et Macphee [24] proposent un modèle basé sur des considérations de mécanique des sols pour des suspensions très concentrées.

1.3.2.2 Régime transitoire

La viscosité des pâtes de ciment dépend non seulement du gradient de vitesse, mais aussi de son temps d'application. C'est pourquoi des comportements thixotropes et rhéopexes peuvent être observés en étudiant des phases transitoires d'écoulement, soit déstructuration sous écoulement ou structuration au repos. Ces comportements se superposent à une évolution irréversible de la rhéologie du mélange qui peut être attribuée au processus d'hydratation

Bingham	$\tau = \tau_s + \eta_{pl}\dot{\gamma}$
Bingham modifié	$\tau = \tau_s + \eta_{pl}\dot{\gamma} + c\dot{\gamma}^2$
Herschel-Bulkley	$\tau = \tau_s + k\dot{\gamma}^n$
Ellis	$\dot{\gamma} = a(\tau - \tau_s) + b \tau - \tau_s ^{\frac{1}{n}-1}(\tau - \tau_s)$
Casson	$\sqrt{\tau} = \sqrt{\tau_s} + \sqrt{k\dot{\gamma}}$
Eyring	$\tau = \tau_s + \frac{1}{a} \sinh^{-1} \left(\frac{\dot{\gamma}}{b} \right)$

TAB. 1.1 – *Modèles rhéologiques couramment utilisés pour décrire le comportement rhéologique des pâtes de ciment.*

ou parfois à une activation retardée des adjuvants. Cette évolution irréversible du comportement sera désignée par la suite sous le terme de vieillissement que l'on opposera à la thixotropie caractérisée par une évolution réversible des propriétés.

Pour un gradient de vitesse constant, Lapasin *et al.* [72] mesurent la différence entre la contrainte de cisaillement maximale τ_{max} nécessaire pour initier l'écoulement à la valeur d'équilibre τ_e , pour différentes vitesses de rotation. Ainsi, τ_{max} est lié à la capacité du système à se structurer au repos alors que τ_e relève du régime permanent.

Une évolution logarithmique de la contrainte de cisaillement est observée :

$$\tau = \tau_e + (\tau_{max} - \tau_e) \exp(-Bt) \quad (1.36)$$

où B est une constante.

Le comportement thixotrope est caractérisé quantitativement par les auteurs à partir de la surface comprise entre les courbes des contraintes maximales et d'équilibres en fonction des vitesses de rotation. De plus, les auteurs montrent l'existence d'un lien entre le comportement thixotrope et la surface spécifique des grains de ciment. Cependant, comme le temps de repos avant chaque essai n'est pas précisé, il n'est pas possible de relier τ_{max} avec ce temps de repos.

Otsubo *et al.* [94] étudient la dépendance de la viscosité apparente par rapport au temps pour des pâtes de ciment soumises à un gradient de vitesse constant après une période de repos de 1 *min*. Dans un premier temps, la viscosité apparente décroît avec le temps jusqu'à un minimum. Alors elle commence à augmenter. La courbe d'écoulement, en régime stationnaire, est tracée par ces auteurs en utilisant les valeurs obtenues pour ces minima. Ils établissent que le comportement atteint, une fois passé le minimum de contrainte, est rhéopexe, mais ils ne vérifient pas que la croissance de la viscosité est réversible. En effet, si le phénomène mesuré est dû à un processus d'hydratation ou de vieillissement, il n'est pas réversible et le comportement

ne peut pas être caractérisé de rhéopexe. En fait, d'autres auteurs [12, 73] démontrent que la première phase est dominée par un phénomène de déstructuration sous l'application d'un gradient de cisaillement constant (comportement thixotrope). Une fois que ce phénomène atteint un équilibre, le comportement change à cause du processus d'hydratation. Ce second phénomène n'est pas réversible. Le temps caractéristique ou période de relaxation nécessaire pour atteindre un état d'équilibre est étudié récemment par Geiker *et al.* [49] pour le cas des bétons. Les bétons contenant une pâte de ciment thixotrope présentent aussi un comportement thixotrope. Pour le béton testé avec l'appareil utilisé et dans la gamme de vitesse appliquée, ils trouvent que ce temps de relaxation est de l'ordre de 10 s.

1.3.2.3 Hysteresis

Les courbes d'écoulement s'obtiennent par l'application successive de vitesses de rotation constantes pendant des temps courts. Shaughnessy [107] ou Atzeni *et al.* [10] mettent en évidence que la forme de la boucle d'hysteresis est directement reliée à la durée expérimentale du cycle de mesure. En fait, si le gradient de vitesse est appliqué pendant un temps plus court que la période de relaxation, le régime établi n'est pas atteint. Si l'état de structuration dans l'échantillon est supérieur à celui de l'état d'équilibre, la contrainte mesurée est plus grande que la contrainte d'équilibre. La courbe d'écoulement se retrouve alors au-dessus de la courbe d'équilibre. Le processus de déstructuration n'a pas assez de temps pour amener le matériau dans son état d'équilibre. D'un autre côté, si l'état de structuration dans l'échantillon est inférieur à celui d'équilibre, la structuration n'a pas assez de temps pour amener le matériau dans son état d'équilibre. La courbe d'écoulement mesurée est alors en-dessous de la courbe d'équilibre (*Fig. 1.10 a*). Pour des cycles de mesures très longs réalisés par Banfill et Saunders [12], le processus d'hydratation vient perturber les schémas précédents et la boucle d'hysteresis peut même être inversée (*Fig. 1.10 b*).

1.3.2.4 Structuration au repos

Le thixomètre est un appareil développé par Kalousek [68]. Il permet de mesurer à la fois les effets liés à la thixotropie et ceux relatifs au vieillissement. Un premier jeu d'essais est réalisé sur des échantillons vibrés. Les vibrations imposées empêchent la structuration de l'échantillon. Un second jeu d'essais est réalisé sur des échantillons au repos sans sollicitations. L'effort nécessaire pour générer un écoulement est mesuré pour les deux cas pour différents temps de repos. Il obtient alors des valeurs inférieures dans le cas des essais vibrés. De plus, cette différence relative s'accroît avec le temps de repos. Le thixomètre est un moyen intéressant pour quantifier le régime de structuration et le dissocier des effets de vieillissement. Cependant, du

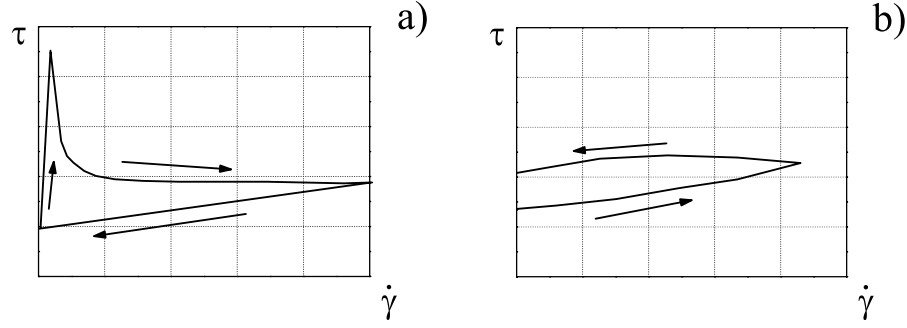


FIG. 1.10 – Courbes d'écoulement avec une boucle d'hysteresis. a) Temps d'application courts. b) Temps d'application longs.

fait de la forme complexe de la géométrie générant l'écoulement, il n'est pas possible de relier la mesure de chargement aux propriétés intrinsèques du matériau, telles que la viscosité apparente ou aux valeurs de τ_{max} mesurées par Lapasin *et al.* [73].

1.3.2.5 Modèles de thixotropie

Papo [95] tire de ces idées et de son travail expérimental une équation constitutive complète dont le régime établi est basé sur le modèle de Casson.

$$\tau = \tau_{00} + \eta_{\infty} \dot{\gamma} + 2(\tau_{00} \eta_{\infty} \dot{\gamma})^{\frac{1}{2}} + \left[(\tau_{01} - \tau_{00}) + 2(\eta_{\infty} \dot{\gamma})^{\frac{1}{2}} \left(\tau_{01}^{\frac{1}{2}} - \tau_{00}^{\frac{1}{2}} \right) \right] \exp(-k_b t) \quad (1.37)$$

où η_{∞} est la viscosité pour un gradient de cisaillement infini, k_b le taux constant de défloculation, τ_{00} et τ_{01} sont respectivement les contraintes seuil pour le régime établi et pour l'état initial.

Dans ce modèle, la défloculation est supposée indépendante du gradient de vitesse. La structuration est négligée par rapport à la déstructuration. Ces hypothèses sont valables si le temps caractéristique d'étude est court.

Ce modèle fait appel à 4 paramètres. C'est seulement un de plus que le modèle de Herschel-Bulkley qui ne prédit que le régime permanent. Cependant, ce modèle ne prévoit pas la structuration au repos quand aucun cisaillement n'est appliqué et τ_{01} doit être ajusté.

L'intérêt de l'approche récente développée par Wallevik [120, 119] est qu'elle dérive d'une description physique complète des phénomènes de floculation et de dispersion des grains de ciment. Il est démontré qu'en utilisant ces mécanismes, les régimes stationnaire et transitoire de l'écoulement d'une pâte de ciment peuvent être décrits. Des intégrales simulant une mémoire

évanescence du matériau sont employées pour prendre en compte la dépendance du comportement à l'histoire de l'écoulement. Cependant, 5 paramètres doivent être ajustés. De plus, ces paramètres ne sont pas accessibles par des essais rhéologiques classiques. Enfin, ce modèle ne prévoit pas de structuration au repos.

1.4 Bilan

Les pâtes de ciment sont des matériaux complexes dont les propriétés en écoulement sont délicates à déterminer. En effet, du fait de l'évolution continue des propriétés physico-chimiques, le comportement rhéologique de ces matériaux n'est pas stable au cours du temps. De plus, suivant la nature du ciment et des adjuvants utilisés ces caractéristiques changent. C'est pourquoi il n'existe pas d'uniformité dans les résultats obtenus et chaque pâte de ciment peut être considérée comme un matériau particulier. Néanmoins, d'une manière générale les pâtes de ciment sont considérées comme des fluides à seuil dont la viscosité dépend du gradient de vitesse. D'un point de vue pratique, les lois de comportement les plus utilisées correspondent aux modèles les plus simples comportant le moins de paramètres possibles (modèle de Bingham et de Herschel-Bulkley).

Par ailleurs, la plupart de ces études restent très empiriques et ne permettent d'accéder qu'aux propriétés apparentes de ces matériaux. En effet, les outils de mesures font des hypothèses qu'il est difficile de vérifier expérimentalement. Ainsi, les courbes d'écoulement et l'analyse des régimes d'écoulement transitoires ne correspondent pas forcément aux propriétés réelles des matériaux étudiés. Cela devient prépondérant pour l'étude de la thixotropie où des variations intervenant localement peuvent ne pas apparaître sur les mesures globales.

C'est pourquoi, dans la suite de ce travail, nous apportons un soin tout particulier à la formulation du matériau "modèle", dont les propriétés sont adaptées aux techniques expérimentales utilisées. Ainsi, la vélocimétrie par IRM nous donne accès à des informations locales permettant de déterminer non plus les propriétés apparentes mais les propriétés réelles sans faire d'hypothèses simplificatrices. Par la suite, nous comparons ces résultats à ceux des techniques classiques couramment employées afin de vérifier la validité des mesures. Nous complétons alors cette étude par l'analyse d'écoulements sur plan incliné. Cet outil pourrait à terme, si les propriétés du matériau sont retrouvées, devenir un moyen simple de caractérisation de la thixotropie applicable sur chantier. Finalement, l'utilisation de ces essais croisés nous permet de définir complètement le comportement du matériau et de définir un modèle prenant en compte l'ensemble de ces propriétés.

Chapitre 2

Formulation du matériau "modèle"

Afin d'étudier les propriétés de thixotropie des pâtes de ciment, il est nécessaire d'élaborer une pâte, que nous appellerons "modèle", où cette propriété est prédominante. Pour cela de nombreux superplastifiants à différentes concentrations sont testés. De plus, d'autres agents viscosants (d'origine minérale ou organique) ont été rajoutés afin d'ajuster les propriétés de thixotropie.

2.1 Propriétés prérequis du matériau modèle

Cette pâte "modèle" doit être non vieillissante à l'échelle de notre étude : elle doit présenter une phase dormante, pendant laquelle ses propriétés n'évoluent pas ou très peu, suffisamment longue pour réaliser nos essais. Nous nous sommes fixés une durée d'une heure compatible avec la réalisation des essais à l'IRM. De plus, ses propriétés de thixotropie doivent être accentuées de façon à pouvoir les caractériser plus facilement.

La pâte doit rester homogène pendant la durée des essais rhéologiques, ce qui conduit à choisir une fraction volumique solide élevée proche de 50%. Cette condition suppose une étude spécifique sur le choix des adjuvants (voir 2.2.2), nous décidons alors de travailler avec un rapport $E/C = 0,35$, où E représente la masse d'eau et C la masse de ciment. Cette concentration massique correspond à celle habituellement employée pour les coulis d'injection de gaines de précontrainte, réputés stable vis à vis de la sédimentation.

L'étape suivante est le choix du type de ciment à utiliser. Celui-ci s'est tout naturellement porté sur un ciment blanc commercial. En effet, les futurs essais réalisés à l'Imageur par Résonance Magnétique (IRM), qui seront détaillés plus tard, nécessitent un matériau non ferrique de sorte que le signal magnétique ne soit pas perturbé. Or seuls les ciments blancs possèdent en très faible quantité les oxydes de fer présents dans la phase C_4AF des

ciments traditionnels. Notre choix s'est alors porté sur le ciment blanc de la société Calcia de référence : CEM I 52,5 N CE CP2 NF "SB" (les caractéristiques de ce ciment sont reportées en annexe A). Le ciment est livré par lot de plusieurs sacs. Avant son utilisation le ciment de ce lot est homogénéisé, afin d'obtenir une poudre de caractéristiques constantes lors de la fabrication de la pâte.

2.2 Choix des adjuvants

Pour atteindre les propriétés précédentes, l'expérience montre qu'il faut d'une part défloculer la suspension par l'utilisation d'un fluidifiant, et d'autre part permettre la structuration par l'incorporation d'un agent appelé agent rétenteur d'eau dans le milieu du génie civil. Cet agent rétenteur d'eau peut être d'origine organique ou minéral. Des études portent sur l'ajout de latex [6, 126], de fumée de silice [7], de cendres volantes [56, 75, 111], de welan gum [71, 69] ou d'autres matériaux d'origine minérale [43, 109]. Notre choix s'est porté sur le deuxième type car son mécanisme d'action, faisant appel aux propriétés des colloïdes, est mieux connu et donc mieux contrôlable. L'efficacité des adjuvants dépendant du ciment employé, une étude spécifique a été nécessaire afin d'obtenir le matériau non vieillissant, stable et de structuration rapide visé.

2.2.1 Protocole de mesure

Pour la mise au point des protocoles de fabrication et d'analyse, nous nous sommes appuyés sur ceux développés dans la thèse de Gelade [50].

Le calcul des concentrations de tous les adjuvants se fait en extrait sec¹ par rapport à la masse de ciment. Toutes les pâtes de ciment sont préparées avec 450 g de ciment, les concentrations en eau et adjuvant sont calculées à partir de cette masse de référence.

Le mode de fabrication (ordre d'introduction des constituants, puissance et volume de malaxage) influence les propriétés rhéologiques des matériaux formulés, c'est pourquoi nous nous fixons un protocole précis. L'incorporation progressive de la poudre de ciment dans l'eau déjà adjuvantée du superplastifiant testé se fait sous agitation. Celle-ci est réalisée à l'aide d'un malaxeur à hélice contrôlé en puissance. Cette première phase de mise en contact des différents constituants du coulis dure 1 *min* à 20% de la puissance maximale correspondant à une vitesse de rotation maximale de 2800 *trs/min*. Elle est suivie d'une phase de malaxage, qui permet une bonne dispersion des particules de ciment, à 30% de la puissance maximale. L'étude des pâtes de

¹Pourcentage en matière active présente dans le produit, voir les fiches techniques en annexe A, les adjuvants étant, en général, pour des raisons pratiques livrés et utilisés sous forme liquide.

ciment ainsi préparées débutent tout de suite après la fin de la préparation. Nous prenons alors notre temps de référence T_0 au début du premier essai. Cela nous permettra de comparer l'évolution du comportement de la pâte testée au cours du temps.

Les essais sont réalisés à l'aide d'un viscosimètre à vitesse contrôlée de type VT550 de Thermo Haake (*Fig. 2.1*). Nous utilisons une géométrie à cylindres coaxiaux, le cylindre intérieur étant en rotation alors que le cylindre extérieur reste fixe. Les surfaces du mobile et de la cuve sont recouvertes de papier de verre afin d'éviter les problèmes de glissement aux parois [50]. Toutes les mesures débutent par un précisaillement à 150 s^{-1} , afin de partir d'un même état déstructuré de référence. Ensuite, des paliers de vitesse d'une durée² de 10 s pour une gamme variant de 0,15 à 150 s^{-1} sont appliqués (*Fig. 2.2*). Les rhéogrammes ainsi obtenus sont présentés ci-après. Les rhéogrammes sur un même graphique correspondent à la même concentration en superplastifiant pour différents âges. Entre deux mesures consécutives le coulis est laissé au repos dans le bol de fabrication. Il peut sembler nécessaire de préciser que ce protocole, qui ne permet pas de déterminer l'ensemble des propriétés rhéologiques des suspensions testées, est toutefois un moyen rapide de comparer entre elles plusieurs formulations et d'avoir une idée générale du comportement du matériau en écoulement.



FIG. 2.1 – Viscosimètre VT550 et géométrie à cylindres coaxiaux utilisés au cours des expériences.

2.2.2 Les superplastifiants

Il existe plusieurs générations de superplastifiants, correspondant à différents polymères ou différentes conformations de ces polymères, qui ont été

²Cette durée semble suffisante pour obtenir un écoulement établi d'après [50].

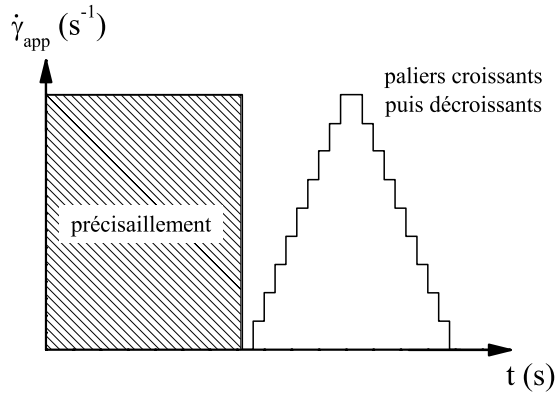


FIG. 2.2 – Schéma du protocole de mesure utilisé. Application d'un précisaillement constant à 150 s^{-1} pendant 180 s suivi de paliers d'une durée de 10 s croissants puis décroissants pour une gamme variant entre $0,15$ et 150 s^{-1} .

élaborées au cours des dernières années [44]. Bien que leurs modes d'action ne soient pas totalement compris (voir chapitre 1), ils sont utilisés fréquemment dans l'industrie cimentaire. Leur rôle est de fluidifier les matériaux cimentaires et par conséquent de pouvoir travailler à des concentrations massiques de ciment plus importantes. Ce point est important car les propriétés de résistance du matériau une fois durci en sont améliorées. De plus, certains ont un effet retard sur la prise du ciment qui a pour but de maintenir une ouvrabilité suffisante pour sa mise en place. Pour les autres, cette propriété est obtenue en ajoutant des retardateurs de prise (produits d'origine chimique différente des superplastifiants).

Le développement de l'emploi de superplastifiants a généré, au cours des dernières années, de nombreuses études sur la rhéologie des matériaux cimentaires adjuvants [25, 26, 52, 106].

Plusieurs types de superplastifiants commerciaux de diverses marques et natures sont testés dans cette étude. Les caractéristiques de tous les produits utilisés au cours de ce travail sont répertoriées en annexe A par l'intermédiaire des fiches techniques du fabricant. Nous présentons les résultats des essais réalisés suivant le protocole décrit précédemment.

L'utilisation combinée de superplastifiant et d'agent rétenteur d'eau nécessite de fortes doses d'adjuvants, assez peu fréquentes dans le domaine du génie civil, mais exigées ici pour obtenir une structuration rapide. L'observation de sédimentation éventuelle n'est évidemment pas due à un défaut de qualité des produits, mais aux forts dosages utilisés.

Nous testons, dans un premier temps, des pâtes de ciment préparées uniquement avec un superplastifiant. L'agent rétenteur d'eau ne sera introduit que plus tard.

2.2.2.1 RESI FLOW N40

Ce superplastifiant appartient à la famille des polynaphtalènes. Nous pouvons remarquer que les rhéogrammes (*Fig. 2.3*) présentent tous un comportement rhéofluidifiant quelle que soit la concentration en superplastifiant incorporée. Néanmoins cette propriété est d'autant plus marquée que la concentration augmente. De plus, un effet d'évolution irréversible avec le temps est présent sur tous les graphiques (cet effet irréversible sera désigné par la suite sous le terme de vieillissement). La viscosité apparente augmente, en effet, régulièrement avec l'âge du coulis. Ceci est certainement dû à la progression des réactions physico-chimiques précédant l'hydratation du ciment au cours du temps, ce polymère ne stoppant pas ce phénomène. Par contre, il est bon de préciser que le mélange reste apparemment stable (pas de sédimentation visible) au cours d'un essai, ce qui n'est pas le cas avec tous les produits testés.

2.2.2.2 OPTIMA 100

Ce polymère est fabriqué sur une base de polyphosphonate et a une fonction secondaire de retardateur de prise. Les rhéogrammes (*Fig. 2.4*) caractérisent tous un comportement rhéofluidifiant qui ne semble pas être influencé par la concentration en superplastifiant. Un effet de vieillissement pour les concentrations les plus faibles (0,7% et 1,0%) est peu à peu remplacé par un effet "retard". En effet, seul le comportement à T_0 diffère des autres ; bien que la viscosité apparente reste constante le niveau de contrainte mesuré, quant à lui, diminue significativement. On atteint alors un niveau constant dès le deuxième essai (tous les rhéogrammes se superposent). Par ailleurs, aucune sédimentation significative n'est observée, même pour les plus fortes concentrations le coulis reste stable.

2.2.2.3 OPTIMA 175

C'est un superplastifiant qui est conçu à partir de deux groupes de polymères : polycarboxylate et polyphosphonate. Il est conçu pour offrir un long maintien d'ouvrabilité sans retard de prise préjudiciable. Les rhéogrammes (*Fig. 2.5*) présentent un comportement rhéoépaississant. Certaines études montrent des propriétés identiques [36, 37, 84, 86], liées à l'utilisation d'ajouts minéraux croisés ou non avec des ajouts organiques. Mais dans notre cas cela est certainement dû à une forte sédimentation au cours de l'essai. En effet, la sédimentation des particules sous cisaillement entraîne une diminution de la concentration massique dans la zone étudiée au cours

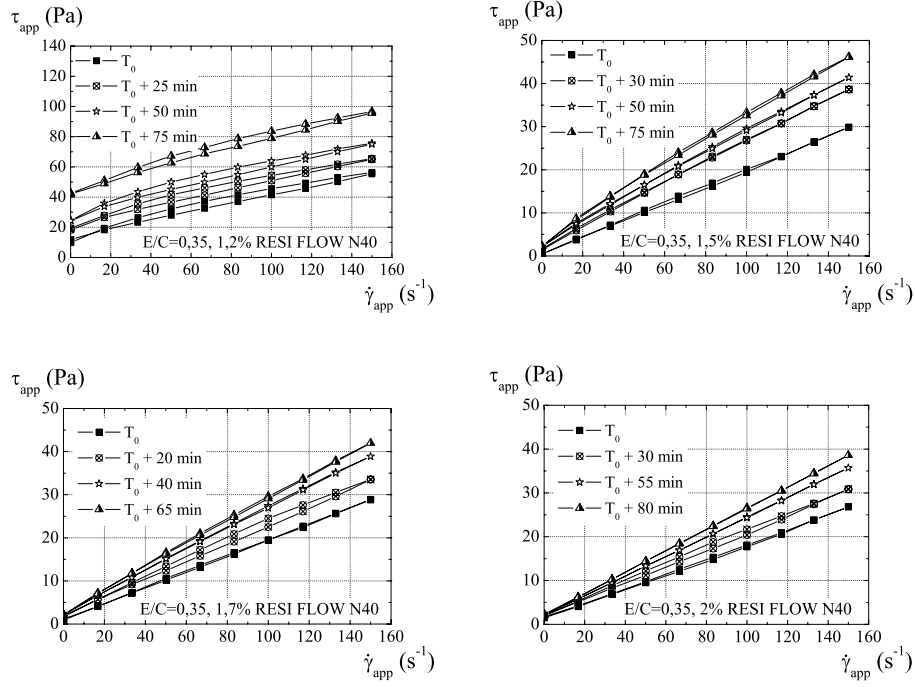


FIG. 2.3 – Rhéogrammes réalisés pour des concentrations de 1,2%, 1,5%, 1,7% et 2,0% en superplastifiant RESI FLOW N40. Suivi de l'évolution des propriétés au cours du temps.

du temps. Par conséquent, soit, le matériau étant plus fluide, des instabilités apparaissent, soit le culot de sédimentation vient toucher le fond du cylindre en rotation [51]. Dans les deux cas, une plus grande dissipation d'énergie intervient ce qui fait augmenter la contrainte mesurée. De toute façon, le fluide évoluant au cours de la mesure nous ne pouvons pas interpréter les résultats obtenus.

2.2.2.4 OPTIMA 200

Ce polymère, à base de polycarboxylate, doit permettre de garder une grande ouvrabilité et est recommandé pour la fabrication des bétons autoplacants. Nous ne présentons les résultats que de deux concentrations (Fig. 2.6) pour ce superplastifiant car comme le précédent une forte sédimentation s'opère au cours des essais. L'analyse ne peut donc pas avoir lieu.

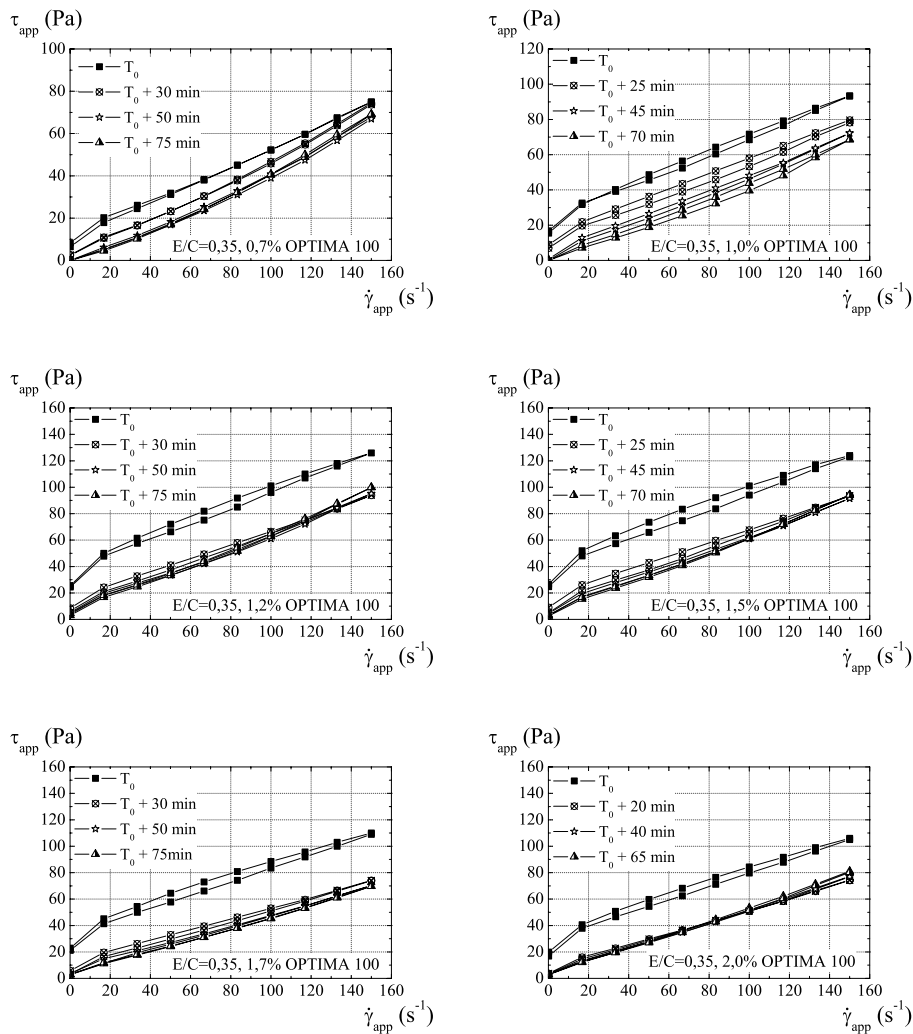


FIG. 2.4 – Rhéogrammes réalisés pour des concentrations de 0,7%, 1,0%, 1,2%, 1,5%, 1,7% et 2,0% en superplastifiant OPTIMA 100. Suivi de l'évolution des propriétés au cours du temps

2.2.2.5 STRUCTURO 132

La fiche technique ne nous renseigne pas sur la nature du ou des polymères présent dans ce produit³. Il est utilisé pour un grand maintien d'ouvrabilité. Nous obtenons des rhéogrammes (Fig. 2.7) présentant un comportement très faiblement rhéofluidifiant pour des suspensions qui restent

³Les fiches techniques de toute la gamme de produit STRUCTURO ne fournissent pas d'informations sur nature des polymères présents dans ces produits.

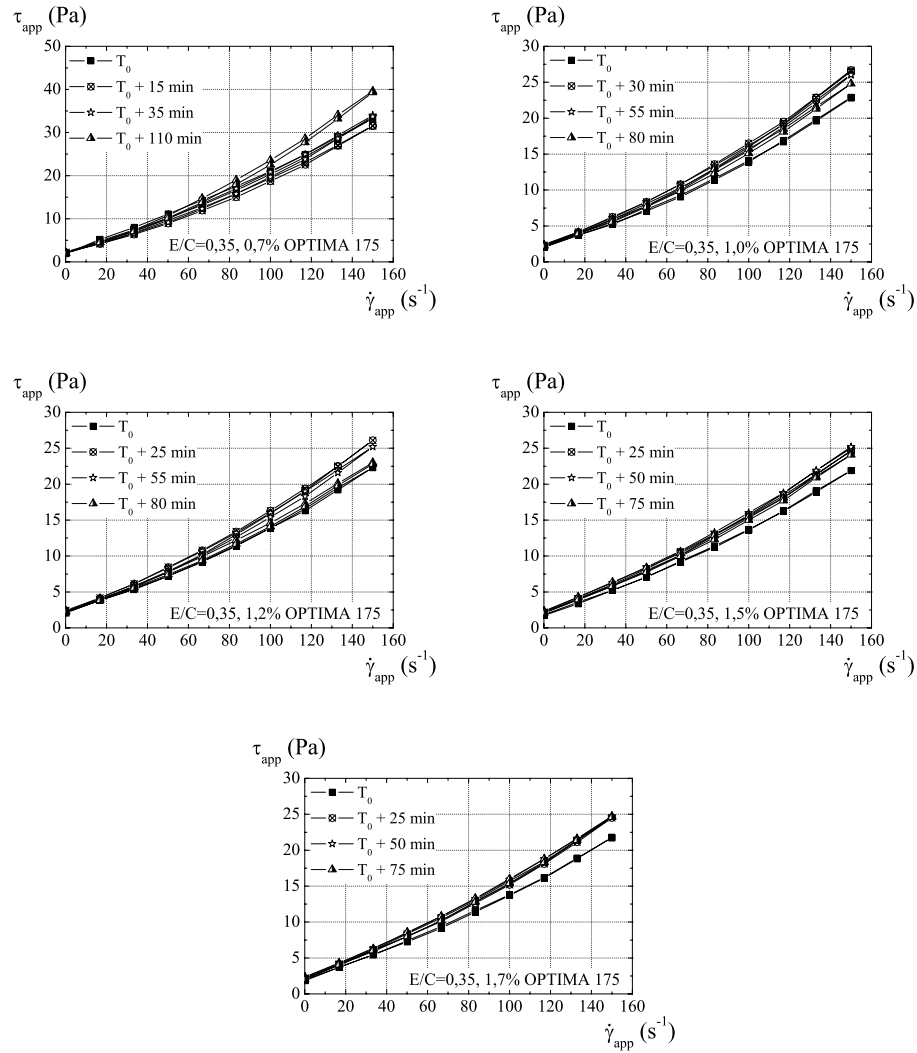


FIG. 2.5 – Rhéogrammes réalisés pour des concentrations de 0,7%, 1,0%, 1,2%, 1,5% et 1,7% en superplastifiant OPTIMA 175. Suivi de l'évolution des propriétés au cours du temps

stables au cours des essais. Nous observons une augmentation de la viscosité apparente avec la concentration en superplastifiant. De plus, un effet de vieillissement est visible pour toutes les concentrations testées. Cet effet se traduit par une croissance progressive de la viscosité apparente du matériau avec son âge.

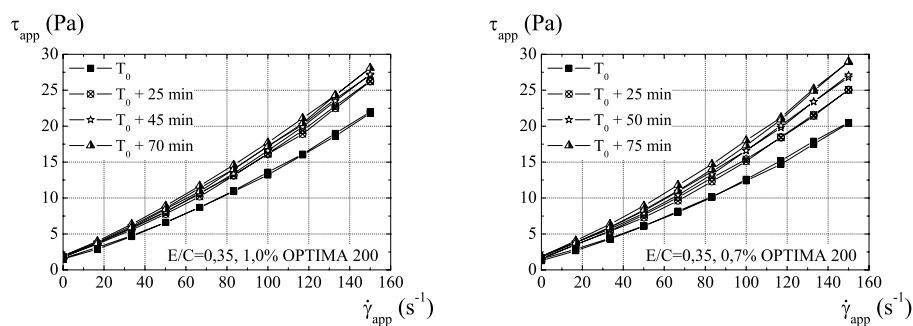


FIG. 2.6 – Rhéogrammes réalisés pour des concentrations de 0,7% et 1,0% en superplastifiant OPTIMA 200. Suivi de l'évolution des propriétés au cours du temps

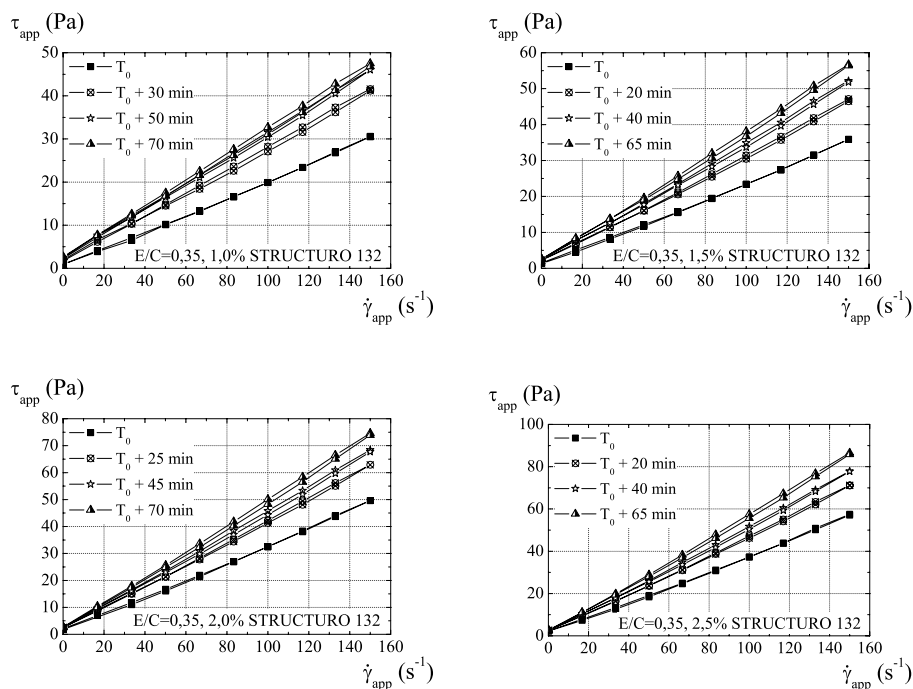


FIG. 2.7 – Rhéogrammes réalisés pour des concentrations de 1,0%, 1,5%, 2,0% et 2,5% en superplastifiant STRUCTURO 132. Suivi de l'évolution des propriétés au cours du temps

2.2.2.6 STRUCTURO 146

Ce superplastifiant est conseillé, comme le précédent, pour l'obtention d'un maintien d'ouvrabilité. Par contre, ce produit ne permet pas d'obtenir

une suspension stable. En effet, au problème de sédimentation vient s'ajouter dans ce cas là une formation de gros amas. Néanmoins, la quantité de floccs grossiers formés diminue avec l'augmentation de la concentration en superplastifiant. C'est pourquoi les rhéogrammes (*Fig. 2.8*) déterminés, présentant un caractère rhéoépaississant, ne sont pas analysés.

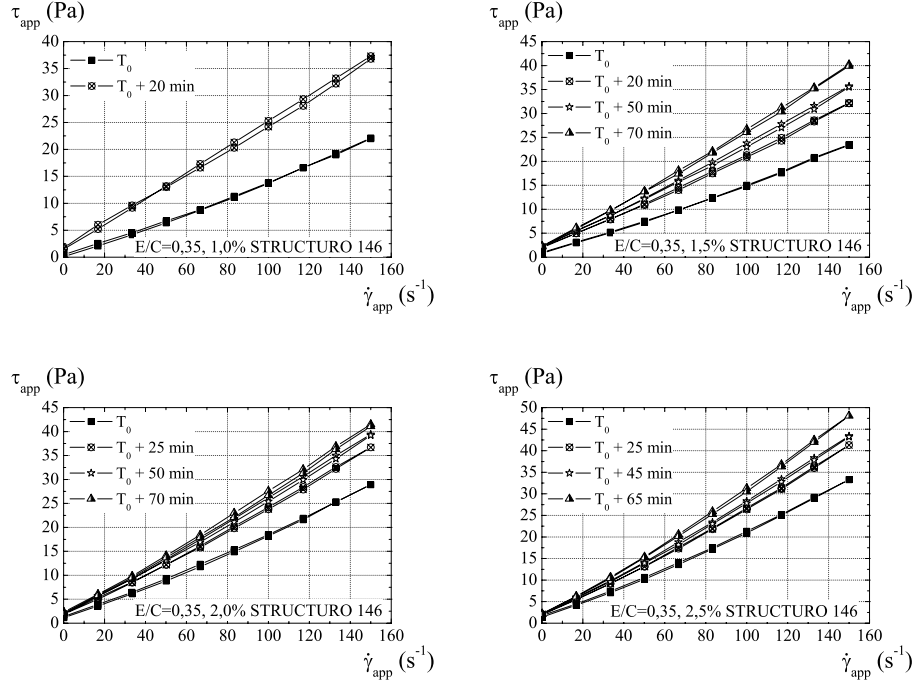


FIG. 2.8 – Rhéogrammes réalisés pour des concentrations de 1,0%, 1,5%, 2,0% et 2,5% en superplastifiant STRUCTURO 146. Suivi de l'évolution des propriétés au cours du temps

2.2.2.7 STRUCTURO 311

Ce produit conduit aux mêmes propriétés que celles observées avec le STRUCTURO 132. Nous avons, en effet, un matériau stable présentant un comportement très faiblement rhéofluidifiant (*Fig. 2.9*) avec un vieillissement pour toutes les concentrations testées se traduisant par une augmentation de la viscosité apparente. De plus, plus la concentration en polymère est importante, plus la viscosité apparente est élevée.

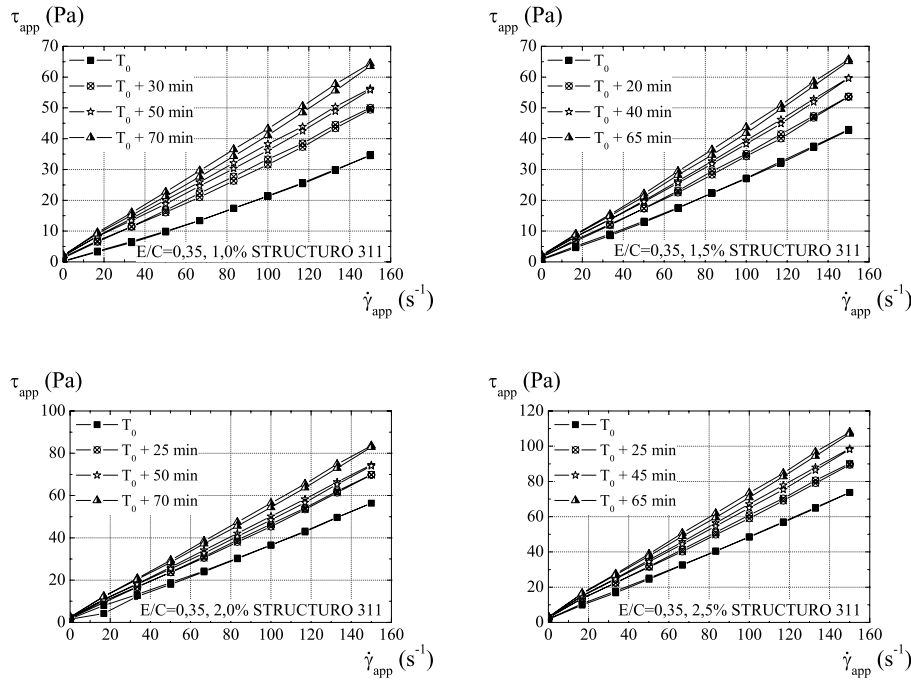


FIG. 2.9 – Rhéogrammes réalisés pour des concentrations de 1,0%, 1,5%, 2,0% et 2,5% en superplastifiant STRUCTURO 311. Suivi de l'évolution des propriétés au cours du temps

2.2.2.8 STRUCTURO 333

Dans ce cas, nous nous rapprochons du comportement du STRUCTURO 146 avec une sédimentation très marquée pour les faibles concentrations s'atténuant progressivement lorsque l'on augmente la concentration. L'apparition d'amas n'est néanmoins pas observée. Cependant, l'analyse des résultats (Fig. 2.10) reste délicate.

2.2.2.9 CIMFLUID ADAGIO 2017

Ce superplastifiant est fabriqué sur la base d'un polycarboxylate pour favoriser un long maintien d'ouvrabilité. Son comportement est rhéofluidifiant (Fig. 2.11) avec une bonne stabilité du coulis pendant les essais. Néanmoins, un vieillissement significatif est présent qui a pour conséquence l'augmentation de la viscosité apparente quand l'âge du matériau s'accroît. Nous pouvons aussi remarquer visuellement une gélification de la suspension traduisant une structuration réversible de celui-ci.

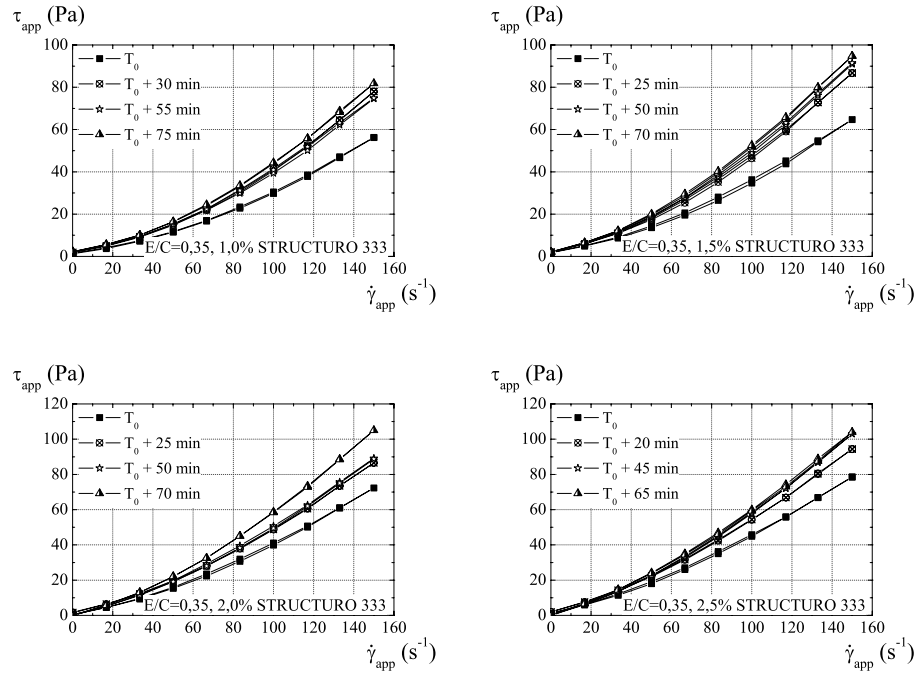


FIG. 2.10 – Rhéogrammes réalisés pour des concentrations de 1,0%, 1,5%, 2,0% et 2,5% en superplastifiant STRUCTURO 333. Suivi de l'évolution des propriétés au cours du temps

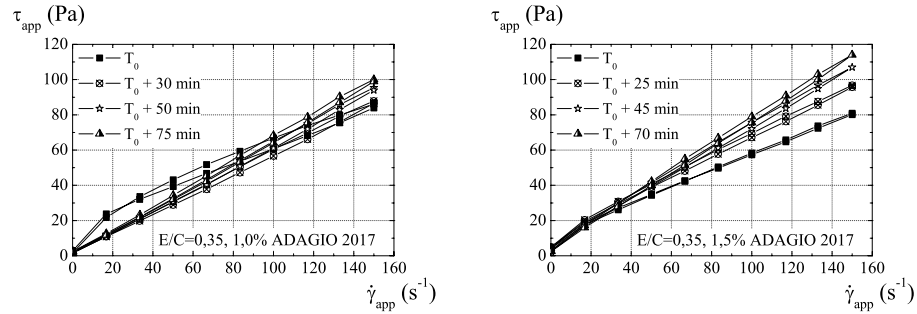


FIG. 2.11 – Rhéogrammes réalisés pour des concentrations de 1,0% et 1,5% en superplastifiant CIMFLUID ADAGIO 2017. Suivi de l'évolution des propriétés au cours du temps

2.2.2.10 L'ordre d'ajout du superplastifiant

Pour illustrer l'influence de l'ordre d'introduction des constituants sur les propriétés rhéologiques des matériaux formulés, nous comparons deux

coulis réalisés en utilisant le superplastifiant précédent (CIMFLUID ADAGIO 2017), l'un où le superplastifiant est incorporé dans l'eau de gâchage avant l'introduction du ciment et l'autre où il est rajouté une fois le mélange de l'eau et du ciment réalisé. En effet, différentes études montrent l'influence de l'instant où sont introduits les adjuvants sur les propriétés rhéologiques des pâtes de ciment [4, 3]. Nous observons deux comportements très différents (*Fig. 2.12*). La première formulation conduit à un mélange stable avec un comportement rhéofluidifiant, alors que le second présente un comportement apparemment rhéoépaississant lié à la présence de sédimentation et de formation de gros amas. Par contre, un vieillissement apparaît dans les deux cas. Il semble donc que l'ajout tardif du superplastifiant ne permet pas de déflocculer correctement la pâte de ciment. Nous choisissons donc de conserver un ajout direct dans l'eau de gâchage pour toutes nos préparations.

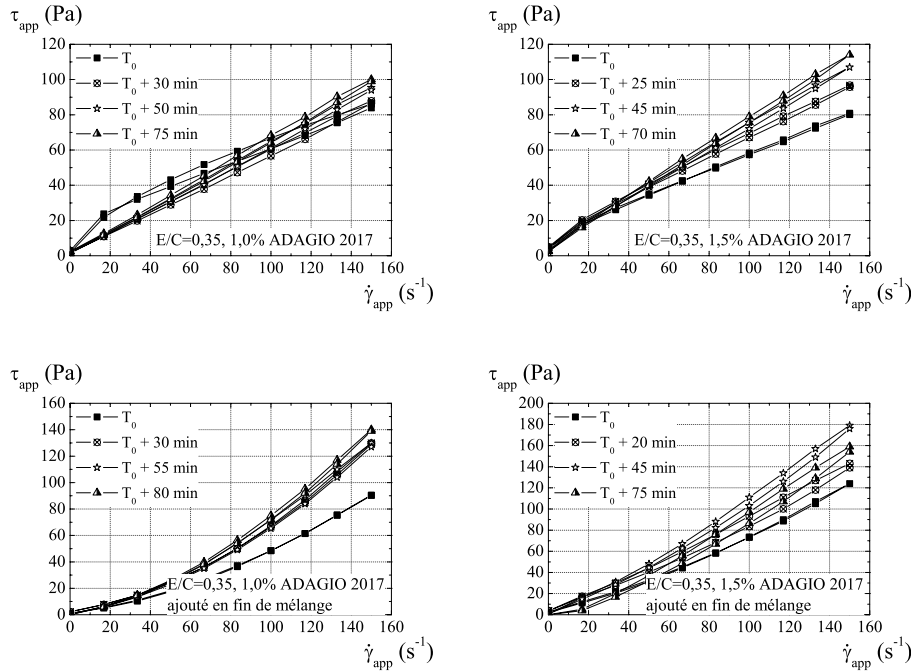


FIG. 2.12 – Rhéogrammes réalisés pour des concentrations de 1,0% et 1,5% en superplastifiant CIMFLUID ADAGIO 2017. Suivi de l'évolution des propriétés au cours du temps. Effet de l'ordre d'ajout des constituants, à la fin ou au début du mélange.

2.2.2.11 bilan

Afin de choisir les produits pour la suite de l'étude nous pouvons les classer, dans un premier temps, en deux familles : ceux qui sont stables et ceux qui ne le sont pas (*Tab. 2.1*).

coulis stables	coulis instables
OPTIMA 100	OPTIMA 175
STRUCTURO 132	OPTIMA 200
STRUCTURO 311	RESI FLOW N40
CIMFLUID ADAGIO 2017	STRUCTURO 146
	STRUCTURO 333

TAB. 2.1 – *Tableau récapitulatif sur la stabilité des coulis préparés en fonction du superplastifiant utilisé pour un rapport $E/C = 0,35$.*

Il est évident que les superplastifiants qui ne favorisent pas la stabilité des préparations sont à écarter. Sur les quatre restant, les deux de la gamme STRUCTURO ne conviennent pas du fait du vieillissement progressif avec l'âge de la suspension. Bien que ce phénomène soit présent avec le CIMFLUID ADAGIO 2017, nous le conservons pour la suite car il peut être associé à un agent retardateur de prise pouvant modifier ce comportement. Enfin, l'OPTIMA 100, malgré son effet retard, semble le mieux adapté pour l'obtention d'une suspension n'évoluant pas pendant une heure. Ces deux derniers produits vont être utilisés en leur en ajoutant l'agent rétenteur d'eau afin d'obtenir les propriétés définies au début du chapitre.

2.2.3 Les retardateurs

Les retardateurs permettent de bloquer la prise, ou tout du moins ralentir les effets liés à l'hydratation du ciment, pendant un temps suffisamment long pour mettre en place le matériau cimentaire. La question est de savoir si ils ont une action positive sur le maintien du comportement rhéologique de la pâte. Nous utilisons le CIMEXTARD 101 qui est préconisé en addition avec le superplastifiant CIMFLUID ADAGIO 2017. Le rôle combiné de ces deux agents⁴ devrait conduire à l'obtention d'un coulis stable et ne vieillissant pas comme nous le souhaitons. Malheureusement, les résultats obtenus (*Fig. 2.13*) ne sont pas en accord avec notre attente. Cette formulation, efficace en terme de retard de l'âge de durcissement, ce pourquoi ce retardateur a été conçu, ne permet pas toutefois de conserver les propriétés à l'état fluide. Finalement, nous préférons abandonner ces produits et nous intéresser à celui qui reste.

⁴Les mélanges sont réalisés en introduisant le superplastifiant et le retardateur directement dans l'eau de gâchage.

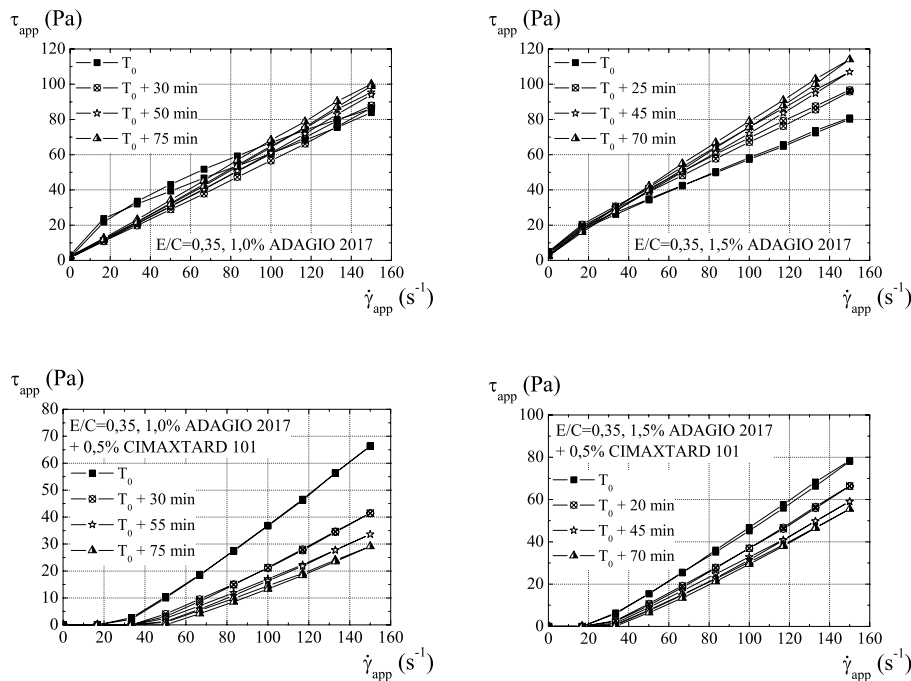


FIG. 2.13 – Rhéogrammes réalisés pour des concentrations de 1,0% et 1,5% en superplastifiant *STRUCTURO ADAGIO 2017* et de 0,5% en retardateur *CIMAXTARD 101*. Suivi de l'évolution des propriétés au cours du temps. Effet du retardateur sur les propriétés rhéologiques.

2.2.4 La nanosilice

Cet agent est en fait une suspension de silice précipitée⁵ dont le diamètre moyen moyen des particules est de 14 nm. Il est conçu pour accentuer l'effet de thixotropie et minimiser la ségrégation des bétons [105], mais ses applications sont multiples (charges minérales des résines, caoutchouc synthétique, etc...). L'ajout de nanosilice (*Fig. 2.14*), a pour effet d'augmenter la cohésion de la suspension et par conséquent la valeur de la viscosité apparente. L'effet retard, lié au superplastifiant, est diminué, voire complètement stoppé, suivant les concentrations en superplastifiant et en nanosilice utilisées. De plus, une structuration rapide et réversible apparaît (le matériau se gélifie) dénotant la présence de propriété de thixotropie.

⁵Nous utilisons au cours de cette étude deux suspensions (MEYCO MS 685 et RHOXIMAT CS 60 SL) provenant de deux distributeurs différents, le premier ayant arrêté de distribuer le produit. Néanmoins, les deux produits sont identiques, le deuxième distributeur étant aussi le fabricant du premier.

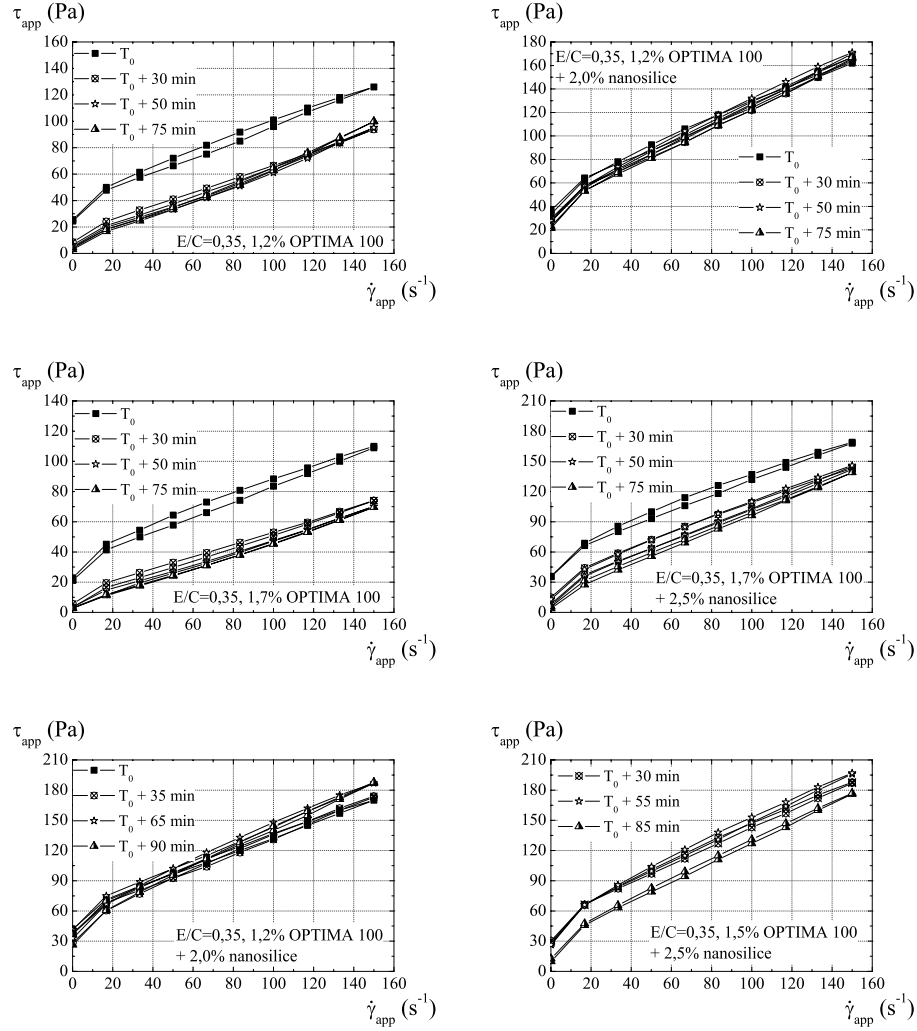


FIG. 2.14 – Rhéogrammes réalisés pour des concentrations de 1,2%, 1,5% et 1,7% en superplastifiant OPTIMA 100 et de 2,0% et 2,5% en nanosilice. Détermination de la meilleure composition permettant d'avoir une pâte thixotrope n'évoluant pas pendant une heure.

2.2.5 Bilan

Finalement, à partir de tous les essais réalisés la composition correspondant au mieux à nos exigences est obtenue pour une concentration en OP-

TIMA 100 de 1,2% et de 2,0% en nanosilice⁶. Nous avons donc maintenant le matériau "modèle" et son mode de fabrication.

Toutefois, au cours de cette campagne de formulation, nous dissociions l'étude des superplastifiants de l'étude des superplastifiants associés à la suspension de nanosilice. Sur l'aspect du vieillissement cela est logique, l'agent rétenteur d'eau n'étant pas conçu pour modifier de façon conséquente l'action du superplastifiant. Néanmoins, ce n'est peut être pas le cas en ce qui concerne le phénomène de sédimentation. Il est, sans doute, possible d'obtenir des pâtes de ciment stables par association de nanosilice aux autres superplastifiants. Cette dissociation est surtout réalisée afin de limiter le nombre d'essais.

2.3 Élaboration finale du protocole

Après cette première phase de formulation réalisée au LCPC dans la division Bétons et Composites Cimentaires, le reste de l'étude se poursuit au LCPC-LMSGC. Le changement de laboratoire entraîne l'utilisation d'un nouveau malaxeur et un réajustement des dosages des adjuvants et du protocole de fabrication est alors opéré. En effet, la façon dont s'effectue le malaxage joue un rôle prépondérant sur les propriétés rhéologiques de la pâte.

Yang et Jennings [123] mettent en évidence l'influence du malaxage sur les propriétés rhéologiques des pâtes de ciment. Pour cela, ils distinguent deux types de malaxages : l'intensif et l'extensif. Le premier correspond à l'application de fortes contraintes (ou gradients de vitesse) localisées avec une énergie suffisante pour briser les liens entre les grains, provoquant une bonne homogénéisation d'une poudre dans un liquide suspendant. Le second, par l'application de contraintes plus faibles mais sur une zone plus importante, correspond mieux à un mélange de deux fluides miscibles. L'application d'un malaxage intensif conduit à une viscosité moins importante en raison de taille de flocs plus petite. Le matériau à l'état durci comporte moins de défauts.

Williams *et al.* [121] confirment ces résultats par une analyse de la surface de la boucle d'hysteresis et de la viscosité apparente pour différents types de malaxages. Suivant l'intensité de malaxage et du précisaillement appliqué, les résultats tendent vers une valeur limite. Donc pour une énergie suffisante le matériau est de plus en plus déflocculé.

Pour cela les différents paramètres intervenant au cours du malaxage sont testés à l'aide d'essais réalisés avec un rhéomètre Bohlin C-VOR à contrainte imposée.

⁶La nanosilice est introduite après l'incorporation totale du ciment et juste avant la phase de malaxage à la puissance la plus élevée.

2.3.1 Choix de la géométrie

Nous possédons avec ce rhéomètre différentes géométries d'utilisation classique en rhéologie :

- la géométrie cône-plan
- la géométrie plan-plan
- la géométrie cylindres coaxiaux ou Couette

Chacune d'entre elles a ses avantages et ses inconvénients⁷, il faut donc trouver laquelle est la plus adaptée à notre pâte de ciment.

Les essais réalisés avec la géométrie cône-plan montrent des effets de blocage provenant du fait que la taille des particules de ciment ($0\text{-}50\text{ }\mu\text{m}$) est trop importante par rapport à la taille de l'entrefer (de $150\text{ }\mu\text{m}$ dans notre cas). En effet, il est préconisé d'utiliser un entrefer au moins dix fois plus grand que le diamètre moyen des particules d'une suspension.

La géométrie plan-plan, avec des surfaces striées, où l'entrefer peut être ajusté à la valeur désirée est aussi testée. Néanmoins, la taille des particules de ciment ne nous autorise pas à utiliser un entrefer de moins de 1 mm . Le problème qui est apparu avec cette géométrie provient du fait que le matériau ne reste pas à l'intérieur de l'entrefer lorsque l'on commence à le cisailier. En effet, celui-ci sous l'effet de la mise en mouvement du plan supérieur s'étale de sorte que ce plan n'est plus en contact avec la pâte de ciment.

Finalement, c'est la géométrie à cylindres coaxiaux (ou géométrie de Couette) qui convient le mieux. Comme le matériau se place à l'intérieur d'une cuve, nous n'avons plus de problème d'étalement. De plus, les effets liés à l'évaporation de l'eau sont moins importants dans ce cas. Par conséquent c'est la géométrie qui a été choisie pour le reste de l'étude.

2.3.2 Réajustement des dosages

Le problème du changement de matériel de malaxage nous contraint à effectuer un réajustement des dosages des produits utilisés. En effet, les dosages déterminés auparavant conduisent à l'obtention d'une pâte de ciment aux propriétés très éloignées de celles désirées, c'est à dire un matériau plus fluide avec des propriétés de thixotropie moins marquées. Afin de les retrouver, de nouveaux tests sont nécessaires.

Nous avons deux possibilités d'ajustement, soit diminuer la concentration en superplastifiant, soit augmenter la concentration en nanosilice. Ces deux solutions doivent être envisagées en faisant attention à ce que la phase dormante de la pâte ne soit pas trop raccourcie.

À cet effet, trois formulations sont préparées et testées en suivant un même protocole de fabrication et d'essai. Ces derniers seront améliorés par la suite en fonction de ces premiers résultats. Nous travaillons sous agitation

⁷De plus amples précisions sont données au chapitre 1.

continue (540 *trs/min*) pendant toute la phase de préparation des coulis (le volume préparé à chaque fois est de 0,3 l) :

- incorporation progressive du ciment dans l'eau adjuvantée du superplastifiant, puis addition de la nanosilice (2 *min* et 30 *s*)
- malaxage pendant 5 *min*

Les essais débutent dès la fin du malaxage après la mise en place de l'échantillon dans la cuve. Le fluide est alors soumis à un précisaillement de 500 s^{-1} pendant 60 *s*, suivi par l'application d'une contrainte constante de 40 *Pa*. Nous suivons alors l'évolution du gradient de vitesse mesuré au cours du temps. Ces essais n'ont pas pour but de déterminer les propriétés rhéologiques complètes des pâtes, mais permettent une comparaison rapide et un suivi du vieillissement.

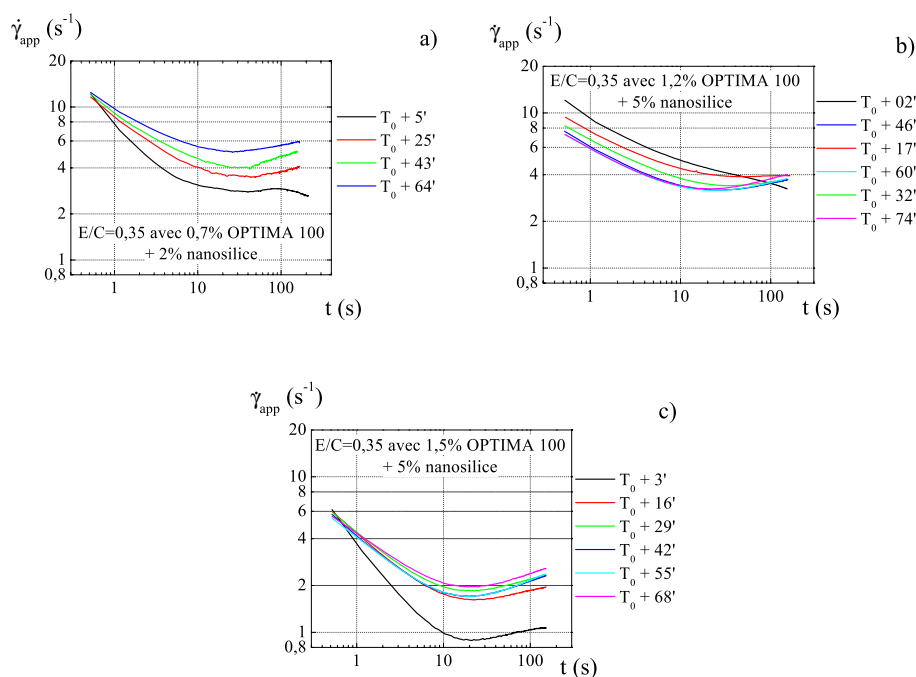


FIG. 2.15 – Évolution du gradient de vitesse apparent au cours du temps pour trois formulations différentes (a) 0,7% OPTIMA 100 + 2,0% nanosilice, b) 1,2% OPTIMA 100 + 5,0% nanosilice, c) 1,5% OPTIMA 100 + 5,0% nanosilice) lorsque l'on applique une contrainte constante de 40 *Pa*. Effet du vieillissement en fonction de la composition de la pâte. Préparation de 0,3 l avec un malaxage à 540 *trs/min* pendant 5 *min*.

Tous les essais (Fig. 2.15) montrent des effets liés à un vieillissement, même lorsque la concentration en superplastifiant est augmentée. Nous ob-

tenons, en effet, une évolution différente du gradient de cisaillement apparent en fonction de l'âge du matériau. Ainsi pour chaque formulation testée les propriétés de la pâte ne sont pas constantes mais évoluent avec l'âge du matériau. Par conséquent, un réajustement seul des dosages ne suffit pas à obtenir un coulis dont les propriétés n'évoluent pas pendant une heure. Néanmoins, ces trois formulations nous permettent de choisir celle qui nous convient le mieux. Le fait d'accroître la concentration en nanosilice n'est pas une bonne solution car le matériau se structure trop rapidement. Or si nous obtenons un temps caractéristique de structuration inférieur au temps d'acquisition des données (voir chapitre 3), nous ne pourrions plus avoir accès aux informations qui nous intéressent. C'est pourquoi nous optons pour la formule contenant 0,7% de superplastifiant et 2,0% de nanosilice.

2.3.3 Durée de malaxage

Nous varions maintenant la durée de malaxage qui joue un rôle important sur les propriétés finales du coulis. Les matériaux testés sont fabriqués et testés de la manière décrite auparavant ; seule la durée de malaxage change. Nous comparons ici (*Fig. 2.16*) les gradients de vitesse apparents mesurés sous application d'une contrainte constante de 40 *Pa*. L'augmentation du temps de malaxage a pour effet de rendre plus fluide le matériau (gradient de vitesse plus élevé pour une même contrainte appliquée) et de réduire le vieillissement, sans pour autant diminuer l'effet de thixotropie. À la vue de ces résultats, un malaxage allongé à 15 *min* est préférable afin d'obtenir un matériau évoluant peu pendant une heure.

2.3.4 Volume de malaxage

Tous les essais, réalisés jusqu'à présent, sont basés sur la fabrication d'un volume de 0,3 *l* (suffisant pour des essais rhéométriques classiques). Or les essais prévus à l'IRM nécessitent un volume de fabrication beaucoup plus important (de l'ordre de 1,5 *l* vue les dimensions de la cuve). Il faut donc transposer le protocole de fabrication que l'on vient d'établir à ce nouveau volume tout en conservant les propriétés rhéologiques du matériau.

Ces problèmes ont déjà été mis en évidence [50] et certains auteurs [93] ont tenté d'unifier les différentes influences par l'intermédiaire d'un unique paramètre proportionnel au travail mécanique fourni par unité de volume au coulis :

$$\frac{E}{M} = \frac{k\omega^2 t}{V} \quad (2.1)$$

où k est un paramètre dépendant de la géométrie du système, ω la vitesse de rotation de l'hélice du malaxeur, t la durée de malaxage et V le volume malaxé.

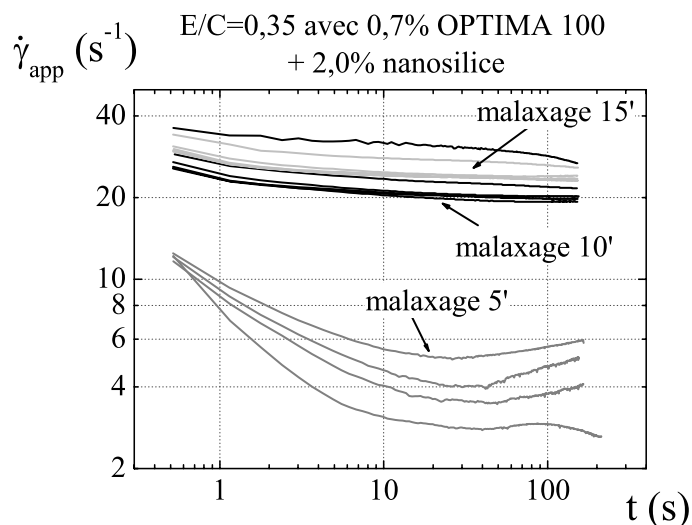


FIG. 2.16 – Évolution du gradient de vitesse apparent au cours du temps pour trois durées de malaxage de 5 min, 10 min et 15 min lorsque l'on applique une contrainte constante de 40 Pa. Effet du vieillissement en fonction de la durée de malaxage de la pâte.

Donc en calculant cette énergie, nous déterminons les paramètres nécessaires pour la fabrication de 1,5 l de coulis. Néanmoins, soit la vitesse calculée nécessaire est trop élevée pour réaliser le mélange, soit le temps devient trop long. Finalement, nous ne pouvons pas reproduire le même coulis pour des volumes différents (Fig. 2.17).

2.3.5 Formulation du matériau "modèle"

En fin de compte, nous décidons d'établir un protocole de fabrication sur la base d'un volume de 1,5 l. Par la suite, nous suivons cet unique protocole pour tous les essais. La vitesse de malaxage est définie de telle sorte que le matériau soit entièrement en mouvement (pas de zones mortes dans le bol de malaxage) tout en restant à l'intérieur du bol. La vitesse appropriée est de 700 *trs/min*. L'incorporation des différents constituants se fait aussi sous agitation mais avec une vitesse plus faible de 260 *trs/min*.

La durée de malaxage est fixée à partir de celle déterminée auparavant, une durée plus grande n'apportant rien de plus (Fig. 2.18). Par contre, pour atténuer l'effet retard, un temps de malaxage à 260 *trs/min* pendant 15 min est ajouté après la phase de malaxage à 700 *trs/min*.

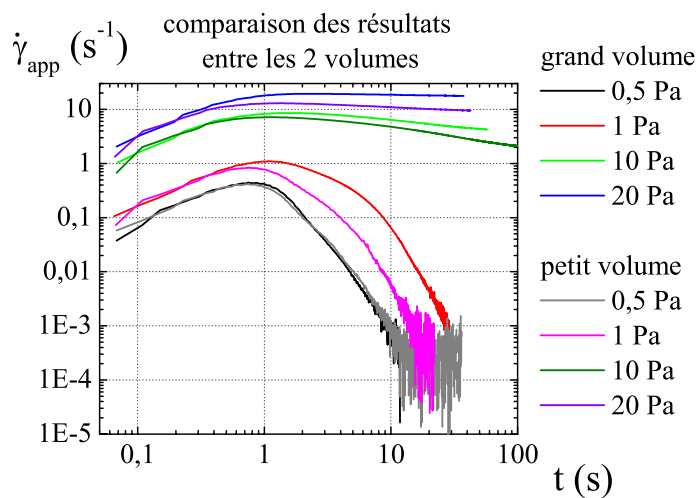


FIG. 2.17 – Évolution du gradient de vitesse apparent au cours du temps pour deux volumes de 0,3 l et 1,5 l lorsque l'on applique des contraintes constantes.

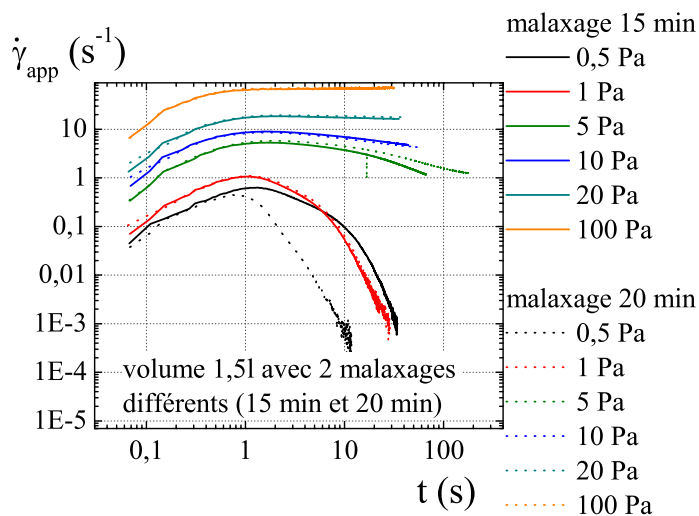


FIG. 2.18 – Évolution du gradient de vitesse apparent au cours du temps pour des durées de 15 min et 20 min lorsque l'on applique des contraintes constantes.

ajout du superplastifiant dans l'eau distillée	1 min à 260 trs/min
↓	
incorporation progressive du ciment, puis de la nanosilice	5 min à 260 trs/min
↓	
malaxage rapide	15 min à 700 trs/min
↓	
malaxage lent	15 min à 260 trs/min

TAB. 2.2 – *Protocole de fabrication du matériau "modèle".*

composants	masse (g)
ciment blanc CEM I 52,5 CALCIA	2000
superplastifiant OPTIMA 100 CHRYSO	46,7
nanosilice Rhoximat RHODIA	177
eau distillée	530,3

TAB. 2.3 – *Composition massique de la pâte de ciment blanc "modèle".*

2.4 Conclusion

Finalement, la préparation d'une pâte de ciment adaptée à nos futurs essais rhéologiques s'avère très délicate. En effet, de nombreux paramètres (puissance, volume et durée de malaxage, ordre d'ajout des constituants) sont susceptibles d'influencer ses propriétés rhéologiques. Au vue de ces remarques, la reproductibilité de fabrication n'est pas assurée, même si le plus grand soin est pris lors de cette phase. Ces difficultés devront être gardée en tête lors de l'analyse des nombreux essais nécessaires pour une détermination complète des propriétés en écoulement de ce matériaux "modèle".

Chapitre 3

Rhéométrie par IRM

Ce travail repose sur une étude expérimentale du matériau "modèle" que nous venons de formuler. Dans ce chapitre, nous nous intéressons à une technique innovante qu'est la rhéométrie associée à la résonance magnétique nucléaire (RMN) par le biais d'un imageur par résonance magnétique (IRM).

Après avoir détaillé le dispositif expérimental, nous présentons les résultats issus des expériences réalisées. La fin de ce chapitre est consacrée à l'analyse des mesures obtenues, mettant en évidence les propriétés en écoulement de la pâte de ciment.

3.1 Résultats expérimentaux

La rhéométrie par IRM permet d'obtenir des informations locales sur les propriétés des matériaux étudiés sans perturber l'écoulement viscosimétrique. Grâce à cet outil, nous avons directement accès à l'évolution des profils de vitesse d'écoulement au cours du temps pendant une expérience dans une géométrie à cylindres coaxiaux (géométrie de Couette).

3.1.1 Description du dispositif

Dans cette étude, les mesures sont effectuées grâce à un IRM (*Fig. 3.1*) Bruker Biospec 24-80 DBX, qui est équipé d'un champ magnétique vertical de $0,5\ T$, dans lequel peut être inséré un viscosimètre.

Pour nos expériences, nous utilisons une géométrie de Couette (*Fig. 3.2*) spécialement conçue pour répondre aux contraintes de mesures IRM. Elle est réalisée en plexiglas (matériau amagnétique), puis ses surfaces sont recouvertes de papier de verre imperméable pour éviter tout problème de glissement aux parois (voir Chapitre 1). Le cylindre intérieur est mis en rotation par l'intermédiaire d'un moteur électrique, qui est placé aussi loin que possible de l'entrée de l'aimant afin de ne pas perturber les mesures.



FIG. 3.1 – *Vue de l'IRM. La cuve du rhéomètre est insérée dans le tube de gradient par l'ouverture située en dessous.*

Une fois mis en place, nous considérons un volume de mesure (*Fig. 3.3*) dans lequel les données enregistrées sont moyennées. Il correspond à une zone centrale de l'écoulement, nous permettant de nous affranchir des effets de bords.

Une description plus détaillée de la technique de vélocimétrie par IRM et du dispositif est donnée en annexe B.

3.1.2 Procédure expérimentale

Nous utilisons le protocole de fabrication décrit précédemment avant de commencer les mesures. Tous les essais débutent par un précisaillement à 134 trs/min , qui a pour but de mettre le matériau dans un état de référence reproductible. En effet, l'application d'une vitesse de rotation élevée permet de cisailer toute la suspension et par conséquent d'obtenir un état de dé-

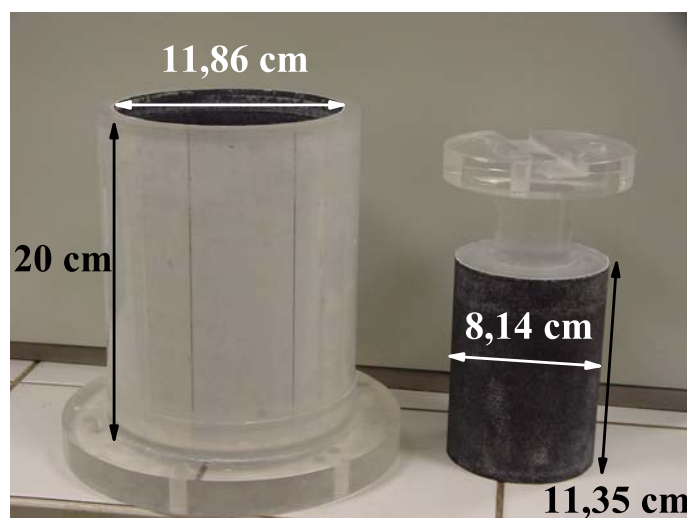


FIG. 3.2 – Géométrie de Couette utilisée pour les essais.

structuration du matériau à peu près identique. Ensuite, nous appliquons une vitesse constante, la gamme étudiée ici variant entre 10,3 et 82,4 trs/min , et nous suivons l'évolution de l'écoulement au cours du temps. En effet, cette technique nous donne accès aux profils des vitesses dans l'entrefer. Pour la pâte de ciment "modèle" les vitesses sont mesurées et enregistrées pendant quarante minutes à raison d'un profil toutes les dix secondes.

3.1.3 Recalage spatial des mesures

Avant chaque nouvel essai, la géométrie est réinstallée, après avoir été nettoyée et séchée. Un léger décalage spatial peut alors avoir lieu. C'est pourquoi, avant toutes observations, il faut effectuer un recalage spatial des mesures de profils de vitesse. Cette opération consiste à repérer où se situe le fluide lors d'un essai et à le replacer correctement par rapport aux rayons théoriques limites de la cuve ($r_e = 5,93\text{ cm}$) et du cylindre intérieur ($r_i = 4,07\text{ cm}$). Pour effectuer cette opération, nous nous appuyons sur les enregistrements de l'intensité de signal, servant à calculer la vitesse.

Les profils en intensité (Fig. 3.4) se superposent parfaitement au niveau du cylindre extérieur alors qu'il existe une légère variation près du cylindre intérieur. Ce problème peut être expliqué par la présence de la paroi en rotation qui perturbe le signal à cet endroit. Par conséquent, nous nous servons du signal proche de la paroi fixe pour effectuer le calage. La position

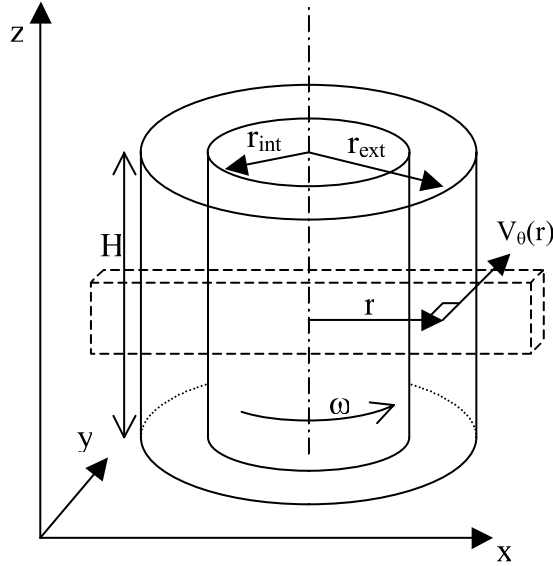


FIG. 3.3 – *Volume de mesure considéré pour les essais. Il correspond à un barreau de 5 cm de haut, avec une épaisseur de 1 cm, pour une largeur de 17 cm. Toutes les mesures sont moyennées à l'intérieur de ce volume.*

correspondant à la moitié du pic d'intensité est déterminée¹, puis est ensuite ramenée à sa valeur théorique de 5,93 cm. Tous les profils de vitesse sont ainsi recalés avant d'être tracés et analysés.

3.1.4 Profils de vitesse

Après le recalage, les profils de vitesses sont tracés (*Fig. 3.5*) et nous remarquons qu'il existe une zone (≈ 1 mm) proche du cylindre en rotation où il n'y a pas de mesures. La perturbation de l'intensité du signal, due à la présence du cylindre en rotation, est à l'origine de cet artefact de mesure. Néanmoins, dans le reste de l'entrefer les mesures réalisées sont correctes comme le prouvent les barres d'erreurs représentées sur le graphique.

Les profils de vitesse mesurés montrent un écoulement se faisant en deux parties. Près du cylindre intérieur, qui est en rotation, des valeurs de vitesse tangentielle sont obtenues (le fluide est cisailé) alors qu'à l'approche du

¹Cette position détermine la position de la paroi fixe de la cuve.

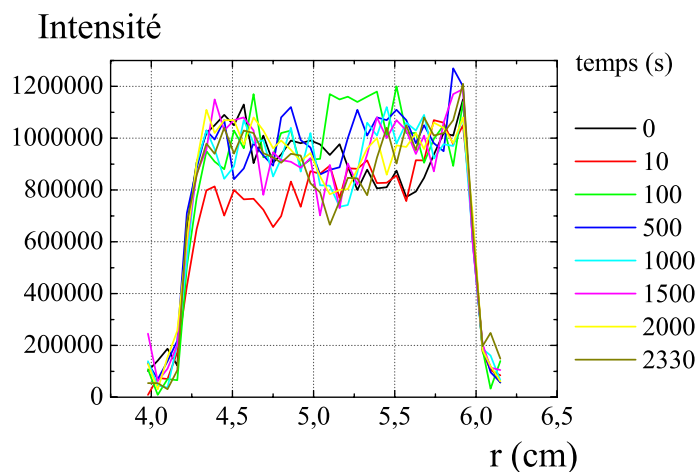


FIG. 3.4 – *Intensité de signal représenté en fonction du rayon pour une vitesse de rotation imposée de 82,4 trs/min. Représentation des profils d'intensité à différents instants au cours de l'essai.*

cylindre extérieur, qui reste fixe, nous n'avons plus de mesures (le fluide semble immobile) (*Fig. 3.5*).

Cette première constatation n'est pas étonnante pour les fluides à seuil. En effet, nous sommes ici en configuration d'entrefer large et par conséquent la contrainte n'est pas homogène entre les deux cylindres. Dans cette géométrie, la contrainte est inversement proportionnelle au rayon au carré (voir chapitre 1). Par conséquent, plus on s'éloigne du cylindre intérieur plus la contrainte diminue, et si la contrainte seuil du matériau se situe dans l'entrefer nous obtenons une partie cisailée et une non cisailée. Par contre, le fait remarquable est que la transition entre ces deux parties est abrupte avec apparition d'une rupture de pente sur les profils de vitesse. Jusqu'à présent aucun modèle ne prédisait un tel comportement et notamment ceux utilisés pour définir le comportement des pâtes de ciment tels que les modèles de Bingham, Herschel-Bulkley ou Casson. Ceux-ci prévoient une diminution progressive de la vitesse entre la partie cisailée et celle non cisailée sans discontinuité (*Fig. 3.6*).

Les profils de vitesse, calculés à partir des modèles de Bingham et de Herschel-Bulkley, sont ajustés aux mesures expérimentales. Cela nous permet de déterminer les paramètres régissant ces modèles et ainsi obtenir la loi de comportement du matériau. Malheureusement, quel que soit le modèle utilisé, il est impossible d'obtenir une représentation complète du profil. En effet, si l'ajustement représente correctement les vitesses élevées (proches

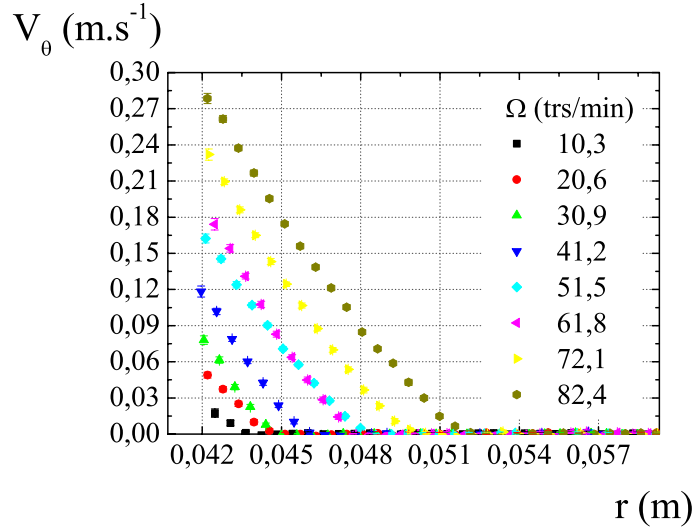


FIG. 3.5 – *Profils de vitesse mesurés par IRM dans l’entrefer d’une géométrie de Couette pour différents niveaux de vitesse imposés, pour un même instant donné. Visualisation des erreurs commises lors de cette mesure.*

du cylindre intérieur), alors les faibles vitesses (proches de l’interface) ne sont pas correctement prédites, et inversement. C’est pourquoi, nous réalisons trois ajustements sur le profil de vitesse en privilégiant soit les vitesses élevées, soit les vitesses faibles, soit un comportement moyen représentant l’allure générale du profil. Nous avons, ainsi, accès à trois jeu de paramètres pour chaque modèle. Les six contraintes seuil, ainsi déterminées, ne présentent pas de différences majeures. En revanche, les viscosités apparentes du modèle de Bingham prennent des valeurs très différentes suivant la zone considérée. Par ailleurs, l’exposant n du modèle de Herschel-Bulkley prend des valeurs légèrement inférieures à 1, caractéristique d’un comportement rhéofluidifiant, excepté dans le cas des faibles vitesses. Ainsi, le profil peut présenter un comportement à la fois rhéofluidifiant et rhéoépaississant.

Finalement, nous obtenons plusieurs jeux de paramètres caractérisant des comportements différents suivant la partie considérée. Mais aucun ne peut être représentatif de l’ensemble des caractéristiques. Ces modèles ne conviennent donc pas pour représenter le comportement en écoulement de ce matériau.

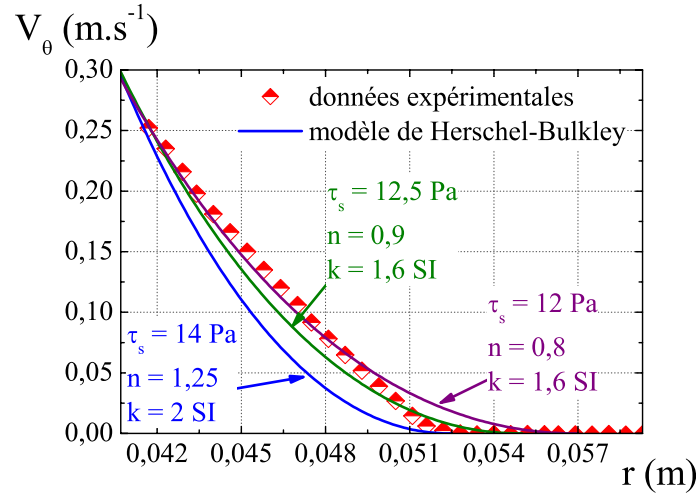
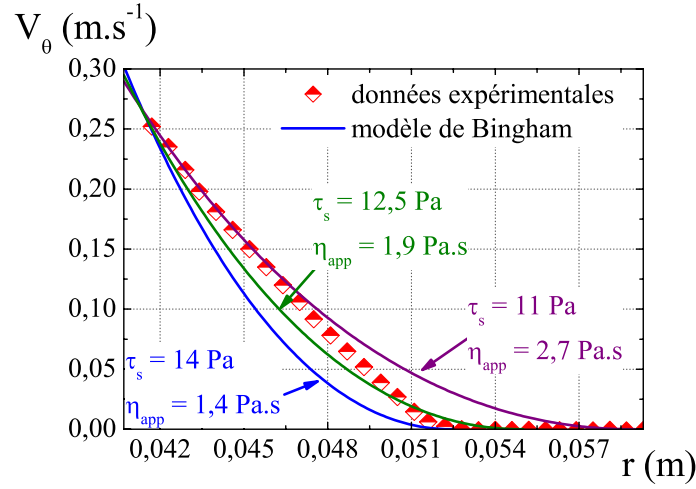


FIG. 3.6 – Profils de vitesse mesurés par IRM dans l'entrefer d'une géométrie de Couette pour une vitesse de rotation imposée de 72,1 trs/min. Meilleures régressions obtenues pour les modèles de Bingham et de Herschel-Bulkley suivant la zone considérée (vitesse élevée, faible vitesse ou allure générale).

3.1.5 Homogénéité du mélange

Avant de rejeter tous les modèles préalablement cités, il convient de vérifier que cette rupture de pente correspond aux propriétés intrinsèques du matériau et non à des effets expérimentaux indésirables. Cela pourrait être lié à un phénomène de sédimentation ou plus vraisemblablement à une mi-

gration de particules de la partie cisailée vers celle non cisailée. Le matériau évoluerait au cours de l'essai et ne serait plus homogène.

Pour la vérification de ce point, nous utilisons de nouveau l'IRM mais avec une technique d'imagerie différente. Cet outil travaille en fait sur le proton de l'eau, souvent présent dans les matériaux du génie civil. Des images relatives à l'intensité de signal, qui sont proportionnelles à la quantité de proton présent dans le matériau et par conséquent à la concentration en eau, sont réalisées. Nous avons alors accès au champs de concentration en eau dans l'ensemble du matériau. Il convient de préciser que ces mesures ne sont que qualitatives et ne permettent pas d'avoir d'informations quantitatives sur cette concentration.

Avant de commencer les essais, il faut vérifier la sensibilité de la mesure. À cet effet, nous préparons trois pâtes de ciment blanc avec des rapports E/C distincts, tout en conservant les proportions de superplastifiant et de nanosilice qui sont calculées à partir de la masse de ciment. Nous sommes donc sûrs que la quantité d'eau présente dans chaque coulis est différente. La préparation de ces coulis est réalisée manuellement, en petite quantité, de sorte que le temps entre deux préparations soit réduit au maximum (dix minutes d'écart entre la première et la troisième). Les trois matériaux sont alors versés dans trois pots cylindriques identiques et placés dans l'IRM pour les mesures. Sur l'image prise (*Fig. 3.7*), nous distinguons trois disques correspondant aux trois pots, l'image étant réalisée en moyennant le signal sur toute la hauteur des échantillons. Ces disques ont des niveaux de gris distincts qui sont proportionnels à l'intensité de signal mesurée. En effet, nous passons du gris foncé pour le rapport $E/C = 0,33$, contenant peu d'eau, au gris très clair pour le rapport $E/C = 0,37$, où la concentration en eau est la plus grande.

Nous rappelons (*Tab. 3.1*) les correspondances entre concentrations massiques et volumiques pour les matériaux formulés. Nous pouvons donc, grâce à cette technique, visualiser des variations volumiques de l'ordre de 1% susceptibles d'intervenir lors d'essais de mesures de profils de vitesse. Par conséquent, nous obtenons une bonne sensibilité de mesure.

concentrations massiques (E/C)	concentrations volumiques (ϕ)
0,33	0,483
0,35	0,469
0,37	0,456

TAB. 3.1 – *Tableau de correspondance entre concentrations massiques et volumiques des coulis formulés.*

Il nous reste alors à appliquer ce principe au cours d'essais d'écoulement. Pour cela, nous opérons comme décrit précédemment pour une vitesse de ro-

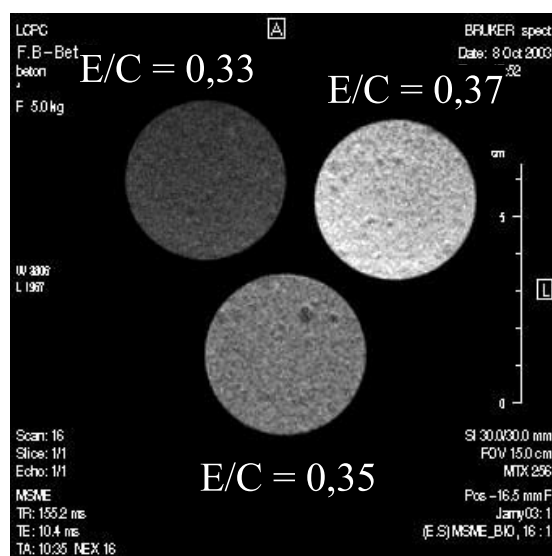


FIG. 3.7 – Image en intensité de signal sur trois matériaux de trois concentrations massiques différentes ($E/C = 0,33$, $E/C = 0,35$ et $E/C = 0,37$). Plus le niveau de gris est clair, plus la concentration en eau est importante.

tation de $82,4 \text{ trs/min}$. Dans un premier temps, nous vérifions que l'entrefer est partiellement cisailé en utilisant une technique d'imagerie rapide dans laquelle l'échantillon est marqué virtuellement par un champ magnétique se traduisant par la visualisation de rayures horizontales. La déformation de ces rayures nous renseigne qualitativement sur les profils des vitesses au sein de l'entrefer. Près du cylindre extérieur, il n'y a pas de déformations (les rayures restent horizontales) alors qu'à l'approche du cylindre intérieur des déformations apparaissent (*Fig. 3.8 a*). Ceci nous indique que l'entrefer est bien partiellement cisailé. Dans un second temps, nous réalisons une image en intensité de signal (*Fig. 3.8 b*) juste après avoir arrêté la rotation car celle-ci perturbe la mesure. Le niveau de gris dans l'entrefer reste uniforme en moyenne ce qui indique que le matériau est resté homogène. De la même manière, nous vérifions qu'il n'existe pas de problèmes liés à la sédimentation en réalisant une image sur une section verticale de la géométrie (*Fig. 3.8 c*). Le niveau de gris reste aussi uniforme pour l'ensemble du matériau. Nous pouvons donc conclure que la rupture de pente n'est pas due à un phénomène de migration mais est bien une propriété intrinsèque du matériau. Un argument supplémentaire dans ce sens est que cette rupture de pente est présente sur le premier profil de vitesse mesuré après seulement dix secondes d'écoulement, ce qui apparaît comme une durée particulièrement courte pour qu'un phénomène de diffusion ait lieu à ces concentrations.

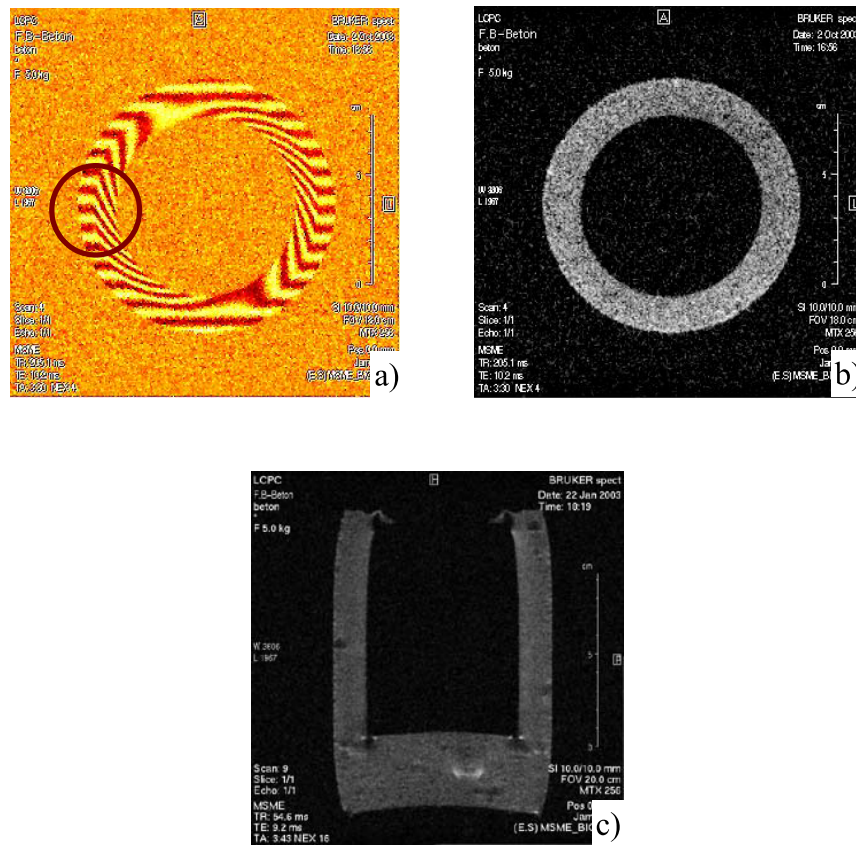


FIG. 3.8 – a) Profil de vitesse zébré observé pour une vitesse de rotation de 82,4 trs/min. Visualisation de l'entrefer partiellement cisailé grâce à la déformation des rayures initialement horizontales dans la partie encerclée. b) Image en intensité de signal proportionnelle à la concentration en eau au sein de l'entrefer. Vérification de l'homogénéité du coulis par l'obtention d'un niveau de gris uniforme. c) Image en intensité de signal proportionnelle à la concentration en eau dans une section verticale de la géométrie. Vérification de l'homogénéité du coulis par l'obtention d'un niveau de gris uniforme.

3.1.6 Mesures du couple

Pour compléter cette étude il faut avoir accès aux couples correspondant aux vitesses de rotation. Or le capteur de couple placé sur le moteur n'est pas adapté pour nos suspensions qui nécessitent un capteur plus précis. Pour remédier à ce problème, notre rhéomètre de laboratoire à contrainte imposée

a subi des modifications de manière à pouvoir recevoir une géométrie de dimensions identiques à celle employée dans l'IRM (*Fig. 3.9*).



FIG. 3.9 – Une géométrie identique à celle utilisée dans l'IRM est adaptée sur le rhéomètre Bohlin C-VOR.

Nous pouvons donc répéter les expériences réalisées à l'IRM et obtenir l'évolution du couple au cours du temps pour les mêmes vitesses de rotation et dans les mêmes conditions expérimentales (*Fig. 3.10*). Le couple ne tend pas vers un régime établi mais varie tout au long des essais. Néanmoins, cette évolution particulière se retrouve quel que soit le niveau de vitesse imposé. En outre, la présence de fluctuations au cours des premiers instants de l'écoulement résulte du fait que les vitesses sont imposées par un système d'asservissement de la contrainte². De plus, la grande taille de la cuve entraîne des effets inertiels non négligeables. Néanmoins, dès que le cylindre intérieur est en mouvement les fluctuations disparaissent et l'application de la vitesse est stable au cours du temps.

3.1.7 Établissement de l'écoulement

Pour compléter cette étude, il est intéressant de suivre l'établissement de l'écoulement au cours du temps. En effet, comme les mesures de couple montrent qu'on n'atteint pas de régime établi, cette évolution doit être associée à l'évolution des profils de vitesse.

Les profils de vitesse que l'on a toutes les dix secondes permettent de mettre en évidence que l'établissement de l'écoulement se fait en deux phases (*Fig. 3.11*). Dans un premier temps, la zone cisailée se réduit ; l'interface

²Nous rappelons que le rhéomètre que nous utilisons est à contrainte imposée.

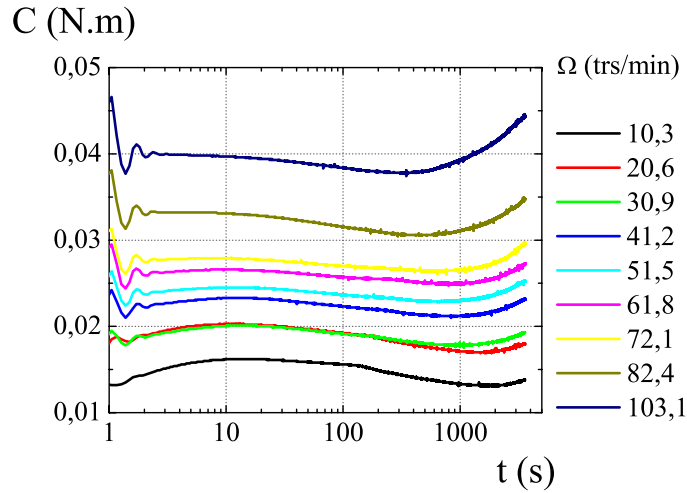


FIG. 3.10 – Évolution du couple au cours du temps pour des vitesses de rotation imposée variant de 10 à 100 trs/min. Avant l'application de chaque niveau de vitesse un précisaillement de 130 trs/min est imposé afin de correspondre aux essais à l'IRM.

entre la partie en écoulement et celle immobile se déplace vers le cylindre intérieur. Ceci est à associer à une structuration du matériau, et par conséquent à la présence de thixotropie. En effet, la pâte de ciment est au départ dans un état de structuration faible du fait du fort précisaillement appliqué avant le début de l'essai. Il y a alors une structuration dans les zones faiblement cisailées, se traduisant par le déplacement de l'interface vers le cylindre intérieur. Des essais similaires sur d'autres matériaux thixotropes [98], tels que des suspensions de laponite ou de bentonite, montrent un établissement se faisant par une réduction progressive de la partie cisailée jusqu'à l'obtention d'un régime permanent. Mais, dans un second temps, le phénomène s'inverse et l'interface se déplace alors vers le cylindre extérieur pour tendre vers le régime final. Au cours de cette phase, la structuration s'opérant dans les zones faiblement cisailées est remplacée par une déstructuration. Cet effet caractérise un changement de comportement de la pâte de ciment, relatif aux modifications des interactions physico-chimiques s'opérant au sein du coulis. Cette observation correspond à une évolution irréversible du matériau, donc au vieillissement précédemment décrit (voir chapitre 1).

Finalement, nous définissons deux zones d'étude. La première, sur les premiers instants de l'écoulement, où la thixotropie prédomine sur le vieillissement et une deuxième où le vieillissement prend le dessus sur la thixotropie

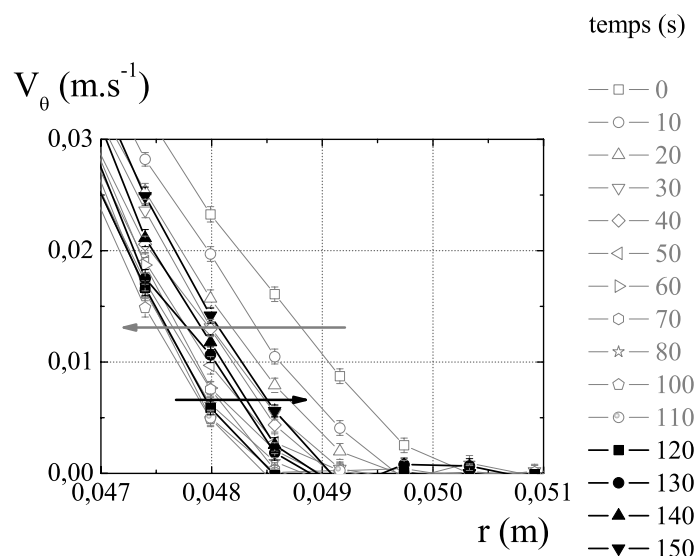


FIG. 3.11 – Profils de vitesse sur les 150 premières secondes de l'écoulement, pour une vitesse de rotation imposée de 51,5 trs/min. Zoom et visualisation de l'effet "aller-retour" dans l'entrefer.

(Fig. 3.12). Dans la suite de ce travail, nous nous intéresserons principalement à la première phase de l'écoulement, là où la thixotropie est présente.

Il est bon de remarquer que ce phénomène n'est pas observé sur les mesures faites au viscosimètre lors de la phase de formulation du matériau "modèle". En effet, ces variations internes des profils de vitesse n'influencent pas, de façon suffisante, les valeurs macroscopiques de couple et de vitesse de rotation. Cela confirme donc le fait que les mesures de rhéométrie globale ou macroscopiques peuvent cacher certaines propriétés des fluides étudiés (voir chapitre 1). Par ailleurs, compte tenu de la taille de la géométrie utilisée, il conviendra par la suite de vérifier l'influence des effets inertiels sur la mise en mouvement du fluide.

3.2 Analyse des résultats

3.2.1 Profils de vitesse

3.2.1.1 Gradient de vitesse critique

Nous observons une transition abrupte de comportement entre deux zones distinctes lors de l'écoulement au sein de l'entrefer de deux cylindres co-axiaux. À l'interface entre ces deux zones, une rupture de pente sur les profils

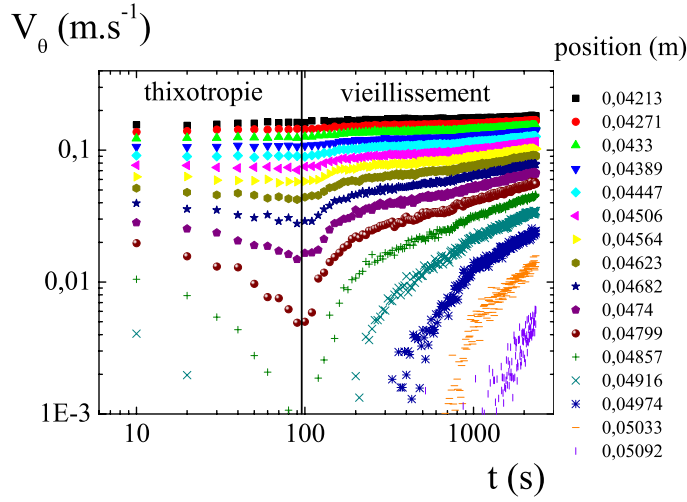


FIG. 3.12 – Évolution de la vitesse au cours du temps pour différentes positions dans l'entrefer. Vitesses obtenues pour une vitesse de rotation imposée de 51,5 trs/min

de vitesse mesurés est mise en évidence. Nous associons alors la position de cette interface à un rayon critique (r_c) et la pente à cette position à un gradient de vitesse critique ($\dot{\gamma}_c$) (Fig. 3.13). Le gradient de cisaillement, défini au chapitre 1, s'écrit aussi de la manière suivante :

$$\dot{\gamma} = \left| r \frac{\partial}{\partial r} \frac{V_\theta}{r} \right| = \left| \frac{\partial V_\theta}{\partial r} - \frac{V_\theta}{r} \right| \quad (3.1)$$

où V_θ représente la vitesse tangentielle et r le rayon.

Or le long de l'interface ($r = r_c$), la vitesse tangentielle est nulle et le gradient de vitesse critique ($\dot{\gamma}_c$) s'écrit de manière simplifié :

$$\dot{\gamma} \Big|_{r=r_c} = \dot{\gamma}_c = \left| \frac{\partial V_\theta}{\partial r} \right|_{r=r_c} \quad (3.2)$$

Les valeurs de ces paramètres (Tab. 3.2) sont alors déterminées par ajustement d'une droite sur les points proches de l'interface. La pente de la droite nous donne directement accès au gradient de vitesse critique alors que son intersection avec l'axe des abscisses précise la position du rayon critique. Il est clair que la précision des valeurs obtenues est fortement dépendante de celle des mesures expérimentales, comme nous le verrons par la suite, mais aussi du choix des points utilisés pour réaliser la régression. Malgré toutes ces difficultés cette technique d'analyse nous permet d'obtenir une évaluation satisfaisante de ces deux paramètres.

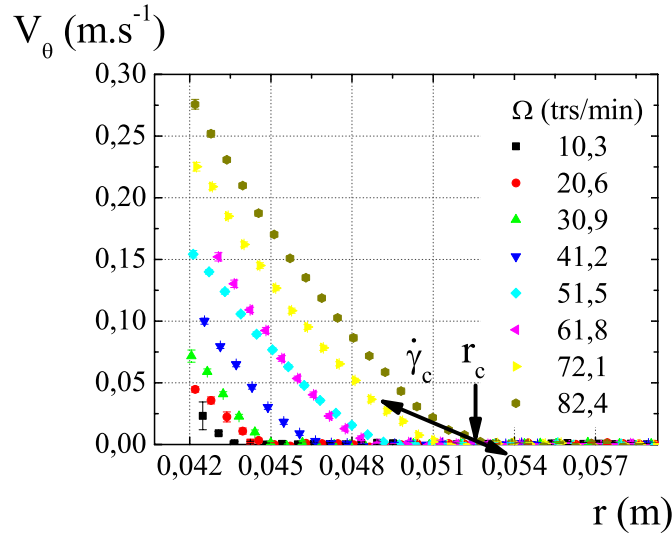


FIG. 3.13 – Visualisation du rayon critique (r_c) et du gradient de vitesse critique ($\dot{\gamma}_c$) sur les profils de vitesse moyennés sur 10 s mesurés à l'IRM, obtenus après 20 s d'écoulement.

Nous présentons ici les valeurs des gradients de vitesse critiques obtenues sur les profils de vitesse après 20 et 80 s d'écoulement. Le choix de ces deux temps est dicté par les observations faites dans la section précédente. Nous avons constaté que l'établissement de l'écoulement s'opère en deux phases distinctes : celle où la thixotropie prédomine est observée sur les premiers instants de l'écoulement. Nous effectuons donc notre analyse sur les profils de vitesse mesurés au début (après 20 s) et à la fin (après 80 s) de cette zone, afin d'obtenir des informations sur l'évolution des propriétés de notre pâte de ciment.

Ces valeurs sont tracées sur un même graphique (*Fig. 3.14*) et les valeurs moyennes sont calculées. Nous remarquons, dans un premier temps, que les gradients de vitesse critiques prennent des valeurs très proches. De plus, pour les deux séries de mesures il existe de très faibles variations autour de la valeur moyenne et aucune tendance à l'augmentation ou à la diminution en fonction de la vitesse de rotation appliquée n'est observable.

3.2.1.2 Incertitudes de mesures et d'analyses

La dispersion des valeurs, et notamment des deux gradients de cisaillement critiques moyens, provient des incertitudes de fabrication, de mesures et d'analyses.

	après 20 s d'écoulement		après 80 s d'écoulement	
Ω (trs/min)	r_c (m)	$\dot{\gamma}_c$ (s ⁻¹)	r_c (m)	$\dot{\gamma}_c$ (s ⁻¹)
10,3	0,04426	6,5	0,04414	11,5
20,6	0,04531	6,8	0,04504	11,6
30,9	0,04536	9,3	0,04546	15,3
41,2	0,04724	6,9	0,04643	9,5
51,5	0,04956	9,1	0,04884	9,9
61,8	0,04891	10,6	0,04812	12,5
72,1	0,05148	7,3	0,05052	9,9
82,4	0,05305	9,2	0,05219	13,4

TAB. 3.2 – Tableau des valeurs des rayons et des gradients de vitesse critiques, obtenus après un écoulement de 20 s et 80 s, pour les différentes vitesses de rotation étudiées.

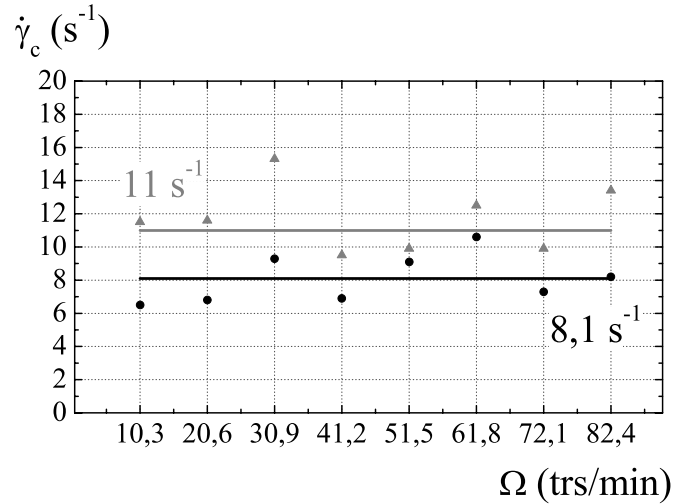


FIG. 3.14 – Valeurs de $\dot{\gamma}_c$ en fonction des vitesses de rotation appliquées. Détermination des valeurs moyennes après 20 et 80 s d'écoulement.

Tout d'abord, la fabrication du matériau, malgré un soin particulier lors des pesées des divers produits, peut conduire à des coulis aux propriétés légèrement différentes. Par exemple, les profils obtenus pour des vitesses de rotation de 51,5 et 61,8 trs/min se superposent (*Fig. 3.13*) alors que nous nous attendons évidemment à avoir une partie cisailée plus importante pour la vitesse de rotation la plus élevée.

	après 20 s d'écoulement		
Ω (trs/min)	Err moy ($mm.s^{-1}$)	Err min ($mm.s^{-1}$)	Err max ($mm.s^{-1}$)
10,3	1,52	0,91	11,3
20,6	1,71	1,29	4,03
30,9	1,60	1,27	4,95
41,2	1,61	1,33	2,47
51,5	1,59	1,27	3,06
61,8	1,99	1,48	3,31
72,1	1,92	1,48	3,52
82,4	2,02	1,43	3,98
	valeurs moyennes pour chaque colonnes		
	1,75	1,31	4,58
	après 80 s d'écoulement		
Ω (trs/min)	Err moy ($mm.s^{-1}$)	Err min ($mm.s^{-1}$)	Err max ($mm.s^{-1}$)
10,3	1,45	0,94	5,63
20,6	1,64	1,20	3,07
30,9	1,55	1,20	3,06
41,2	1,82	1,49	4,56
51,5	1,56	1,16	3,00
61,8	2,02	1,48	4,71
72,1	1,85	1,33	4,86
82,4	2,02	1,41	4,39
	valeurs moyennes pour chaque colonnes		
	1,74	1,28	4,16

TAB. 3.3 – Tableau des erreurs sur les mesures de vitesses tangentielles, obtenus après un écoulement de 20 s et 80 s, pour les différentes vitesses de rotation étudiées. Les valeurs moyennes sont calculées sur l'ensemble des points formant un profil.

Ensuite, la technique IRM permet de mesurer les vitesses tangentielles avec a priori une bonne précision (Tab. 3.3). En effet, les erreurs absolues liées aux données varient entre ± 1 et $\pm 5 \text{ mm.s}^{-1}$, ces dernières étant obtenues pour des vitesses tangentielles élevées alors que les premières correspondent aux vitesses les plus faibles. Par ailleurs, les valeurs moyennes de chaque colonne, après 20 et 80 s d'écoulement sont en bon accord. Néanmoins, en comparant les erreurs relatives³, dans la zone de la partie cisailée, nous constatons que la précision des mesures diminue au fur et à mesure que la vitesse tangentielle décroît. En effet, les incertitudes restent inférieures à

³Ces erreurs sont calculées en prenant la valeur absolue du rapport de l'incertitude des mesures IRM sur la valeur de la vitesse tangentielle associée.

10% sur l'ensemble du profil alors qu'elles peuvent dépasser les 100% sur les derniers points proches de l'interface (*Fig. 3.15*). Or les gradients de vitesse critiques sont calculés par l'intermédiaire de ces derniers points, ce qui entraîne des erreurs d'autant plus grandes. Étant donné que les gradients de vitesse sont déterminés par application d'une droite sur les points proches de l'interface, une approximation de $\dot{\gamma}_c$ est donnée par :

$$\dot{\gamma}_c = \left| \frac{v_2 - v_1}{r_2 - r_1} \right| \quad (3.3)$$

où v_2 et v_1 correspondent aux valeurs des vitesses tangentielles et r_2 et r_1 à leurs positions respectives dans l'entrefer. Par conséquent, l'incertitude sur le calcul de $\dot{\gamma}_c$ s'écrit :

$$\frac{\Delta \dot{\gamma}_c}{\dot{\gamma}_c} = \left| \frac{2\Delta v}{v_2 - v_1} \right| + \left| \frac{2\Delta r}{r_2 - r_1} \right| \quad (3.4)$$

où $\Delta \dot{\gamma}_c$, Δv et Δr sont respectivement les incertitudes sur le gradient de cisaillement critique, la vitesse tangentielle et la position radiale dans l'entrefer.

Pour la suite du calcul, la valeur moyenne de $\Delta v = 1,75 \text{ mm.s}^{-1}$ est représentative des erreurs sur les points nous servant à calculer la pente (*Tab. 3.3*). En effet, bien que représentant des erreurs relatives très importantes, cette valeur correspond aux erreurs absolues des points utilisés pour le calcul de la pente. De plus, la différence $v_2 - v_1$ reste à peu près constante quel que soit le niveau de vitesse et le temps d'écoulement analysé, sa valeur moyenne est de 20 mm.s^{-1} . En ce qui concerne les données spatiales, la distance entre deux points est identique ($r_2 - r_1 = 1,18 \text{ mm}$) avec une précision $\Delta r = 0,01 \text{ mm}$. Nous pouvons donc effectuer une estimation de l'erreur commise sur le gradient de vitesse critique, en utilisant les deux valeurs moyennes déterminées après 20 et 80 s d'écoulement.

Nous obtenons alors :

- après 20 s d'écoulement : $\dot{\gamma}_c = 8,1 \pm 1,6 \text{ s}^{-1}$
- après 80 s d'écoulement : $\dot{\gamma}_c = 11,0 \pm 2,1 \text{ s}^{-1}$

Finalement, d'après la formule ci-dessus les incertitudes pour chaque gradient de vitesse critique sont déterminées et représentées sur un même graphique (*Fig. 3.16 a*)), ainsi que les valeurs moyennes. Les zones hachurées représentent les incertitudes autour des valeurs moyennes, alors que sur chaque point des barres d'erreurs sont tracées. Les premières englobent l'ensemble des points de mesures, seul le point obtenu pour la vitesse de rotation à $30,9 \text{ trs/min}$ après 80 s d'écoulement se situe en dehors. Malgré les fortes incertitudes sur la détermination des gradients de vitesse critiques, les résultats sont cohérents et tendent vers une même valeur. En effet, la valeur moyenne sur l'ensemble des deux séries, soit $\dot{\gamma}_c = 9,5 \pm 1,8 \text{ s}^{-1}$, à laquelle on associe les incertitudes (*Fig. 3.16 b*)), englobent la majorité des points. Par conséquent, le gradient de cisaillement critique garde la même valeur

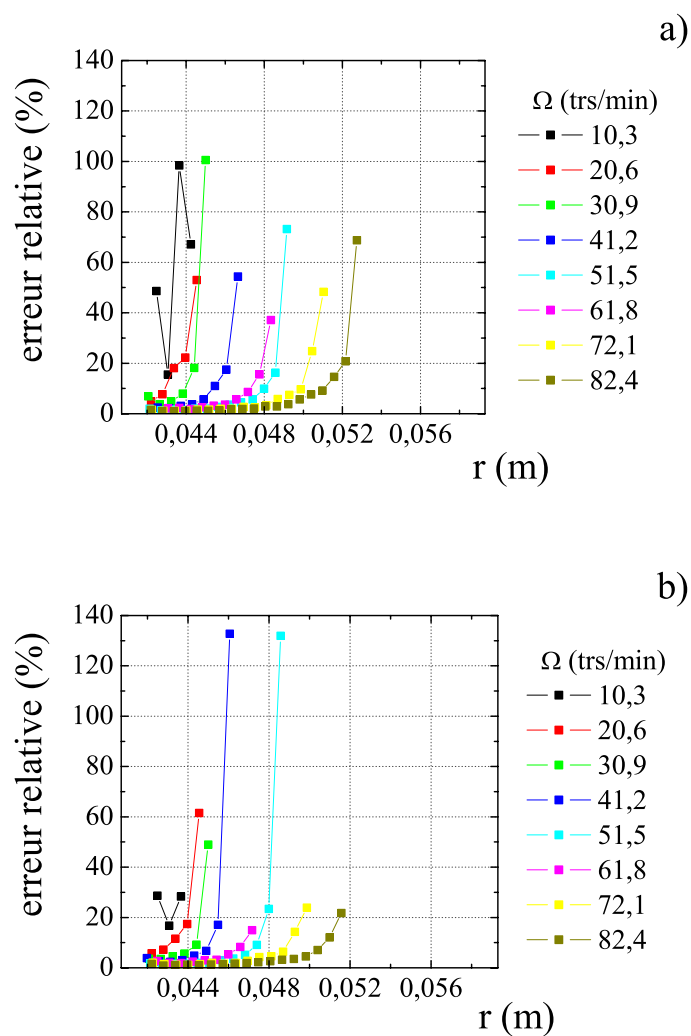


FIG. 3.15 – Erreurs relatives en fonction de la position dans l'entrefer. a) Erreurs associées aux mesures par IRM sur le profil de vitesse obtenu après 20 s d'écoulement. b) Erreurs associées aux mesures par IRM sur le profil de vitesse obtenu après 80 s d'écoulement.

dans la phase transitoire d'écoulement et pour des conditions d'écoulement similaires, où seul le niveau de vitesse imposé change.

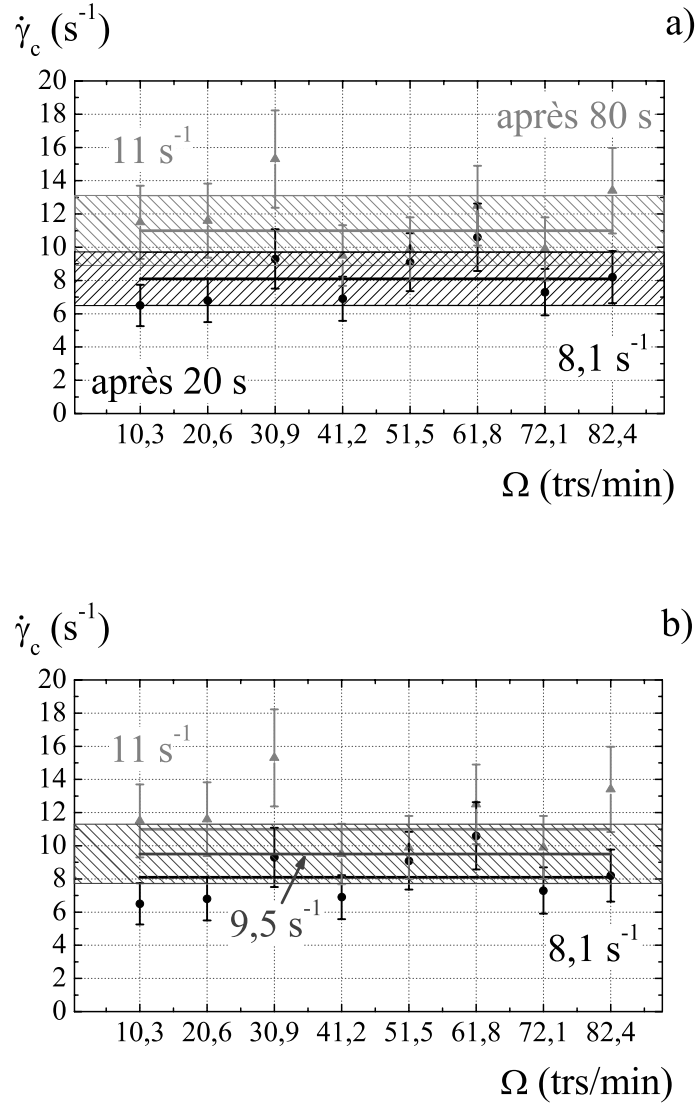


FIG. 3.16 – Valeurs des gradients de vitesse critiques en fonction des vitesses de rotation appliquées. a) Représentation des incertitudes en chaque point (barres d'erreurs) et des incertitudes sur les valeurs moyennes (parties hachurées). b) Valeur moyenne du gradient de cisaillement critique sur l'ensemble des deux séries de mesures ainsi que les erreurs associées (zone hachurée).

3.2.1.3 Influence d'un temps de repos

Cette étude est complétée par l'analyse de profils de vitesse obtenus après différents temps de repos préalables. Pour ce faire, après l'application du précisaillement le cylindre intérieur est maintenu immobile pendant une durée fixée. À la fin de ce temps de repos, nous imposons une vitesse de rotation constante au cours du temps. Nous travaillons avec une vitesse de rotation unique de $61,8 \text{ trs/min}$ et avec trois temps de repos de 1, 5 et 30 *min*.

L'observation de l'établissement de l'écoulement au cours du temps après l'application des temps de repos, nous indique que le comportement diffère de celui obtenu sans temps de repos (*Fig. 3.17*). Le matériau part d'un état de structure initial différent en fonction des essais. Sans temps de repos préalable, il passe d'une vitesse de rotation importante à une plus faible. Dans ce cas, il part d'un état déstructuré qui se structure progressivement jusqu'à ce que le phénomène de vieillissement devienne prépondérant. En revanche, après un temps de repos, l'effet est inverse. Il passe d'une vitesse de rotation nulle à une vitesse de rotation supérieure. Il part ainsi d'un état structuré qui se déstructure progressivement. Le phénomène de vieillissement est, sans aucun doute, présent mais il n'est plus visible. La comparaison des profils de vitesse s'avère donc délicate.

Dans un premier temps, nous comparons les premiers profils de vitesse mesurés après l'application de la vitesse de rotation de $61,8 \text{ trs/min}$ (*Fig. 3.18*). La zone cisailée se réduit en fonction du temps de repos préalable. En effet, cette zone après 5 *min* de repos est plus faible que celle obtenue après 1 *min* de repos, qui elle-même est inférieure à celle mesurée sans temps de repos. En revanche, après 30 *min* de repos le phénomène s'inverse et le profil de vitesse est proche de celui correspondant à un temps de repos nul. Ainsi le matériau se structure progressivement au cours du temps, puis l'effet du vieillissement devient prépondérant au bout d'un temps repos critique compris entre 5 et 30 *min*. Cela confirme donc les observations précédentes. De plus, la cinétique de structuration semble être rapide sur les premiers instants. En effet, la diminution de la zone cisailée est plus importante entre le temps de repos nul et celui de 1 *min* qu'entre le temps de repos de 1 *min* et celui de 5 *min*.

Dans un second temps, nous comparons les profils de vitesse pour des instants identiques, en tenant compte du temps de repos et du temps d'écoulement. L'instant initial est fixé à la fin du précisaillement et nous définissons quatre temps (60, 300, 1800 et 2440 *s*) pour lesquels nous comparons les profils de vitesse (*Fig. 3.19*). Ainsi, au même âge, le matériau présente un comportement différent. Néanmoins, ces différences disparaissent avec le temps et tous les profils tendent vers le même régime final.

Nous appliquons la même procédure décrite précédemment pour déterminer les gradients de vitesse critiques sur les profils de vitesse obtenus après les temps totaux de 60, 300, 1800 et 2440 *s*. Les valeurs restent du même ordre de grandeur que celles obtenues sans temps de repos, excepté pour deux

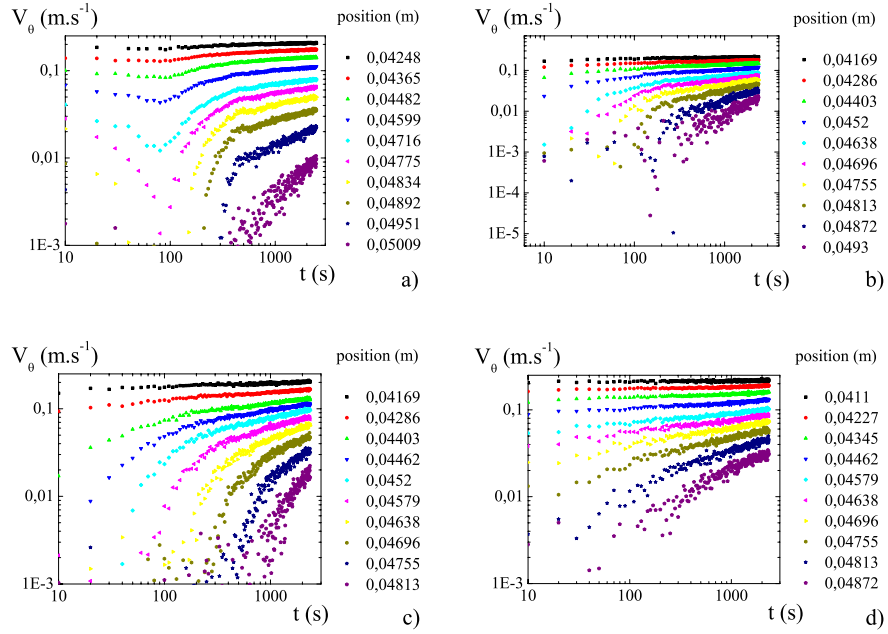


FIG. 3.17 – Évolution de la vitesse au cours du temps pour différentes positions dans l'entrefer. Vitesses obtenues pour une vitesse de rotation imposée de 61,8 trs/min. a) Sans temps de repos préalable. b) Pour un temps de repos de 1 min. c) Pour un temps de repos de 5 min. d) Pour un temps de repos de 30 min.

valeurs qui sont plus élevées. (Tab. 3.4). De plus, en calculant les valeurs moyennes nous obtenons :

- après un temps total de 60 s : $\dot{\gamma}_c = 10,2 \pm 1,9 \text{ s}^{-1}$
- après un temps total de 300 s : $\dot{\gamma}_c = 12,3 \pm 2,4 \text{ s}^{-1}$
- après un temps total de 1800 s : $\dot{\gamma}_c = 9,4 \pm 1,8 \text{ s}^{-1}$
- après un temps total de 2440 s : $\dot{\gamma}_c = 11,6 \pm 2,2 \text{ s}^{-1}$

Ces valeurs sont en accord avec celles déterminées sur les profils de vitesse sans temps de repos préalable. En outre, la valeur moyenne sur l'ensemble des treize mesures conduit à $\dot{\gamma}_c = 10,9 \pm 2,1 \text{ s}^{-1}$. Par conséquent, le gradient de vitesse critique conserve la même valeur au cours du temps pour des conditions initiales différentes, dans la mesure où divers temps de repos sont imposés. De plus, le vieillissement n'a pas d'effet sur cette valeur.

Il semble donc que ce gradient de vitesse critique soit un paramètre intrinsèque au matériau, ne dépendant ni de la vitesse de rotation imposée, ni de l'histoire préalable subie par le matériau.

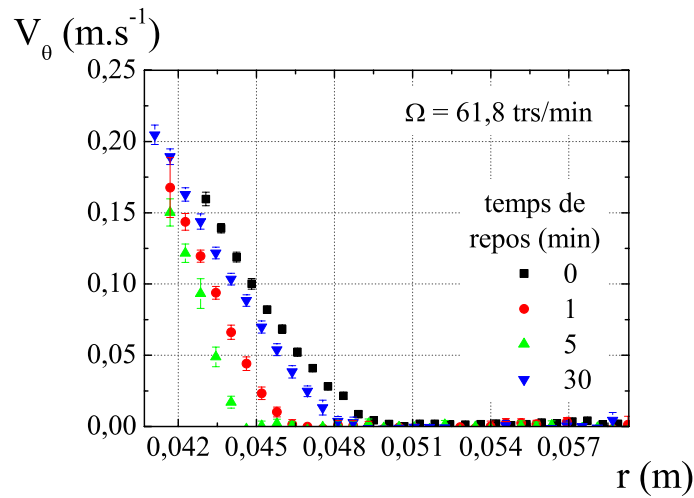


FIG. 3.18 – Profils de vitesse pour une vitesse de rotation de 61,8 trs/min après différents temps de repos (1, 5 et 30 min). Comparaison effectuée sur les premiers profils de vitesse après l'application de la vitesse de rotation.

temps de repos	$\dot{\gamma}_c \text{ (s}^{-1}\text{)}$			
	0 min	1 min	5 min	30 min
temps total 60 s	$11,6 \pm 2,2$	$8,9 \pm 1,7$	-	-
temps total 300 s	$11,2 \pm 2,1$	$11,6 \pm 2,2$	$14,2 \pm 2,7$	-
temps total 1800 s	$11,4 \pm 2,2$	$7,6 \pm 1,6$	$9,6 \pm 1,8$	$8,9 \pm 1,7$
temps total 2440 s	$9,7 \pm 1,9$	$9,3 \pm 1,8$	$17,7 \pm 3,4$	$9,6 \pm 1,8$

TAB. 3.4 – Tableau des gradients de vitesse critiques obtenus pour une vitesse de rotation de 61,8 trs/min pour différents temps de repos après 20 et 80 s d'écoulement. Incertitudes commises sur chaque mesure.

3.2.1.4 Loi de puissance tronquée

Dans la suite de l'étude, il est nécessaire de travailler sur un plus grand nombre de points, afin d'obtenir le champ de gradient de vitesse sur l'ensemble de l'entrefer. La détermination de celui-ci nécessite en effet la dérivation de la vitesse tangentielle par rapport au rayon. La précision en sera d'autant meilleure que le nombre de points est important. Pour ce faire, la solution la plus simple est de fitter les profils de vitesse mesurés. Le problème réside dans le choix de la loi à utiliser sur les données expérimentales. L'une des possibilités consiste à employer la loi de puissance tronquée (*An-*

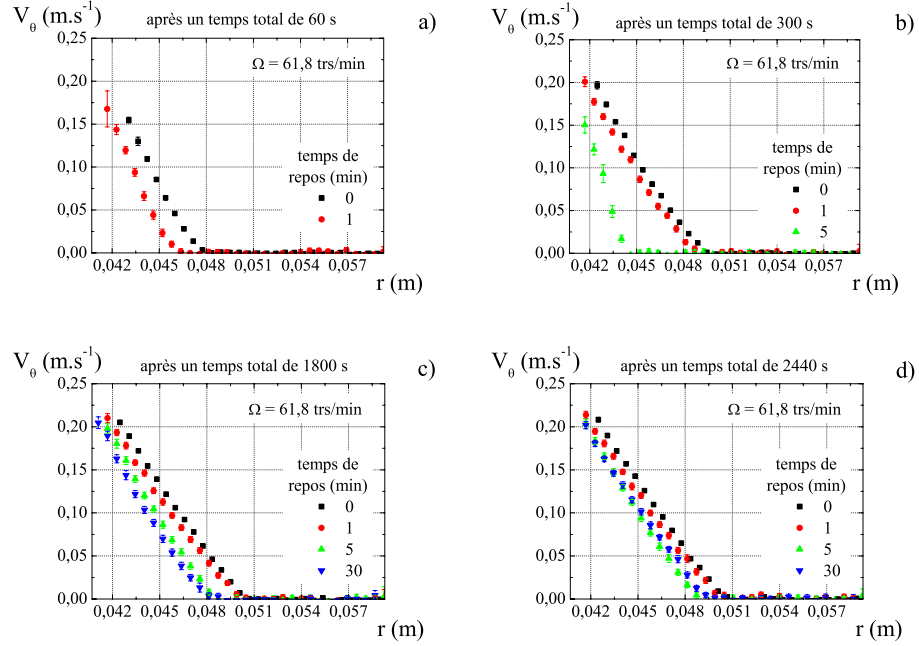


FIG. 3.19 – *Profils de vitesse pour une vitesse de rotation de 61,8 trs/min après différents temps de repos (1, 5 et 30 min). Comparaison effectuée pour des temps identiques par rapport à la fin du précisaillement. a) Après un temps total de 60 s. b) Après un temps total de 300 s. c) Après un temps total de 1800 s. d) Après un temps total de 2440 s.*

nexe D, [65]) qui a été développée dans un premier temps pour répondre à la présence de cette rupture de pente. De plus, l'utilisation de cette technique permettra de confirmer ou d'infirmer la valeur du gradient de vitesse critique déterminée auparavant.

La loi de puissance tronquée décrit correctement l'allure générale des profils de vitesse (*Fig. 3.20*). Néanmoins, à l'approche de l'interface entre la zone cisailée et celle non cisailée la correspondance devient moins bonne. En effet, dans cette zone la vitesse tangentielle ainsi prédite tend vers l'arrêt plus brutalement que les mesures expérimentales. Cela se traduit par l'obtention d'un gradient de vitesse critique deux fois plus important que celui déterminé précédemment (*Tab. 3.5*). Cette technique d'analyse n'apporte donc pas de précision sur la valeur du gradient de vitesse critique.

Par contre, la bonne concordance générale sur l'ensemble du profil nous autorise à travailler avec un nombre de points très supérieur à celui des

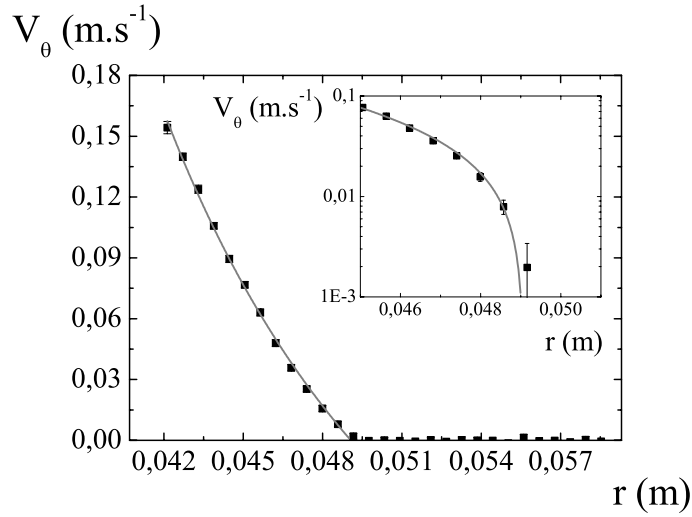


FIG. 3.20 – Application de la loi de puissance tronquée sur le profil de vitesse mesuré après 20 s d'écoulement pour une vitesse de rotation de 51,5 trs/min. Zoom sur la zone de l'interface entre la partie cisailée et celle non cisailée.

	après 20 s d'écoulement		après 80 s d'écoulement	
Ω (trs/min)	r_c (m)	$\dot{\gamma}_c$ (s^{-1})	r_c (m)	$\dot{\gamma}_c$ (s^{-1})
10,3	0,04361	17,3	0,04400	11,8
20,6	0,04463	16,1	0,04493	13,4
30,9	0,04492	20,3	0,04511	24,0
41,2	0,04687	11,8	0,04597	22,6
51,5	0,04900	15,2	0,04836	18,7
61,8	0,04860	16,3	0,04758	27,0
72,1	0,05090	16,0	0,05012	19,0
82,4	0,05235	16,6	0,05190	19,2

TAB. 3.5 – Tableau des valeurs des rayons et des gradients de vitesse critiques, obtenus après un écoulement de 20 s et 80 s, pour les différentes vitesses de rotation étudiées, par analyse à l'aide du modèle de puissance tronquée.

données expérimentales⁴. Ainsi nous avons accès à des courbes ajustées, décrivant correctement le comportement du matériau en écoulement, à partir desquelles nous pouvons réaliser des calculs avec une grande précision.

⁴Les courbes théoriques sont tracées avec 1861 points, correspondant à un écart entre deux points adjacents de 10^{-5} m.

3.2.1.5 Contrainte critique

À partir des valeurs des rayons critiques et des mesures de couple réalisées dans la même géométrie que celle utilisée dans l'IRM, nous calculons les contraintes critiques correspondant à la contrainte dans l'entrefer pour la position de l'interface, c'est à dire à la position du rayon critique.

Ces contraintes sont calculées pour chaque niveau de vitesse de rotation à partir de la définition suivante :

$$\tau_c = \frac{C}{2\pi r_c^2 h} \quad (3.5)$$

où C est la valeur du couple, r_c le rayon critique et h la hauteur du cylindre intérieur.

Les valeurs de couple sont moyennées⁵ sur 10 s afin de correspondre au temps d'acquisition des profils de vitesse. En effet, ces derniers correspondent aussi à des valeurs moyennes sur 10 s lors des essais dans l'IRM. Nous déterminons les contraintes critiques après 20 et 80 s d'écoulement (*Tab. 3.6*).

	après 20 s d'écoulement		après 80 s d'écoulement	
Ω (trs/min)	C (N.m)	τ_c (Pa)	C (N.m)	τ_c (Pa)
10,3	0,01620	11,6	0,01570	11,3
20,6	0,02022	13,8	0,01941	13,4
30,9	0,02008	13,7	0,01930	13,1
41,2	0,02328	14,6	0,02248	14,6
51,5	0,02448	14,0	0,02380	14,0
61,8	0,02653	15,5	0,02584	15,6
72,1	0,02781	14,7	0,02712	14,9
82,4	0,03295	16,4	0,03180	16,4

TAB. 3.6 – *Tableau des valeurs des couples et des contraintes critiques pour les différentes vitesses de rotation étudiées. Les valeurs des contraintes étant calculées au même instant que les profils mesurés.*

Comme précédemment, nous calculons et traçons les valeurs moyennes sur un même graphique (*Fig. 3.21*). Dans ce cas, les différences observées après 20 et 80 s d'écoulement sont minimes et nous obtenons une contrainte critique moyenne. Néanmoins, la contrainte critique a une légère tendance à l'augmentation avec la vitesse de rotation imposée. En dépit des incertitudes liées aux mesures nous n'avons pas d'explication pour ce phénomène. Compte tenu de la faible croissance observée, nous considérerons dans la suite de ce travail que la contrainte critique est unique et prend la valeur moyenne de 14,2 Pa.

⁵Les moyennes sont faites entre 10 et 20 s pour les valeurs après 20 s d'écoulement et entre 70 et 80 s pour les valeurs après 80 s d'écoulement.

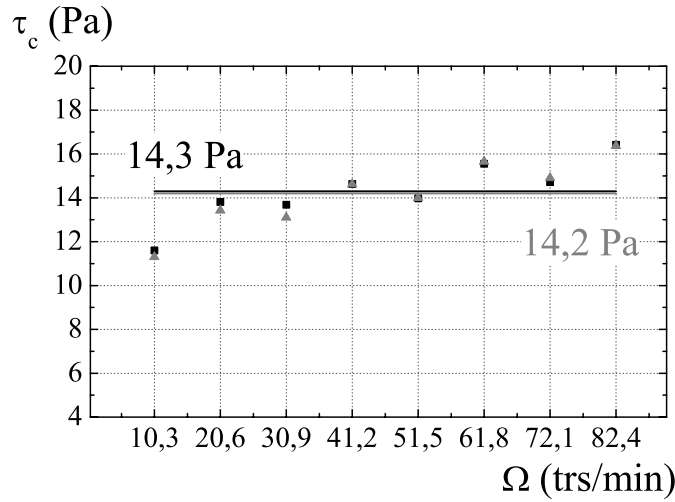


FIG. 3.21 – Valeurs de τ_c en fonction des vitesses de rotation appliquées. Détermination des valeurs moyennes après 20 et 80 s d'écoulement.

3.2.1.6 Incertitudes de mesures et d'analyses

Les mesures de couple sont, en fait, réalisées par l'intermédiaire d'un rhéomètre dont la précision de mesure est de 10^{-5} N.m avec la géométrie utilisée. De plus, la hauteur du cylindre intérieur a été mesurée à l'aide d'un pied à coulisse électronique d'une précision de 10^{-4} m . Quant à l'incertitude commise sur la détermination du rayon critique, nous l'estimons à 10^{-3} m , par comparaison avec les valeurs obtenues suivant différentes techniques d'interprétation des profils. Cette dernière valeur surestime certainement l'incertitude commise, mais nous permet d'avoir une grandeur représentative. Nous calculons alors l'incertitude sur chaque contrainte critique en utilisant la formule suivante :

$$\frac{\Delta\tau_c}{\tau_c} = \frac{\Delta C}{C} + \frac{2\Delta r_c}{r_c} + \frac{\Delta h}{h} \quad (3.6)$$

où τ_c , C , r_c et h représentent respectivement la contrainte critique, le couple, le rayon critique et la hauteur du cylindre intérieur, alors que $\Delta\tau_c$, ΔC , Δr_c et Δh correspondent aux erreurs qui leurs sont associées.

Les valeurs ainsi obtenues (Fig. 3.22) sont de l'ordre de $0,5 \text{ Pa}$ et n'expliquent donc pas la légère croissance observée. Les problèmes de répétabilité de fabrication d'un même matériau semblent être à l'origine de cette augmentation apparente. Ces erreurs, relatives à la fabrication, ne peuvent pas être quantifiées. Par conséquent, nous conservons comme valeur de la contrainte

critique une valeur de $14,2 \text{ Pa}$, valeur moyenne obtenue pour un même matériau suivant des conditions d'écoulement similaires où seul le niveau de vitesse de rotation imposé change.

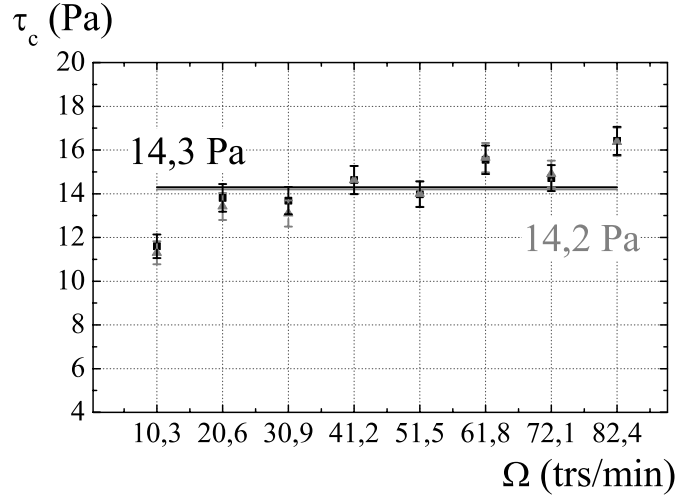


FIG. 3.22 – Valeurs de τ_c en fonction des vitesses de rotation appliquées. Ajout des incertitudes liées aux mesures.

3.2.1.7 Bilan

Finalement, les mesures de profils de vitesse ont mis en évidence un comportement qui n'était pas attendu. En effet, la visualisation de la rupture de pente entre la zone en écoulement et celle restant immobile ne peut être prédite par les modèles jusque là employés pour décrire la loi de comportement des matériaux cimentaires. De plus, deux paramètres sont à associer à cette interface : un gradient de cisaillement critique ($\dot{\gamma}_c$) et une contrainte critique (τ_c). Ces deux paramètres, obtenus pour des matériaux identiques dans des conditions d'écoulement similaires, prennent des valeurs uniques (aux incertitudes de mesures près). Par conséquent, ils correspondent aux propriétés intrinsèques du coulis. De plus, l'effet du vieillissement n'intervient pas sur la valeur du gradient de cisaillement critique. Le déplacement de l'interface est à associer à une diminution progressive de la contrainte critique au cours du temps.

3.2.2 Rhéogrammes "locaux"

L'analyse des profils nous permet, dans un second temps, de tracer les rhéogrammes "locaux". Nous désignons par ce terme les rhéogrammes obtenus directement par l'analyse des profils de vitesse et des valeurs de couple sans faire d'hypothèses sur la répartition des champs de contrainte ou de gradient de cisaillement au sein de l'entrefer.

Le champs de contrainte est, en effet, défini dans une géométrie à cylindres coaxiaux par :

$$\tau = \frac{C}{2\pi r^2 h} \quad (3.7)$$

où C est le couple, r le rayon et h la hauteur du cylindre intérieur.

À partir des mesures de couple, les contraintes en chaque point de l'entrefer sont calculées en faisant varier le rayon r entre les rayons intérieur (r_i) et extérieur (r_e). Dans la suite, nous calculons cette distribution de contrainte après 20 et 80 s d'écoulement, ce qui correspond aux profils étudiés précédemment.

Le gradient de vitesse est, quant à lui, défini, dans cette géométrie par :

$$\dot{\gamma} = \left| r \frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{V_\theta}{r} \right) \right| \quad (3.8)$$

où V_θ représente la vitesse tangentielle et r le rayon.

Par conséquent, le gradient de vitesse est directement obtenu à partir des profils de vitesse en calculant la dérivée. Cette opération est réalisée par l'utilisation d'une fonction du logiciel *Origin*© qui calcule la pente moyenne d'une fonction sur trois points adjacents. Dans ce cas, l'ajustement par la loi de puissance tronquée nous permet de travailler sur un plus grand nombre de points et par conséquent d'avoir accès plus finement à l'évolution du gradient de vitesse dans tout l'entrefer.

En traçant la contrainte locale en fonction du gradient de cisaillement local, nous obtenons un rhéogramme complet correspondant aux propriétés intrinsèques de notre matériau (*Fig. 3.23*). Il apparaît une faible dispersion des points suivant le niveau de vitesse de rotation imposé dans les deux cas. Néanmoins, le fait le plus remarquable est que la même tendance est observable sur toutes les courbes d'écoulement. Celles-ci ont, en effet, une évolution linéaire avec une même pente⁶ tendant vers un même palier pour les faibles gradients de vitesse (proches du gradient de vitesse critique), quel que soit le niveau de vitesse imposé. De plus, nous n'obtenons pas de points pour des valeurs de gradients de cisaillement inférieures au gradient de vitesse critique.

⁶Nous attirons l'attention sur le fait que les courbes sont tracées en échelle logarithmique.

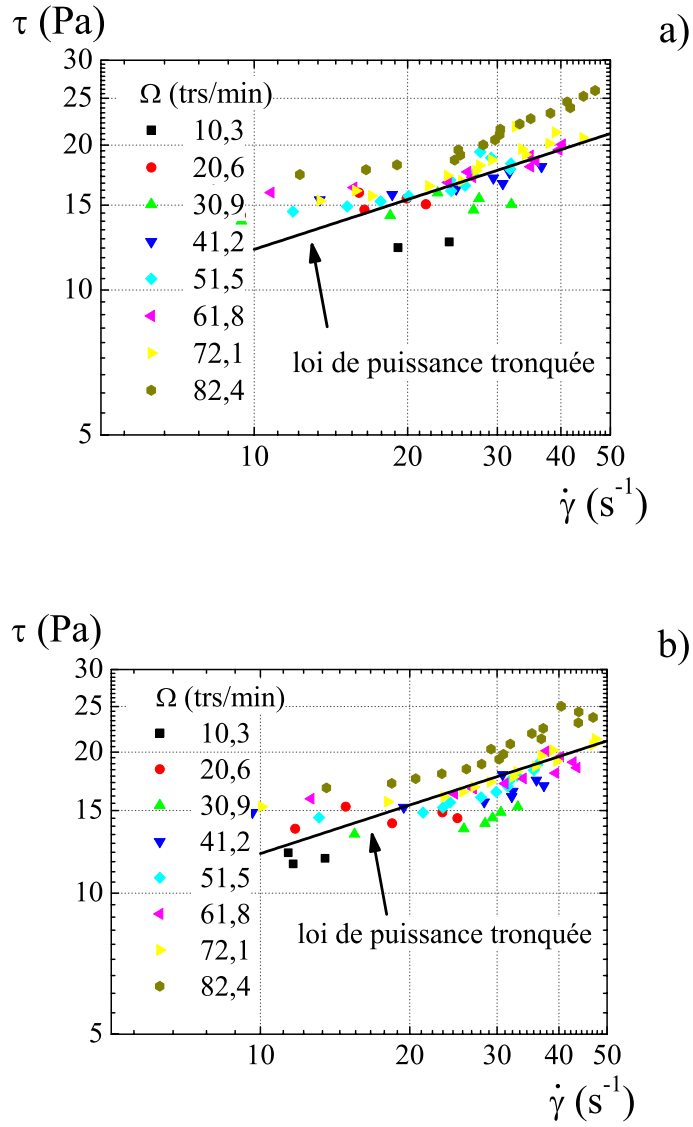


FIG. 3.23 – *Rhéogrammes locaux obtenus à partir des mesures directes de profils de vitesse et de couple. a) Rhéogrammes obtenus après 20 s d'écoulement. b) Rhéogrammes obtenus après 80 s d'écoulement.*

Par ailleurs, en traçant sur le même graphique (*Fig. 3.24*) ces rhéogrammes locaux, nous vérifions que nous obtenons bien un comportement similaire après 20 et 80 s d'écoulement. Néanmoins, un décalage est visible entre les deux courbes. En effet, pour un même gradient de vitesse

la contrainte appliquée est plus importante après 20 s qu'après 80 s d'écoulement. La déstructuration progressive des liaisons interparticulaires, lors de l'établissement de l'écoulement, est à l'origine de cette diminution de contrainte. Par contre, ceci n'a d'effet ni sur la valeur du plateau aux faibles gradients de vitesse, ni sur l'évolution de la viscosité apparente.

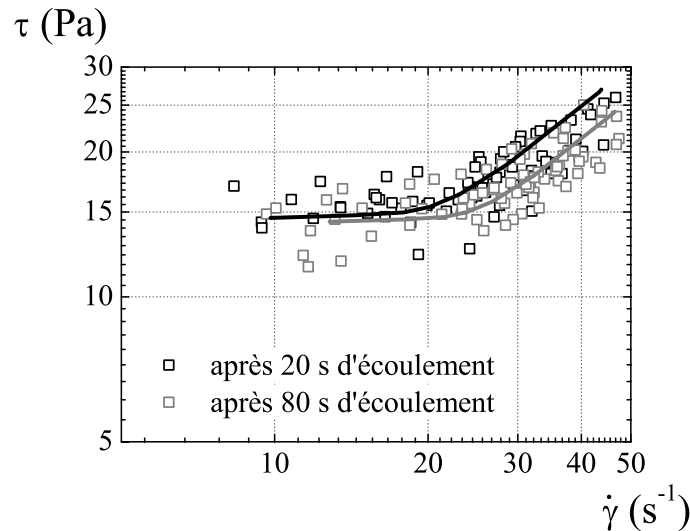


FIG. 3.24 – Comparaison des rhéogrammes locaux obtenus à partir des mesures directes de profils de vitesse et de couple après 20 et 80 s d'écoulement.

Les régressions, effectuées précédemment, à partir de la loi de puissance tronquée deviennent très importantes ici. En effet, nous avons des profils avec un grand nombre de points, qui nous permettent de calculer les gradients de vitesse sur l'ensemble du profil de vitesse et non plus sur les seuls points de mesure. Nous obtenons ainsi une évolution continue sur toute la zone cisailée (*Fig. 3.25*). En comparant les rhéogrammes ainsi déterminés à ceux obtenus directement à partir des mesures IRM, nous vérifions la bonne concordance des résultats. Mais comme nous l'avons souligné précédemment, nous observons une divergence à l'approche du gradient de vitesse critique. En effet, les valeurs calculées à partir de la loi de puissance tronquée surestiment ce dernier. Cela se traduit, sur les rhéogrammes ainsi obtenus, par des valeurs minimales de gradients de cisaillement comprises entre 15 et 20 s^{-1} . Les données expérimentales débutent, quant à elles, à partir du gradient de cisaillement critique réel, c'est à dire 10 s^{-1} .

De la même manière qu'auparavant, nous représentons les rhéogrammes obtenus à partir de la loi de puissance tronquée, après 20 et 80 s d'écoulement.

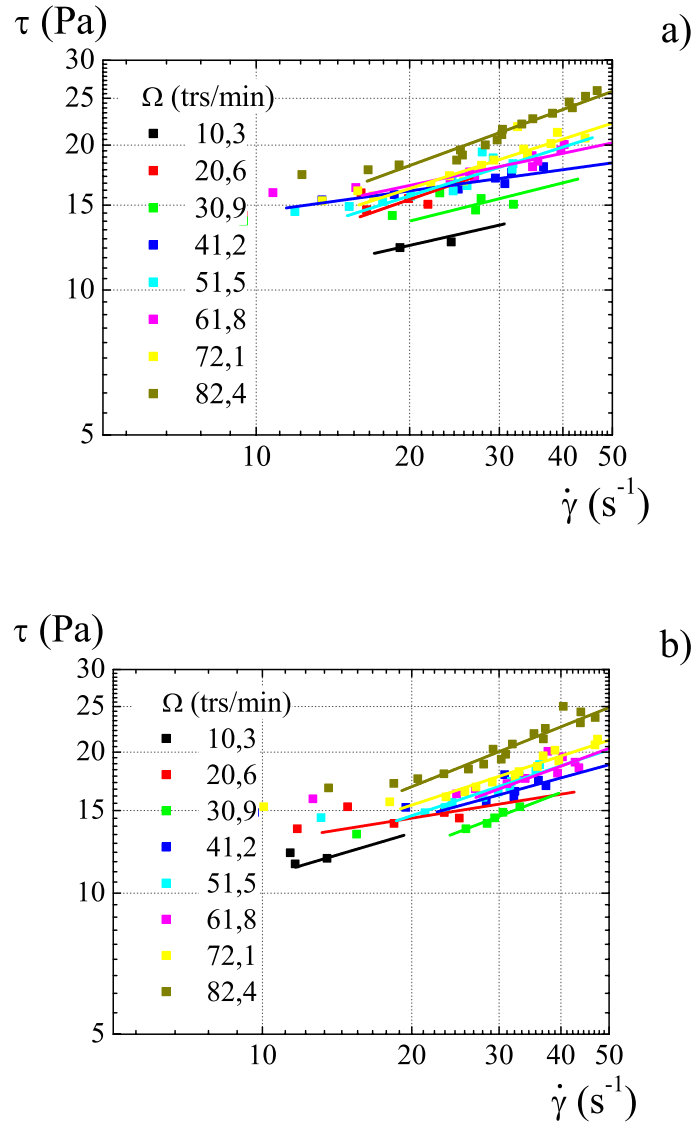


FIG. 3.25 – Comparaison des rhéogrammes locaux, obtenus par ajustement de la loi de puissance tronquée sur les profils de vitesse et du calcul du champ de contrainte au sein de l'entrefer à partir des mesures de couple (lignes continues), avec les rhéogrammes locaux déterminés directement avec les mesures. a) Rhéogrammes obtenus après 20 s d'écoulement. b) Rhéogrammes obtenus après 80 s d'écoulement.

ment, sur un même graphique (Fig. 3.26). Les observations qui ont été faites auparavant restent valables.

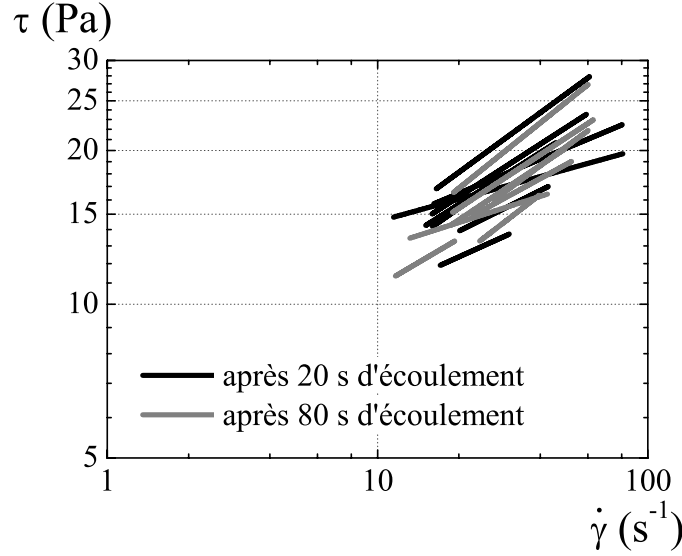


FIG. 3.26 – Comparaison des rhéogrammes locaux obtenus par ajustement de la loi de puissance tronquée sur les profils de vitesse et du calcul du champ de contrainte au sein de l'entrefer à partir des mesures de couple. a) Rhéogrammes obtenus après 20 s d'écoulement. b) Rhéogrammes obtenus après 80 s d'écoulement.

À partir de ces rhéogrammes locaux nous pouvons maintenant évaluer l'influence des effets inertiels sur l'écoulement du matériau. Pour ce faire nous calculons :

$$D = \sqrt{\nu t} \quad (3.9)$$

où ν représente la viscosité cinématique du fluide, t le temps de l'écoulement et D la distance en dessous de laquelle les effets liés à l'inertie restent négligeables. C'est à dire que pour une viscosité et un temps donnés, le fluide sera entraîné sans effet d'inertie sur une distance D , au delà de cette distance ces effets sont à prendre en considération.

Ainsi en utilisant les données obtenues après 20 s d'écoulement, nous avons accès à la viscosité dynamique η . Cette dernière varie entre 0,3 et 1,3 Pa.s en fonction du gradient de vitesse appliqué. Par conséquent, la distance D va prendre des valeurs comprises entre 5,46 et 11,36 cm, en prenant comme masse volumique $\rho = 2015 \text{ kg.m}^{-3}$ et comme temps caractéristique

$t = 20$ s. Finalement après 20 s d'écoulement la distance critique minimale est de 5,46 cm qui reste supérieure à la taille de l'entrefer, qui dans notre cas vaut 1,86 cm. Les effets inertiels sont donc négligeables et ne perturbent en aucun cas le développement de l'écoulement.

3.3 Conclusion

L'utilisation de l'imagerie par résonance magnétique permet d'avoir accès aux champs de vitesse au sein de l'entrefer d'une géométrie à cylindres co-axiaux. Les profils de vitesse mesurés nous renseignent sur le comportement local du matériau "modèle" en écoulement et nous permettent de remonter à sa loi de comportement sans hypothèses préalables.

Les observations montrent que les modèles à seuils (Bingham, Herschel-Bulkley, Casson, Eyring...) couramment employés pour décrire les pâtes de ciment en écoulement ne correspondent pas aux mesures locales des profils de vitesse. D'une part, la phase transitoire, et d'autre part, la rupture de pente entre la zone cisailée et celle non cisailée n'est prise en compte par aucun des modèles à seuils simples. À cette interface correspond un gradient de vitesse critique ($\dot{\gamma}_c$) et une contrainte critique (τ_c) uniques. Ces paramètres, intrinsèques au matériau étudié, sont les points de départ pour le développement d'une nouvelle loi de comportement.

Enfin, l'obtention des profils de vitesse et des valeurs de couple, pour chaque niveau de vitesse de rotation imposé, permet de remonter aux champs de gradient de vitesse et de contrainte dans tout l'entrefer. Les rhéogrammes locaux sont alors tracés et ils correspondent aux propriétés rhéologiques du matériau sans hypothèses préalables. La forme de ces courbes d'écoulement est particulière car nous n'obtenons pas de mesures en dessous du gradient de vitesse critique. Ce comportement est, dans l'ensemble, correctement décrit par la loi de puissance tronquée. Celle-ci prévoit, en effet, qu'en dessous d'une valeur critique de gradient de vitesse il n'y a pas d'écoulement. Il subsiste néanmoins une zone pour laquelle le modèle a ses limites. Au delà de cette zone il existe une bonne corrélation entre les mesures expérimentales et le modèle. Il est bon de souligner que cette loi permet de représenter le comportement en écoulement de la pâte de ciment pour des instants précis, mais ne prend pas en considération la phase transitoire.

Ces rhéogrammes, déterminés localement, nous serviront de référence, dans le chapitre suivant, où ils seront comparés à ceux obtenus par des techniques et dans des géométries plus traditionnelles.

Chapitre 4

Rhéométrie

Dans ce chapitre, nous utilisons un rhéomètre de laboratoire classique à contrainte imposée afin de compléter et de confirmer les résultats obtenus grâce à l'imagerie par résonance magnétique.

Nous présentons, tout d'abord, l'influence de la rugosité des surfaces et de la taille de l'entrefer sur les mesures réalisées. Puis, par l'application de contraintes constantes, nous suivons l'évolution du gradient de vitesse apparent au cours du temps. Dans ce cas, soit l'écoulement tend vers un régime établi soit vers l'arrêt, caractérisant ainsi la structuration inhérente à un matériau thixotrope. Enfin, les rhéogrammes apparents, issus d'essais traditionnels, sont comparés aux rhéogrammes locaux, obtenus par IRM. Ces derniers nous servent alors de référence pour tester les différentes méthodes d'analyses décrites au chapitre 1.

4.1 Résultats expérimentaux

L'utilisation d'un rhéomètre permet d'appliquer une contrainte et de mesurer le gradient de vitesse correspondant ou inversement. Les rhéogrammes tracés sont le point de départ pour déterminer la loi de comportement du matériau testé.

4.1.1 Influence de la rugosité

Pour tester l'influence de la rugosité des géométries [103], nous mettons en place des essais à l'aide de notre rhéomètre à contrainte imposée Bohlin C-VOR (*Fig. 4.1*). Comme nous l'avons vu au chapitre 2, seules les géométries à mobiles coaxiaux sont adaptées aux pâtes de ciment. Au cours de ces mesures, nous utilisons deux géométries différentes :

- le mobile est un cylindre (*Fig. 4.2 a)*) (géométrie de Couette) de diamètre 23 mm quand il est lisse et de $24,1\text{ mm}$ quand il est rugueux¹
- le mobile est un croisillon (*Fig. 4.2 b)*) (géométrie vane) de diamètre 25 mm



FIG. 4.1 – Rhéomètre Bohlin C-VOR utilisé pour réaliser les expériences.

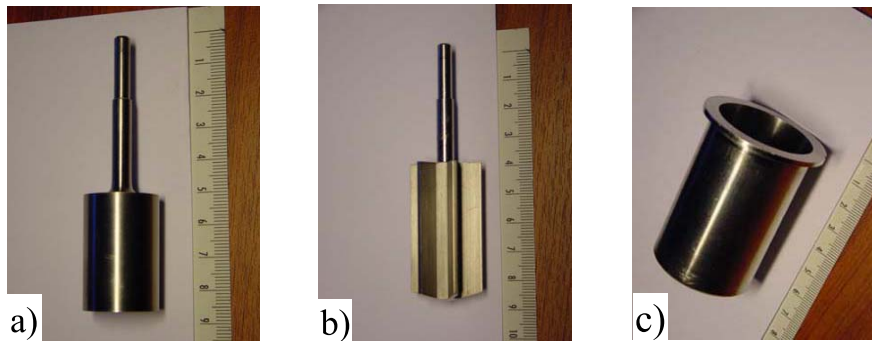


FIG. 4.2 – a) Cylindre intérieur utilisé avec la géométrie Couette. b) Croisillon utilisé avec la géométrie vane. c) Cuve utilisée avec les deux mobiles.

¹La rugosité est obtenue en collant du papier de verre imperméable sur la surface lisse à l'aide de scotch double face, ce qui change les dimensions des géométries.

La même cuve (*Fig. 4.2 c*) est utilisée avec ces deux mobiles de diamètre 37 mm quand celle-ci est lisse et de 36,4 mm quand elle est rugueuse². Dans les deux cas, nous sommes en configuration d'entrefer large et par conséquent les mesures effectuées correspondent à des valeurs de contraintes apparentes (τ_{app}) et de gradient de vitesse apparent ($\dot{\gamma}_{app}$). Les coefficients de passage entre couple et contrainte et entre vitesse de rotation et gradient de vitesse sont calculés à partir des formules détaillées au chapitre 1 en fonction des facteurs géométriques suivant la configuration utilisée³.

Le protocole suivi est le même pour toutes les géométries testées. Après la fin de la préparation du matériau et sa mise en place, un précisaillement de 150 s^{-1} pendant 60 s est appliqué. Celui-ci est suivi de vingt paliers de contrainte apparente d'une durée de 10 s variant logarithmiquement entre 0,1 et 150 Pa. Ils sont appliqués de façon croissante (montée) puis décroissante (descente), afin d'obtenir des rhéogrammes "apparents".

Les rhéogrammes obtenus en géométrie de Couette (*Fig. 4.3*) mettent en évidence l'effet lié au vieillissement par une diminution progressive de la viscosité apparente au cours du temps. Néanmoins, il n'y a pas de changement remarquable des propriétés rhéologiques au cours de la première heure. De plus, pour les fortes contraintes appliquées, toutes les mesures du gradient de vitesse apparent se superposent, c'est à dire dans la zone où les hypothèses faites sur l'homogénéité du gradient de cisaillement sont les mieux vérifiées avec un entrefer totalement cisailé. Nous notons, tout de même, une différence de comportement entre la géométrie lisse (*Fig. 4.3 a*) et la géométrie rugueuse (*Fig. 4.3 b*). En effet, la transition entre la zone à faibles vitesses et celle à fortes vitesses se fait de manière plus abrupte avec la géométrie rugueuse. Par conséquent, un phénomène de glissement vient probablement s'ajouter aux propriétés intrinsèques du matériau dans le cas de la géométrie lisse.

Les mêmes différences sont observées entre les mesures réalisées en géométrie vane lisse (*Fig. 4.4 a*) et vane rugueuse (*Fig. 4.4 b*), la rugosité caractérisant ici l'état de surface de la cuve.

La comparaison des rhéogrammes apparents déterminés avec les différentes géométries (*Fig. 4.5*) pour des instants identiques montrent une bonne concordance entre les configurations rugueuses et lisses. En effet, les mesures entre la géométrie de Couette et vane se superposent suivant la rugosité employée et ceci pour les deux instants considérés. En outre, la différence, remarquée auparavant pour les faibles gradients de vitesse apparents, est notable. Pour un même gradient de vitesse, la contrainte appliquée varie d'un facteur deux entre les surfaces lisses et rugueuses. Par contre, cette différence disparaît pour les forts gradients de vitesse, le glissement devenant proba-

²Dans ce cas, nous utilisons un papier de verre imperméable et autocollant.

³La géométrie vane est considérée comme une géométrie à cylindres coaxiaux en prenant en compte un cylindre intérieur équivalent de 25 mm de diamètre.

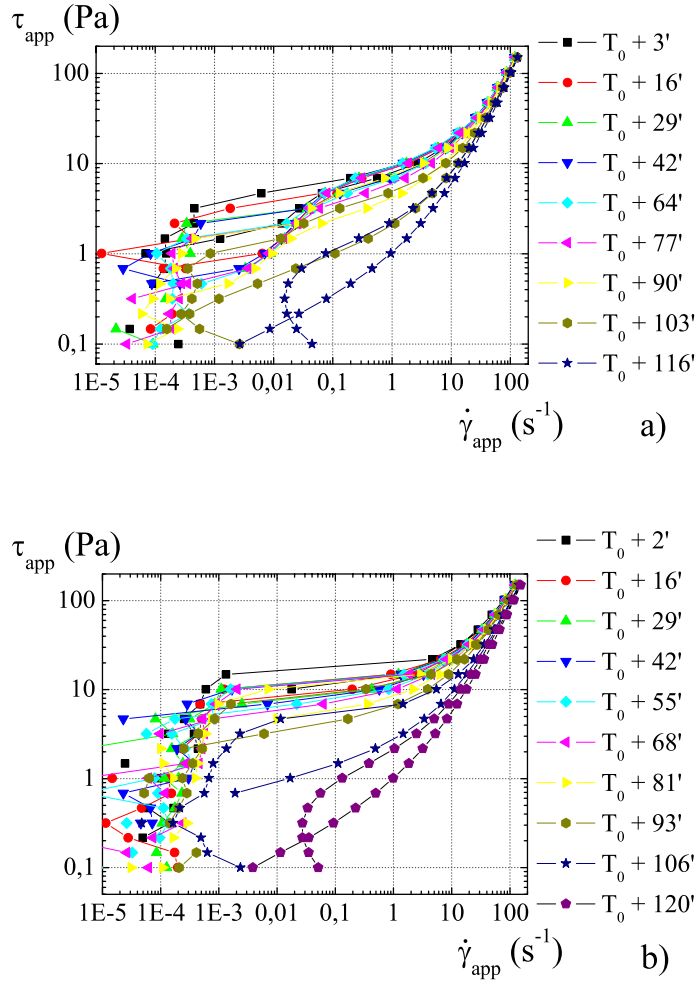


FIG. 4.3 – Rhéogrammes apparents en géométries de Couette représentés en échelle logarithmique. Suivi des propriétés au cours du temps et notamment du vieillissement. a) Géométrie lisse b) Géométrie rugueuse.

blement alors moins prépondérant. Ces observations sont valables pour les deux instants considérés.

4.1.2 Influence de la taille de l'entrefer

Afin de tester l'influence de la taille de l'entrefer, nous comparons les résultats précédents avec ceux réalisés par Nguyen [88]. Dans cette étude, il s'attache à déterminer le comportement rhéologique de pâtes de ciment blanc en entrefer mince. Ces dernières sont préparées en suivant le protocole

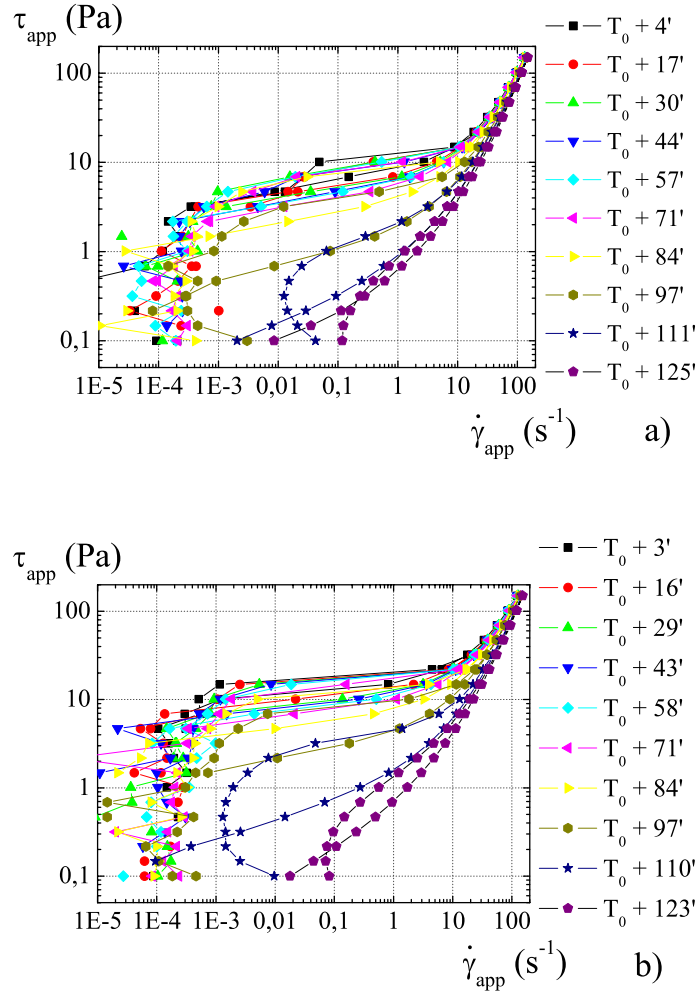


FIG. 4.4 – *Rhéogrammes apparents en géométries vane représentés en échelle logarithmique. Suivi des propriétés au cours du temps et notamment du vieillissement. a) Géométrie lisse b) Géométrie rugueuse.*

de fabrication établi au chapitre 2. Les matériaux (ciment et adjuvants), ainsi que leurs concentrations, sont identiques à ceux que nous utilisons.

Les essais sont réalisés avec un rhéomètre à contrainte imposée RM500 de Rheologica dans une géométrie de Couette. Les parois des cylindres sont laissées lisses, ce qui peut conduire à des problèmes de glissement. La différence essentielle, par rapport aux mesures présentées auparavant, réside dans la taille de l'entrefer. Jusqu'à présent les entrefers, en configuration lisse, restent relativement large (7 mm pour la géométrie Couette et 6 mm

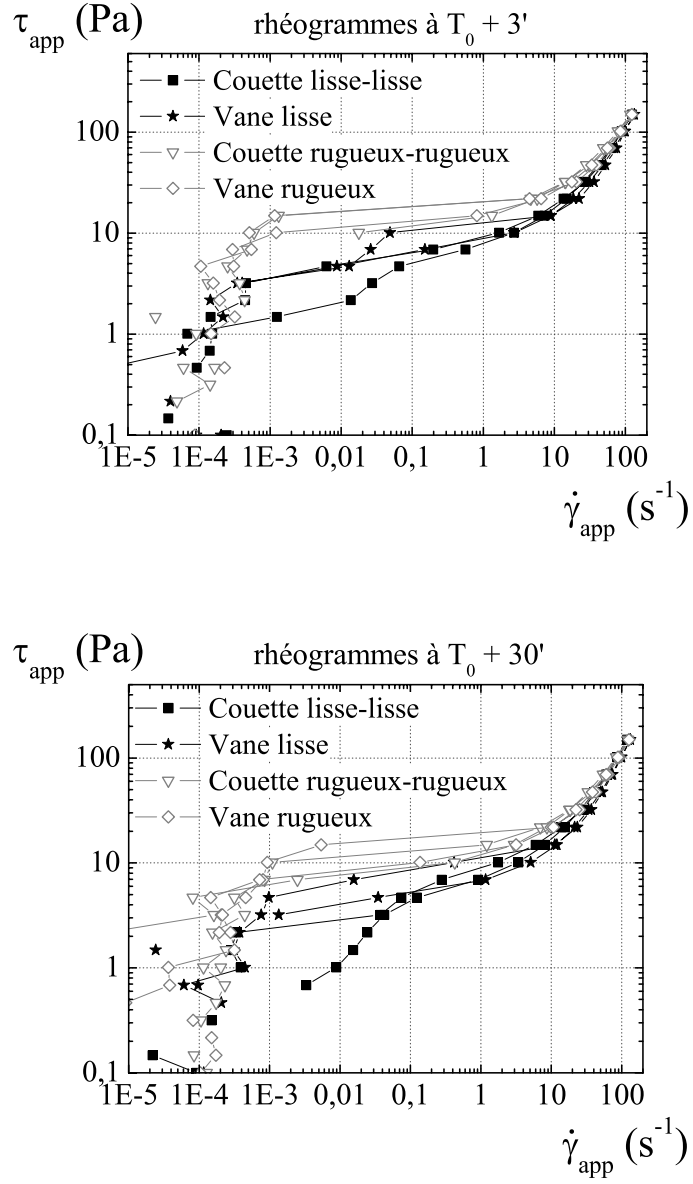


FIG. 4.5 – *Rhéogrammes apparents, obtenus avec les différentes géométries utilisées, représentés en échelle logarithmique. Comparaison des propriétés mesurées pour des instants identiques (à T₀ + 3 min et T₀ + 30 min) entre les configurations lisses et rugueuses.*

pour la géométrie vane). Dans le cas des travaux de Nguyen, nous sommes

en configuration d'entrefer mince avec un rayon intérieur $r_i = 10,0 \text{ mm}$ et un rayon extérieur $r_e = 10,86 \text{ mm}$, soit un entrefer inférieur au millimètre.

Le protocole utilisé consiste à appliquer un précisaillement à 150 s^{-1} pendant 60 s , suivi d'un temps de repos de 60 s . Ensuite, des paliers de contrainte successifs, d'une durée de 10 s , sont imposés d'abord par valeurs croissantes puis décroissantes. La gamme de contraintes variant entre 2 et 100 Pa . Finalement, ce protocole de mesure est proche de celui que nous employons, excepté le temps de repos entre la fin du précisaillement et le début des paliers. Malgré cela, nous supposons que pour les vitesses élevées, quand le régime est établi, les différences liées au protocole doivent s'amenuiser.

Les rhéogrammes apparents (*Fig. 4.6*) présentent une allure générale similaire, mais décalée vers les gradients de cisaillement élevés pour l'entrefer mince. De plus, la boucle d'hysteresis est moins marquée. Ces deux effets ont certainement la même origine : la taille de l'entrefer. Les rhéomètres déterminent les gradients de vitesse apparents en supposant que ces derniers restent linéaires sur tout l'entrefer. Or nous avons vu dans le chapitre précédent que ce n'est pas toujours le cas. Par conséquent, lorsque l'entrefer est partiellement cisailé, l'écart entre sa valeur réelle et sa valeur apparente est d'autant plus grand que l'entrefer est large. Cela conduit donc à sous-estimer les gradients de vitesse apparents entraînant le décalage.

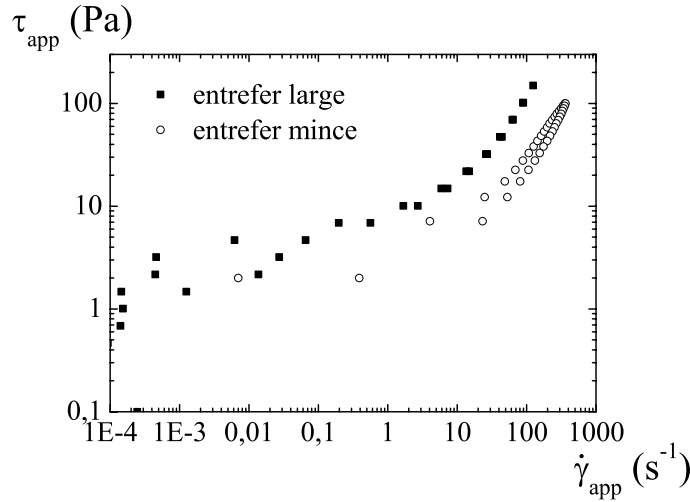


FIG. 4.6 – *Rhéogrammes apparents, obtenus avec les géométries de Couette lisses. Comparaison de l'effet de la taille de l'entrefer pour des instants identiques.*

Prenons, en effet, le cas simplifié où une contrainte constante est appliquée dans une géométrie de Couette (*Fig. 4.7*). Le régime permanent obtenu est caractérisé par un profil de vitesse linéaire avec un entrefer partiellement cisailé. Considérons, maintenant, que deux essais sont réalisés dans des cuves de dimensions différentes tout en conservant le même cylindre intérieur. Dans ce cas, le régime final est identique pour les deux essais. En fixant les dimensions des cuves et du cylindre intérieur, ainsi que la vitesse tangentielle à la surface du mobile, nous calculons les gradients de cisaillement apparents dans les deux géométries et le gradient de cisaillement réel. Pour ce faire nous prenons⁴ :

- rayon du cylindre intérieur : $r_i = 25 \text{ mm}$
- rayons des cuves : $r_e = 26 \text{ mm}$ pour l'entrefer mince et $r_e = 32 \text{ mm}$ pour l'entrefer large
- vitesse tangentielle : $V_\theta = 0,3 \text{ m.s}^{-1}$

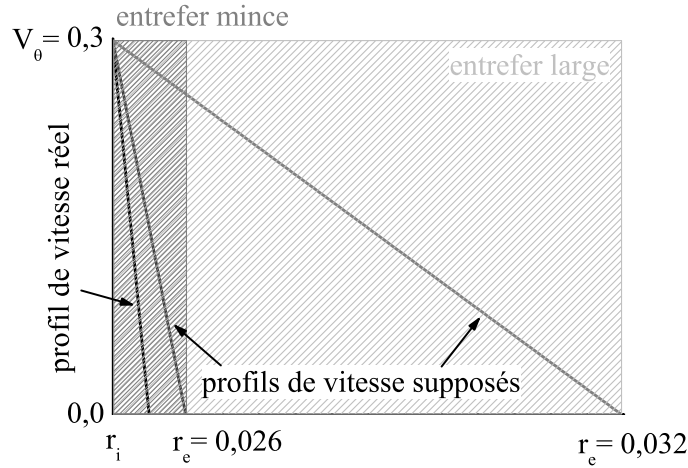


FIG. 4.7 – Représentation schématique d'un profil de vitesse au sein d'une géométrie de Couette. Visualisation des profils de vitesse supposés pour deux entrefers, l'un mince, l'autre large.

Le gradient de vitesse réel⁵ varie dans l'entrefer entre 600 et 612 s^{-1} . Les gradients de vitesse apparents sont calculés, quant à eux, à partir des hypothèses faites dans les rhéomètres. Nous avons ainsi :

⁴Les valeurs prises sont proches de celles utilisées pour les mesures expérimentales

⁵Nous le calculons à partir de la formule théorique

$$\dot{\gamma} = \left| r \frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{V_\theta}{r} \right) \right|$$

- pour l’entrefer mince :

$$\dot{\gamma}_{app} = \frac{0,3}{0,001} = 300 \text{ s}^{-1}$$

- pour l’entrefer large :

$$\dot{\gamma}_{app} = \frac{0,3}{0,007} = 42,8 \text{ s}^{-1}$$

Nous constatons donc un écart d’autant plus important que l’entrefer est large. De plus, l’utilisation d’un entrefer mince peut, tout de même, conduire à des erreurs si celui-ci est partiellement cisailé. Néanmoins, nous nous attendions à ce que cet écart diminue, voire disparaisse, pour des contraintes appliquées de plus en plus grandes. L’atténuation de l’hysteresis est une autre conséquence de la taille de l’entrefer. En effet, comme nous l’avons vu auparavant, le mode de calcul du gradient de vitesse revient à moyenner ce dernier sur tout l’entrefer. Ainsi, de faibles variations de la vitesse de rotation entraînent des différences d’autant plus nettes sur les valeurs des gradients de vitesse calculés que l’entrefer est mince.

4.1.3 Bifurcation de viscosité

La propriété, dénommée bifurcation de viscosité, a déjà été mise en évidence sur d’autres matériaux thixotropes par Coussot *et al.* [33] et sur des matériaux granulaires secs par Da Cruz [39]. Le protocole employé pour montrer cette caractéristique consiste à appliquer une contrainte constante après un précisaillement à 150 s^{-1} pendant 60 s . Le gradient de vitesse apparent est enregistré jusqu’à l’établissement de l’écoulement ou l’arrêt de celui-ci. Pour cela une préparation de pâte de ciment est nécessaire, l’ensemble des essais ne dépassant pas quarante cinq minutes, deux à trois mesures peuvent être réalisées sur un même échantillon lui même remplacé au bout de dix minutes pour éviter tout problème relatif au séchage ou à l’évaporation. Il est évident que l’effet du vieillissement, affectant la contrainte critique, est présent au cours de ces mesures. Néanmoins, pour des raisons pratiques il n’était pas envisageable de refaire une préparation pour chaque niveau contrainte appliqué. De plus, les erreurs engendrées par de nombreuses préparations nous semblaient aussi importantes que celles causées par le vieillissement. Malgré ces incertitudes entraînant des erreurs quantitatives, les mesures effectuées représentent qualitativement le comportement de la pâte de ciment en écoulement.

Les mesures présentées (*Fig. 4.8*) ont toutes été effectuées avec la géométrie de Couette lisse. Une bifurcation de comportement apparaît : pour les faibles contraintes appliquées l’écoulement s’arrête après quelques secondes alors que pour les fortes contraintes un régime permanent est atteint rapidement. Dans le premier cas, la structuration du matériau l’emporte sur les

efforts auxquels il est soumis et l'ensemble de l'entrefer se fige jusqu'à l'arrêt total de l'écoulement. Dans le second cas, c'est le phénomène contraire qui intervient et nous obtenons alors un régime établi. Néanmoins, il existe une zone intermédiaire dans laquelle le fluide ne s'arrête pas totalement et ne tend pas vers un écoulement stationnaire. Cette zone correspond à un écoulement inhomogène où l'interface entre la partie cisailée et celle non cisailée ne se stabilise pas.

Cette bifurcation de viscosité est à relier directement à la rupture de pente observée sur les profils de vitesse. Cette transition brusque traduit, en effet, un changement brutal de comportement. Pour des valeurs supérieures à la contrainte critique ou au gradient de vitesse critique, le matériau reste fluide alors qu'en deçà de ces valeurs il s'arrête de s'écouler. La bifurcation de viscosité représente un phénomène identique : pour des contraintes élevées l'écoulement tend vers un régime établi et pour les plus faibles il tend vers l'arrêt. Néanmoins, cette bifurcation de comportement n'apparaît pas aussi abrupte sur les mesures au rhéomètre du fait de l'utilisation d'un entrefer large. Les valeurs des gradients de vitesse apparents et des contraintes apparentes résultent d'un calcul moyennant les valeurs locales sur tout l'entrefer, entraînant par ce biais un adoucissement de la transition.

En effet, reprenons l'exemple précédant en l'appliquant à la variation de la contrainte dans l'entrefer. Supposons que l'on applique une contrainte constante ($\tau = 10 \text{ Pa}$) sur le cylindre intérieur. Dans cette géométrie, la variation de la contrainte est proportionnelle au rapport $(r_i/r_e)^2$, ce qui nous donne :

- dans le cas de l'entrefer mince : $9,2 < \tau < 10 \text{ Pa}$
- dans le cas de l'entrefer large : $6,1 < \tau < 10 \text{ Pa}$

La grande variation de la contrainte, dans le cas de l'entrefer large, favorise le développement d'une zone non cisailée pendant l'écoulement. Or, nous montrons précédemment l'influence de la taille de l'entrefer sur la sous-estimation de la valeur du gradient de vitesse apparent. Ces deux effets conjugués sont à l'origine de l'adoucissement de la bifurcation.

4.2 Analyse des résultats

4.2.1 Correction du phénomène de glissement

Avant de commencer l'analyse de ces résultats, un point important doit être pris en considération : le glissement. En effet, nous disposons de nombreux essais qui ont été réalisés à partir de différentes géométries lisses ou rugueuses. Afin de pouvoir comparer ces résultats entre eux il convient donc de corriger un éventuel glissement pouvant intervenir dans le cas des géométries lisses. Il faut, pour ce faire, déterminer, ou tout du moins obtenir une bonne approximation, de la vitesse de glissement.

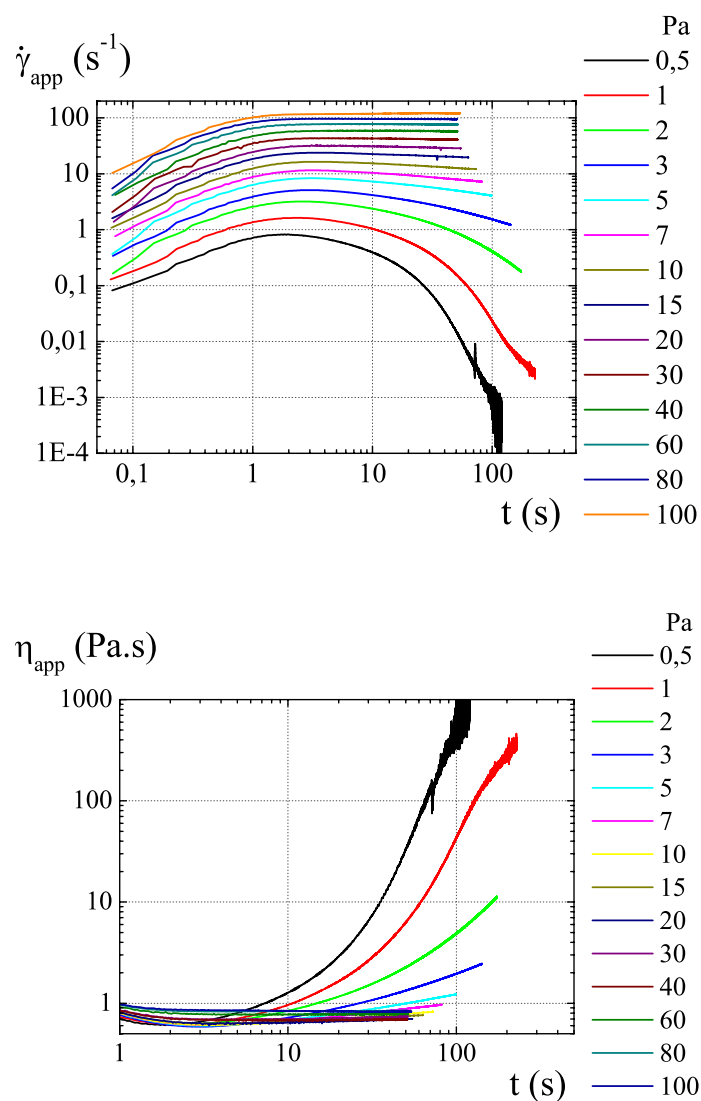


FIG. 4.8 – *Bifurcation de comportement exprimé en terme de gradient de vitesse apparent et en terme de viscosité apparente.*

Si nous supposons que les géométries rugueuses n'entraînent pas de phénomène de glissement, alors le gradient de vitesse apparent mesuré correspond à un gradient de vitesse sans glissement. Il est raisonnable de supposer que les mesures effectuées en géométries lisses puissent se décomposer en un gradient de vitesse sans glissement auquel vient s'ajouter un gradient de vitesse avec glissement. Ainsi la soustraction des mesures réalisées en géomé-

tries rugueuses à celles des géométries lisses doit conduire naturellement à la détermination des gradients de vitesse associés au glissement. Les incertitudes liées à cette soustraction sont d'autant plus faibles que les géométries lisses et rugueuses possèdent des dimensions très proches.

Les gradients de vitesse apparents de glissement sont déterminés pour les géométries vane et Couette utilisées avec le rhéomètre Bohlin C-VOR, c'est à dire en entrefer large (*Fig. 4.9*). Nous obtenons, pour ces deux configurations des résultats très similaires caractérisés par une augmentation du phénomène de glissement en fonction de la contrainte appliquée.

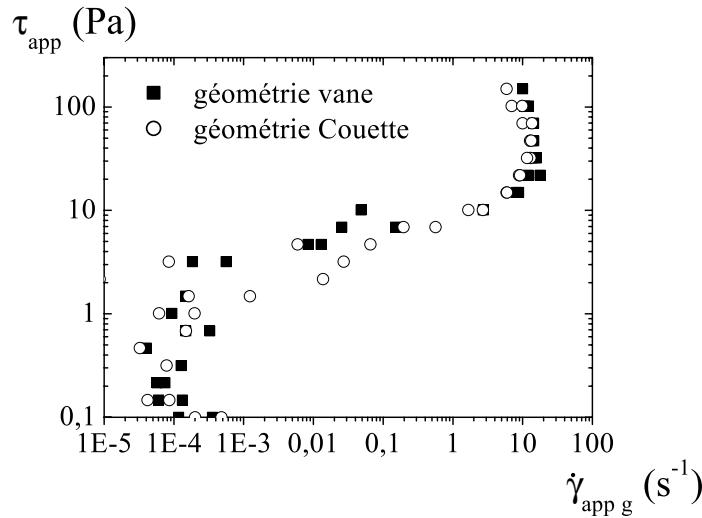


FIG. 4.9 – Gradient de vitesse apparent de glissement en fonction de la contrainte apparente pour les géométries vane et Couette.

Par ailleurs, nous utilisons des géométries dont les dimensions sont très différentes les unes des autres. C'est pourquoi, l'introduction d'une similitude est nécessaire afin de pouvoir comparer les résultats obtenus dans l'ensemble des géométries. En effet, les valeurs brutes de couple et de vitesse de rotation ne dépendent pas des hypothèses introduites dans le logiciel du rhéomètre, mais dépendent de la géométrie. Comme l'épaisseur cisailée est plus petite que l'entrefer pour l'ensemble des mesures faites à l'IRM, nous pouvons déduire que c'est le cas pour les essais réalisés avec le rhéomètre, où le rapport entrefer sur rayon est plus grand. Par conséquent, les profils de vitesse obtenus dans l'IRM sont similaires à ceux du rhéomètre, à la seule différence que la zone non cisailée est plus importante dans le rhéomètre. Nous avons alors la relation :

$$\frac{C}{hr_i^2} = \frac{C^*}{h^*r_i^{*2}} \quad (4.1)$$

où les valeurs indicées par * correspondent à une géométrie et les autres sans indices à une autre géométrie.

Il est en fait plus intéressant de définir une vitesse de glissement par l'intermédiaire de cette similitude. Nous aurons ainsi l'évolution de la vitesse de glissement en fonction du couple et des dimensions de la géométrie utilisée (*Fig. 4.9*).

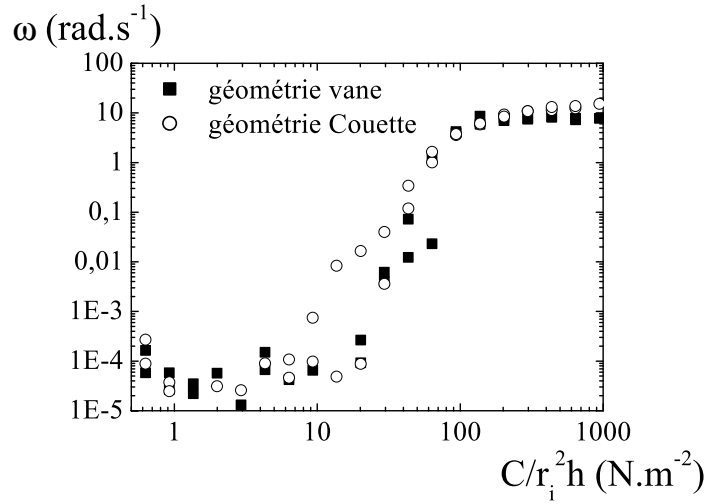


FIG. 4.10 – Application de la similitude pour la détermination de la vitesse de glissement pour les géométries vane et Couette.

Finalement, la correction du glissement pourra s'appliquer quelle que soit la géométrie et en particulier pour la géométrie à entrefer mince (*Fig. 4.11*). Nous obtenons ainsi une courbe qui se décale vers des valeurs plus faibles de vitesses de rotation.

4.2.2 Modèles de fluide à seuil simple

La méthode la plus couramment employée pour analyser les rhéogrammes consiste à appliquer une loi de comportement directement sur les valeurs apparentes mesurées par le rhéomètre. Cette technique est simple et permet d'avoir rapidement des informations pratiques sur le seuil d'écoulement et la viscosité. Pour ce faire, les modèles les plus couramment utilisés pour modéliser le comportement de coulis de ciment restent les modèles de Bingham

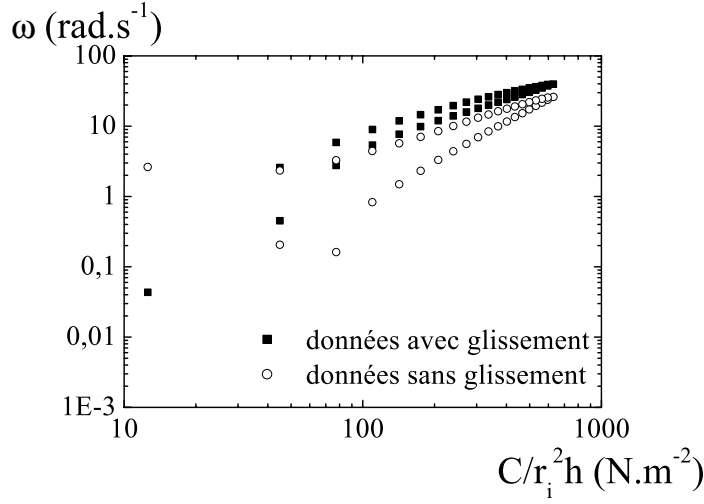


FIG. 4.11 – Correction du glissement pour la géométrie de Couette à entrefer mince.

et de Herschel-Bulkley. Nous appliquons donc ces deux modèles sur les rhéogrammes apparents obtenus pour les entrefers large (*Fig. 4.12*) et mince où la correction du glissement est prise en considération (*Fig. 4.13*).

Dans le cas de l'entrefer large, la contrainte seuil estimée à partir du modèle de Bingham est plus faible que celle du modèle de Herschel-Bulkley. De plus, ces valeurs sont inférieures à la contrainte critique ($\tau_c = 14,2 \text{ Pa}$) déterminée au chapitre précédent sur les profils de vitesse. Cela tend à confirmer les observations faites auparavant sur l'estimation des contraintes et gradients de vitesse apparents en entrefer large. Par ailleurs, le paramètre n du modèle de Herschel-Bulkley est très légèrement inférieur à un, ce qui correspond à un comportement faiblement rhéofluidifiant proche du modèle de Bingham. Nous avons, en effet, des valeurs de paramètres sensiblement identiques entre les deux modèles.

Des remarques identiques peuvent être faites sur le rhéogramme en entrefer mince, à ceci près que les valeurs des contraintes seuil, bien qu'elles restent inférieures à la contrainte critique, sont un peu supérieures à celles obtenues en entrefer large. Cela tend à confirmer les remarques faites précédemment. Néanmoins, sur les essais en entrefer mince, il y a très peu de mesures pour les faibles contraintes ce qui ne permet pas d'obtenir précisément la transition entre les faibles déformations et la mise en écoulement. Par contre, les erreurs commises sur les champs de contrainte et de gradient de vitesse se retrouvent dans la mesure de la viscosité plastique (η_{pl}). En

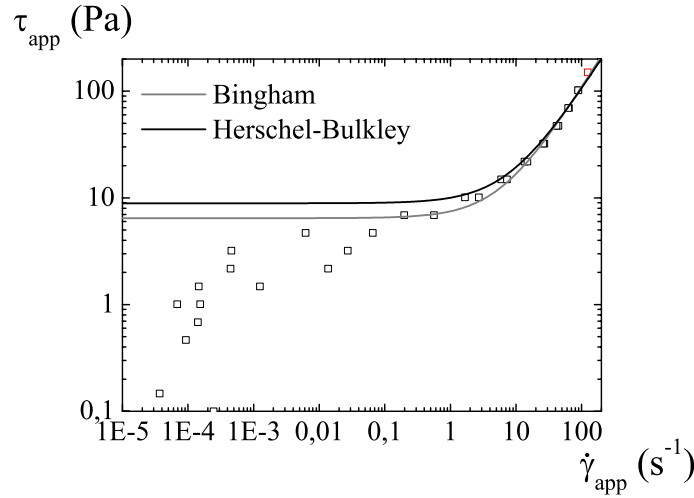


FIG. 4.12 – Application des modèles de Bingham ($\tau_c = 6,5 \text{ Pa}$, $\eta_{pl} = 1,035 \text{ Pa.s}$) et de Herschel-Bulkley ($\tau_c = 8,9 \text{ Pa}$, $k = 1,128 \text{ SI}$, $n = 0,97$) sur les rhéogrammes apparents obtenus avec un entrefer large.

effet, elle dépend à la fois de la contrainte apparente et du gradient de cisaillement apparent. Dans ce cas, les incertitudes s'additionnent conduisant à une valeur trois fois plus grande pour l'entrefer mince. Finalement, l'influence de la taille de l'entrefer sur la détermination du comportement du matériau est loin d'être négligeable.

4.2.3 Comparaison avec les données IRM

Nous comparons maintenant les rhéogrammes locaux déterminés à partir des mesures de profils de vitesse dans l'IRM à ceux que l'on obtient directement à l'aide d'un rhéomètre. Les premiers, représentant le comportement réel du matériau, nous servent de référence afin de visualiser les différences engendrées par des mesures macroscopiques. Les données qui vont être comparées par la suite proviennent de géométries différentes (dimensions, rugosité des parois). De plus, certaines mesures sont réalisées à contrainte imposée, d'autres à vitesse imposée. Il faudra donc prendre des précautions pour effectuer ces comparaisons.

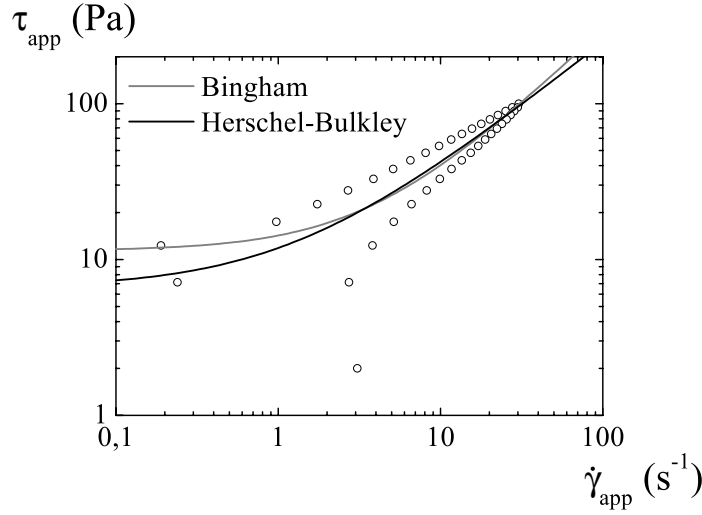


FIG. 4.13 – Application des modèles de Bingham ($\tau_c = 11,4 \text{ Pa}$, $\eta_{pl} = 2,9 \text{ Pa}\cdot\text{s}$) et de Herschel-Bulkley ($\tau_c = 6,6 \text{ Pa}$, $k = 5,3 \text{ SI}$, $n = 0,83$) sur les rhéogrammes apparents après correction du glissement obtenus avec un entrefer mince.

4.2.3.1 Comparaison directe

Dans un premier temps, nous comparons directement (*Fig. 4.14*) les rhéogrammes locaux, obtenus en entrefer mince et large, aux rhéogrammes apparents.

Les rhéogrammes obtenus n'ont apparemment pas la même allure. Une rupture de comportement, aux bas gradients de vitesse, n'est visible que sur la géométrie rugueuse à entrefer large. Par contre, pour des essais en entrefer mince nous nous attendons à avoir une rupture de comportement plus marquée. Les raisons de cette absence dans ce cas sont doubles. D'une part, les essais débutent par l'application d'une contrainte élevée conduisant immédiatement à un écoulement. D'autre part, le temps de repos de 60 s, comme nous l'avons vu au chapitre précédent, laisse le temps au vieillissement de faire son effet.

Par ailleurs, la comparaison de ces rhéogrammes apparents à celui déterminé localement nous procure des renseignements complémentaires. En effet, aucun des deux rhéogrammes ne coïncide avec les valeurs calculées à partir des profils de vitesse. Dans le cas de l'entrefer large, cela provient du fait que les hypothèses introduites dans le rhéomètre ne sont pas respectées. En ce qui concerne l'entrefer mince, nous nous attendions à retrouver un

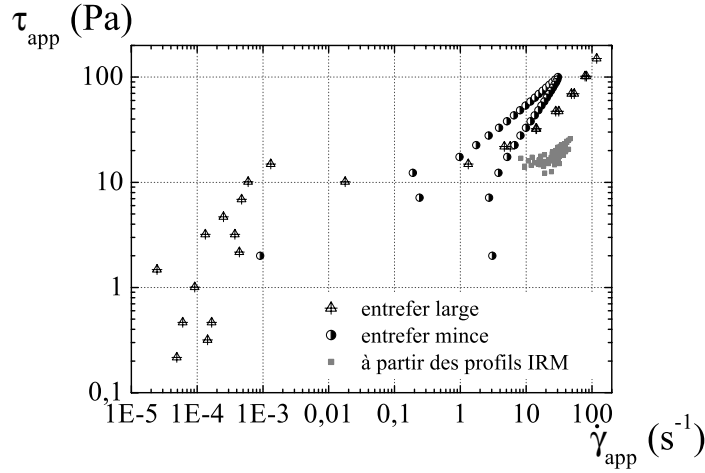


FIG. 4.14 – *Comparaison entre les rhéogrammes locaux et apparents. La comparaison est faite sur l'ensemble des valeurs.*

comportement proche de celui déterminé localement. En effet, dans ce cas les hypothèses introduites par l'appareil sont respectées. Néanmoins, il faut quand même faire attention à l'effet du vieillissement au cours de cet essai.

En outre, bien qu'en valeur absolue les données mesurées varient en fonction de la géométrie utilisée (taille, rugosité), leur évolution reste similaire. Cette différence est due principalement aux hypothèses d'entrefer mince faites par le rhéomètre qui ne sont pas respectées au cours de la mesure. Le non respect de la linéarité du profil de vitesse au sein de l'entrefer entraîne une sous-estimation du gradient de cisaillement, lorsque nous sommes en présence d'un entrefer partiellement cisailé. Or cet artefact peut apparaître quelle que soit la valeur de l'entrefer, si l'on applique une contrainte ou un gradient suffisamment faible. La comparaison directe des rhéogrammes apparents s'avère donc difficile, c'est pourquoi nous allons à présent utiliser les données sources que sont les mesures de couple et de vitesse de rotation.

4.2.3.2 Comparaison à l'aide d'une similitude

En utilisant la similitude détaillée précédemment, nous traçons donc la vitesse de rotation (ω) en fonction du terme ($\frac{C}{hr_i^2}$) pour les données obtenues avec les différentes géométries (Fig. 4.15).

Nous remarquons, dans ce cas une bonne correspondance entre les valeurs quelle que soit la géométrie utilisée. Cela nous apporte la confirmation que

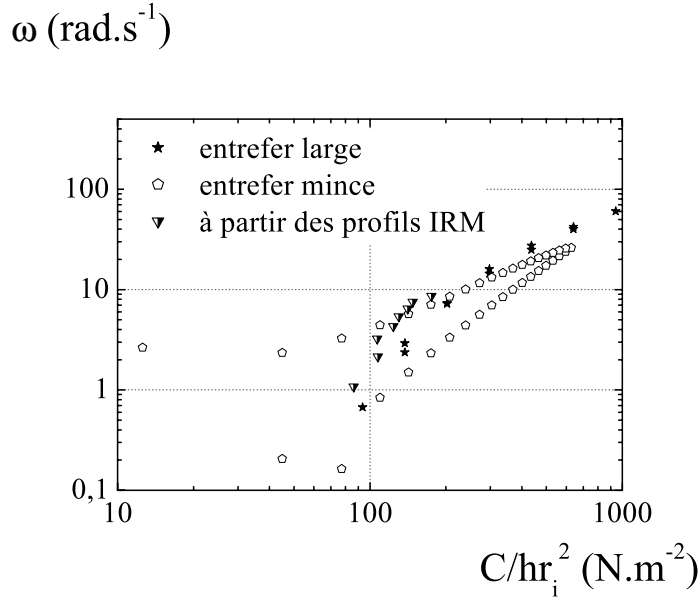


FIG. 4.15 – *Comparaison des données en utilisant la similitude.*

l'approximation de la vitesse de glissement peut s'adapter au cas de l'entrefer mince.

Finalement, les propriétés de notre matériau, déterminées dans des géométries et par des essais différents, sont identiques en terme de couple et vitesse de rotation. Par contre, l'exploitation de ces données brutes, faites par le rhéomètre pour remonter aux valeurs des contraintes et des gradients de vitesse apparents, n'est pas adaptée pour des matériaux aux propriétés similaires au notre. En effet, la comparaison directe des rhéogrammes obtenus de façon traditionnelle à celui déterminé localement⁶ introduit des valeurs pouvant varier du simple au double suivant la géométrie employée. Des erreurs importantes peuvent alors être commises si l'on se fie directement à l'analyse opérée par le rhéomètre.

4.2.3.3 Méthodes d'analyse

Nous avons à notre disposition le rhéogramme local, qui nous sert de référence, ainsi que des résultats plus globaux. Il reste à trouver un moyen permettant de passer de l'un à l'autre sans commettre d'erreurs. Il existe plusieurs méthodes d'analyses, développées il y a quelques années, basées

⁶Celui-ci correspond aux propriétés réelles de notre matériau.

sur une exploitation des couples et des vitesses de rotation différentes de celle inhérente au rhéomètre. Ces méthodes d'analyses sont décrites plus précisément dans le chapitre 1.

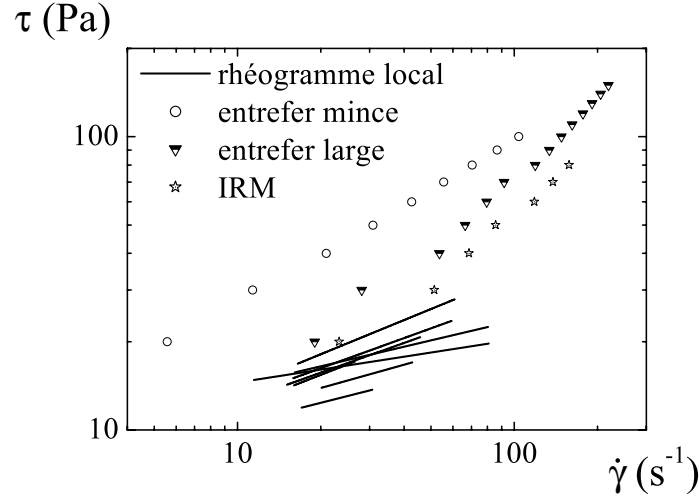


FIG. 4.16 – *Reconstruction des rhéogrammes à partir de la méthode développée par Coleman et al. à partir des mesures réalisées dans différentes géométries.*

L'application de la méthode d'analyse développée par Coleman *et al.* [29] aux mesures macroscopiques nous donne de nouveaux rhéogrammes (Fig. 4.16). Les courbes d'écoulement ainsi retracées ne correspondent pas au rhéogramme local, malgré la dispersion des mesures sur ce dernier. De plus, les différences observées sur les rhéogrammes apparents sont toujours présentes. En effet, cette méthode ne conduit pas à l'unification des résultats. En outre, les données tirées directement des mesures IRM⁷ ne se recalent pas sur le rhéogramme local, alors que ce sont celles la mêmes qui sont à l'origine du rhéogramme local. Par conséquent, cette technique de reconstruction n'est pas adaptée dans notre cas.

Comme précédemment nous traçons sur un même graphique les rhéogrammes construits à partir de la méthode développée par Nguyen et Boger [91], afin de les comparer au rhéogramme local (Fig. 4.17). Contrairement à ce que nous observions auparavant, cette technique permet une superposition de tous les rhéogrammes. Une concordance parfaite est même obtenue entre les mesures provenant de l'IRM et celles issues de la géométrie rugueuse en

⁷Pour l'obtention de ces données nous utilisons les vitesses de rotation imposées et les valeurs de couple moyennées entre 10 et 20 s.

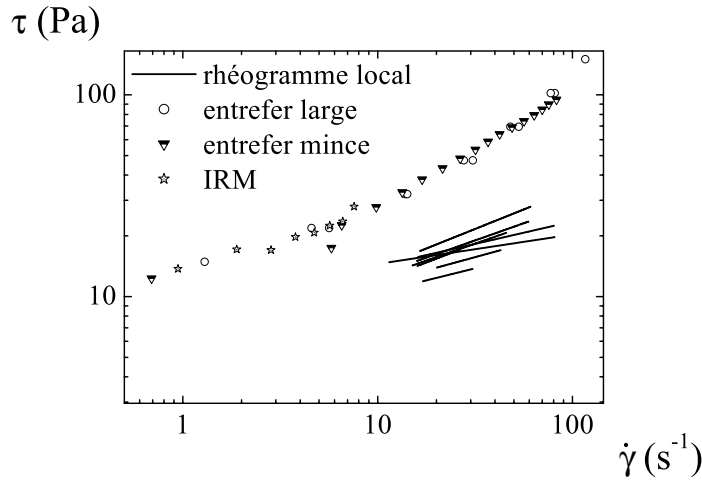


FIG. 4.17 – *Reconstruction des rhéogrammes à partir de la méthode développée par Nguyen et Boger à partir des mesures réalisées dans différentes géométries.*

entrefer large. En fait, les différences liées à la taille de l'entrefer ou à la rugosité sont complètement effacées. Par contre, aucuns de ces rhéogrammes n'est en accord avec celui déterminé localement. Par conséquent, cette technique, comme la précédente, ne permet pas de remonter au comportement réel de la pâte de ciment en écoulement.

4.3 Conclusion

L'utilisation d'essais rhéométriques est très répandue pour la caractérisation des propriétés en écoulement des matériaux cimentaires. Il faut néanmoins prendre des précautions lors de la réalisation des expériences et l'interprétation des résultats.

L'obtention de données locales, dans le chapitre précédent, nous permet de tracer un rhéogramme de référence, traduisant le comportement réel du matériau en écoulement. La comparaison avec les rhéogrammes apparents montrent les erreurs introduites par les rhéomètres. En effet, l'utilisation d'un entrefer large ne permet pas de retrouver le comportement réel. Dans ce cas, les hypothèses faites par l'appareil de mesure ne sont pas satisfaites.

Par ailleurs, les mesures locales par IRM nous donnent accès à des informations essentielles sur le comportement du matériau. L'observation d'un gradient de vitesse critique n'est pas évidente sur des essais de rhéométrie classique. En effet, cette transition brusque de comportement est atténuée

par les mesures globales relatives à un comportement moyen dans l'entrefer. En revanche, les mesures locales ne permettent de travailler que sur une gamme de gradients de vitesse faible (de 10 à 50 s^{-1}). La rhéométrie classique, quant à elle, autorise une gamme beaucoup plus large. Nous obtenons donc, par l'association des deux techniques, le comportement complet du matériau.

Finalement, comme déjà constaté par d'autres auteurs [14, 21, 29, 31, 96, 110, 118], il est préférable, en pratique, de travailler avec un entrefer mince et une géométrie rugueuse afin de limiter au maximum les erreurs. En outre, la comparaison de résultats obtenus pour des géométries de tailles différentes est possible par l'utilisation d'une similitude. Son application permet une représentation cohérente des mesures expérimentales en s'affranchissant des effets de taille. Il existe par ailleurs des méthodes de calcul permettant d'obtenir les rhéogrammes en partant des données brutes que sont le couple et la vitesse de rotation. Cela permet de s'affranchir des hypothèses de l'appareil de mesure et conduit, a priori, à des valeurs exactes. Néanmoins, pour la pâte de ciment étudiée ici, cela ne s'est pas avéré concluant.

Chapitre 5

Rhéométrie par plan incliné

La rhéométrie par plan incliné désigne, comme son nom l'indique, l'exploitation de mesures s'effectuant à l'aide d'un dispositif expérimental composé d'une surface plane que l'on peut incliner. Nous détaillons ici deux types d'expériences (statiques et dynamiques) qui complètent l'étude du matériau "modèle".

5.1 Résultats expérimentaux

5.1.1 Mesures statiques

Nous caractérisons de statique les mesures d'angles critiques de démarrage d'écoulement. Tout de suite après la fin de la préparation de la pâte de ciment, celle-ci est versée directement à l'intérieur d'un cercle (40 *cm* de diamètre) déposé sur le plan maintenu à l'horizontal. Cette procédure a pour but d'obtenir une couche de pâte, une fois démoulée, d'épaisseur constante reproductible. Dans notre cas, nous avons, après démoulage, un disque de matériau avec une épaisseur de 8 *mm* pour un diamètre de 30 *cm*, la partie proche des bords du cercle s'écoulant lorsque celui-ci est soulevé laissant la partie centrale non déformée (*Fig. 5.1*).

L'inclinaison du plan se fait manuellement grâce à un dispositif simple de corde et de poulie (*Fig. 5.2*), la mesure de l'angle, quant à elle, est relevée sur un inclinomètre électronique d'une précision de 0,1°. L'angle critique de démarrage (β_c) correspond à l'angle à partir duquel la partie centrale de la couche de pâte se met en mouvement [116]. Ce critère délicat est déterminé à l'oeil nu ce qui est une source d'incertitude sur les mesures. Le plan est recouvert de papier de verre pour éviter le glissement.

Une fois le matériau placé dans le cercle, nous laissons celui-ci au repos pendant différentes durées, appelées temps de repos (t_{rep}), avant le démoulage. L'inclinaison débute une fois que la zone cisailée pendant l'enlèvement du cercle s'est arrêtée de s'écouler. Nous déterminons ainsi les angles critiques de démarrage en fonction des temps de repos préalables (*Fig. 5.3*).

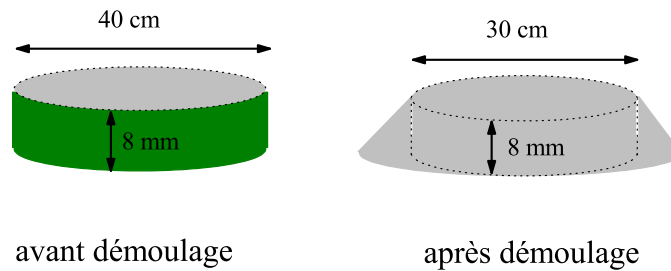


FIG. 5.1 – Représentation schématique du démoulage.



FIG. 5.2 – Plan incliné utilisé pour les mesures statiques.

Ces angles critiques de démarrage correspondent à une contrainte critique (ou seuil d'écoulement). Nous constatons une augmentation significative de ces angles critiques en fonction du temps de repos. Huynh *et al.* [63] obtiennent des résultats similaires sur des suspensions de bentonite. De plus, ils mettent en évidence un temps de redémarrage proportionnel au temps de repos préalable. C'est à dire, qu'une fois l'angle d'inclinaison atteint l'écoulement ne débute pas immédiatement mais après un temps caractéristique. Cela laisse à penser que l'angle critique de démarrage peut être surestimé si nous ne tenons pas compte de ce délai. Il se peut en effet que nous obtenions un écoulement retardé pour un angle d'inclinaison inférieur à celui déterminé. En ce qui concerne la pâte de ciment étudiée, ce phénomène n'a pas été mis en évidence. Comme nous l'avons vu dans les chapitres précédents, ce coulis ne peut pas être considéré comme un fluide à seuil simple

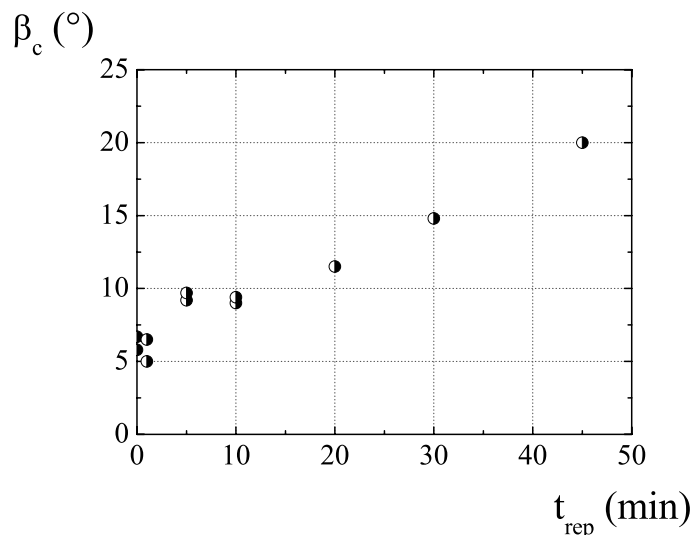


FIG. 5.3 – Angles critiques de démarrage tracés en fonction des temps de repos préalables.

(modèles de Bingham, de Herschel-Bulkley, de Casson...). Il existe en effet une structuration du matériau au cours du temps entraînant l'évolution du seuil.

5.1.2 Mesures dynamiques

Nous désignons par mesures dynamiques le suivi de l'évolution de la vitesse surfacique et de l'épaisseur de l'échantillon lors de l'écoulement de la pâte sur un plan incliné (*Fig. 5.4*). Pour cela, nous avons recours à un dispositif, initialement mis en place pour l'étude d'écoulements granulaires secs [38], que nous avons modifié de sorte à ce qu'il puisse servir pour les suspensions. Une plaque d'aluminium recouverte d'une feuille de papier de verre imperméable constitue notre plan inclinable. Nous procédons comme décrit précédemment pour la mise en place de l'échantillon.

Les essais consistent à incliner le plan à un angle (β) supérieur à l'angle critique de démarrage (β_c) déterminé auparavant afin d'obtenir un écoulement de la pâte. L'inclinaison du plan est réalisée par l'intermédiaire d'un vérin électrique qui nous permet de contrôler la vitesse d'inclinaison. Nous pouvons ainsi fixer le temps nécessaire à l'obtention de l'angle final. Celui-ci est réduit au maximum (≈ 2 s) afin de réduire la phase d'écoulement transitoire intervenant au début de l'écoulement au cours du passage de (β_c) à (β). Ces écoulements sont alors filmés à l'aide d'une caméra numérique haute



FIG. 5.4 – *Plan incliné instrumenté utilisé pour les mesures dynamiques*

résolution avec une prise de 24 images par seconde. La durée des films est limitée à une dizaine de secondes à cause d'un problème de mémoire tampon qui n'a pas pu être résolu. L'analyse des films ainsi réalisés nous donne accès à l'évolution de la vitesse surfacique et de l'épaisseur au cours du temps. En effet, le déplacement des lignes verticales d'une grille laser sous incidence rasant nous permet, via des relations géométriques, de remonter à l'épaisseur de notre matériau en écoulement. Lorsque le matériau passe sur une ligne, celle-ci se déplace horizontalement, donc par calcul du déplacement entre sa position initiale (*Fig. 5.5 a*) et sa position finale (*Fig. 5.5 b*) la hauteur est calculée. Nous suivons l'évolution de la hauteur tout au long de l'écoulement par l'intermédiaire des cinq lignes verticales, ce qui limite ces mesures aux cinq positions de ces lignes et non à l'ensemble du matériau. Par ailleurs, les mesures des vitesses surfaciques sont obtenues par une technique PIV (Particle Image Velocimetry), qui réalise une autocorrélation entre deux images successives. Cette technique nécessite l'utilisation de marqueurs à la surface du matériau. Notre choix s'est porté sur des graines de colza (*Fig. 5.5*). Celles-ci sont, en effet, de couleur noire ce qui présente l'intérêt d'obtenir un bon contraste avec la pâte de ciment blanc. De plus, leur faible densité font qu'elles ne perturbent pas l'écoulement et qu'elles restent en surface tout au long de celui-ci. L'analyse des vitesses peut se faire sur l'ensemble du matériau, contrairement aux mesures de hauteurs. Mais, afin de réduire le temps de calcul, nous limitons cette analyse à des lignes verticales proches des lignes de la grille laser. De cette façon, nous obtenons des valeurs de vitesses surfaciques et de hauteurs pour une même zone que nous pouvons relier entre elles. Du fait du déplacement de la grille laser en fonction de la hauteur, il n'est pas possible de calculer la vitesse pour exactement la même

position. En effet, ce calcul ne peut se réaliser que pour une position fixe. Il faudrait alors repérer la position de la grille laser à chaque pas de temps et réaliser autant de calcul de vitesses surfaciques. Une description plus détaillée du plan incliné et des techniques d'analyse utilisées est donnée dans l'annexe C.

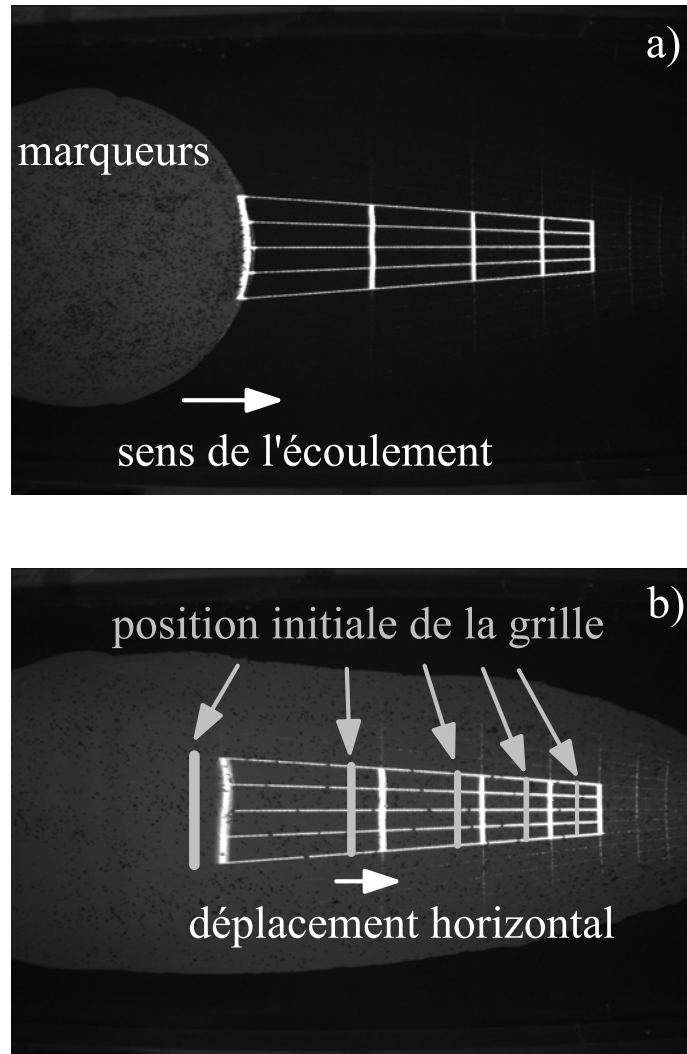


FIG. 5.5 – Images du film enregistrées par la caméra numérique haute résolution. a) Visualisation de la grille laser dans sa position initiale (avant le début de l'écoulement) et des marqueurs en surface de la pâte de ciment. b) Visualisation du déplacement de la grille laser une fois l'écoulement terminé.

Nous effectuons des essais pour trois temps de repos différents (30 s, 3 min et 10 min) et pour chaque temps de repos à différents angles, supérieurs aux angles critiques (β_c) déterminés auparavant. Ceux-ci sont mesurés à l'aide du même inclinomètre digital que pour les mesures statiques avec une précision de $0,1^\circ$.

Les mesures de vitesses surfaciques sont réalisées sur toute la largeur de la fenêtre de mesure (*Fig. 5.6*). Par conséquent, nous avons accès à l'ensemble du champ de vitesse surfacique. Cette dernière passe par un maximum, puis diminue progressivement. De plus, nous remarquons que cette vitesse n'est pas homogène sur toute la largeur de l'écoulement. Il existe, en effet, une zone où la vitesse est nulle sur les bords du fait que l'écoulement n'occupe pas toute la largeur du plan. Mais, même dans la partie où la pâte s'écoule, les mesures indiquent que la vitesse reste plus faible sur les côtés par rapport au centre, compte tenu des effets de bords. Nous sommes dans une configuration d'écoulement tridimensionnel.

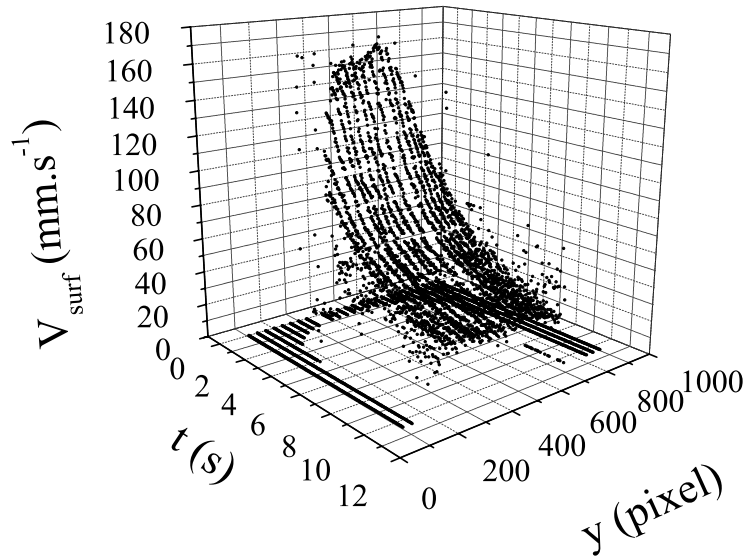


FIG. 5.6 – Vitesses surfaciques obtenues après un temps de repos de 30 s pour un angle de $12,9^\circ$. Évolution de la vitesse au cours du temps sur toute la largeur de la fenêtre de mesure.

Les mesures de hauteurs, quant à elles, ne sont accessibles que sur la largeur des lignes verticales de la grille laser. C'est pourquoi, contrairement aux mesures sur les vitesses, nous avons des valeurs homogènes sur la zone d'analyse (*Fig. 5.7*). Par contre, nous obtenons une représentation sous forme de paliers qui est moins homogène que celle des vitesses surfaciques. En effet, les

hauteurs sont mesurées avec une précision d'un pixel¹ et les valeurs obtenues restent proportionnelles à un nombre entier de pixels. Par conséquent, il ne peut y avoir de valeurs entre deux valeurs entières de pixel. Le comportement observé est similaire à celui de la vitesse surfacique, avec un passage par un maximum et une décroissance progressive par la suite. Nous reviendrons sur ce point dans la suite de ce chapitre.

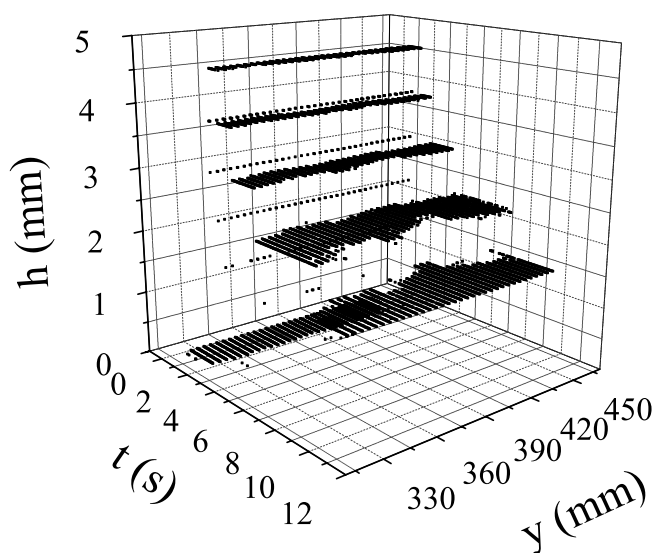


FIG. 5.7 – Hauteurs obtenues après un temps de repos de 30 s pour un angle de $12,9^\circ$. Évolution de la hauteur au cours du temps sur toute la largeur de la ligne de la grille laser.

Après observation de ces résultats, il semble judicieux de réduire la zone d'analyse afin de nous affranchir des effets de bords et avoir ainsi des valeurs proches d'un écoulement bidimensionnel plus simple à analyser. Pour ce faire, nous choisissons une zone centrale réduite (*Fig. 5.8*), dans laquelle les mesures de vitesses surfaciques et de hauteurs restent homogènes (*Fig. 5.9*).

Ainsi, dans la zone d'analyse l'écoulement peut être considéré bidimensionnel. Néanmoins, les points de mesures présentent, tout de même, une légère dispersion, c'est pourquoi il est nécessaire d'homogénéiser toutes ces données (*Fig. 5.9*). Pour ce faire, une courbe continue est calculée en réalisant une moyenne sur un nombre défini de points adjacents. Cela nous permet d'obtenir des valeurs de hauteurs entre les paliers correspondant à

¹Dans notre cas, 1 *pixel* équivaut à environ 0,76 mm.

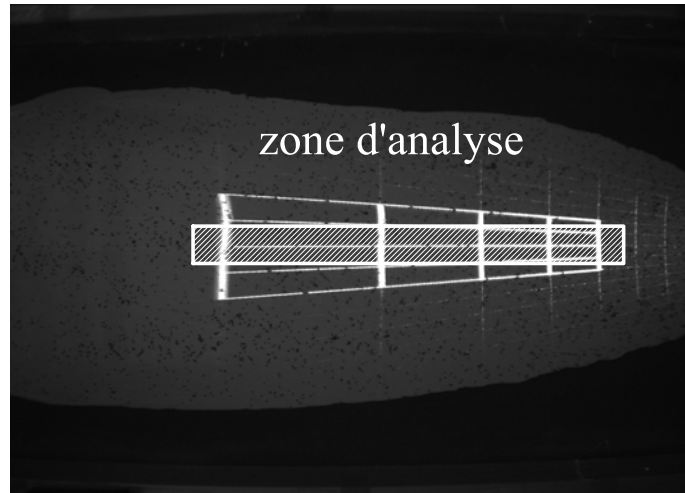


FIG. 5.8 – Zone d'analyse où sont déterminées les mesures de hauteurs et de vitesses.

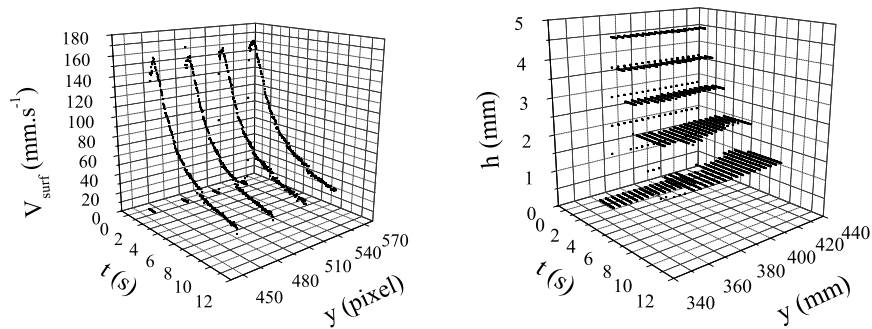


FIG. 5.9 – Hauteurs et vitesses surfaciques obtenues après un temps de repos de 30 s pour un angle de $12,9^\circ$. Évolution de la hauteur et de la vitesse surfacique au cours du temps sur toute la zone d'analyse réduite.

des valeurs entières de pixel. En ce qui concerne les vitesses surfaciques, nous obtenons une courbe moyenne mieux définie.

Nous avons souligné précédemment que les mesures des hauteurs et des vitesses surfaciques ne sont pas réalisées exactement au même endroit, ce qui entraîne un léger décalage temporel. Pour effectuer ce recalage, nous supposons que la vitesse maximale correspond à la hauteur maximale. Cette supposition se justifie par le fait que, dans ce type d'écoulement, la gravité

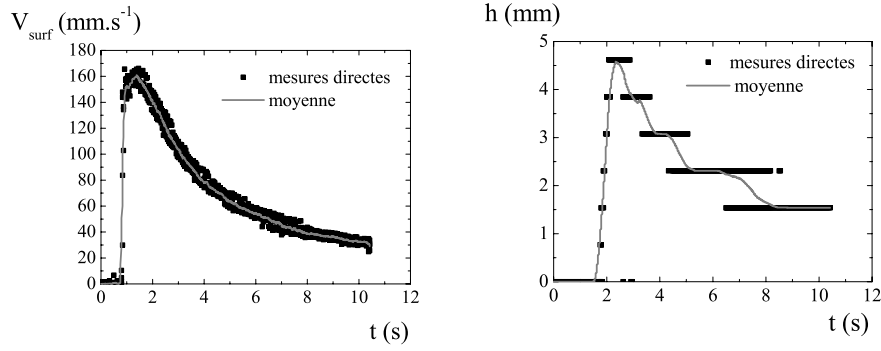


FIG. 5.10 – Hauteurs et vitesses surfaciques obtenues après un temps de repos de 30 s pour un angle de $12,9^\circ$. Évolution de la hauteur et de la vitesse surfacique au cours du temps en représentation bidimensionnelle. Les points représentent les mesures directes, alors que les lignes continues correspondent aux valeurs moyennes.

est la force motrice. Par conséquent, une épaisseur de matériau plus importante correspond à une masse plus élevée et donc à une vitesse plus rapide. Finalement, pour chaque ligne de la grille laser les maxima des hauteurs et des vitesses sont placés arbitrairement à un temps de référence égal à 1 s.

5.2 Analyse des résultats

5.2.1 Mesures statiques

Les mesures des angles critiques de démarrage nous permettent de calculer les contraintes critiques (Fig. 5.11), comme nous l'avons décrit au chapitre 1, en utilisant la formule :

$$\tau_c = \rho g h \sin \beta_c \quad (5.1)$$

avec :

- masse volumique : $\rho = 2015 \text{ g/l}$
- épaisseur : $h = 8 \text{ mm}$
- accélération de la pesanteur : $g = 9,81 \text{ m.s}^{-2}$

Nous observons une évolution linéaire des contraintes critiques en fonction des temps de repos préalables. L'augmentation continue de ces contraintes critiques montre le phénomène de structuration de la pâte de ciment au repos. Elles varient ainsi de 15 Pa, pour le temps de repos le plus court, à 55 Pa, pour celui le plus long. Cette première valeur est en accord avec celles déter-

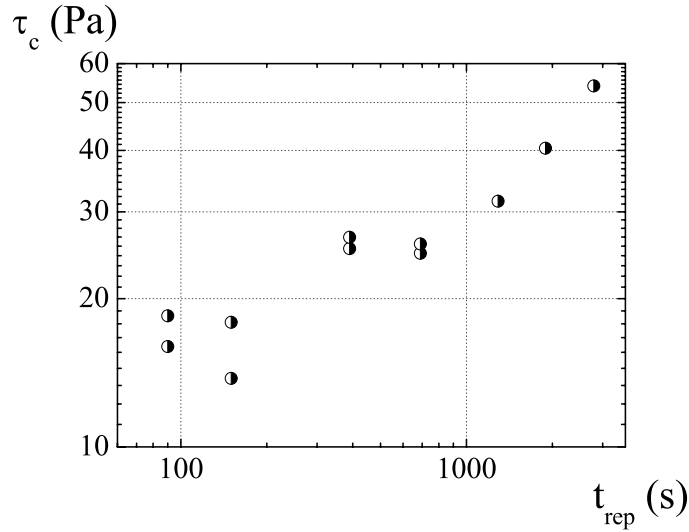


FIG. 5.11 – Contraintes critiques de démarrage tracées en fonction des temps de repos préalables.

minées par IRM et par rhéométrie classique et pourrait être assimilée à un seuil de contrainte traditionnel.

5.2.2 Mesures dynamiques

Les mesures expérimentales des hauteurs et des vitesses surfaciques sont tracées en fonction du temps (*Fig. 5.13*). L'évolution générale de toutes les courbes est similaire avec une croissance rapide jusqu'à un maximum suivie par une décroissance progressive. Cela prouve que nous observons le passage d'un front, plus épais, suivi d'une traînée avec moins de matière. Ce phénomène est confirmé par la détermination des vitesses et des hauteurs à différentes positions dans l'écoulement, au niveau des lignes de la grille laser (*Fig. 5.12*). Le front se propage tout au long de l'écoulement, sans que l'épaisseur de celui-ci ne change. Par contre, la vitesse, quant à elle, décroît jusqu'à atteindre près du tiers de sa valeur initiale. L'écoulement apparaît ici beaucoup plus complexe qu'on aurait pu le supposer.

Néanmoins, certaines différences apparaissent entre l'évolution des hauteurs et des vitesses. En effet, le maximum de ces dernières dépend de l'angle d'inclinaison appliqué. Plus cet angle est grand, plus la vitesse passe par un maximum élevé. Ceci est cohérent avec la géométrie de l'écoulement qui impose que la contrainte appliquée est proportionnelle au sinus de l'angle d'inclinaison. Dans cette configuration, nous obtenons une vitesse d'autant

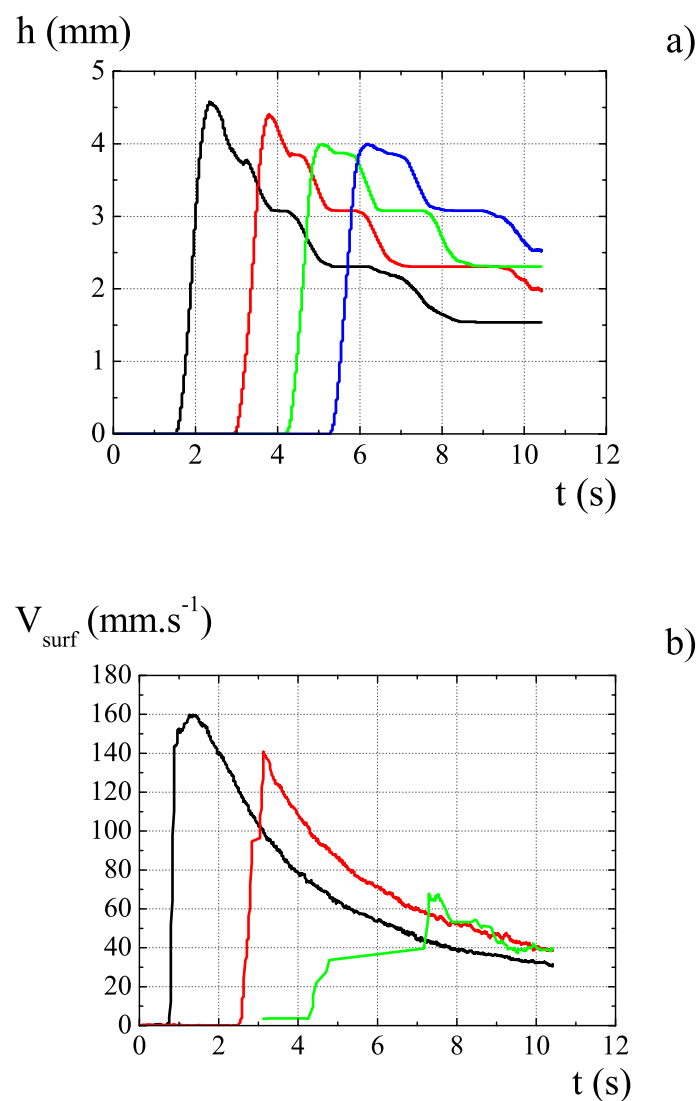


FIG. 5.12 – *Hauteurs et vitesses surfaciques obtenues après un temps de repos de 30 s pour un angle de $12,9^\circ$. Évolution de la hauteur et de la vitesse surfacique au cours du temps pour les différentes positions des lignes de la grille laser.*

plus importante que la contrainte appliquée est grande. Nous remarquons aussi que les vitesses finales tendent toutes vers une même limite quel que soit l'angle. Un comportement similaire à celui-ci devrait être retrouvé sur l'évolution des hauteurs. Mais, l'influence de l'angle d'inclinaison sur l'épais-

seur maximale est moins marquée. En effet, cette hauteur semble être identique pour tous les écoulements, même si l'angle d'inclinaison le plus grand entraîne l'épaisseur la plus faible. Nous remarquons aussi, pour les angles de $10,9^\circ$ et $13,8^\circ$, un comportement non continu sur la fin de l'écoulement. Cela ne correspond pas au comportement réel, mais est dû à un problème de traitement des données qui ne peut être résolu.

Ensuite, les évolutions des vitesses surfaciques (*Fig. 5.14*) et des épaisseurs (*Fig. 5.15*) sont tracées en fonction du temps pour différents temps de repos préalables. Les comparaisons sont effectuées pour un même angle d'inclinaison ($\beta = 15^\circ$). Malheureusement pour le temps de repos de 30 s nous n'avons pas de mesures pour cet angle. C'est pourquoi nous choisissons les angles les plus proches, l'un inférieur ($\beta = 13,9^\circ$) et l'autre supérieur ($\beta = 17^\circ$). Bien que la comparaison ne soit pas évidente du fait des différents angles d'inclinaisons, il semble néanmoins que le temps de repos n'influence pas le démarrage de l'écoulement. En effet, les vitesses surfaciques présentent des maxima du même ordre de grandeur et tendent toutes vers une même valeur limite finale. Des vitesses légèrement plus faibles sont tout de même atteintes lorsque le temps de repos augmente. En ce qui concerne l'évolution des épaisseurs, ces différences diminuent.

Nous avons vu au chapitre 1 qu'il est possible de déterminer la courbe d'écoulement du matériau à partir de mesures expérimentales sur plan incliné. Pour ce faire, nous définissons :

- le gradient de vitesse apparent par

$$\dot{\gamma}_{app} = \frac{V_{surf}}{h} \quad (5.2)$$

- la contrainte apparente par

$$\tau_{app} = \rho g h \sin \beta \quad (5.3)$$

Le rhéogramme apparent est alors tracé pour deux instants distincts de l'écoulement : après 1 s ce qui correspond au déplacement du front et après 5 s afin de travailler sur un écoulement établi. Ces courbes sont alors comparées au rhéogramme apparent obtenu dans la géométrie de Couette en entrefer mince et au rhéogramme local calculé directement à partir des profils de vitesse (*Fig. 5.16*). Nous rappelons que le premier est mesuré après un temps de repos de 60 s à partir de la fin du précisaillement et que le deuxième indique le comportement réel du matériau. Nous remarquons que les mesures après 1 s sont en accord avec les données locales alors qu'après 5 s d'écoulement elles correspondent aux mesures en entrefer mince.

Il était attendu d'obtenir une assez bonne correspondance entre les essais en entrefer mince et l'écoulement sur plan incliné après 5 s. En effet, il est raisonnable de penser que dans ce cas les configurations sont proches. Du fait de la diminution de l'épaisseur au cours du temps, l'écoulement sur plan

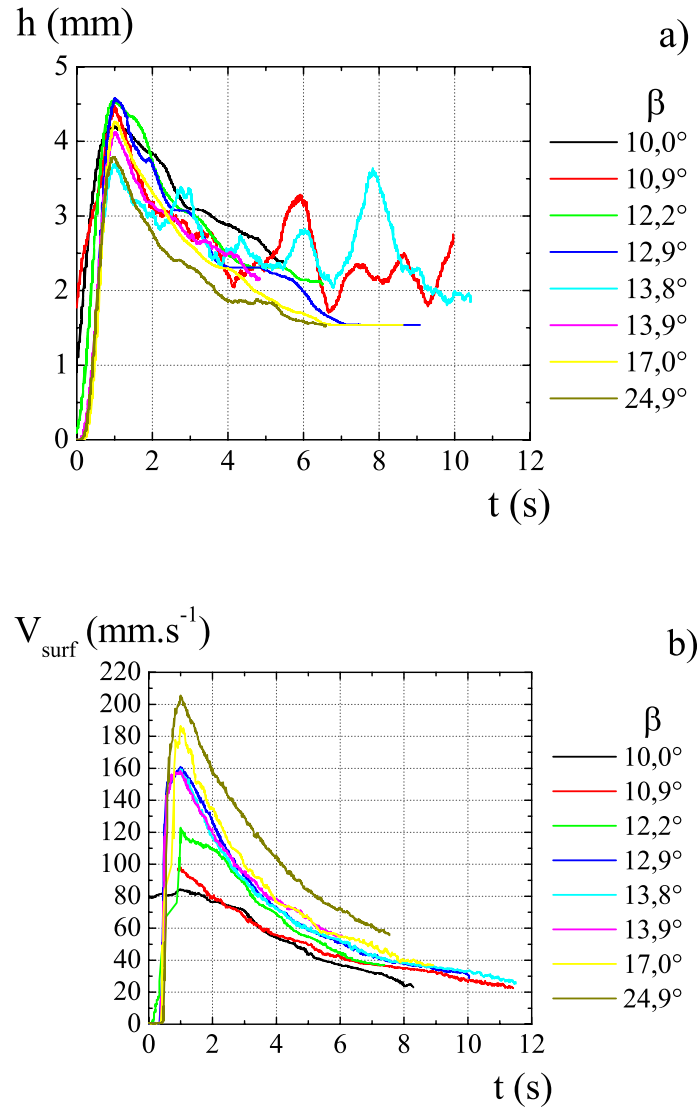


FIG. 5.13 – Mesures dynamiques effectuées sur plan incliné par analyse du film d'écoulement, pour un temps de repos de 30 s et pour différents angles d'inclinaison ($\beta > \beta_c$). a) Mesures des hauteurs. b) Mesures des vitesses surfaciques.

incliné s'effectue, à cet instant, avec une faible hauteur, correspondant à un entrefer mince. De plus, nous pouvons supposer qu'un régime établi est atteint pour ces deux géométries. En revanche, il est plus remarquable que le déplacement du front soit en parfait accord avec le rhéogramme local. Il ne

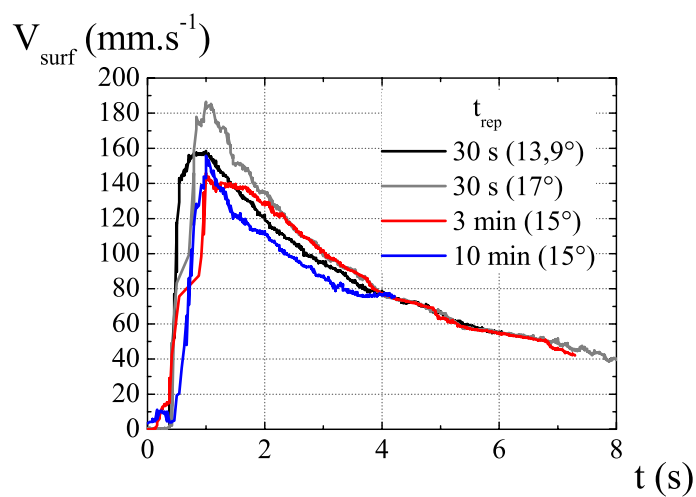


FIG. 5.14 – Comparaison des vitesses surfaciques en fonction du temps pour différents temps de repos.

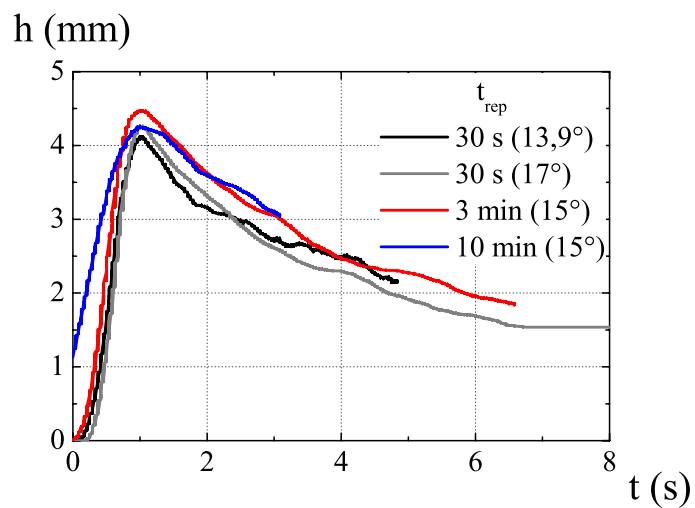


FIG. 5.15 – Comparaison des hauteurs en fonction du temps pour différents temps de repos.

faut, néanmoins, pas négliger les incertitudes liées à la technique de mesure des hauteurs, qui pourraient être à l'origine de cette parfaite correspondance.

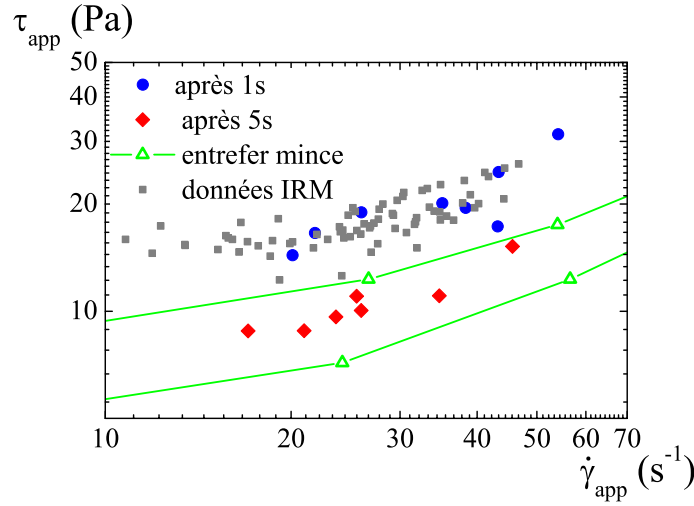


FIG. 5.16 – Rhéogramme apparent déterminé par des mesures de plan incliné pour un temps de repos de 30 s, après 1 et 5 s d'écoulement. Comparaison avec celui obtenu en entrefer mince dans une géométrie de Couette après un temps de repos de 60 s et avec le rhéogramme local déterminé directement à partir des mesures IRM.

L'influence du temps de repos sur les rhéogrammes apparents (Fig. 5.17) n'est pas nette, comme le laissent supposer les comparaisons des vitesses surfaciques et des épaisseurs. En effet, nous retrouvons le comportement précédent quel que soit le temps de repos préalable que nous avons laissé.

À partir des définitions de la contrainte et du gradient de cisaillement apparents, il est aisé d'obtenir la viscosité apparente :

$$\eta_{app} = \frac{\tau_{app}}{\dot{\gamma}_{app}} = \frac{h^2 \sin \beta}{V_{surf}} \quad (5.4)$$

où h représente l'épaisseur du matériau.

Néanmoins, nous savons que les mesures des hauteurs ne sont pas précises et conduisent à des valeurs identiques pour tous les essais réalisés. Or, la représentation du rapport de la vitesse surfacique sur le sinus de l'angle d'inclinaison correspond à l'inverse de la viscosité apparente à un facteur près. Comme nous avons une meilleure précision sur les mesures de vitesses surfaciques, nous préférons donc ce rapport à la viscosité apparente.

Une courbe maîtresse est atteinte pour un temps de repos de 30 s (Fig. 5.18), ce qui caractérise un même comportement quel que soit le niveau de contrainte

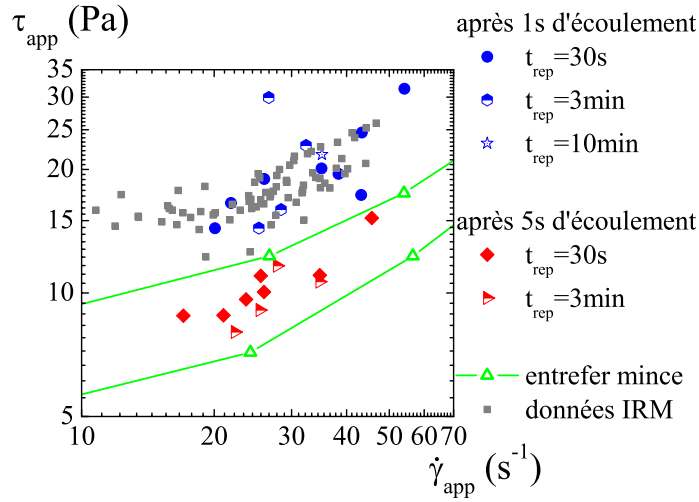


FIG. 5.17 – *Rhéogrammes apparents déterminés par des mesures de plan incliné pour des temps de repos de 30 s, 3 et 10 min, après 1 et 5 s d'écoulement. Comparaison avec celui obtenu en entrefer mince dans une géométrie de Couette après un temps de repos de 60 s et avec le rhéogramme local déterminé directement à partir des mesures IRM.*

appliquée. Mais, ce qui est plus remarquable, c'est que cette courbe maîtresse est conservée après des temps de repos plus long (*Fig. 5.19*).

5.3 Conclusion

Le plan incliné se révèle comme un outil de caractérisation performant et pratique. Les essais statiques mettent en évidence le caractère thixotrope du coulis de ciment par l'intermédiaire de mesures simples d'angles de démarrage. Le fait que cet angle augmente avec le temps de repos caractérise un phénomène de structuration du matériau s'opérant au cours du temps. Malgré les incertitudes quant à la détermination précise du début de l'écoulement, nous retrouvons une contrainte critique, pour des temps de repos courts, proche de celle obtenue par les essais IRM. Grâce aux essais dynamiques nous avons accès à l'évolution des vitesses surfaciques et des épaisseurs au cours de l'écoulement. Nous observons alors des écoulements caractérisés par la propagation d'un front suivi par une zone plus homogène. Les rhéogrammes apparents tracés à partir de ces mesures sont en accord avec ceux obtenus par les autres techniques rhéométriques décrites précédemment.

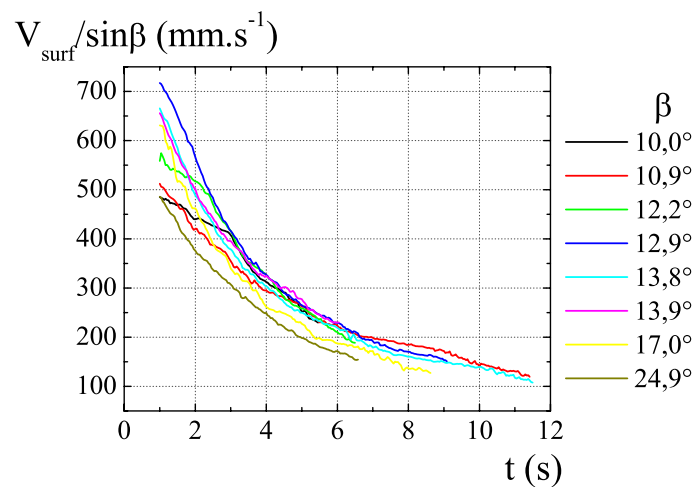


FIG. 5.18 – Représentation du rapport de la vitesse surfacique sur le sinus de l'angle d'inclinaison en fonction du temps, pour différents angles d'inclinaison et pour un temps de repos de 30 s.

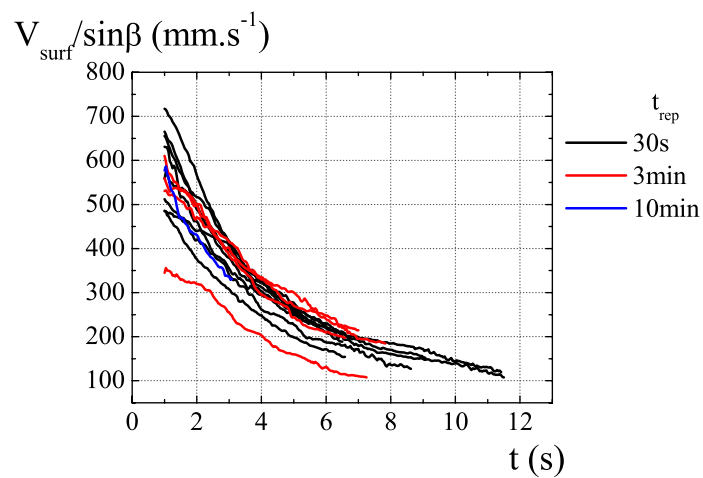


FIG. 5.19 – Comparaison du rapport de la vitesse surfacique sur le sinus de l'angle d'inclinaison en fonction du temps suivant les différents temps de repos.

Chapitre 6

Modélisation et simulations

Les résultats, obtenus dans les chapitres précédents, montrent que les modèles de fluides à seuil simple ne permettent pas de décrire le comportement du matériau "modèle". D'une part, les effets transitoires ne sont pas pris en compte par ces lois de comportement. D'autre part, la rupture de pente observée sur les profils de vitesse apparaît comme un phénomène nouveau qu'il faut prendre en considération. C'est pourquoi, une modélisation de la thixotropie, issue de ces observations, a été développée.

Tout d'abord, nous nous attachons à décrire complètement le modèle, relatif à un comportement thixotrope, que nous utilisons. Ensuite, après avoir déterminés tous les paramètres nécessaires, des simulations sont effectuées dans les mêmes configurations que les essais expérimentaux. Une comparaison des calculs et des mesures directes est alors réalisée pour vérifier la validité du modèle.

6.1 Description du modèle

De nombreux modèles [9, 20, 23, 27, 41, 61, 113, 117], plus ou moins sophistiqués, décrivant les propriétés de thixotropie ont été développés au cours des dernières années. Mewis [82], puis Barnes [15] ont fait une revue générale, non exhaustive, des différents modèles utilisés. Plus récemment, une revue plus complète de la modélisation a été réalisée par Mujumdar *et. al* [85].

Cheng et Evans [28] suggèrent une forme mathématique générale de l'équation de l'état structurel d'un matériau thixotrope :

$$\tau = \eta(\lambda, \dot{\gamma})\dot{\gamma} \quad (6.1)$$

$$\frac{d\lambda}{dt} = f(\lambda, \dot{\gamma}) \quad (6.2)$$

La seconde équation représente l'évolution du paramètre structural λ , qui est à relier à l'état de flocculation du matériau.

Des observations similaires, telles que la rupture de pente sur les profils de vitesse mesurés en IRM et la bifurcation de viscosité, ont été faites sur des suspensions de bentonite, de laponite, de silice et des émulsions, comme la mayonnaise [35]. À partir de ces résultats, Coussot *et al.* [33] ont développé un modèle décrivant le comportement thixotrope, puis celui-ci a été validé par Roussel *et al.* [102] sur différents matériaux thixotropes.

Cette loi de comportement repose sur des considérations simples et basiques. Un fluide est, en effet, caractérisé par au moins une viscosité apparente $\eta = \tau/\dot{\gamma}$. Dans le cas d'un comportement thixotrope, cette viscosité apparente va dépendre de l'état structural interne du matériau, décrit par l'intermédiaire de la variable λ [15, 82]. Le modèle s'écrit alors de façon très simple :

$$\tau = \eta(\lambda)\dot{\gamma} \quad (6.3)$$

Néanmoins, pour compléter le modèle, une équation cinétique, décrivant l'évolution temporelle de λ , est nécessaire. De manière très simple, on considère que cette évolution est égale à la différence entre un taux de structuration lié à la nature du matériau, et un taux de déstructuration proportionnel au cisaillement engendré par l'écoulement [15, 82].

Ainsi, en reprenant ces idées simples et basiques, le modèle s'exprime de la manière suivante :

$$\eta(\lambda) = \eta_0(1 + \lambda^n) \quad (6.4)$$

$$\frac{d\lambda}{dt} = \frac{1}{\theta} - \alpha\lambda\dot{\gamma} \quad (6.5)$$

où η_0 représente la viscosité du matériau dans son état complètement déstructuré, c'est à dire quand $\lambda = 0$, θ correspond à un temps caractéristique de structuration lié aux propriétés intrinsèques du matériau étudié, n et α sont des paramètres sans dimension contrôlant respectivement la viscosité globale du matériau et l'influence de la déstructuration sur la structure interne.

L'un des avantages de ce modèle réside dans le fait qu'il ne possède pas de contrainte seuil. Par conséquent, les problèmes de discontinuité, engendrés par la frontière solide-liquide à partir des modèles à seuil, disparaissent au cours des simulations. Avec ce modèle, en effet, le matériau s'écoule partout et tout le temps. Néanmoins, la région définie normalement par une contrainte seuil correspond simplement à la zone où la viscosité apparente tend vers l'infini au cours du temps. Donc, ce modèle, sans seuil d'écoulement explicite, décrit des écoulements apparemment similaires à ceux obtenus avec des modèles de fluides à seuil habituellement utilisés.

6.1.1 Écoulements homogènes

Nous commençons par la description des écoulements homogènes, c'est à dire les écoulements où τ , $\dot{\gamma}$ et λ ne dépendent que du temps.

6.1.1.1 Régime stationnaire

En régime stationnaire nous avons $d\lambda/dt = 0$, ce qui, à partir des équations 6.4 et 6.5, nous permet d'écrire :

$$\tau = \eta_0 \left[1 + \left(\frac{1}{\alpha \theta \dot{\gamma}} \right)^n \right] \dot{\gamma} \quad (6.6)$$

Afin de caractériser l'évolution de cette équation, nous calculons sa dérivée :

$$\frac{d\tau}{d\dot{\gamma}} = \eta_0 \left(1 + (1-n) \left(\frac{1}{\alpha \theta \dot{\gamma}} \right)^n \right) \quad (6.7)$$

Nous distinguons trois cas à partir de cette dernière équation :

- $n < 1$: ce cas correspond à un fluide sans contrainte seuil, caractérisé par une évolution monotone de la loi de comportement ($d\tau/d\dot{\gamma} > 0$).
- $n = 1$: ce cas conduit à un fluide de Bingham ayant pour loi de comportement $\tau = \eta_0/(\alpha\theta) + \eta_0\dot{\gamma}$.
- $n > 1$: ce cas prend en compte une évolution non monotone de la loi de comportement, la dérivée $d\tau/d\dot{\gamma}$ pouvant prendre à la fois des valeurs positives et négatives.

Les deux premiers cas ne présentent pas d'intérêt particulier, c'est pourquoi nous considérons dans la suite de cette étude que $n > 1$. Le comportement non monotone nous permet de définir un gradient de vitesse critique ($\dot{\gamma}_c$) de sorte que la loi de comportement soit croissante pour $\dot{\gamma} > \dot{\gamma}_c$ et décroissante sinon. Ainsi pour $d\tau/d\dot{\gamma} = 0$ nous avons :

$$\dot{\gamma}_c = \frac{k}{\alpha\theta} \quad (6.8)$$

où $k = (n-1)^{1/n}$. Ce gradient de vitesse critique est à associer à un état structural critique $\lambda_c = 1/k$ et à une contrainte critique :

$$\tau_c = \tau(\dot{\gamma}_c) = \eta_0 \left(\frac{n}{n-1} \right) \dot{\gamma}_c \quad (6.9)$$

Il devient alors intéressant de normaliser la contrainte et le gradient de vitesse par leurs valeurs critiques respectives. Les équations constitutives du modèle sont alors réécrites en termes de contrainte et gradient de vitesse adimensionnés, avec respectivement $T = \tau/\tau_c$ et $\Gamma = \dot{\gamma}/\dot{\gamma}_c$. De plus, le temps adimensionné est défini par : $t^* = t/\theta$.

$$T = \frac{n-1}{n} (1 + \lambda^n) \Gamma \quad (6.10)$$

$$\frac{d\lambda}{dt^*} = 1 - k\lambda\Gamma \quad (6.11)$$

Ces équations vont nous servir à décrire le régime transitoire jusqu'à l'obtention du régime stationnaire, soit dans le cas où la contrainte est imposée, soit dans le cas où la vitesse est imposée.

6.1.1.2 Régime transitoire sous contrainte imposée

Nous considérons maintenant le cas où une contrainte (adimensionnée) constante T_0 est imposée au fluide. Nous supposons que l'état structural du matériau à l'instant $t^* = 0$ est défini par $\lambda(t = 0) = \lambda_0$. Sous ces conditions, l'équation 6.10 s'écrit :

$$T_0 = \frac{n-1}{n}(1 + \lambda^n)\Gamma \quad (6.12)$$

Et en introduisant la valeur de Γ ainsi définie dans l'équation 6.11 on obtient :

$$\frac{d\lambda}{dt^*} = 1 - \frac{knT_0}{n-1} \frac{\lambda}{1 + \lambda^n} = f(\lambda) \quad (6.13)$$

La résolution de cette équation différentielle permet donc d'avoir accès au gradient de vitesse adimensionné Γ à tout instant.

Une analyse simple de la fonction $f(\lambda)$ permet de mieux comprendre le comportement du fluide. Le minimum de la fonction f est atteint pour $\lambda = \lambda_c = 1/k$ et la valeur correspondante vaut $1 - T_0$. Si $T_0 < 1$ (contrainte appliquée inférieure à contrainte critique), $f(\lambda)$ devient positive et tend vers 1 quand $\lambda \rightarrow \infty$, ce qui signifie que λ croît et tend vers l'infini. Donc, la viscosité tend elle-aussi vers l'infini et le fluide finalement s'arrête de s'écouler (*Fig. 6.1*). Si $T_0 > 1$, (contrainte appliquée supérieure à contrainte critique) $f(\lambda)$ possède alors deux racines, λ_1 et λ_2 ($\lambda_1 < \lambda_2$), qui dépendent de la valeur de T_0 . Mais, ces racines ne peuvent être calculées analytiquement, excepté pour des valeurs spécifiques de n . Dans le cas où $\lambda_0 < \lambda_2(T_0)$, l'écoulement tend vers un état établi. Dans le cas contraire, il tend vers l'arrêt.

6.1.1.3 Régime transitoire sous vitesse imposée

Nous considérons le cas où un gradient de vitesse constant ($\Gamma_0 > 1$) est appliqué. Comme précédemment, le paramètre de structure est fixé à la valeur λ_0 à l'instant $t = 0$. Les équations 6.10 et 6.11 s'écrivent alors :

$$T = \frac{n-1}{n}(1 + \lambda^n)\Gamma_0 \quad (6.14)$$

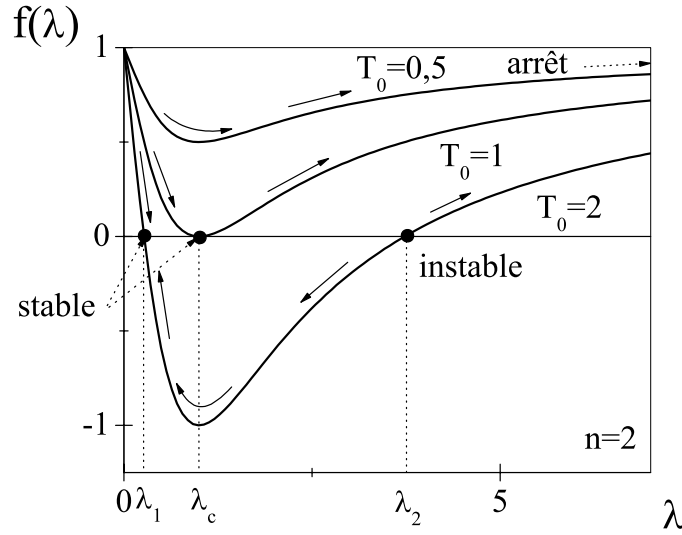


FIG. 6.1 – Diagramme de phase pour le paramètre de structure du modèle (pour $n = 2$). Évolution de $\dot{\lambda}$ en fonction de λ pour différentes valeurs de la contrainte adimensionnée appliquée.

$$\frac{d\lambda}{dt^*} = 1 - k\lambda\Gamma_0 \quad (6.15)$$

L'évolution du paramètre de structure se déduit directement de cette dernière équation :

$$\lambda(t^*) = \frac{1}{k\Gamma_0} + \left(\lambda_0 - \frac{1}{k\lambda_0}\right) \exp(-k\lambda_0 t^*) \quad (6.16)$$

Le cas $\Gamma_0 < 1$ ne peut pas être traité de la même manière, compte tenu du fait que l'état stationnaire correspond à un écoulement instable. Cette instabilité conduit à une localisation de l'écoulement pouvant intervenir de façon imprévisible dans le temps. La solution de ce problème réside dans la connaissance complète et exacte de la distribution du champ de contrainte au sein du matériau.

6.1.2 Écoulements non homogènes

En pratique comme nous l'avons vu dans les chapitres précédents, la distribution du champ de contrainte n'est jamais parfaitement uniforme dans les différentes géométries utilisées en rhéométrie. Or cette hétérogénéité joue un rôle prépondérant dans le développement des instabilités de l'écoulement

et nous nous devons de la prendre en compte. Nous présentons ici les deux cas que nous avons utilisés dans nos expériences, c'est à dire la géométrie à cylindres coaxiaux et le plan incliné. Maintenant, τ , $\dot{\gamma}$ et λ s'expriment en fonction du temps et de l'espace.

6.1.2.1 Géométrie de Couette

Généralités

Dans cette configuration, le champ de contrainte est connu tant que les effets inertiels sont négligeables et que la surface libre reste horizontale. La contrainte locale à la distance r du l'axe de rotation est donné par :

$$\tau = \frac{C}{2\pi r^2 h} \quad (6.17)$$

où C est le couple appliqué sur le cylindre intérieur et h la hauteur du cylindre intérieur (le fluide étudié étant en contact avec toute cette hauteur dans nos expériences). Nous définissons la contrainte adimensionnelle en fonction de la distance adimensionnelle $R = r/r_c$:

$$T(R) = \frac{\tau}{\tau_c} = \left(\frac{r_c(C)}{r} \right)^2 = R^{-2} \quad (6.18)$$

où r_c est le rayon critique caractérisant la position de l'interface entre la zone en écoulement et celle immobile. Il est associé au couple C pour le quel la contrainte critique est atteinte :

$$r_c = \sqrt{\frac{C}{2\pi h \tau_c}} \quad (6.19)$$

De cette façon, nous définissons les rayons intérieur et extérieur adimensionnels respectivement par $R_i = r_i/r_c$ et $R_e = r_e/r_c$.

De plus, le gradient de vitesse, dans cette géométrie, est fonction de la vitesse tangentielle v_θ :

$$\dot{\gamma} = \left| r \frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) \right| \quad (6.20)$$

et s'exprime de façon adimensionnelle par :

$$\Gamma = \frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c} = \left| R \frac{\partial}{\partial R} \left(\frac{V}{R} \right) \right| \quad (6.21)$$

où $V = v_\theta/r_c \dot{\gamma}_c$ est la vitesse tangentielle adimensionnelle.

Dans la suite, nous considérons que seul le cylindre intérieur peut être en rotation, le cylindre extérieur restant fixe. De plus, les effets de glissements aux parois sont négligés.

Application d'un couple

Dans un premier temps, nous considérons l'application d'un couple constant caractérisé par un champ de contrainte initial $T(R)$. De plus, l'état structural à l'instant $t = 0$ est fixé à $\lambda(t = 0) = \lambda_0(R)$. Ainsi, l'évolution de ce paramètre de structure à toute distance R est donnée par l'équation 6.13 dans laquelle T_0 est remplacé par $T(R)$:

$$\frac{d\lambda}{dt^*} = 1 - \frac{knT(R)}{n-1} \frac{\lambda}{1+\lambda^n} = 1 - \frac{knR^{-2}}{n-1} \frac{\lambda}{1+\lambda^n} \quad (6.22)$$

À partir de l'équation 6.12, dans laquelle T_0 est remplacé par $T(R)$, nous calculons le gradient de vitesse adimensionné Γ :

$$\Gamma(R) = \frac{n}{n-1} \frac{T(R)}{1+\lambda^n} = \frac{n}{n-1} \frac{R^{-2}}{1+\lambda^n} \quad (6.23)$$

La vitesse de rotation adimensionnée Ω est définie par :

$$\Omega = \frac{1}{\dot{\gamma}_c} \int_{r_i}^{r_e} \frac{\dot{\gamma}}{r} dr \quad (6.24)$$

Soit avec les variables adimensionnelles :

$$\Omega = \int_{R_i}^{R_e} \frac{\Gamma}{R} dR = \int_{R_i}^{R_e} \frac{n}{n-1} \frac{1}{1+\lambda(R)^n} \frac{dR}{R^3} \quad (6.25)$$

Nous supposons maintenant que l'état initial du matériau est une fonction croissante de R : $\lambda_0(R)$. Un état comme celui-ci est régulièrement obtenu après un précisaillement suffisamment long, pouvant être suivi d'un temps de repos. Pour chaque position R nous pouvons calculer la valeur critique $\lambda_2(T(R))$, c'est à dire la deuxième racine de la fonction f , qui est une fonction décroissante de R . Sous ces conditions l'écoulement tend vers un état stationnaire dans une région en contact avec le cylindre intérieur où $\lambda_0(R) < \lambda_2(T(R))$ et tend vers l'arrêt partout ailleurs. Bien entendu, si $\lambda_0(R_i) > \lambda_2(T(R_i))$ le cylindre intérieur va s'arrêter de tourner. En conséquence de quoi, les courbes des vitesses de rotation en fonction des couples appliqués sont identiques à celles obtenues dans le cas homogène. En effet, lorsque le couple est supérieur à la valeur critique, correspondant à $\lambda_0(R_i) = \lambda_2(T(R_i))$, un état stationnaire d'écoulement peut être atteint et lorsque le couple est inférieur à cette valeur critique le cylindre intérieur arrête sa rotation. Cependant, dans notre cas, comme le couple tend vers sa valeur critique, l'épaisseur ϵ de la zone cisailée décroît et le gradient de cisaillement dans cette zone tend vers une valeur finie, supérieure ou égale à $\dot{\gamma}_c$. De l'équation 6.25, nous déduisons que la vitesse de rotation s'exprime approximativement sous la forme : $n\epsilon/(n-1)(1+\lambda_1(T(R_i)))R_i^3$ et doit tendre vers zéro vu que le couple s'approche de la valeur critique. Mais, en pratique,

la zone où le fluide est cisailé avec un régime laminaire ne peut pas tendre vers zéro du fait de la taille des particules et de la rugosité des parois. À ce stade, il devient compliqué de comprendre ce qui peut exactement se passer si la zone cisailée devient du même ordre de grandeur que la taille de la rugosité ou de la taille des particules. L'hypothèse de milieu continu est alors mise en défaut.

Notons que si la contrainte critique ($T = 1$) est atteinte à l'intérieur de l'entrefer pour une distance R^* et si $\lambda_0(R^*) < \lambda_c$, alors le gradient de cisaillement critique $\dot{\gamma}_c$ est forcément atteint par le fluide à l'interface (R^*) entre la zone cisailée et celle non cisailée dans l'état stationnaire. Cela peut arriver, en particulier, dans le cas où l'entrefer est suffisamment large lorsqu'un pré-cisaillement à vitesse ou à couple imposé conduit à un écoulement totalement développé dans l'entrefer.

Application d'une vitesse de rotation

Considérons maintenant le cas où une vitesse de rotation constante (Ω) est appliquée. Nous devons alors décrire en détail l'évolution des profils de vitesse au cours du temps, qui peuvent être directement déduits du champ de gradient de vitesse en fonction du temps. Maintenant, le rayon critique défini en fonction du couple appliqué dans l'équation 6.19 dépend du temps à travers les couples instantanés. En prenant en compte ce changement, nous pouvons exprimer la vitesse de rotation pour tout rayon r par une procédure identique à celle de l'équation 6.25 :

$$\Omega(r) = \frac{\omega(r)}{\dot{\gamma}_c} = r_c^2(t) \int_r^{r_e} \frac{n}{n-1} \frac{1}{1+\lambda^n} \frac{dr}{r^3} \quad (6.26)$$

L'équation 6.26, en prenant $r = r_i$, permet de relier la vitesse de rotation au couple instantané, par l'intermédiaire de $r_c^2(t)$, qui peut être introduit dans l'équation constitutive pour tout temps et toute position pour obtenir :

$$r^2 \left(1 - \frac{\partial \lambda}{\partial t} \right) (1 + \lambda^n) \int_r^{r_e} \frac{1}{(1 + \lambda^n) r^3} dr = k \lambda \Omega \quad (6.27)$$

L'équation 6.27, associée à des conditions initiales, nous permet d'obtenir les variations de $\lambda(r, t)$, et par conséquent nous déduisons le couple à partir de l'équation 6.19, et $\dot{\gamma}(r, t)$ de 6.20 et 6.26.

6.1.2.2 Géométrie du plan incliné

Dans cette configuration, la contrainte au sein du matériau pour toute distance y perpendiculaire au plan vaut :

$$\tau(y) = \rho g (h - y) \sin \beta \quad (6.28)$$

où ρ est la masse volumique du matériau, g l'accélération de la pesanteur, h l'épaisseur du matériau et β l'angle d'inclinaison du plan. La contrainte adimensionnée est définie en fonction de l'épaisseur adimensionnée Y :

$$T(Y) = \frac{\tau}{\tau_c} = \frac{h - y}{h - y_c(\beta)} = Y \quad (6.29)$$

où $h - y_c$ correspond à la position de l'interface entre la partie cisailée, proche de la paroi, et celle non cisailée dans laquelle le matériau se déplace en écoulement bouchon. Cette épaisseur est à associer à l'angle d'inclinaison du plan pour lequel la contrainte est obtenue :

$$h - y_c = \frac{\tau_c}{\rho g \sin \beta} \quad (6.30)$$

Le gradient de vitesse est défini dans cette géométrie en fonction de la vitesse v_x :

$$\dot{\gamma} = \frac{\partial v_x}{\partial y} \quad (6.31)$$

et peut être défini sous forme adimensionnelle par :

$$\Gamma = \frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c} = -\frac{\partial V}{\partial Y} \quad (6.32)$$

où $V = v_x / \dot{\gamma}_c (h - y_c)$ est la vitesse adimensionnelle.

Cette expérience correspond à des essais en contrainte imposée dans le cas où la seule force motrice est la gravité. Cette condition est vérifiée lorsqu'un angle β est imposé, conduisant à un champ de contrainte $T(Y)$. L'état structurel du matériau à l'instant $t = 0$ est fixé à $\lambda(t = 0) = \lambda_0(Y)$. Ainsi, l'évolution de ce paramètre de structure à toute distance Y est donnée par l'équation 6.13 dans laquelle T_0 est remplacé par $T(Y)$:

$$\frac{d\lambda}{dt^*} = 1 - \frac{knT(Y)}{n-1} \frac{\lambda}{1+\lambda^n} = 1 - \frac{knY}{n-1} \frac{\lambda}{1+\lambda^n} \quad (6.33)$$

À partir de l'équation 6.12, dans laquelle T_0 est remplacé par $T(Y)$, nous calculons le gradient de vitesse adimensionné Γ :

$$\Gamma(Y) = \frac{n}{n-1} \frac{T(Y)}{1+\lambda^n} = \frac{n}{n-1} \frac{Y}{1+\lambda^n} \quad (6.34)$$

L'état initial du matériau est maintenant supposé être une fonction décroissante de Y : $\lambda_0(Y)$. Celui-ci est régulièrement obtenu en versant le matériau, préalablement cisailé suivi d'un temps de repos éventuel, à la surface d'un plan horizontal. Pour chaque position Y nous pouvons calculer la valeur critique $\lambda_2(T(Y))$, c'est à dire la deuxième racine de la fonction f , qui est une fonction croissante de Y . Sous ces conditions l'écoulement tend vers un état stationnaire dans une région en contact avec la surface du plan où

$\lambda_0(Y) < \lambda_2(T(Y))$ et tend vers un écoulement bouchon partout ailleurs, si l'on fait l'hypothèse que l'épaisseur de matériau reste constante au cours du temps. Bien entendu, si $\lambda_0(h/h - y_c) > \lambda_2(h/h - y_c)$ l'écoulement va s'arrêter.

Notons que si la contrainte critique ($T = 1$) est atteinte à l'intérieur de l'épaisseur pour une distance Y^* et si $\lambda_0(Y^*) < \lambda_c$, alors le gradient de cisaillement critique $\dot{\gamma}_c$ est forcément atteint par le fluide à l'interface (Y^*) entre la zone cisailée et celle non cisailée dans l'état stationnaire. Cela peut arriver, en particulier, dans le cas où l'épaisseur est suffisamment importante et pour l'application d'un angle d'inclinaison supérieur à l'angle critique de démarrage.

6.1.3 Simulations

Dans la suite de ce travail, les simulations sont réalisées par un calcul de différences finies à l'aide d'un schéma explicite. Les itérations sont à la fois spatiales et temporelles. Le calcul du champ de vitesse, en régime permanent et en régime transitoire, est réalisé dans les deux géométries de l'étude. Le maillage spatial (taille de la maille dr et nombre de mailles N_r pour la géométrie de Couette et taille de maille dy et nombre de mailles N_y pour le plan incliné) ainsi que les pas de temps (dt) sont ajustés de façon à assurer la convergence du schéma numérique [102].

6.1.3.1 Géométrie de Couette

Pour la géométrie de Couette, nous fixons les conditions initiales et aux limites. Celles-ci englobent le couple ou la vitesse de rotation (suivant l'essai) appliqués et bien entendu l'état structural initial $\lambda_0(R)$. Nous supposons que l'écoulement est bidimensionnel et axisymétrique. De plus, un éventuel glissement est négligé, le matériau en contact avec le cylindre extérieur prend une vitesse nulle et, au contact du cylindre intérieur, la vitesse de rotation qui est soit appliquée soit résultante.

Vitesse de rotation imposée

Dans le cas d'une vitesse de rotation imposée $\omega(r_i)$, le calcul débute par celui de la contrainte adimensionnée via l'équation 6.26, qui s'écrit sous la forme :

$$T(r) = \frac{\omega(r_i)}{\dot{\gamma}_c} \frac{n-1}{n} \frac{1}{r^2} \frac{1}{\int_{r_i}^{r_e} \frac{1}{(1+\lambda^n(r))r^3} dr}$$

Dans laquelle on remplace l'intégrale par la somme discrète suivante :

$$\sum_{i=1}^{N_r} \frac{1}{1 + (\lambda_i)^n (r_i)^3}$$

Cela nous permet alors de calculer le gradient de vitesse dans tout l'entrefer par l'équation 6.23 :

$$\dot{\gamma}(r) = \frac{n}{n-1} \frac{T(r)}{1 + \lambda^n(r)} \dot{\gamma}_c$$

Puis la contrainte, en se référant à la définition du modèle (eq. 6.4) :

$$\tau(r) = T(r) \eta_0 \dot{\gamma}_c \frac{n}{n-1}$$

La vitesse tangentielle est, quant à elle, calculée numériquement par à (eq. 6.20) :

$$v_\theta(r^{i+1}) = v_\theta(r^i) + \left(\frac{v_\theta(r^i)}{r^i} + \dot{\gamma}(r^i) \right) dr$$

Ces calculs sont alors répétés pour chaque pas de temps afin d'obtenir le régime transitoire. L'état structurel du matériau est calculé dans tout l'entrefer à chaque pas de temps par l'intermédiaire de l'équation 6.27 dans laquelle on substitue :

$$\frac{d\lambda}{dt} = \frac{\lambda(t^{j+1}) - \lambda(t^j)}{dt}$$

Contrainte imposée

Dans le cas d'une contrainte imposée $\tau(r_i)$, la contrainte adimensionnée se calcule directement à partir de sa définition :

$$T(r) = \frac{\tau(r)}{\tau_c} = \tau(r_i) \left(\frac{r_i}{r} \right)^2$$

Cela nous permet alors de calculer le gradient de vitesse dans tout l'entrefer par l'équation 6.23 :

$$\dot{\gamma}(r) = \frac{n}{n-1} \frac{T(r)}{1 + \lambda^n(r)} \dot{\gamma}_c$$

La vitesse tangentielle est alors déterminée de la même manière que dans le cas d'une vitesse de rotation imposée.

L'état structurel du matériau, comme précédemment, est calculé dans tout l'entrefer à chaque pas de temps.

Les deux techniques décrites précédemment nous permettent de suivre l'évolution temporelle du couple, de la vitesse de rotation, des profils de vitesse que nous comparons aux mesures expérimentales. Il nous est aussi possible de simuler numériquement des rhéogrammes apparents par application successives de contraintes croissantes puis décroissantes. L'état structurel obtenu à la fin d'un palier de contrainte est considéré comme étant l'état initial

pour le palier de contrainte suivant. À partir des champs de contrainte et de vitesse obtenus nous utilisons alors les mêmes hypothèses que celles faites par le rhéomètre pour le calcul de la contrainte et du gradient de vitesse apparents.

6.1.3.2 Plan incliné

Le cas du plan incliné, quant à lui, est traité de manière simplifiée. En effet, les effets de bords ainsi que la tension superficielle sont négligés dans cette modélisation. En fait, le calcul est réalisé suivant deux dimensions où seule la conservation du volume est prise en compte. Ces approximations, qui semblent très éloignées de la réalité, correspondent à ce que nous obtenons dans la zone d'analyse définie dans le chapitre précédent. Sinon, le principe de calcul est identique à celui de la géométrie de Couette. En effet, nous fixons l'angle d'inclinaison et l'état structural initial $\lambda_0(y)$ et la condition d'adhérence se traduit par une vitesse nulle à la paroi.

Le champ de contrainte est alors déduit directement à partir de sa définition dans cette géométrie :

$$\tau(y) = \rho g(h - y) \sin \beta$$

Puis, le gradient de vitesse est donné par :

$$\dot{\gamma}(y) = \frac{\tau(y)}{\eta_0(1 + \lambda^n(y))}$$

Et enfin la vitesse, à un instant t , pour une position y^{i+1} est déduite de la vitesse à la position y^i par :

$$\frac{\partial V_x}{\partial y} = \frac{V_x^{i+1} - V_x^i}{dy}$$

L'état structural du matériau, comme pour la configuration de Couette, est obtenu par discrétisation de l'équation 6.33.

Ces simulations nous permettent de suivre l'évolution temporelle de la vitesse surfacique, de l'épaisseur et de l'allongement du matériau. Ces deux dernières grandeurs sont obtenues en utilisant une vitesse débitante moyenne, permettant le calcul de l'allongement moyen pour chaque pas de temps, et la conservation du volume, nous donnant accès à la variation de l'épaisseur provoquée par l'allongement moyen.

6.2 Comparaison avec la rhéométrie par IRM

6.2.1 Régime permanent

Dans un premier temps, nous nous intéressons aux profils de vitesse obtenus pour le régime permanent défini au chapitre 3. La solution la plus simple,

résultant de la description du modèle réalisée auparavant, consiste à tracer la courbe maîtresse $V(R)$ (Fig. 6.2). Pour ce faire, nous utilisons les rayons et le gradient de vitesse critiques déterminés au chapitre 3. Finalement, cette courbe est définie à partir de l'équation 6.23 qui est intégrée pour obtenir la vitesse adimensionnelle :

$$V(R) = \frac{n}{n-1} R \int_{R_i}^1 \frac{R^{-3}}{1 + \lambda^n(R)} dR \quad (6.35)$$

L'état structural du matériau est, quant à lui, calculé par résolution de l'équation différentielle :

$$\lambda^n(R) - \frac{kn}{n-1} \lambda(R) + 1 = 0 \quad (6.36)$$

Cette dernière découle de l'équation 6.22, qui dans le cas du régime permanent est égale à zéro ($d\lambda/dt^* = 0$).

Finalement, seul le paramètre n intervient dans ces deux équations, les autres ($\dot{\gamma}_c$ et r_c) sont obtenus expérimentalement. Par conséquent, n est déterminé en ajustant l'équation théorique aux données expérimentales (Fig. 6.2). La meilleure concordance est obtenue pour $n = 1,22$. Néanmoins, pour les trois vitesses de rotation particulières (30,9 ; 41,2 et 61,8 *trs/min*), pour lesquelles nous avons déjà constaté au chapitre 3 des écarts dus à la fabrication, un décalage plus marqué est, ici aussi, notable.

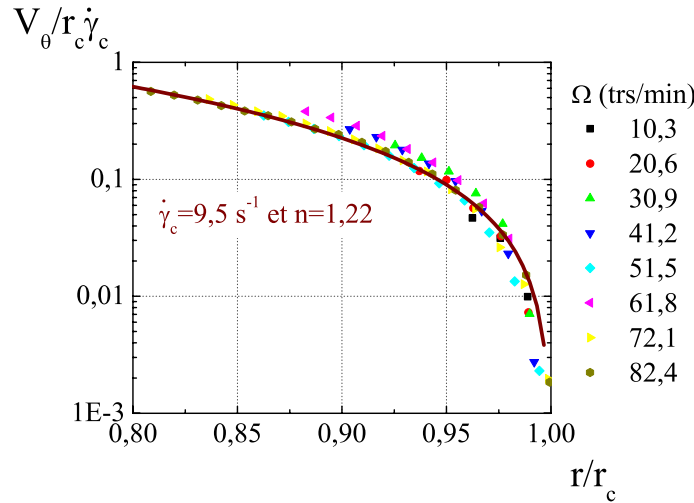


FIG. 6.2 – Courbe maîtresse tracée à partir des profils de vitesse obtenus après 80 s d'écoulement. Application du modèle pour déterminer le paramètre n .

L'obtention du paramètre n nous permet maintenant de calculer les profils de vitesse pour le régime permanent. Dans ce cas, le problème réside dans la définition du régime permanent car normalement celui-ci est obtenu après un nombre infini d'itérations. D'un point de vue pratique il est nécessaire de se fixer un critère d'arrêt du calcul. C'est pourquoi nous définissons comme temps de calcul "suffisamment long" un temps de calcul pour lequel la différence entre deux profils consécutifs est inférieure à 1%.

Nous obtenons des profils théoriques (*Fig. 6.3*) très proches des valeurs expérimentales. Néanmoins, des différences plus marquées sont présentes pour les trois vitesses de rotation qui s'écartaient de la courbe maîtresse. Ces trois profils ont, en effet, une allure générale différente avec une pente plus accentuée par rapport aux autres. Par conséquent, l'écart sur la courbe maîtresse peut être expliqué par un comportement différent, relatif à la fabrication de la pâte, et non plus seulement par les incertitudes liées aux mesures.

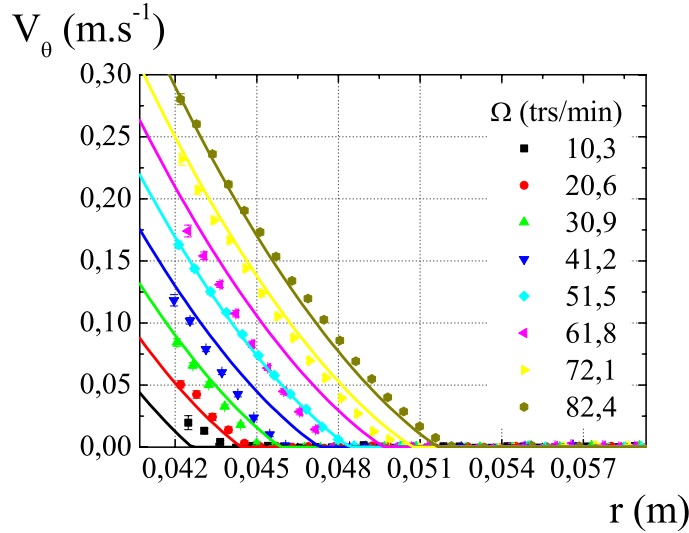


FIG. 6.3 – Comparaison des profils de vitesse théoriques et expérimentaux. Les paramètres utilisés étant : $\dot{\gamma}_c = 9,5 \text{ s}^{-1}$ et $n = 1,22$.

Finalement, l'analyse du régime permanent nous permet l'obtention du paramètre n du modèle. À partir de ce dernier, nous déduisons $k = 0,289$ et $\lambda_c = 3,459$ qui ne dépendent que de n . La viscosité $\eta_0 = 0,269 \text{ Pa.s}$ étant calculée, quant à elle, à partir de l'équation 6.9, qui met en jeu la contrainte ($\tau_c = 14,2 \text{ Pa}$) et le gradient de cisaillement ($\dot{\gamma}_c = 9,5 \text{ s}^{-1}$) critique en plus de n .

6.2.2 Régime transitoire

Le régime transitoire permet de caler le temps caractéristique de structuration du matériau θ , dernier paramètre inconnu du modèle, et, par conséquent, le paramètre α par l'intermédiaire de l'équation 6.8. Pour cela nous utilisons l'évolution de la vitesse au cours du temps pour différentes positions dans l'entrefer. Nous utilisons les vitesses de rotation où l'accord entre la théorie et les expériences, pour le régime permanent, est le meilleur c'est à dire pour 20,6 (Fig. 6.4), 51,5 (Fig. 6.5) et 72,1 *trs/min* (Fig. 6.6).

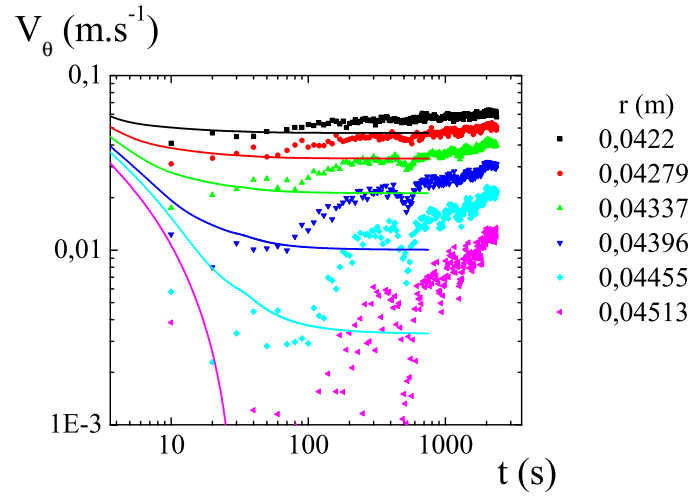


FIG. 6.4 – Évolution de la vitesse tangentielle en fonction du temps pour différentes positions dans l'entrefer. Comparaison des mesures expérimentales pour une vitesse de rotation de 20,6 *trs/min* et du modèle avec $n = 1,22$, $\theta = 0,15$ s et $\dot{\gamma}_c = 9,5$ s^{-1} .

D'une manière générale, nous distinguons deux zones présentes pour les trois vitesses de rotation. Les valeurs théoriques correspondent aux mesures expérimentales sur les premiers instants de l'écoulement, c'est à dire jusqu'à la fin du régime permanent que nous avons défini. Par la suite, le vieillissement devient prépondérant et le modèle ne prend pas en compte cette évolution. C'est pourquoi nous assistons à une divergence entre la théorie et les mesures.

Tout d'abord, d'un point de vue qualitatif le modèle prévoit une évolution similaire aux mesures. À partir d'une position particulière dans l'entrefer, nous observons une bifurcation de comportement : la vitesse tangentielle tend vers l'arrêt à partir de cette position alors qu'au delà de celle-ci elle tend vers un état stable. Par la suite, nous vérifions quantitativement que cette

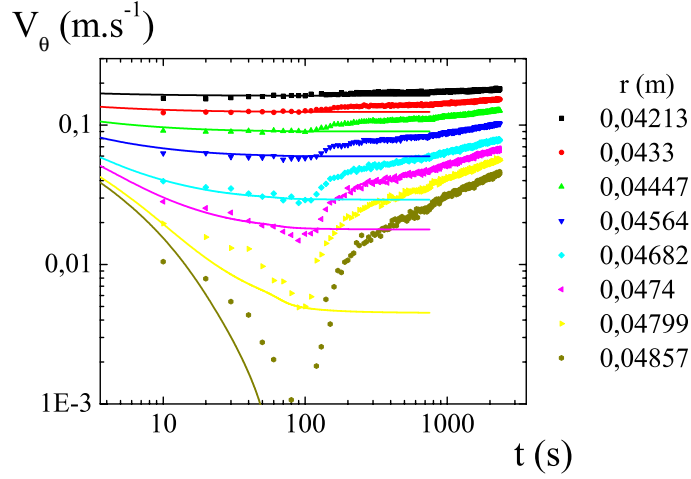


FIG. 6.5 – Évolution de la vitesse tangentielle en fonction du temps pour différentes positions dans l'entrefer. Comparaison des mesures expérimentales pour une vitesse de rotation de 51,5 trs/min et du modèle avec $n = 1, 22$, $\theta = 0,15$ s et $\dot{\gamma}_c = 9,5$ s⁻¹.

position est prédite correctement par l'application du modèle en utilisant un temps caractéristique de structuration $\theta = 0,15$ s conduisant à $\alpha = 0,203$.

Nous avons maintenant à notre disposition l'ensemble des paramètres de la loi de comportement. L'évolution du couple au cours du temps est alors calculée à partir du modèle afin d'être comparée aux mesures expérimentales (Fig. 6.7). Les valeurs théoriques présentent toutes un comportement similaire, avec une croissance rapide du couple sur les premiers instants suivie d'une décroissance lente jusqu'à la stabilisation de l'écoulement. La différence avec les mesures expérimentales est nette, mais le modèle ne prend pas en compte le vieillissement du matériau qui est responsable de cette évolution particulière. Néanmoins, le point le plus important réside dans le fait que les valeurs théoriques sont largement inférieures aux mesures expérimentales, mêmes sur les premiers instants de l'écoulement où le vieillissement n'est pas prédominant. L'origine de ce problème provient, certainement, des incertitudes sur la détermination de la viscosité (η_0) à partir des valeurs du gradient de vitesse critique. En effet, la viscosité varie entre 0,227 et 0,332 Pa.s en tenant compte des erreurs sur le gradient de vitesse. Ces écarts sont suffisamment importants pour influencer le calcul de l'évolution du couple dans les proportions que nous observons. Malgré cela, il nous semble préférable de continuer avec un jeu unique de paramètres.

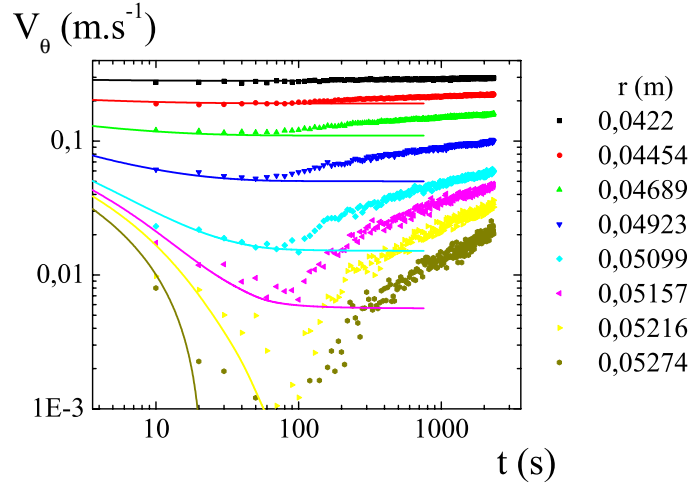


FIG. 6.6 – Évolution de la vitesse tangentielle en fonction du temps pour différentes positions dans l'entrefer. Comparaison des mesures expérimentales pour une vitesse de rotation de 82,4 trs/min et du modèle avec $n = 1,22$, $\theta = 0,15$ s et $\dot{\gamma}_c = 9,5$ s⁻¹.

Finalement, l'analyse des profils de vitesse en régime permanent et transitoire nous permet de déterminer tous les paramètres régissant le modèle. Nous avons maintenant à notre disposition une loi de comportement complète qui va nous servir de point de départ pour des comparaisons avec les autres techniques de mesure utilisées dans cette étude, même si certaines limites sont apparues au cours des simulations. Cela doit nous permettre de vérifier ou de trouver une méthode d'analyse pour des essais macroscopiques tels que la rhéométrie ou l'écoulement sur plan incliné.

6.3 Comparaison avec la rhéométrie classique

Dans le chapitre 4, nous avons vu que les essais classiques de rhéométrie sont susceptibles de favoriser des erreurs conduisant à une mauvaise interprétation des mesures. En nous basant sur le modèle et la connaissance des paramètres le régissant, nous effectuons tout d'abord une vérification de la validité de ce modèle. Puis, nous tentons de trouver une méthode permettant de retrouver ces paramètres.

Dans un premier temps, nous nous plaçons dans le cas simplifié des écoulements homogènes stationnaires. Il est raisonnable de penser que ces hypothèses sont respectées dans des conditions d'entrefer mince, pour des valeurs de vitesses élevées obtenues après l'établissement de l'écoulement. Nous pou-

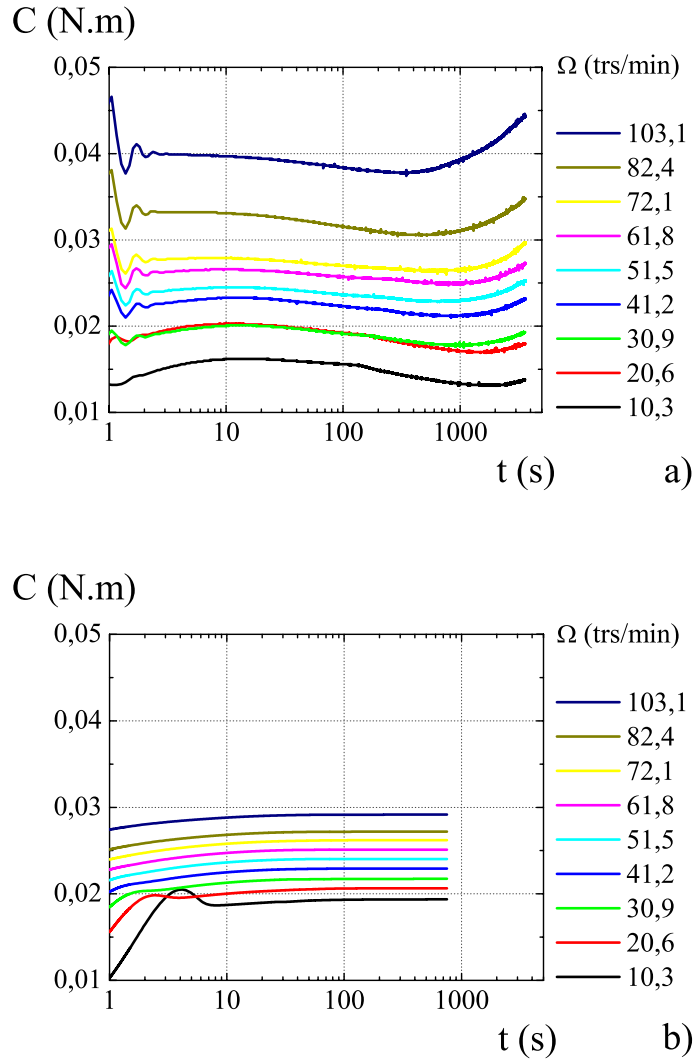


FIG. 6.7 – Évolution du couple en fonction du temps pour différentes vitesses de rotation imposées. a) Données expérimentales. b) Données théoriques.

vons alors appliquer l'équation 6.6 aux rhéogrammes apparents déterminés de manières différentes (*Fig. 6.8*). Le modèle suit un comportement analogue à celui obtenu en entrefer mince. L'écart entre la théorie et les mesures, dans ce cas, s'accroît pour les gradients de vitesse faibles. Ceci confirme donc la validité de nos hypothèses. En parallèle, l'utilisation d'un entrefer large, avec ou sans rugosité, conduit à des erreurs importantes, comme nous l'avons expliqué auparavant.

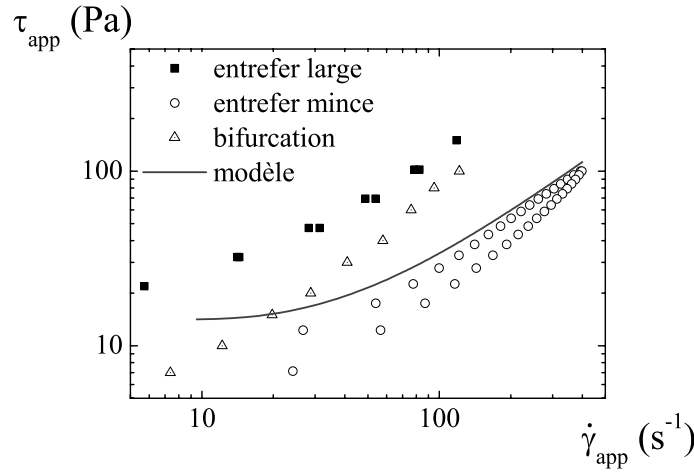


FIG. 6.8 – Comparaison des rhéogrammes apparents obtenus dans différentes configurations avec le modèle. Les paramètres utilisés dans ce cas sont : $\eta_0 = 0,269 \text{ Pa.s}$, $n = 1,22$, $\alpha = 0,203$ et $\theta = 0,15 \text{ s}$.

Nous appliquons, maintenant, ce même modèle au rhéogramme déterminé localement à partir des profils de vitesse (*Fig. 6.9*). En effet, cette courbe d'écoulement, représentant le comportement réel du matériau, est en accord avec le modèle, malgré la dispersion des points de mesures. Ainsi les mesures locales nous permettent de vérifier que la loi sous sa forme macroscopique simplifiée correspond au comportement réel du matériau en écoulement. Les hypothèses simplificatrices que nous avons faites sont donc valables dans ce cas.

Il est par conséquent possible de déterminer le comportement rhéologique de la pâte de ciment à partir d'essais macroscopiques, à condition de respecter les hypothèses d'entrefer mince et d'avoir atteint le régime établi en chaque point de mesure. Mais ces conditions sont, le plus souvent, obtenues pour des vitesses de rotations élevées. Finalement, l'ajustement de l'équation 6.6 sur les données expérimentales peut se faire en faisant varier seulement trois paramètres : n , η_0 et le produit $\alpha\theta$. De plus, ces derniers permettent le calcul de $\dot{\gamma}_c$ par l'intermédiaire de l'équation 6.8 et de τ_c via l'équation 6.9. Dans ce cas, seuls les paramètres α et θ ne sont pas obtenus distinctement.

Nous terminons cette analyse par la comparaison du rhéogramme, obtenu en entrefer large avec des parois rugueuses, et celui calculé par simulation (*Fig. 6.10*). Pour ce faire, nous appliquons les mêmes conditions expérimentales, c'est à dire une montée suivie d'une descente de paliers de contrainte. L'état structuré obtenu à la fin de l'application d'une contrainte est pris

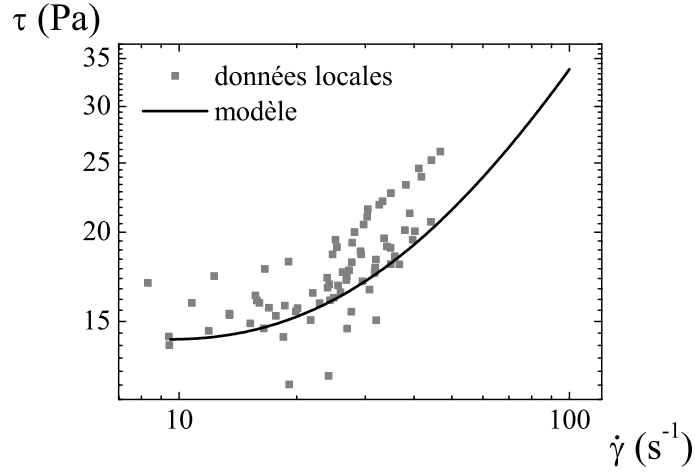


FIG. 6.9 – Comparaison du rhéogramme local avec le modèle. Les paramètres utilisés dans ce cas sont : $\eta_0 = 0,269 \text{ Pa.s}$, $n = 1,22$, $\alpha = 0,203$ et $\theta = 0,15 \text{ s}$.

comme état de départ pour l'application de la contrainte suivante. De plus, les contraintes et gradients de vitesse apparents sont déterminés à partir des formules introduites dans le rhéomètre.

Le modèle n'est, bien sûr, pas capable de prédire les oscillations du départ mais d'un point de vue qualitatif, les rhéogrammes présentent des similitudes intéressantes. Un démarrage brusque de l'écoulement intervient après l'application d'une contrainte particulière dans les deux cas. Cette phase est alors suivie par une zone d'écoulement où les courbes de montée et de descente se confondent. La boucle d'hysteresis est néanmoins plus importante avec la simulation. En revanche, d'un point de vue quantitatif, une différence notable apparaît. En effet, pour une même contrainte appliquée, les valeurs des gradients de vitesse apparents calculées sont plus de deux fois supérieures à celles mesurées expérimentalement. Cela est à relier à l'observation déjà faite sur l'évolution du couple en fonction du temps. Il semble donc que les incertitudes sur le gradient de vitesse critique soient aussi responsables de l'écart observé sur le calcul du rhéogramme apparent.

6.4 Comparaison avec le plan incliné

Avant de comparer les simulations aux données expérimentales, nous testons cette modélisation simplifiée d'écoulements bidimensionnels sur plan incliné. Pour ce faire, nous faisons varier l'ensemble des paramètres (angles

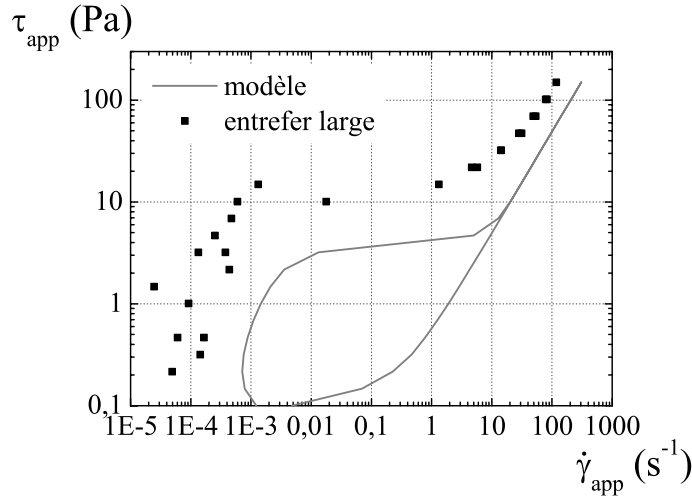


FIG. 6.10 – Comparaison entre la théorie et l'expérience pour le rhéogramme obtenu en entrefer large avec la géométrie rugueuse. Simulation réalisée à partir des paramètres : $\eta_0 = 0,269 \text{ Pa.s}$, $n = 1,22$, $\alpha = 0,203$, $\theta = 0,15 \text{ s}$, $\tau_c = 14,2 \text{ Pa}$ et $\dot{\gamma}_c = 9,5 \text{ s}^{-1}$).

d'inclinaison β et état structuel initial λ_0) afin de contrôler le sens physique des résultats. Puis, nous essayons de l'appliquer aux mesures dynamiques et statiques.

6.4.1 Vérification de la modélisation

Pour la vérification du modèle, nous nous plaçons dans une configuration proche de celle des essais expérimentaux. Nous fixons, en effet, l'épaisseur de départ à 8 mm en faisant varier les angles d'inclinaison entre $2,5^\circ$ et 25° . Pour chaque angle, l'état structuel initial est défini par une valeur uniforme comprise entre $0,01$ et 10000 . Le temps de l'écoulement est ajusté pour correspondre à la durée moyenne d'un essai, c'est à dire 10 s .

L'évolution de la vitesse surfacique en fonction du temps correspond à ce que nous avons observé expérimentalement (Fig. 6.11). Quel que soit l'état structuel de départ, plus l'angle d'inclinaison est grand et plus le niveau de vitesse atteint est élevé. Par ailleurs, la physionomie de l'écoulement évolue suivant l'état de structuration initial du matériau. Si celui-ci est faible ($\lambda_0 = 0,01$), nous obtenons une vitesse surfacique continûment décroissante au cours du temps. Le fait de partir d'un état plus structuré ($\lambda_0 = 10$ et $\lambda_0 = 100$) entraîne l'apparition d'une phase stationnaire sur les premiers instants, suivie par un pic de vitesse pour finalement tendre vers l'arrêt. Le

fait de partir d'un état de plus en plus structuré allonge la durée du régime établi tout en diminuant sa valeur absolue et le pic de vitesse est d'autant plus marqué. Cela traduit les observations faites par Huynh *et al.* [63, 64] sur la présence d'un temps de retard, s'accroissant avec l'état structural du matériau, avant le démarrage de l'écoulement. Enfin, pour un état initial très grand ($\lambda_0 = 1000$), il n'y a plus d'écoulement. En outre, pour un niveau de structure fixé les vitesses surfaciques semblent tendre toutes vers un état final identique.

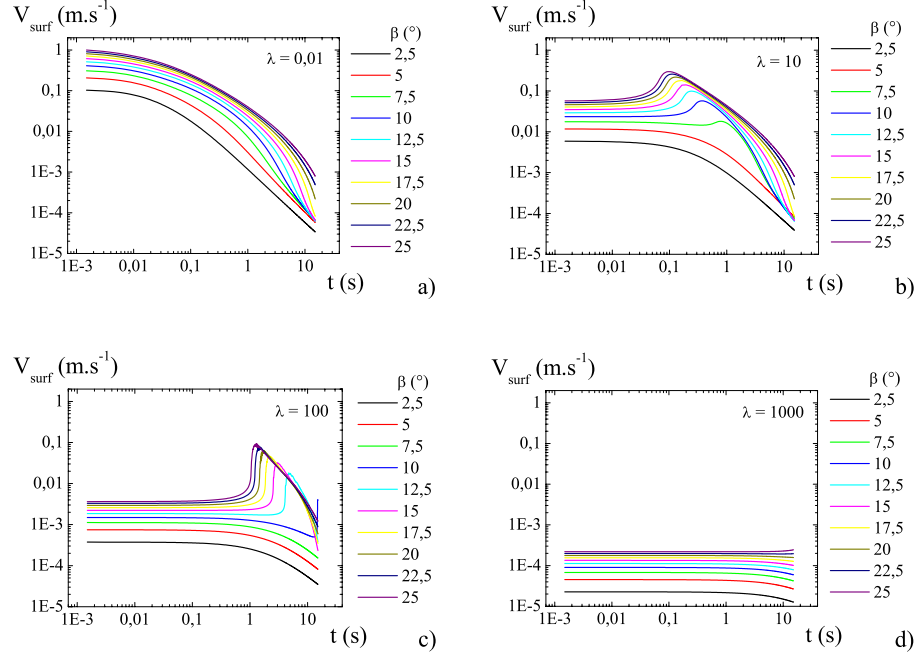


FIG. 6.11 – Évolution de la vitesse surfacique en fonction du temps pour différents angles d'inclinaison. a) État structural initial $\lambda_0 = 0,01$. b) État structural initial $\lambda_0 = 10$. c) État structural initial $\lambda_0 = 100$. d) État structural initial $\lambda_0 = 1000$.

L'évolution de l'épaisseur de l'écoulement au cours du temps, pour des conditions identiques à celles des vitesses surfaciques (*Fig. 6.12*), confirment les observations précédentes. Quel que soit l'état initial du matériau, nous obtenons une décroissance progressive de l'épaisseur. De plus, cette diminution commence après des temps caractéristiques dépendant de la structure du matériau, confirmant ainsi l'effet retard. Le pic de vitesse surfacique se traduit, quant à lui, par un passage brusque d'une décroissance lente à une diminution très rapide. Par contre, l'épaisseur finale est différente en fonction de l'angle d'inclinaison pour un état de départ donné.

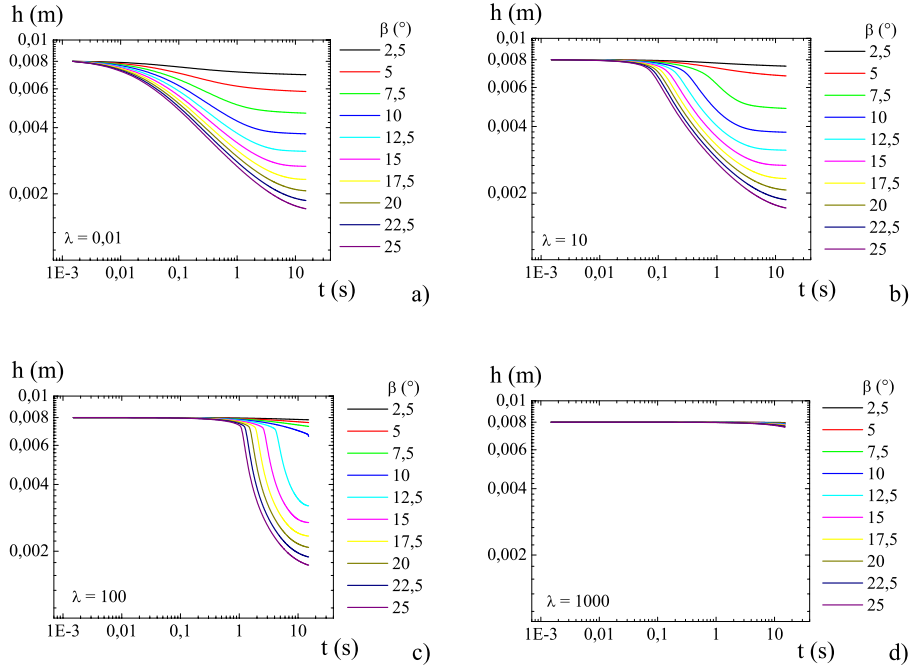


FIG. 6.12 – Évolution de l'épaisseur en fonction du temps pour différents angles d'inclinaison. a) État structurel initial $\lambda_0 = 0,01$. b) État structurel initial $\lambda_0 = 10$. c) État structurel initial $\lambda_0 = 100$. d) État structurel initial $\lambda_0 = 1000$.

Maintenant, nous vérifions l'influence de l'état structurel de départ sur la vitesse surfacique (*Fig. 6.13*) et l'épaisseur (*Fig. 6.14*). En ce qui concerne les vitesses surfaciques, le comportement est conforme à ce qui est observé auparavant. En effet, nous observons une décroissance, avec ou sans pic de vitesse, tendant vers un état final identique quel que soit la structure initiale du matériau. De plus, le début du pic de vitesse, pour un état donné, se décale suivant l'angle d'inclinaison. Plus ce dernier est élevé, plus le départ est rapide.

En ce qui concerne l'évolution de l'épaisseur, une observation similaire est vérifiée. La décroissance brusque est retardée quand l'état structurel initial s'accroît. En revanche, nous observons que l'épaisseur finale tend vers une valeur identique pour un angle d'inclinaison donné.

Finalement, les simulations représentent le comportement physique attendu. Pour un état structurel initial donné, les vitesses surfaciques prennent des valeurs plus élevées lorsque l'angle d'inclinaison augmente et tendent vers une valeur finale unique. L'épaisseur suit le comportement de la vitesse surfacique et tend vers une valeur finale identique dépendant de l'angle d'inclinaison.

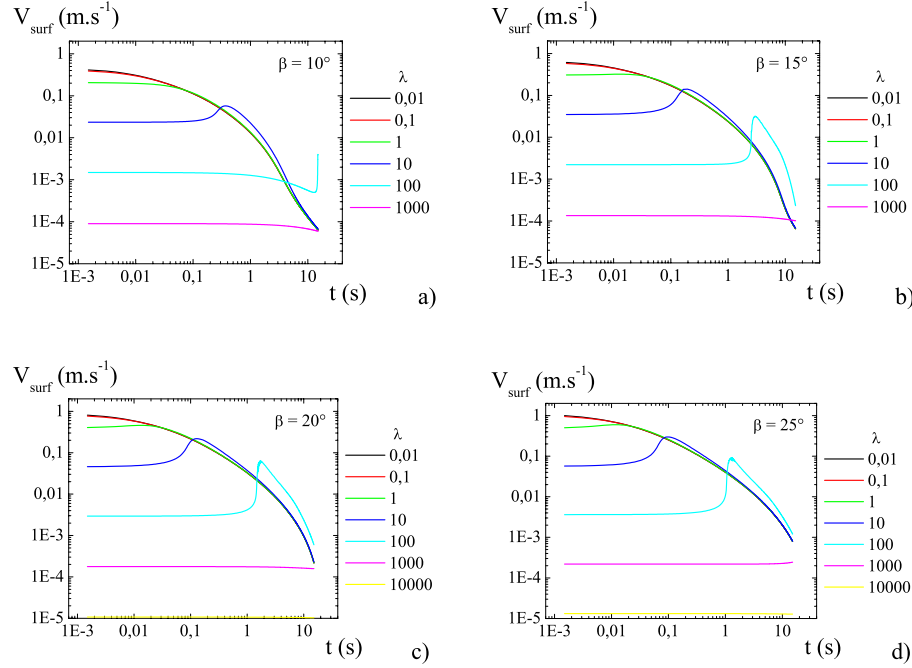


FIG. 6.13 – Évolution de la vitesse surfacique en fonction du temps pour différents états structuraux initiaux. a) Pour un angle d'inclinaison $\beta = 10^\circ$. b) Pour un angle d'inclinaison $\beta = 15^\circ$. c) Pour un angle d'inclinaison $\beta = 20^\circ$. d) Pour un angle d'inclinaison $\beta = 25^\circ$.

son. Par ailleurs, le temps de démarrage retardé suivant l'état de structure du matériau est pris en compte par ces calculs. Ce modèle est, a priori, adapté à l'étude d'écoulements de fluides thixotropes sur plan incliné, à condition que les hypothèses de départ soient respectées expérimentalement.

6.4.2 Application aux données expérimentales

Nous tentons, maintenant, d'appliquer le modèle aux résultats expérimentaux obtenus sur plan incliné. Tout d'abord, nous nous intéressons aux essais dynamiques en comparant les résultats du chapitre précédent aux simulations. Puis les essais statiques sont analysés pour obtenir une vérification du modèle.

6.4.2.1 Mesures dynamiques

Au chapitre précédent, nous soulignons le fait que l'écoulement est complexe à cause du phénomène de propagation d'un front. Or nous venons de

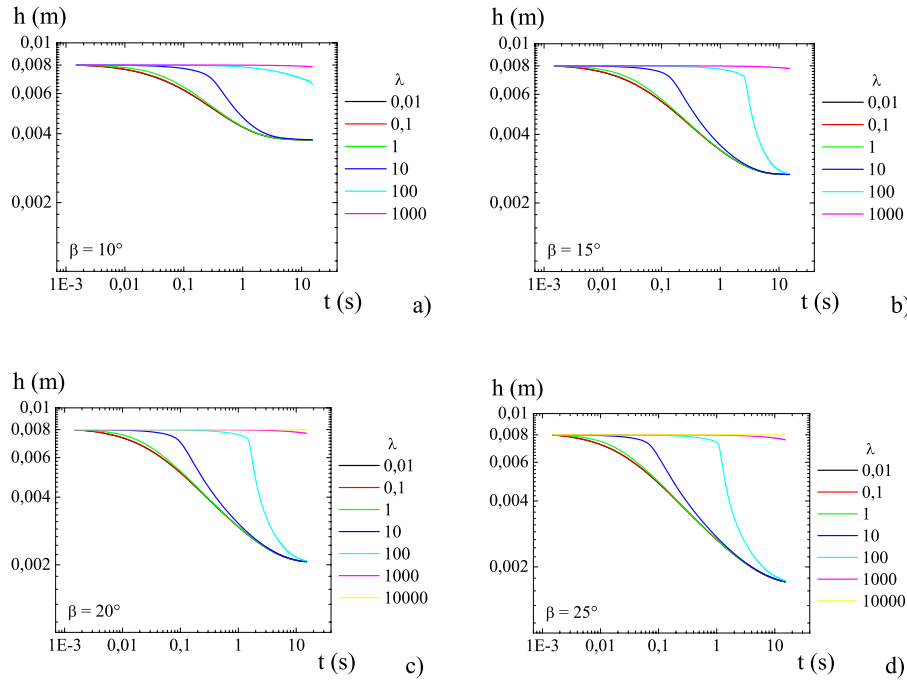


FIG. 6.14 – Évolution de l'épaisseur en fonction du temps pour différents états structurel initiaux. a) Pour un angle d'inclinaison $\beta = 10^\circ$. b) Pour un angle d'inclinaison $\beta = 15^\circ$. c) Pour un angle d'inclinaison $\beta = 20^\circ$. d) Pour un angle d'inclinaison $\beta = 25^\circ$.

constater que les simulations, dans cette configuration simple, ne prévoient pas un tel comportement. Nous pouvons, néanmoins, supposer qu'après le passage du front l'écoulement s'établit de manière plus homogène. C'est pourquoi nous considérons que cette phase d'écoulement correspond mieux à ce que prévoient les calculs.

Avant de réaliser les simulations, il faut définir les conditions initiales du matériau. En effet, tous les essais débutent après un temps de repos, le plus court étant de 30 s. Il faut, par conséquent calculer le paramètre de structure correspondant à cet état. L'équation cinétique du modèle permet d'obtenir ces informations. Un temps de repos se caractérise par un gradient de vitesse nul, l'équation 6.5 se réduit alors à :

$$\frac{d\lambda}{dt} = \frac{1}{\theta} \quad (6.37)$$

Nous pouvons alors déterminer l'évolution de λ en fonction du temps. En supposant que l'état obtenu à la fin du malaxage correspond à un état complètement déstructuré caractérisé par une valeur nulle, il vient :

$$\lambda(t) = \frac{t}{\theta} \quad (6.38)$$

Ainsi, l'état structurel initial est calculé pour chaque temps de repos préalable (*Tab. 6.1*).

$t_{rep} \text{ (s)}$	30	180	600
λ_0	200	1200	4000

TAB. 6.1 – État structurel initial λ_0 atteint après des temps de repos de 30, 180 et 600 s.

Nous partons donc de ces conditions initiales afin de réaliser les simulations. Cela nous permet de tracer l'évolution des vitesses surfaciques au cours du temps et de les comparer aux mesures expérimentales (*Fig. 6.15*). Nous observons un comportement similaire caractérisé par une décroissance progressive de la vitesse. Par contre, le niveau atteint par les valeurs numériques est très inférieur à celui des données expérimentales. De plus, pour les plus petits angles d'inclinaison, nous n'obtenons pas d'écoulement significatif à partir du modèle. En fait, tout se passe comme si l'état structurel initial du matériau était trop élevé. Il convient alors d'ajuster cet état afin d'avoir des vitesses du même ordre de grandeur que les essais.

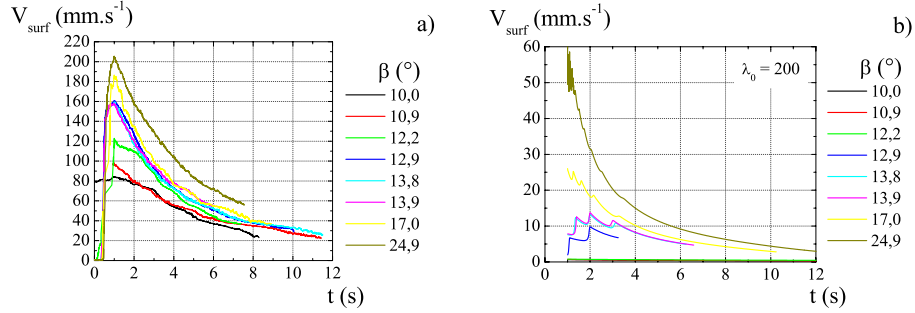


FIG. 6.15 – Évolution des vitesses surfaciques au cours du temps. a) Mesures expérimentales. b) Simulations réalisées à partir des paramètres du modèle, l'épaisseur de départ valant 8 mm et $\lambda_0 = 200$.

L'ajustement du paramètre de structure initial s'effectue en se calant sur la vitesse maximale mesurée expérimentalement avec l'angle d'inclinaison le plus élevé (*Fig. 6.16*). Un comportement similaire est obtenu entre les expériences et les simulations caractérisé par une décroissance progressive de la vitesse. Néanmoins, il subsiste des différences non négligeables. En

effet, les courbes théoriques présentent des maxima de vitesse inférieurs à ceux obtenus expérimentalement. Cela peut s'expliquer par le fait que le modèle ne prévoit pas de passage de front, mais une diminution progressive de l'épaisseur. De plus, les vitesses théoriques tendent rapidement vers zéro, alors que les expériences montrent une cinétique plus lente.

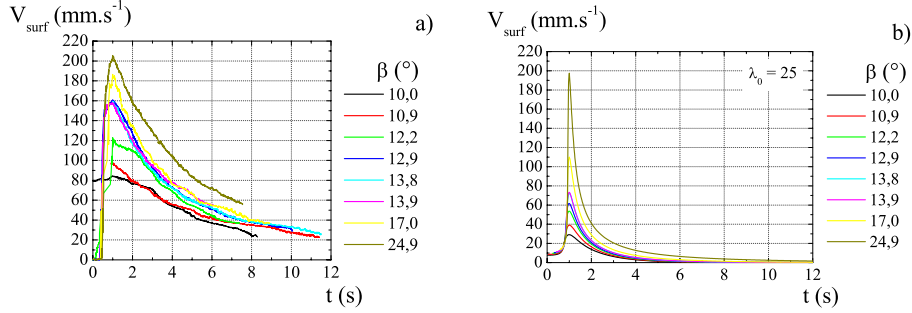


FIG. 6.16 – Évolution des vitesses surfaciques au cours du temps. a) Mesures expérimentales. b) Simulations réalisées à partir des paramètres du modèle, l'épaisseur de départ valant 8 mm et $\lambda_0 = 25$.

Ces observations se confirment lorsque nous essayons de représenter la courbe maîtresse (Fig. 6.17). Malgré les différences notables, nous retrouvons une courbe unique par l'application du modèle. Ainsi cette courbe maîtresse correspond aux propriétés en écoulement du matériau.

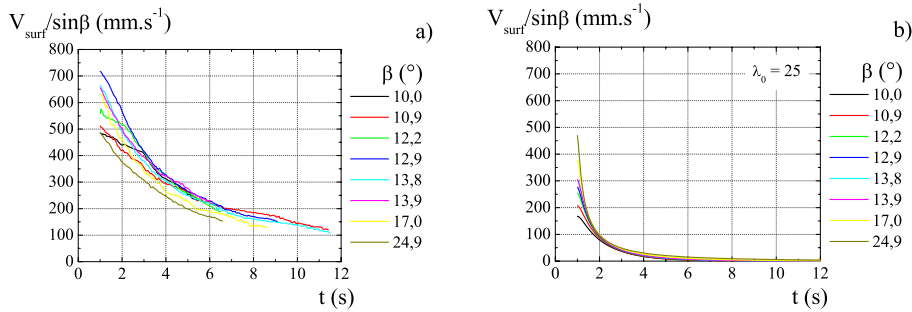


FIG. 6.17 – Évolution du rapport des vitesses surfaciques sur le sinus de l'angle d'inclinaison au cours du temps. a) Mesures expérimentales. b) Simulations réalisées à partir des paramètres du modèle, l'épaisseur de départ valant 8 mm et $\lambda_0 = 25$.

Il n'est donc pas possible de faire correspondre à la fois la cinétique et les valeurs absolues des vitesses surfaciques. Les simplifications faites dans les simulations ne permettent pas de prévoir un écoulement qui est en réalité plus complexe. Malgré cela, le comportement général est qualitativement bien représenté par la loi de comportement.

6.4.2.2 Mesures statiques

L'évolution de la cinétique de structuration est, en fait, décrite par les essais statiques. Nous avons accès grâce à ces mesures aux seuils d'écoulement après différents temps de repos. Supposons qu'à l'instant initial le matériau, placé sur le plan incliné, soit caractérisé par un état structurel uniforme λ_0 . Pour $\lambda_0 \gg 1$, la contrainte critique $\tau_c(\lambda_0)$, correspond à la deuxième racine du membre de droite de l'équation 6.5, dans laquelle l'expression du gradient de vitesse, tirée des équations 6.3 et 6.4, est introduite :

$$\tau_c(\lambda_0) = \frac{\eta_0(1 + \lambda_0^n)}{\alpha\theta\lambda_0} \approx \frac{\eta_0}{\alpha\theta}\lambda_0^{n-1} \quad (6.39)$$

Soit en introduisant la définition de l'état de structure en fonction du temps de repos préalable (eq. 6.38) :

$$\tau_c(t_{rep}) = \frac{\eta_0}{\alpha} \left(\frac{1}{t_{rep}} + \frac{t_{rep}^{n-1}}{\theta^n} \right) \quad (6.40)$$

À partir de cette équation, nous calculons l'évolution de la contrainte critique en fonction du temps de repos préalable (*Fig. 6.18 a*). L'utilisation des paramètres déterminés auparavant conduit à une courbe théorique différente des mesures expérimentales. La pente de la courbe expérimentale, dépendant de l'exposant n , est inférieure à celle du modèle. De plus, les valeurs des contraintes critiques calculées sont supérieures à celles déterminées expérimentalement. En fait, tout se passe comme si la cinétique de structuration prévue par le modèle était trop rapide. Cela est confirmé par l'ajustement des paramètres du modèle aux mesures. Nous obtenons, en effet, un temps caractéristique de structuration θ plus élevé dans ce cas. L'exposant n prend lui aussi une valeur un peu supérieure à celle déterminée auparavant. Un écart nettement plus important est atteint sur le rapport η_0/α . Par conséquent, il semble donc que ce modèle ne puisse pas représenter correctement à la fois la structuration au repos et les propriétés en écoulement de la pâte de ciment.

En fait, une structuration linéaire du matériau au cours du temps apparaît éloignée de la réalité. Il est en effet raisonnable de supposer que le matériau puisse se structurer rapidement sur les premiers instants et que sa cinétique ralentisse au fur et à mesure que son état de structure change. De plus, le phénomène de vieillissement n'est pas pris en compte dans ce modèle. L'introduction de ces phénomènes dans le modèle est possible, mais

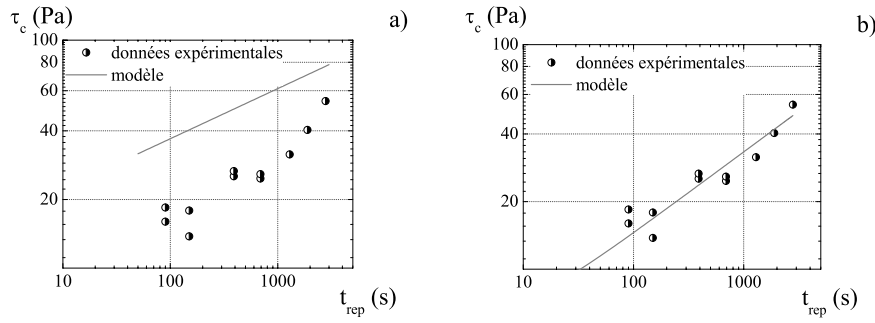


FIG. 6.18 – Contraintes critiques de démarrage tracées en fonction des temps de repos préalables. a) Comparaison avec le modèle calculé à partir des paramètres : $\eta_0 = 0,269 \text{ Pa.s}$, $\alpha = 0,203$, $\theta = 0,15 \text{ s}$ et $n = 1,22$ b) Ajustement du modèle, les paramètres déterminés sont : $\eta_0/\alpha = 11,54 \text{ Pa.s}$, $\theta = 2,39 \text{ s}$ et $n = 1,36$.

cela entraînerait l'adjonction de nouveaux paramètres, ce qui le rendrait plus complexe.

6.5 Conclusion

À partir des observations expérimentales faites dans différentes géométries et sur plusieurs matériaux, un modèle de thixotropie est développé. Il repose sur des considérations simples : le comportement en écoulement du matériau est contrôlé par sa viscosité dépendant elle-même de l'état structural du fluide. L'un des avantages de ce modèle réside dans le fait qu'il ne possède pas de contrainte seuil. Par conséquent, les problèmes de discontinuité, engendrés par la frontière solide-liquide à partir des modèles à seuil, disparaissent au cours des simulations. Avec ce modèle, en effet, le matériau s'écoule partout et tout le temps. Néanmoins, la région définie normalement par une contrainte seuil correspond simplement à la zone où la viscosité apparente tend vers l'infini au cours du temps. Donc, ce modèle, sans seuil d'écoulement explicite, décrit des écoulements apparemment similaires à ceux obtenus avec des modèles de fluides à seuil habituellement utilisés.

La rupture de pente sur les profils de vitesse mesurés par IRM est prise en compte par ce modèle. En effet, cette transition abrupte de comportement correspond tout à fait à la divergence de viscosité sur laquelle est basé le modèle. L'analyse des profils de vitesse en régime permanent et transitoire permet de déterminer l'ensemble des paramètres du modèle. Les simulations décrivent parfaitement ces deux régimes tant que l'effet du vieillissement n'est pas prépondérant. Il apparaît néanmoins un décalage important entre

les calculs théoriques et les mesures expérimentales de l'évolution du couple en fonction du temps. L'origine de ce problème provient, en fait, des incertitudes sur la détermination de la viscosité à partir des valeurs du gradient de vitesse critique. Les écarts engendrés sont suffisamment importants pour influencer le calcul dans les proportions que nous observons.

En supposant que le régime établi est atteint en chaque point des rhéogrammes, nous vérifions que les paramètres déterminés localement permettent de retrouver ce comportement. Cela nous indique qu'il est ainsi possible de retrouver certains des paramètres par des mesures classiques. Néanmoins, ces mesures doivent être complétées afin d'avoir accès aux paramètres régissant le régime transitoire. Par contre, sur la simulation du rhéogramme apparent, réalisée directement à partir du modèle, nous rencontrons le problème déjà observé sur l'évolution du couple en fonction du temps.

Enfin, l'analyse des écoulements réalisés sur plan incliné est effectuée à partir de simulations simplifiées d'écoulement bidimensionnels. Mais, compte tenu de la complexité de l'écoulement, des différences notables apparaissent. Néanmoins, ces simulations nous permettent de retrouver des résultats qualitatifs proches de ceux observés expérimentalement. De plus, la détermination des contraintes critiques de démarrage en fonction du temps de repos préalable nous donne accès à la cinétique de structuration de la pâte de ciment. Ainsi, nous observons que la cinétique linéaire introduite dans le modèle s'avère trop simple pour caractériser réellement le comportement du matériau. Cela peut s'expliquer par le fait que le modèle ne prenne pas en considération l'effet du vieillissement. De plus, il est raisonnable de supposer que, même sans effet de vieillissement, la structuration n'est pas linéaire au cours du temps. En effet, comme cela a été observé sur des suspensions de bentonite, il existe une structuration rapide sur les premiers instants qui ralentit au fur et à mesure que le matériau se structure. L'une des solutions consiste à introduire dans le modèle une cinétique dépendant de l'état structural du matériau. Cela se fait facilement, mais le problème majeur réside dans le fait qu'un nouveau paramètre est alors ajouté, rendant plus complexe le modèle.

Conclusions et perspectives

Les pâtes de ciment sont généralement considérées comme des fluides à seuil, dont la viscosité dépend du gradient de vitesse. Elles peuvent alors présenter des comportements rhéofluidifiant ou rhéoépaississant suivant la nature des constituants. Pour des raisons pratiques, les modèles les plus couramment employés pour décrire leur comportement sont ceux de Bingham et de Herschel-Bulkley en raison du faible nombre de paramètres nécessaires à leur utilisation.

Au cours de ce travail nous abordons la caractérisation des propriétés rhéologiques, et plus particulièrement la thixotropie, d'une pâte de ciment "modèle". L'approche choisie consiste à réaliser des essais croisés à l'aide de plusieurs techniques dans des géométries différentes afin de déterminer le comportement le plus complet possible.

Les essais expérimentaux montrent que la pâte de ciment possède un comportement différent de celui des fluides à seuil simple. À l'approche d'une contrainte critique un changement abrupt de comportement est observé. Le matériau passe en fait brutalement d'un état solide à un état liquide, ou inversement. Cela se traduit par une rupture de pente, à l'interface entre la zone cisailée et celle non cisailée, sur les profils de vitesse mesurés localement. Ce phénomène est aussi mis en évidence dans le cadre des mesures de rhéométrie classique et est présenté sous le nom de bifurcation de viscosité. Par ailleurs, les écoulements complexes sur plan incliné en sont une autre conséquence.

À partir de l'ensemble de ces observations, un modèle de thixotropie, qui repose sur des idées simples et basiques, est mis en place. Il relie en fait la contrainte de cisaillement au gradient de vitesse par l'intermédiaire d'une viscosité. Cette dernière dépend d'un paramètre de structure dont la cinétique d'évolution est régie par une seconde équation, qui prend en compte une compétition entre les effets liés à la structuration du matériau au repos et ceux relatifs à la déstructuration sous cisaillement. L'un des avantages de ce modèle réside dans le fait qu'il ne possède pas de contrainte seuil explicite, cette notion étant remplacée par une divergence de la viscosité vers l'infini.

Par conséquent, les problèmes de discontinuité, engendrés par la frontière solide-liquide à partir des modèles à seuil, n'apparaissent pas dans nos simulations.

Dans un premier temps, nous nous attachons à déterminer l'ensemble des paramètres du modèle à partir des mesures locales. Tout d'abord, un effet de vieillissement de la pâte de ciment nous conduit à définir le régime établi à la fin de la période où la thixotropie prédomine. Ensuite, le gradient de vitesse critique ($\dot{\gamma}_c$) et la contrainte critique (τ_c) sont déterminés directement sur les profils de vitesse. Cette analyse laisse, néanmoins, de la place aux incertitudes quant à la valeur exacte du gradient de vitesse critique. La construction d'une courbe maîtresse adimensionnée nous permet alors de déterminer l'exposant n de notre modèle de thixotropie sur l'ensemble des profils de vitesse en régime établi. Le régime transitoire, quant à lui, nous permet de caler le temps caractéristique de structuration θ . À chaque fois, un seul paramètre est ajusté, ce qui limite les erreurs liées au couplage.

La concordance entre les simulations et les mesures expérimentales est bonne, en ce qui concerne les vitesses d'écoulement. Néanmoins, un écart important est présent entre les valeurs théoriques et celles mesurées de l'évolution du couple en fonction du temps.

Dans un second temps, nous appliquons le modèle, dont les paramètres ont été identifiés, aux essais de rhéométrie classique et de plan incliné.

Le rhéogramme apparent, en entrefer mince, est convenablement représenté par la loi simplifiée lorsque l'on considère que le régime permanent est atteint en chaque point. Par contre, la simulation, dans le cas de l'entrefer large, représente qualitativement le comportement, mais des différences notables apparaissent d'un point de vue quantitatif. Les écarts observés sont à relier à ceux de l'évolution temporelle du couple. Ainsi, en prenant certaines précautions (entrefer mince et parois rugueuses) il est possible de déterminer directement les paramètres du modèle (η_0 , n et $\alpha\theta$) à partir d'essais rhéométriques classiques. Néanmoins, la distinction entre α et θ n'est pas réalisable, nous n'avons accès qu'au produit des deux.

Les mesures dynamiques sur plan incliné sont simulées par l'intermédiaire d'un calcul simplifié d'écoulement bidimensionnel. Mais, compte tenu de la complexité de l'écoulement, des différences notables apparaissent. Néanmoins, ces simulations nous permettent de retrouver des résultats qualitatifs proches de ceux observés expérimentalement. Par ailleurs, la détermination des contraintes critiques de démarrage en fonction du temps de repos préalable nous donne accès à la cinétique de structuration de la pâte de ciment. L'ajustement du modèle à ces mesures conduit à la détermination des paramètres n , θ et η_0/α . Comme pour les essais de rhéométrie classique, nous obtenons le produit de deux paramètres, qu'il n'est pas possible de distinguer.

Finalement, il est possible de retrouver l'ensemble des paramètres du modèle, sans avoir accès à des mesures locales. Des essais croisés de rhéométrie classique et de plan incliné suffisent. En effet, à partir de mesures d'angles de démarrage sur plan incliné, nous déterminons facilement les paramètres n , θ et η_0/α . Puis, des essais au viscosimètre ou au rhéomètre nous permettent de déterminer la viscosité η_0 , celle-ci correspondant à la viscosité apparente obtenue pour des gradients de vitesse élevés. Nous pouvons alors découpler la viscosité η_0 du paramètre α , et les quatre paramètres régissant le modèle sont obtenus.

Une procédure pratique peut ainsi être définie. Cette technique simple, nécessitant peu de moyens, permet non seulement de déterminer les propriétés rhéologiques des pâtes de ciment en régime établi, mais aussi les effets transitoires. Nous avons alors accès aux propriétés complètes du matériau.

Il convient maintenant d'appliquer ces méthodes de mesures et d'analyses sur des matériaux "réels". Il serait intéressant, par exemple, d'étudier le comportement de pâtes de ciment gris, employées couramment sur chantier. Une validation du modèle pourrait alors être faite.

Une amélioration du modèle peut aussi être envisagée. En effet, la cinétique linéaire introduite dans le modèle s'avère trop simple pour caractériser réellement le comportement du matériau. Cela peut s'expliquer par le fait que le modèle ne prenne pas en considération l'effet du vieillissement. De plus, il est raisonnable de supposer que, même sans effet de vieillissement, la structuration n'est pas linéaire au cours du temps. L'introduction de ces phénomènes dans le modèle est réalisable. Mais en contre partie de nouveaux paramètres vont apparaître. En fait, il faut choisir entre un modèle simple ne prenant pas tout à fait en compte l'ensemble des propriétés ou un modèle plus compliqué avec de nombreux paramètres dont la détermination nécessite plus d'essais.

Annexes

Annexe A

Fiches techniques des différents produits utilisés

Nous présentons dans cette annexe les fiches techniques de tous les produits utilisés au cours de cette étude. Ces données proviennent des fabricants et/ou des distributeurs. Nous joignons, en plus, les résultats de l'analyse du ciment blanc réalisée au Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC) confirmant les données du fabricant.

A.1 Fiche technique du ciment blanc CALCIA® utilisé



Ciments Calcia
Italcementi Group

CEM I 52,5 N CE CP2 NF "SB"

Domaines d'application

Le ciment CEM I 52,5 N CE CP2 NF "SB" est destiné aux bétons apparents blancs ou colorés, visant à valoriser l'architecture.

Il est également recommandé pour les parements architectoniques ainsi que pour la maçonnerie d'art.

Les performances mécaniques de ce ciment permettent plusieurs traitements possibles des parements des bétons : lavés, brossés, décapés, sablés, polis, éclatés, grésés.

Par ailleurs, son utilisation vise une très large catégorie de bétons : armés, non armés, précontraints, soumis à traitement thermique, coulés en place, préfabriqués...

■ **Béton Prêt à l'Emploi** : environnements :
1 ; 2a ; 2b1 ; 2b2 ; 3 de la norme XP P 18-305.



TGV Méditerranée - Viaduc d'Avignon



Précautions d'emploi

- Adapter le temps de mise en œuvre et de décoffrage aux conditions climatiques, afin d'assurer au béton un mûrissement régulier et une teinte uniforme après décoffrage.
- Vérifier l'état de propreté de la bétonnière ou du malaxeur avant fabrication du matériau à base de ciment blanc.

Composition chimique du ciment

(valeurs moyennes)

Usine de production	clinker B 95 %			SO ₃	S ⁺⁺	Na ₂ O Equivalent Actif
	C ₃ A	C ₂ S	C ₁ S			
Cruas	12,2	71,3	14,1	2,8	0	0,1
Valeurs garanties : NF EN 197-1 marquage CE et marque NF				A 4,5		
NF P 15-318 marque NF					< 0,2	



CEM I 52,5 N CE CP2 NF "SB"

Caractéristiques physiques

(valeurs moyennes)

Usine de production	Résistances mécaniques mortier CEN en MPa			Finesse		Eau pâte pure	Début de prise
	1J	2J	28J	Blaine	Refus à 40 µm		
Cruas	23	37	70	4100	4,5	29	2H30
Valeurs garanties NF EN 197-1 marquage CE et marque NF		≥ 18	≥ 50				≥ 1H00

Caractéristiques complémentaires de la norme

(valeurs moyennes)

Usine de production	Teinte W*	Chaleur d'hydratation à 41 h en J/g	Maniabilité mortier E/C : 0,50 en secondes	Début de prise sur mortier		
				Température 5°C	Température 20°C	Température 30°C
Cruas	93	345	-	6H30	3H00	1H40

Règles de l'art

- Eviter le sous-dosage en ciment qui altère la durabilité des bétons.
- Limiter le rapport E/C qui contribue à la diminution des résistances et à l'augmentation de la porosité.
- Vérifier la compatibilité entre le ciment et les adjuvants utilisés (rhéologie, résistances).
- Ajuster la vibration du béton à sa consistance pour obtenir une compacité maximale sans ségrégation.
- Prendre toutes les dispositions pour éviter une dessiccation précoce par temps chaud ou par vent desséchant en procédant à une cure adaptée (paillasse, eau pulvérisée, produit de cure, etc).

Ciments Calcia

Les Technodes - BP 01
 78931 Guerville cedex
 Tél : 01 34 77 78 00 - Fax : 01 34 77 79 06
 www.ciments-calcia.fr - E-mail : info@ciments-calcia.fr

Etre 1^{er} à vos côtés

Janvier 2003

A.2 Analyses du ciment blanc réalisées au LCPC

Afin de vérifier les données du fabricant et de compléter les informations que nous avons, des analyses sont réalisées au LCPC sur la poudre de ciment blanc.

Les analyses chimiques confirment les informations fournies sur la fiche technique et nous renseignent sur la composition de la poudre de ciment. La faible teneur en oxydes de fer (0,22%), permettant les essais à l'IRM, est mesurée. De plus, la surface spécifique (ou finesse Blaine) mesurée ($4114 \text{ cm}^2/\text{g}$) est en bon accord avec celle donnée ($4100 \text{ cm}^2/\text{g}$). La masse volumique de la poudre est elle aussi calculée ($3,01 \text{ g}/\text{cm}^3$), ce qui nous permet de retrouver la masse volumique de la pâte de ciment blanc "modèle" ($2,015 \text{ g}/\text{cm}^3$).

Les mesures de granulométrie laser sont réalisées dans l'eau, puis dans de l'eau adjuvantée du superplastifiant OPTIMA 100 afin de vérifier l'action de ce polymère sur la dispersion des particules de ciment. Dans l'eau pure la taille des particules est de l'ordre de $100 \text{ }\mu\text{m}$, alors que l'addition du polymère fait descendre la taille des particules à $50 \text{ }\mu\text{m}$, confirmant ainsi l'effet dispersant de ce produit.

Nous donnons maintenant la composition massique de la pâte de ciment "modèle" dans le tableau suivant :

composants	masse (g)
ciment blanc CEM I 52,5 CALCIA	2000
superplastifiant OPTIMA 100 CHRYSO	46,7
nanosilice Rhoximat RHODIA	177
eau distillée	530,3

TAB. A.1 – Composition massique de la pâte de ciment blanc "modèle".



Laboratoire
Central
des Ponts
et Chaussées

Paris, le 29 octobre 2002

ANALYSE CHIMIQUE ELEMENTAIRE

Section Caractérisation & Etude des Matériaux
ANALYSE MINERALE - LCPC Paris

DOSSIER : 149 PCM 02

ACTIVITE : 1 B 021

DEMANDEUR :

• Mr JARNY - LCPC Paris.

OBJET :

Analyse chimique élémentaire d'un échantillon de ciment blanc, référencé :

➤ Ciment CALCIA CEM I 52,5 N CP 2 "SB" (Ref PCM 522 ECH 02).

ESSAIS :

La mise en solution partielle des échantillons est effectuée par une attaque à l'acide nitrique dilué (HNO₃ au 1/50ième).

Les cations (Si, Al, Ti, Fe, Mg, et Mn) ont été dosés par spectrométrie d'émission atomique (ICP-AES) alors que les alcalins (Na et K) ont été dosés par spectrométrie d'absorption atomique (SAA). Les dosages en CaO et SiO₂ ont également été réalisés par voie chimique ainsi que les sulfures. Enfin, les chlorures et les sulfates ont été dosés par chromatographie ionique.

RESULTATS :

Ils sont consignés dans le tableau ci-dessous, exprimé en pourcentage massique (%).

CEM I 52,5 N CP 2 "SB"		Méthode	Ciment Blanc
Silice soluble	SiO ₂	LCPC n°M3	20,95
Oxyde d'aluminium	Al ₂ O ₃	ICP-AES	4,08
Oxyde de titane	TiO ₂	ICP-AES	0,14
Oxyde ferrique	Fe ₂ O ₃	ICP-AES	0,22
Oxyde de calcium	CaO	LCPC n°M4	65,55
Oxyde de magnésium	MgO	ICP-AES	0,49
Oxyde de sodium	Na ₂ O	SAA	0,12
Oxyde de potassium	K ₂ O	SAA	0,20
Anhydride sulfurique	SO ₃	Chromatographie	2,60
Chlorures	Cl	Chromatographie	Néant
Soufre des sulfures	S	LCPC n°M8	Néant
Résidu insolubles	RI	LCPC n°M1	1,47
Perte au feu à 1000°C	PAF	LCPC n°M6	3,36
Oxyde de manganèse	MnO	ICP-AES	0,00
Total des éléments dosés			99,18

Le Technicien supérieur
Chargé d'essais

B. ZITOUN

V. MONDON

Ingénieur des TPE
Responsable d'essais

Ph. TOUZÉ

Résultats :

Résistances Mécaniques à 3 jours : 04/07/2002

Poids des éprouvettes : 1718,9 g

Flexions (Mpa):		Compressions (Mpa) :	
1	6,93	46,1	37,4
2	6,51	36,4	42,4
3	6,6	44,6	44,0
Moyenne	5,56	41,8	
Médiane	6,60	43,2	

Résistances Mécaniques à 7 jours : 08/07/2002

Poids des éprouvettes : 1718,4 g

Flexions (Mpa):		Compressions (Mpa) :	
1	7,96	52,7	52,8
2	7,72	52,4	55,0
3	7,56	54,6	52,7
Moyenne	7,75	53,4	
Médiane	7,72	52,8	

Résistances Mécaniques à 28 jours : 29/07/2002

Poids des éprouvettes : 1725,6 g

Flexions (Mpa):		Compressions (Mpa) :	
1	8,63	70,4	64,8
2	8,21	60,5	56,2
3	8,49	61,8	58,5
Moyenne	8,44	62,03	
Médiane	8,49	61,15	

Date :

31/07/2002

Le Responsable d'Essai :

Jean-François Bouteloup

Le Chargé d'Essais :

Jean-François Bouteloup

Signatures :



L.C.P.C	N° du Procès-Verbal	DOSSIER....: 05 02
B.C.C		ANNEXE... : 1
M.D.B	05 02/	PAGE.... : 2 / 3

ESSAIS DES LIANTS HYDRAULIQUES

MESURE DE LA SURFACE SPECIFIQUE

par le perméabilimètre de Blaine conformément à la norme NF EN 196.6.

Echantillon.....: Ciment CEM I/52,5 N CE CP2 NF "SB"
de Gargenville Calcia

Méthode utilisée :

La détermination de la Surface Spécifique a été effectuée à l'aide du perméabilimètre de BLAINE (suivant la norme NF EN 196-6 para 4).

Résultats de la Masse Volumique :

Température de la salle au moment de l'essai : 20,1 °C

Masse Volumique des grains : 3,01 g/cm³

Détermination de la finesse Blaine :

Température de la salle au moment de l'essai : 21.0 °C

Mesures en seconde :		1 er essai	2ème essai
		Temps en secondes	
	n° 1 :	81,7	85,6
	n° 2 :	82,1	85,9
	n° 3 :	82,5	85,2
Moyenne arithmétique des 6 mesures (en secondes) :		83.8	

La Surface Spécifique a été calculée avec la formule suivante :

$$S = \frac{K}{\rho} \times \frac{\sqrt{e^3}}{1-e} \times \frac{\sqrt{t}}{\sqrt{\eta}} \text{ (cm }^2 \text{ / g)}$$

dans laquelle : K = constante de l'appareil,

e = porosité du lit,

t = temps mesuré en secondes (s),

ρ = masse volumique du ciment (g/cm³),

η = viscosité de l'air à la température de l'essai (en poises).

Surface spécifique calculée :

4114 cm²/g

Valeur S calculée à 10 cm²/g près.

Date de l'essai : 21/06/2002
Le Technicien chargé de l'essai



P. ROUSSEL

L.C.P.C. B.C.C. "M.D.B."	N° du Procès-Verbal 05 02	DOSSIER : 05 02 ANNEXE.. : 2 PAGE : 3 / 7
--------------------------------	----------------------------------	---

Granulométrie au LASER

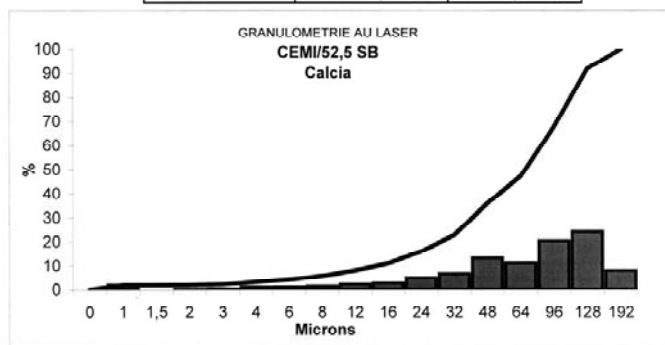
Demandeur : S. JARNY

Référence de l'échantillon : **Ciment CEM I/52,5 N**
CE CP2 NF "SB" Calcia

Date de l'essai : 20 juin 2002

Masse volumique : 3,01 g / cm³
 Surface spécifique (Laser) : 2000 cm²/g
 Diamètre médian : 68,1 μ
 Support : eau
 Déflocculant : (mesure à to)

MICRON	% cumulé	% non cumulé
0	0	0,0
1	1,9	1,9
1,5	1,9	0,0
2	2,0	0,1
3	2,3	0,3
4	3,3	1,0
6	4,4	1,1
8	5,9	1,5
12	8,2	2,3
16	11,1	2,9
24	16,1	5,0
32	22,9	6,8
48	36,1	13,2
64	47,3	11,2
96	67,7	20,4
128	91,9	24,2
192	100,0	8,1



Technicien chargé de l'essai

[Signature]
P. ROUSSEL

L.C.P.C. B.C.C. "M.D.B."	N° du Procès-Verbal 05 02	DOSSIER : 05 02 ANNEXE.. : 3 PAGE: 4 / 7
--------------------------------	----------------------------------	---

Granulométrie au LASER

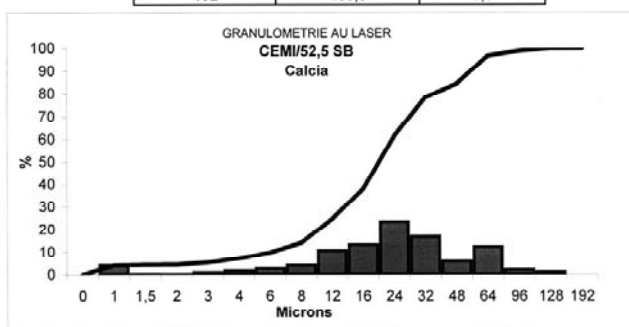
Demandeur : S. JARNY

Référence de l'échantillon : **Ciment CEM I/52,5 N**
CE CP2 NF "SB" Calcia

Date de l'essai : 20 juin 2002

Masse volumique : 3,01 g / cm³
Surface spécifique (Laser) : 2249 cm²/g
Diamètre médian : 28,8 μ
Support : eau
Défloculant : 0,6 g / 2 l d'eau Optimason

MICRON	% cumulé	% non cumulé
0	0	0,0
1	4,2	4,2
1,5	4,4	0,2
2	4,5	0,1
3	5,4	0,9
4	7,2	1,8
6	9,9	2,7
8	14,1	4,2
12	24,8	10,7
16	38,1	13,3
24	61,6	23,5
32	78,4	16,8
48	84,4	6,0
64	96,8	12,4
96	98,9	2,1
128	100,0	1,1
192	100,0	0,0



Technicien chargé de l'essai

P. Roussel
P. ROUSSEL

L.C.P.C. B.C.C. "M.D.B."	N° du Procès-Verbal 05 02	DOSSIER : 05 02 ANNEXE.. : 4 PAGE : 5 / 7
--------------------------------	------------------------------	--

Granulométrie au LASER

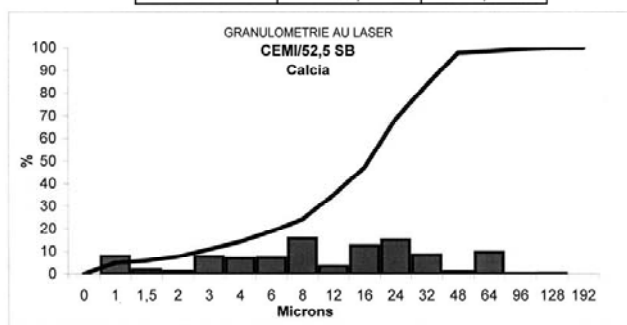
Demandeur : S. JARNY

Référence de l'échantillon : **Ciment CEM I/52,5 N**
CE CP2 NF "SB" Calcia

Date de l'essai : 20 juin 2002

Masse volumique : 3,01 g / cm³
Surface spécifique (Laser) : 3044 cm²/g
Diamètre médian : 17,0 μ
Support : eau
Défloculant : 1,0 g / 2 l d'eau Optimason

MICRON	% cumulé	% non cumulé
0	0	0,0
1	7,9	7,9
1,5	9,8	1,9
2	11,0	1,2
3	18,7	7,7
4	25,8	7,1
6	33,1	7,3
8	48,8	15,7
12	52,2	3,4
16	64,8	12,6
24	79,9	15,1
32	88,5	8,6
48	89,5	1,0
64	99,3	9,8
96	99,6	0,3
128	100,0	0,4
192	100,0	0,0



Technicien chargé de l'essai

[Signature]
P. ROUSSEL

L.C.P.C. B.C.C. "M.D.B."	N° du Procès-Verbal 05 02	DOSSIER : 05 02 ANNEXE... : 5 PAGE : 6 / 7
--------------------------------	----------------------------------	---

Granulométrie au LASER

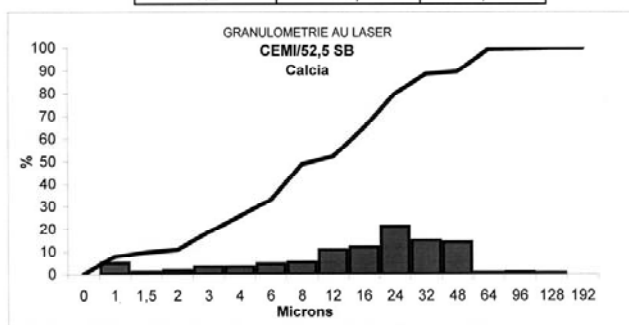
Demandeur : S. JARNY

Référence de l'échantillon : **Ciment CEM I/52,5 N**
CE CP2 NF "SB" Calcia

Date de l'essai : 20 juin 2002

Masse volumique : 3,01 g / cm³
Surface spécifique (Laser) : 4364 cm²/g
Diamètre médian : 11,3 μ
Support : eau
Défloculant : 1,5 g / 2 l d'eau Optimason

MICRON	% cumulé	% non cumulé
0	0	0,0
1	4,9	4,9
1,5	5,9	1,0
2	7,7	1,8
3	11,0	3,3
4	14,3	3,3
6	18,9	4,6
8	24,2	5,3
12	35,1	10,9
16	47,3	12,2
24	68,6	21,3
32	83,6	15,0
48	97,8	14,2
64	98,5	0,7
96	99,4	0,9
128	100,0	0,6
192	100,0	0,0



Technicien chargé de l'essai

P. ROUSSEL

L.C.P.C. B.C.C. "M.D.B."	N° du Procès-Verbal 05 02	DOSSIER : 05 02 ANNEXE... : 6 PAGE : 7 / 7
--------------------------------	------------------------------	---

Granulométrie au LASER

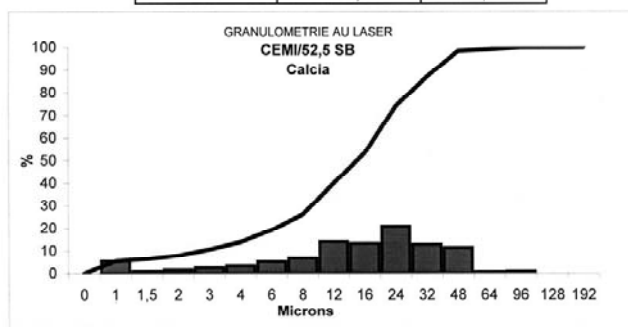
Demandeur : S. JARNY

Référence de l'échantillon : **Ciment CEM I/52,5 N**
CE CP2 NF "SB" Calcia

Date de l'essai : 20 juin 2002

Masse volumique : 3,01 g / cm³
Surface spécifique (Laser) : 3200 cm²/g
Diamètre médian : 15,0 μ
Support : eau
Défloculant : 2,0 g / 2 l d'eau Optimason

MICRON	% cumulé	% non cumulé
0	0	0,0
1	5,5	5,5
1,5	6,4	0,9
2	8,0	1,6
3	10,6	2,6
4	13,9	3,3
6	19,2	5,3
8	26,0	6,8
12	40,0	14,0
16	53,3	13,3
24	74,1	20,8
32	86,9	12,8
48	98,3	11,4
64	99,0	0,7
96	100,0	1,0
128	100,0	0,0
192	100,0	0,0

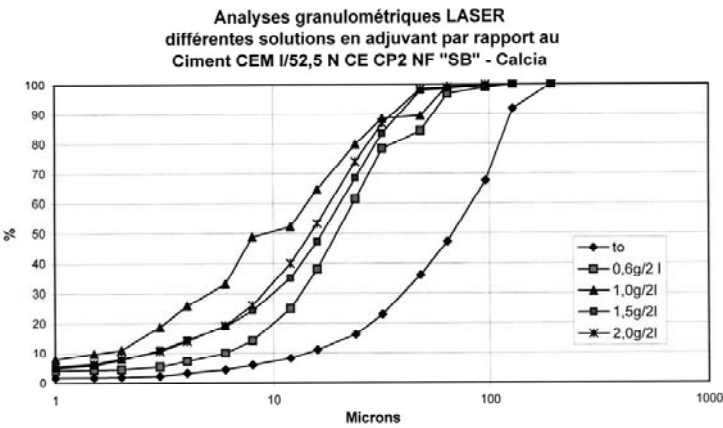


Technicien chargé de l'essai

[Signature]
P. ROUSSEL

Ciment CEM I/52,5 N
CE CP2 NF "SB" Calcia

	to	0,6g/2 l	1,0g/2l	1,5g/2l	2,0g/2l
0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
1	1,9	4,2	7,9	4,9	5,5
1,5	1,9	4,4	9,8	5,9	6,4
2	2,0	4,5	11,0	7,7	8,0
3	2,3	5,4	18,7	11,0	10,6
4	3,3	7,2	25,8	14,3	13,9
6	4,4	9,9	33,1	18,9	19,2
8	5,9	14,1	48,8	24,2	26,0
12	8,2	24,8	52,2	35,1	40,0
16	11,1	38,1	64,8	47,3	53,3
24	16,1	61,6	79,9	68,6	74,1
32	22,9	78,4	88,5	83,6	86,9
48	36,1	84,4	89,5	97,8	98,3
64	47,3	96,8	99,3	98,5	99,0
96	67,7	98,9	99,6	99,4	100,0
128	91,9	100,0	100,0	100,0	100,0
192	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0



A.3 Fiches techniques des produits AXIM ® utilisés



Axim
Italcementi Group

Adresse Établissement
Usine Ciments Calcia
78931 Guerville cedex

Tél. : 01 30 98 36 36
Fax : 01 34 77 13 51



Cimfluid Adagio 2017

Superplastifiant / Haut réducteur d'eau

Le **CIMFLUID ADAGIO** est un adjuvant de nouvelle génération à base de polycarboxylate modifié.

Le superplastifiant **CIMFLUID ADAGIO** appartient à la famille des superplastifiants/hauts réducteurs d'eau. Il est conforme à la norme EN 934-2.

Spécialement conçu pour le béton de bâtiment et de génie civil, il permet la confection de béton à hautes performances avec de longs maintiens d'ouvrabilité. De ce fait, il est particulièrement adapté au béton autoplaçant (BAP). Les rythmes de décoffrage sont augmentés par des résistances mécaniques élevées à 16 heures.

L'incorporation d'un superplastifiant **CIMFLUID ADAGIO** permet d'obtenir :

- de longs maintiens d'ouvrabilité,
- des bétons à faible rapport E/C,
- de très hautes performances mécaniques à court et long termes
- des bétons à très haute durabilité,
- des parements de meilleure qualité.

CARACTERISTIQUES

- Liquide opaque beige foncé
- Masse volumique à 20°C :
1,035 kg/dm³ ± 0,02
- pH : 6,8 ± 1,0
- Extrait sec : 15 % ± 1,5 %
- Cl⁻ : < 0,1 %
- Na₂O : ≤ 0,7 %
- Température de congélation :
- 1°C environ.

DOSAGE

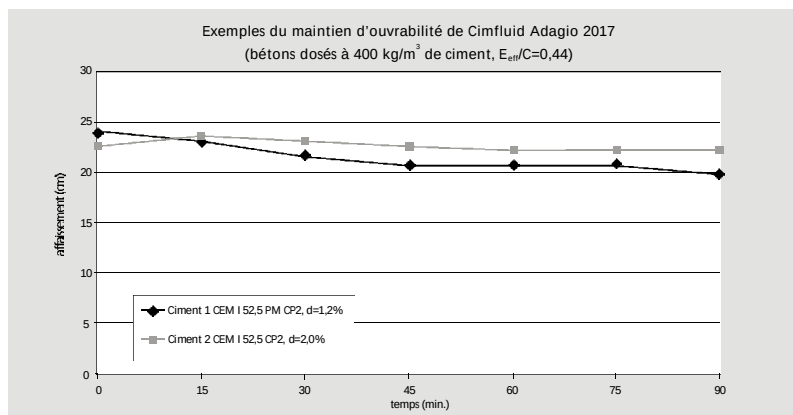
Selon l'effet désiré, de 0,2 à 3 kg par 100 kg de ciment.

A dosage maximal, le **CIMFLUID ADAGIO 2017** peut présenter un effet retardateur.



Bureau de commande

Tél. : 01 30 98 36 37
Fax : 01 34 77 13 51



MODE D'EMPLOI

Le superplastifiant **CIMFLUID ADAGIO** est introduit de préférence dans le malaxeur en fin de malaxage pour l'obtention d'un meilleur maintien d'ouvrabilité.

Les dosages en **CIMFLUID ADAGIO** doivent être préalablement testés et ajustés avant application industrielle. Ils sont fonction de la formulation du béton, de la nature du ciment, des caractéristiques recherchées.

Les services techniques d'Axim sont à votre disposition pour vous assister dans cette démarche.

DOMAINE D'UTILISATION

Le superplastifiant **CIMFLUID ADAGIO** est particulièrement adapté pour les travaux de bâtiment :

- voiles, fondations, radiers, poteaux, planchers,
- et pour les chantiers de génie civil :
- ouvrages d'art, fondations, ouvrages d'assainissement.

LES CARACTÉRISTIQUES DES SUPERPLASTIFIANTS **CIMFLUID ADAGIO** EN FONT DES ADJUVANTS INCONTOURNABLES POUR LA RÉALISATION DE BAN, BAP ET BHP.

PRECAUTIONS D'EMPLOI

- Sans danger. Rincer à l'eau en cas de projections.
- Ne pas avaler.

CONDITIONNEMENT

- Vrac
- Cubitainer de 1 000 litres.
- Fûts de 200 litres.

STOCKAGE - CONSERVATION

- Il est indispensable de stocker ce produit dans un local mis hors gel, à l'abri du soleil et des fortes chaleurs.
- Date de péremption : 1 an à compter de sa date de fabrication.

Ref. 0901

Les renseignements, figurant sur nos fiches techniques, sont donnés à titre indicatif. Ils correspondent aux résultats des essais effectués sur nos produits, mais ne sauraient avoir un caractère universel. Ces renseignements ne peuvent en aucun cas être considérés comme une garantie pour l'utilisateur, ni engager notre responsabilité. Seuls des essais préalable peuvent permettre de définir exactement, dans chaque cas, les conditions d'utilisation.

CIMAXTARD 101 12/10/00 13:48 Page 1

Septembre 2000

**Achim**
Italcementi Group**Adresse Établissement**
Usine Ciments Calcia
78931 Guerville cedexTél. : 01 30 98 36 36
Fax : 01 34 77 13 51

Cimaxtard 101

Retardateur de prise

Le Cimaxtard 101 est conforme à la norme EN 934-2.

Le Cimaxtard 101 est un retardateur à effet plastifiant/réducteur d'eau pour bétons et mortiers, agissant sur les réactions d'hydratation des ciments.

Son incorporation aux bétons et aux mortiers permet d'obtenir :

- un retard de début de prise,
- une amélioration de la maniabilité,
- une réduction du rapport eau/ciment,
- une augmentation de la compacité.

CARACTERISTIQUES

- Liquide brun clair
- Masse volumique à 20°C : 1,25 kg/dm³ ± 0,03
- pH : 6,0 ± 1,0
- Extrait sec : 45,0 % ± 2 %
- Na₂O_{équivalent} : ≤ 6 %
- Cl⁻ : < 0,1 %
- Température de congélation : - 15°C environ.

MODE D'EMPLOI

Le Cimaxtard 101 s'ajoute à l'eau de gâchage, il est donc facilement utilisable par toutes les centrales à béton.



Bureau de commande

Tél. : 01 30 98 36 37
Fax : 01 34 77 13 51

ESSAIS DE NORMALISATION

Essais selon la norme EN 934-2, réalisés sur un CPA CEM I 42,5 CP2 :

d = 0,15 %

Dosage	Eau	Résistances en MPa		E/C	Prise mortier	
		7 jours	28 jours		Début	Fin
Témoin	183	27,8	34,6	0,5	4 h 33	8 h 09
Cimxtard 101 à 0,15 %	179	32,3	39,7	0,47	7 h 15	12 h 00

DOMAINE D'UTILISATION

Le Cimxtard 101 est préconisé pour :

- les bétonnages de masse,
- les bétonnages par temps chaud,
- les longs transports,
- éviter les reprises de bétonnages.
- allonger le temps de maniabilité des graves ciments.

Le Cimxtard 101 est compatible avec tous les ciments (à l'exception des ciments alumineux) mais les dosages seront différents suivant les types utilisés.

DOSAGE

Selon l'effet retard désiré de 0,15 à 1,0 kg par 100 kg de ciment.

Avant l'utilisation, il est préconisé d'effectuer des essais de convenance dans les conditions du chantier (température et durée de trajet).

PRECAUTIONS D'EMPLOI

Sans danger. Rincer à l'eau en cas de projections.

CONDITIONNEMENT

- Vrac
- Cubitainer de 1 000 litres.
- Fûts de 200 litres.

STOCKAGE - CONSERVATION

- Le Cimxtard 101 supporte plusieurs cycles gel-dégel sans dommage, mais doit être entièrement décongelé et réhomogénéisé avant son utilisation. Il est recommandé de le stocker dans un local mis hors gel, à l'abri du soleil et des fortes chaleurs.
- Date de péremption : 1 an à compter de sa date de fabrication.

SEPTEMBRE 2000

Les renseignements, figurant sur nos fiches techniques, sont donnés à titre indicatif. Ils correspondent aux résultats des essais effectués sur nos produits, mais ne sauraient avoir un caractère universel. Ces renseignements ne peuvent en aucun cas être considérés comme une garantie pour l'utilisateur, ni engager notre responsabilité. Seuls des essais préalables peuvent permettre de définir exactement, dans chaque cas, les conditions d'utilisation.

A.4 Fiches techniques des suspensions de nanosilice (MBT ® et RHODIA ®) utilisées

RHOXMAT CS 60 SL

Octobre 1999

60SL-X02 (1)

DESCRIPTION :

Composition chimique :	$\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$
Forme physique : précipité amorphe	suspension aqueuse stable de silice
Aspect :	liquide blanc d'aspect laiteux

SPECIFICATIONS :

pH	5 à 6,5
Masse volumique	$1,14 \pm 0,03$
Extrait sec (%)	$22 \pm 1,5$
Viscosité à 20°C	< 100 mPa.s

EMBALLAGE - STOCKAGE :

- Conditionnement standard : vrac, conteneurs plastique de 1000 litres, ou fûts de 60 litres
- La suspension de silice reste stable 3 mois au minimum ; elle ne nécessite aucune réagitation avant emploi.
- Le produit doit être stocké à l'abri du gel.
- Produit non soumis à réglementation spéciale en matière de transport.

PRINCIPALES PROPRIÉTÉS (Applications cimentaires) :

RHEOLOGIE :

Grâce à l'extrême finesse de particules et aux propriétés hydrophiles de la silice précipitée, le RHOXMAT CS 60 SL améliore le comportement des pâtes cimentaires en termes de :

- . thixotropie, rétention d'eau
- . maniabilité, résistance à la ségrégation et au ressuage

ÉTANCHÉITÉ :

En confiant - grâce à la réactivité des nano-particules de silice précipitée - une très grande homogénéité à la microstructure du matériau final, le RHOXMAT CS 60 SL contribue à en réduire fortement la perméabilité :

quasi-disparition de toute macroporosité, accompagnée d'une réduction sensible de la connectivité des micropores.



PPM C

40 rue de la Haie-Cog. F-93306 Aubervilliers Cedex. Téléphone : 33 1 53 56 50 00 Fax : 33 1 53 56 55 55

Rhodia PPM C. Conçoit, développe et commercialise des produits de haute technologie. R.C. Rhodia : R 633 039 083. N. SIRET : 41 633 039 083

CINETIQUE DE PRISE - ACTION POZZOLANIQUE :

- Le RHOXMAT CS 60 SL accélère sensiblement la prise du ciment, en raison de la réactivité précoce des nano-particules de silice.
- En revanche, à l'inverse des fumées de silice (ou "microsilices"), le RHOXMAT CS 60 SL n'a pas d'action pozzolanique au-delà des premières heures du processus d'hydratation.

LIEU DE FABRICATION : USINE DE COLLONGES - F - 69660.

AVERTISSEMENT AUX UTILISATEURS

Ce document contient des informations données de bonne foi et fondées sur l'état actuel de nos connaissances. Elles n'ont qu'une valeur indicative et n'impliquent, par conséquent, aucun engagement de notre part, notamment en cas d'attente aux droits appartenant à des tiers du fait de l'utilisation de nos produits.

La société RHODIA PPMC garantit que son produit respecte ses spécifications de ventes.

Ces informations ne doivent pas se substituer aux essais préliminaires indispensables pour s'assurer de l'adéquation du produit à chaque usage envisagé.

Il appartient aux utilisateurs de s'assurer du respect de la législation locale et d'obtenir les homologations et autorisations éventuellement nécessaires.

Les utilisateurs sont invités à vérifier qu'ils sont en possession de la dernière version du présent document, la Société RHODIA PPMC étant à leur disposition pour fournir toute information complémentaire.

Tous les noms mentionnés sont des marques de Rhodia, ses filiales ou associés.



PPMC

40 rue de la Halle-Cog. F-93306 Aubervilliers Cedex. Téléphone : 33 1 53 56 50 00 Fax : 33 1 53 56 55 55

Rhodia PPMC - Société par Actions Simplifiée au capital de 45 049 720 € - RCS Bobigny B 622 037 083 - TVA BP 41 622 037 083

degussa.

Construction Chemicals

MEYCO® MS 685

1.40

Silice précipitée en suspension**Description**

Le MEYCO MS 685 est un adjuvant liquide, stable, à base de silice précipitée amorphe en suspension.

Cette suspension ultrafine agit, dès son incorporation, sur la texture de la pâte cimentaire en créant un microréseau minéral durable à l'état durci.

Cette texture garantit une meilleure cohésion, diminue la porosité et augmente la compacité du mélange.

Domaines d'applications**BPE - Préfabrication**

- Aide au pompage.
- Bétons devant résister aux agents agressifs ou au contact fréquent de l'eau.
- Bétons de parements fins, architectoniques.
- Bétons à hautes performances.

Travaux souterrains - Génie Civil

- Béton projeté.
- Béton pompé.
- Injection câble de précontrainte.

Propriétés

La silice précipitée amorphe réagit de manière pouzzolanique dès son incorporation dans le mélange cimentaire, ce qui a pour conséquence de créer un réseau d'hydrates qui texture la pâte. Cette structure renforcée améliore la tenue de l'ensemble des constituants du mélange de béton (ou mortier) et s'oppose à une migration de l'eau, d'où :

- Cohésion élevée.
- Diminue la pression de pompage.
- Diminue le ressuage et la ségrégation.
- Diminue la porosité.
- Améliore la qualité du parement.
- Corrige des carences d'éléments fins.

Caractéristiques

- | | |
|----------------------------|-----------------|
| • Aspect | laiteux |
| • Couleur | blanchâtre |
| • pH (MA 003) | 7 ± 1 |
| • Masse volumique (MA 002) | 1,14 ± 0,03 |
| • Surface spécifique | 1.800.000 cm²/g |
| • Ø moyen d'une particule | 14 nanomètres |

Mode d'emploi

A diluer de préférence dans l'eau de gâchage.

Recommandations

En cas de gel, réchauffer le produit jusqu'à une température proche de + 30°C et agiter mécaniquement. Proscrire l'agitation par air comprimé.

Dosage

De 0,5 à 5 % du poids de ciment. Le dosage varie en fonction de la quantité d'éléments fins déjà présents dans la formule utilisée et de l'action souhaitée : rhéologique ou mécanique. Des essais préalables permettront d'affiner ce dosage.

Conditionnement

Container de 1000 L, fût de 210 L, bidon de 10 L ou vrac.

Stockage

Conserver le MEYCO MS 685 dans des conditions de températures supérieures à + 5°C.

degussa.

Construction Chemicals

MEYCO® MS 685

1.40

MBT France a couvert sa responsabilité civile tant en exploitation qu'après livraison de ses produits par une police d'assurance souscrite auprès de la Compagnie GERLING FRANCE. Les garanties de cette police sont complétées par la police "parapluie" responsabilité civile du Groupe E.ON souscrite auprès de la société suisse d'assurances GERLING KONZERN de Zürich.

Nos fiches techniques ont pour objectif de vous conseiller d'après nos connaissances les plus récentes, nous nous réservons donc le droit de modifier à tout moment le contenu de celles-ci.

L'emploi des produits doit être adapté aux conditions spécifiques à chaque situation. Pour toute précision complémentaire, nous vous conseillons de prendre contact avec l'une de nos agences MBT France.

MBT France

Z.I. Petite Montagne Sud
10, rue des Cévennes
Lisses
91017 Evry Cedex

Tél. : 01 69 47 50 00
Fax : 01 60 86 06 32

Site Internet : <http://www.mbt.fr>

Pour toute information complémentaire, consulter notre fiche de données de sécurité sur :

- **Minitel** : 08 36 05 10 12
- ou sur notre site Internet



A.5 Fiches techniques des produits CHRYSO[®] utilisés

CHRYSO

CHRYSOFLUD OPTMA 100



Superplastifiant
à fonction secondaire retardateur de prise



Descriptif

CHRYSOFLUD OPTMA 100 est un superplastifiant de nouvelle génération à base de phosphonate modifié. Sa structure moléculaire spécialement mise au point lui confère des propriétés exceptionnelles dans le domaine de l'adjuvantation des bétons.

CHRYSOFLUD OPTMA 100 permet de très longs maintiens d'ouvrabilité à tous niveaux de consistance, par rapport aux adjuvants classiques.

CHRYSOFLUD OPTMA 100 est ainsi particulièrement adapté aux pompes sur de longues distances.

CHRYSOFLUD OPTMA 100 offre une grande compatibilité avec la plupart des ciments. Il est dans la majorité des cas la solution aux problèmes d'incompatibilité ciment/adjuvant. De par ses caractéristiques, CHRYSOFLUD OPTMA 100 apparaît comme un superplastifiant très approprié pour les chantiers de génie civil et l'industrie du BPE.

Caractéristiques

- Nature : liquide
- Densité : $1,06 \pm 0,01$
- Couleur : blanc / jaune légèrement laiteux
- pH : $4 \pm 0,5$
- Point de congélation : -3°C
- Teneur en ions Cl : $\leq 0,1 \%$
- Na_2O équivalent : $\leq 0,3 \%$
- Extr. sec : $30 \pm 1,5 \%$

Conditionnement

Vrac
Fûts plastiques de 215 L
Tonnelets de 60 L

Conformité

CHRYSOFLUD OPTMA 100 est un superplastifiant à fonction secondaire retardateur de prise conforme à la norme NF P-18333.

Tous les constituants du CHRYSOFLUD OPTMA 100 sont autorisés par la réglementation française en vigueur pour être utilisés dans la fabrication des bétons et mis en contact avec l'eau potable. Un certificat de conformité aux listes positives autorisées est disponible sur simple demande.

Applications

Domaines d'application

- Tous types de ciments
- Bétons hautes performances et très hautes performances
- Bétons à long maintien de maniabilité
- Bétons pompés
- Bétons précontraints
- Bétons d'ouvrage fortement finis

Mode d'emploi

Plage de dosage : de 0,3 à 5 kg pour 100 kg de ciment.

Il est courant de doser ce produit à environ 1 % du poids de ciment. CHRYSOFLUD OPTMA 100 est totalement miscible à l'eau et sera introduit de préférence dans l'eau de gâchage afin de profiter au mieux du maintien d'ouvrabilité du béton. Cependant, il est également possible d'employer le produit en adjuvantation directe.

Selon les applications prévues, il est possible d'utiliser CHRYSOFLUD OPTMA 100 en synergie avec d'autres adjuvants CHRYSO. L'efficacité de CHRYSOFLUD OPTMA 100 doit être déterminée après des essais de convenance, prenant en compte les caractéristiques rhéologiques et les performances mécaniques souhaitées pour le béton.

Précautions

En cas de gel, il est important de réhomogénéiser avant emploi.

Durée de vie : 9 mois.



1.1-7

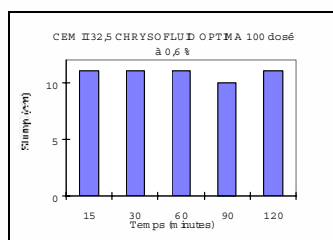
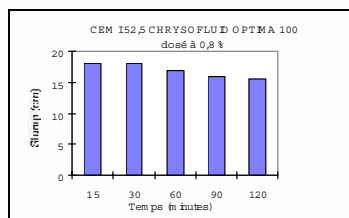
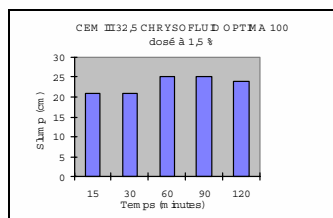
CHRYSOFLUD OPTMA 100

Supéplastifiant à fonction secondaire retardateur de prise

Application

Essai

Maintien de Rhéologie



Références

- Béton désactivé
- Tunnel de Marseille record du monde de pompage sur longues distances = 2719,65 m.
- Parois moulées

SECURITE

La manipulation du CHRYSOFLUD OPTMA 100 est sans danger.
Pour plus d'informations consulter la fiche de sécurité sur Minitel au 08.36.05.10.12 Code CHRYSO.

Les informations contenues dans la présente notice sont l'expression de nos connaissances et de résultats d'essais effectués dans un souci constant d'objectivité. Elles ne peuvent cependant, en aucun cas, être considérées comme apportant une garantie ni comme engageant notre responsabilité en cas d'application déficiente. Des essais préalables à chaque utilisation permettront de vérifier que les modes d'emploi et les conditions d'application du produit sont satisfaisants. Nos spécialistes sont à la disposition des utilisateurs pour les aider à résoudre au mieux leurs problèmes.

« Se renseigner sur la dernière mise à jour »

Demander à :

CHRYSO : 19, place de la Résistance - 92446 Issy les Moulineaux cedex France - Tél. : 01 41 17 18 19 - Fax : 01 41 17 18 80





CHRYSOFLUD OPTMA 175



1.1-9



Superplastifiant - Haut réducteur d'eau

Descriptif

CHRYSOFLUD OPTMA 175 est un superplastifiant de nouvelle génération à base de polycarboxylate et de phosphonate modifiés.

Il permet d'obtenir des bétons à ouvrabilité importante, tout en ayant une diminution du rapport eau/ciment.

Il permet également de garder dans le temps l'ouvrabilité du béton frais sans retard de prise préjudiciable.

CHRYSOFLUD OPTMA 175 est particulièrement adapté pour les bétons prêts à l'emploi et pour la mise au point des bétons fluides demandant des résistances élevées à court et long terme.

Caractéristiques

- Aspect : produit liquide
- Couleur : blanc jaune
- Densité apparente : $1,055 \pm 0,010$
- pH : 6 ± 1
- Na_2O éq $\leq 1\%$
- Teneur en ions Cl^- : $\leq 0,1\%$
- Extrait sec : $30\% \pm 1,5\%$

Conditionnement

Vrac

Fûts de 215 L

Tonnelets de 60 L

Conformité

CHRYSOFLUD OPTMA 175 est un superplastifiant-haut réducteur d'eau conforme à la norme NF-EN 934-2.

Applications

Domaines d'application

- Tous type de ciments
- Bétons avec maintien d'ouvrabilité
- B.P.E
- Bétons blancs ou clairs
- BHP et BTHP
- Bétons plastiques, très plastiques, fluides
- Bétons pour ouvrages très finis
- Dallages, sols industriels

Mode d'emploi

Plage de dosage : de 0,3 Kg à 3 Kg pour 100 Kg de ciment.

La dose généralement utilisée se situe vers 1% du poids de ciment.

CHRYSOFLUD OPTMA 175 est de préférence employé dans l'eau de gâchage. Il est néanmoins possible de l'employer en dilué sur site comme fluifiant.

Dans tous les cas, on mélangera jusqu'à obtention d'un béton homogène.

Précautions

Stocker à l'abri du gel.

En cas de gel, le produit conserve ses propriétés une fois dégelé et homogénéisé par agitation.

Eviter l'exposition prolongée du produit à de fortes chaleurs.

Durée de vie : 9 mois.



CHRYSO FLUD OPTMA 175

Superplastifiant - Haut réducteur d'eau

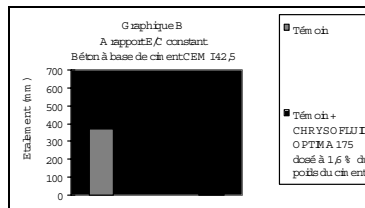
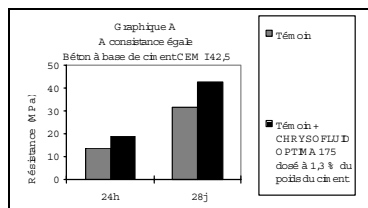


1.1-9

Application

Essais

Ces résultats ont été obtenus selon les modalités définies par la norme ISO 4012 (essais de résistance, graphique A) et la norme EN 12358 (essais de consistance, graphique B).



SECURITE

La manipulation de CHRYSO FLUD OPTMA 175 est sans danger.

Pour plus d'informations, consulter la fiche de sécurité sur Minitel au : 08 36 05 10 12 code CHRYSO.

Les informations contenues dans la présente notice sont l'expression de nos connaissances et de résultats d'essais effectués dans un souci constant d'objectivité. Elles ne peuvent cependant, en aucun cas, être considérées comme apportant une garantie ni comme engageant notre responsabilité en cas d'application déficiente. Des essais préalables à chaque utilisation permettront de vérifier que les modes d'emploi et les conditions d'application du produit sont satisfaisants. Nos spécialistes sont à la disposition des utilisateurs pour les aider à résoudre au mieux leurs problèmes.

"Se renseigner pour la dernière mise à jour"

Dernière mise à jour : 05/2001

CHRYSO : 19, place de la Résistance - 92446 Issy les Moulineaux cedex France - Tél. : 01 41 17 18 19 - Fax : 01 41 17 18 80





CHRYSOFLUD OPTMA 200

Superplastifiant - Haut réducteur d'eau



Descriptif

CHRYSOFLUD OPTMA 200 est un superplastifiant - haut réducteur d'eau de nouvelle génération, à base de polycarboxylate modifié.

CHRYSOFLUD OPTMA 200 est particulièrement recommandé pour le béton prêt à l'emploi.

CHRYSOFLUD OPTMA 200 permet la confection de bétons devant garder l'ouvrabilité et ayant des résistances élevées à court terme.

CHRYSOFLUD OPTMA 200 permet la réalisation des bétons autoplaçants.

Caractéristiques

- Aspect : produit liquide
- Couleur : gris laiteux
- Densité : $1,05 \pm 0,01$
- pH : $6,5 \pm 1,5$
- Teneur en ions Cl : $\leq 0,1 \%$
- Na_2O équivalent : $\approx 1,5 \%$
- Extrait sec : $19,5 \pm 1,5$

Conditionnement

Vrac
Cubainier
Fût plastique de 215 L
Tonnelet de 60 L

Conformité

CHRYSOFLUD OPTMA 200 est un superplastifiant - haut réducteur d'eau conforme à la norme NF-EN 934-2.

Applications

Domaines d'application

- Tous types de ciments
- B.P.E.
- B.H.P. - B.T.H.P.
- Bétons plastiques ou fluides
- Bétons autoplaçants

Mode d'emploi

Plage de dosage : 0,3 à 3 kg pour 100 kg de ciment.

CHRYSOFLUD OPTMA 200 peut être utilisé dans l'eau de gâchage ou en différé sur le béton.

Utilisé en temps que fluidifiant, il est nécessaire de malaxer à grande vitesse 1 min par m³ de béton (avec un minimum total de 6 min).

Précautions

Stocker à l'abri du gel.

En cas de gel, le produit conserve ses propriétés. Après dégel, une agitation est nécessaire.

Conditionnement et stockage en matériaux plastiques, hors PVC.

Durée de vie : 9 mois.



1.1-1.3

CHRYSO FLUID OPTMA 200

Superplastifiant - Haut réducteur d'eau

SECURITE

La manipulation du CHRYSO FLUID OPTMA 200 est sans danger.

Pour plus d'informations, consulter la fiche de sécurité sur Minitel au : 08 36 05 10 12 code CHRYSO ou sur www.chryso-online.com

Les informations contenues dans la présente notice sont l'expression de nos connaissances et de résultats d'essais effectués dans un souci constant d'objectivité. Elles ne peuvent cependant, en aucun cas, être considérées comme apportant une garantie ni comme engageant notre responsabilité en cas d'application défectueuse. Des essais préalables à chaque utilisation permettront de vérifier que les modes d'emploi et les conditions d'application du produit sont satisfaisants. Nos spécialistes sont à la disposition des utilisateurs pour les aider à résoudre au mieux leurs problèmes.

"Se renseigner pour la dernière mise à jour"

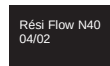
Demander à par : 03.01

CHRYSO : 19, place de la Résistance - 92446 Issy les Moulineaux cedex France - Tél : 01 41 17 18 19 - Fax : 01 41 17 18 80



A.6 Fiches techniques des produits FOSROC® utilisés

Rési Flow N40



Superplastifiant/haut réducteur d'eau

RESI FLOW N40 est un polymère de synthèse de la famille des polynaphtalènes.

Propriétés

RESI FLOW N40 permet, après incorporation à un béton ferme, de faire passer ce béton à l'état plastique ou fluide sans ajout d'eau, sans ségrégation tout en permettant d'obtenir de très hautes performances mécaniques.

A plasticité égale, RESI FLOW N40 permet de réduire de façon très importante la quantité d'eau de gâchage et d'augmenter considérablement les résistances mécaniques à tous âges à partir de 24 heures.

A teneur en eau égale, RESI FLOW N40 permet d'améliorer la maniabilité sans ségrégation et de faciliter la mise en place du béton dans les coffrages difficiles.

Domaines d'utilisation

RESI FLOW N40 est compatible avec tous les ciments répondant aux normes ASTM et CEN. La diversité de ces types de ciments implique une épreuve de convenance pour vérifier le degré d'efficacité. Pour tout autre liant, des essais préalables sont nécessaires.

RESI FLOW N40 est destiné à être utilisé dans les domaines suivants :

- Béton armé.
- Béton prêt à l'emploi.
- Béton précontraint.
- Tous bétons en général nécessitant une consistance fluide.
- Mortiers, coulis.

Compatibilité alimentaire

Ce produit peut être utilisé comme composant des bétons en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine suivant la législation française en vigueur.

Caractéristiques physico-chimiques

Etat du produit	liquide
Couleur	brun sombre
Masse volumique à 20° C	1,200 kg/l
pH	7,5
Teneur en chlorures	< 0,1 %
Extrait sec	40 %
Teneur en Na ₂ O équivalent	< 5,5 %
Craint le gel.	
Réversible en cas de gel après forte agitation.	
(Les tolérances des valeurs de pH, de MV et d'ES respectent les exigences de la norme EN 934-2).	

Mode d'emploi

RESI FLOW N40 doit être ajouté avant la mise en oeuvre du béton.

En centrale à béton, l'incorporation de l'adjuvant peut se faire :

- dès la fin de l'introduction de l'eau de gâchage : le malaxage sera prolongé de 2 minutes.
- dans le cas du béton prêt à l'emploi, le rajout peut se faire dans le malaxeur du camion à son arrivée sur le chantier : le malaxage sera prolongé de 5 minutes à vitesse rapide.

RESI FLOW N40 peut être également mélangé à l'eau de gâchage du béton : dans ce cas, la quantité d'eau est déterminée en fonction de la plasticité souhaitée.

Dosage

- Plage de dosage :
- de 0,5 à 4 kg pour 100 kg de ciment.

Le dosage exact à l'intérieur de cette plage sera déterminé lors des essais de convenance.

Composition des bétons

La composition des bétons devant être traités avec RESI FLOW N40 devra être établie avec soin.

La granulométrie doit comporter une proportion d'éléments fins plus importante que celle des bétons courants et, qui est comparable à celle des bétons pompés.

Maintien de la fluidité

Le temps durant lequel le béton reste fluide est variable selon la température, la consistance du béton avant ajout de l'adjuvant, la nature du ciment et son dosage.

Cette durée devra être déterminée par un essai préalable.

Précautions de manipulation

Produit à caractère légèrement alcalin. En cas de contact avec la peau, laver abondamment à l'eau.

Consulter la fiche de données de sécurité.

Conditionnement et conservation

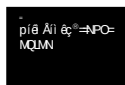
Voir tarif en vigueur.

Le RESI FLOW N 40 se conserve pendant 24 mois dans son emballage d'origine.

Structuro® 132



NF
Norme EN 934-2
cf. règlement NF 085



Superplastifiant / Haut réducteur d'eau

STRUCTURO® 132 est un adjuvant de nouvelle génération à très fort pouvoir réducteur d'eau associant, pour les bétons traités, maintien d'ouvrabilité et hautes performances.

=

Propriétés

STRUCTURO® 132 incorporé dans un béton ferme ou plastique permet en fonction du dosage d'obtenir la fluidité souhaitée.

Utilisé à plasticité égale par rapport à un témoin, il permet de réduire de façon notable la quantité d'eau de gâchage et d'augmenter les résistances mécaniques.

STRUCTURO® 132 a la particularité d'améliorer le temps d'ouvrabilité des bétons sensibles aux phénomènes de raidissement rapide non souhaités. Le résultat dépendra du type, de la classe du ciment utilisé et de la plasticité du béton.

Domaines d'utilisation

STRUCTURO® 132 peut être utilisé avec tous les ciments répondant aux normes ASTM et CEN.

Le STRUCTURO® 132 est destiné à être utilisé dans les domaines suivants :

- béton prêt à l'emploi
- béton préfabriqué
- béton précontraint
- tous bétons nécessitant un temps de maniabilité de longue durée et/ou de hautes performances.

Caractéristiques physico-chimiques

Etat du produit	Liquide turbide
Couleur	Incolore à léger jaune turbide
Masse volumique à 20° C	1,08 kg/l
pH	6,5
Teneur en chlorures	< 0,1 %
Extrait sec	26 %
Teneur Na ₂ O équivalent	< 2,5 %
Point de congélation	Craint le gel
En cas de gel, réhomogénéiser avant emploi après retour à l'état liquide.	
(Les tolérances des valeurs de pH, de MV et d'ES respectent les exigences de la norme EN 934-2).	

Mode d'emploi

En centrale, il sera incorporé dans l'eau de gâchage.

Dans le cas de béton prêt à l'emploi, le rajout peut se faire dans le malaxeur du camion avant déversement du béton : le malaxage sera alors prolongé de 5 mn à vitesse maximum de rotation du malaxeur.

Dosage

Plage de dosage :

- 0,15 à 3 kg pour 100 kg de ciment.

Le dosage exact à l'intérieur de cette plage devra être déterminé précisément par des essais préalables.

Possibilité de retard de prise au dosage maximal.

Précautions de manipulation

Produit sans danger. En cas de projection, rincer à l'eau savonneuse.
Consulter la fiche de données de sécurité.

Conditionnement et conservation

Voir tarif en vigueur

Le STRUCTURO® 132 se conserve pendant 24 mois dans son emballage d'origine

Structuro® 146



Norme EN 934-2
cf. règlement NF 085

Structuro® 146
09/01

Superplastifiant / Haut réducteur d'eau

STRUCTURO® 146 est un adjuvant de nouvelle génération à très fort pouvoir réducteur d'eau associant, pour les bétons traités, maintien d'ouvrabilité et hautes performances.

Propriétés

STRUCTURO® 146 incorporé dans un béton ferme ou plastique permet en fonction du dosage d'obtenir la fluidité souhaitée.

Utilisé à plasticité égale par rapport à un témoin, il permet de réduire de façon notable la quantité d'eau de gâchage et d'augmenter les résistances mécaniques.

STRUCTURO® 146 a la particularité d'améliorer le temps d'ouvrabilité des bétons sensibles aux phénomènes de raidissement rapide non souhaités. Le résultat dépendra du type, de la classe du ciment utilisé et de la plasticité du béton.

Domaines d'utilisation

STRUCTURO® 146 peut être utilisé avec tous les ciments répondant aux normes ASTM et CEN.

STRUCTURO® 146 est destiné à être utilisé dans les domaines suivants :

- béton prêt à l'emploi
- béton préfabriqué
- béton précontraint
- tous bétons nécessitant un temps de maniabilité de longue durée et/ou de hautes performances.

Compatibilité alimentaire

Ce produit peut être utilisé comme composant des bétons en contact avec l'eau destinée à la consommation humaine suivant la législation française en vigueur.

Caractéristiques physico-chimiques

Etat du produit	Liquide
Couleur	Léger rosé turbide
Masse volumique à 20° C	1,120 kg/l
pH	7
Teneur en chlorures	< 0,1 %
Extrait sec	36 %
Teneur Na ₂ O équivalent	< 3,5 %
Point de congélation	Craint le gel

En cas de gel, réhomogénéiser avant emploi après retour à l'état liquide.

(Les tolérances des valeurs de pH, de MV et d'ES respectent les exigences de la norme EN 934-2).

Mode d'emploi

En centrale, il sera incorporé dans l'eau de gâchage.

Dans le cas de béton prêt à l'emploi, le rajout peut se faire dans le malaxeur du camion avant déversement du béton : le malaxage sera alors prolongé de 5 mn à vitesse maximum de rotation du malaxeur.

Dosage

Plage de dosage :

- 0,15 à 3 kg pour 100 kg de ciment.

Le dosage exact à l'intérieur de cette plage devra être déterminé précisément par des essais préalables.

Possibilité de retard de prise au dosage maximal.

Précautions de manipulation

Produit sans danger. En cas de projection, rincer à l'eau savonneuse.

Consulter la fiche de données de sécurité.

Conditionnement et conservation

Voir tarif en vigueur

STRUCTURO® 146 se conserve pendant 24 mois dans son emballage d'origine

Structuro® 311



Structuro® 311
02/02

Superplastifiant/haut réducteur d'eau

STRUCTURO® 311 est un superplastifiant à hautes performances destiné aux applications nécessitant un long maintien d'ouvrabilité et une grande stabilité des bétons très fluides pour des ouvrages à haute qualité de parement.

Propriétés

STRUCTURO® 311 incorporé dans un béton ferme ou plastique permet en fonction du dosage d'obtenir la fluidité souhaitée.

Utilisé à plasticité égale par rapport à un témoin, il permet de réduire de façon notable la quantité d'eau de gâchage et d'augmenter les résistances mécaniques.

STRUCTURO® 311 allie les fonctions de réduction d'eau et de maintien d'ouvrabilité. Il permet la confection de bétons dont le temps de mise en œuvre est prolongé.

STRUCTURO® 311 est un superplastifiant particulièrement robuste permettant de réaliser des bétons stables et homogènes.

Il permet de fabriquer des bétons à fluidité extrême sans dégradation ni ressuage, destinés à la mise en place sans vibration.

Domaines d'utilisation

STRUCTURO® 311 peut être utilisé avec tous les ciments répondant aux normes ASTM et CEN.

Le STRUCTURO® 311 est destiné à être utilisé dans les domaines suivants :

- Béton et mortier autoplaçants /autonivellants.
- Béton prêt à l'emploi, mortiers, coulis.
- Béton pompé.
- Béton désactivé.
- Béton architectonique.

La confection de bétons autoplaçants nécessite de porter une attention particulière à l'élaboration de la composition du béton. Notre service technique se tient à la disposition des producteurs pour aider à l'optimisation de leur formule.

Caractéristiques physico-chimiques

Etat du produit	liquide
Couleur	léger jaune turbide
Masse volumique à 20° C	1,05 kg/L
pH	5,5
Teneur en chlorures	< 0,1 %
Extrait sec	25 %
Teneur en Na ₂ O équivalent	< 2 %
Point de congélation	Craint le gel
En cas de gel, réhomogénéiser avant emploi après retour à l'état liquide.	
(Les tolérances des valeurs de pH, de MV et d'ES respectent les exigences de la norme EN 934-2).	

Mode d'emploi

En centrale, il sera incorporé dans l'eau de gâchage ou en différé selon le cas.

Dans le cas de béton prêt à l'emploi, le rajout peut se faire dans le malaxeur du camion avant déversement du béton : le malaxage sera alors prolongé de 5 minutes à vitesse maximum de rotation du malaxeur.

Dosage

Plages de dosage :

- 0,2 à 5 kg pour 100 kg de ciment.
- Dosage moyen pour béton autoplaçant : 1 kg pour 100 Kg de ciment.

Le dosage exact à l'intérieur de ces plages devra être déterminé précisément par des essais préalables.

Possibilité de retard de prise au dosage maximal.

Précautions de manipulation

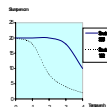
Produit sans danger. En cas de projection, rincer à l'eau savonneuse.
Consulter la fiche de données de sécurité.
Stocker à l'abri du gel.

Conditionnement et conservation

Voir tarif en vigueur.

Le STRUCTURO® 311 se conserve pendant 24 mois dans son emballage d'origine.

Structuro® 333



Structuro® 333
09/01=

Superplastifiant / Haut réducteur d'eau

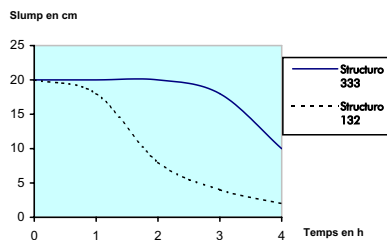
Comme son nom l'indique, **STRUCTURO® 333** est issu de la technologie **STRUCTURO®**. **STRUCTURO® 333** est un superplastifiant à hautes performances destiné aux applications nécessitant un long maintien d'ouvrabilité.

Propriétés

STRUCTURO® 333 incorporé dans un béton ferme ou plastique permet en fonction du dosage d'obtenir la fluidité souhaitée.

Utilisé à plasticité égale par rapport à un témoin, il permet de réduire la quantité d'eau de gâchage et d'augmenter les résistances mécaniques.

STRUCTURO® 333 allie les fonctions de réduction d'eau et de maintien d'ouvrabilité. Il permet la confection de bétons à hautes performances et/ou de bétons dont le temps de transport et de mise en œuvre sont fortement prolongés.



Domaines d'utilisation

STRUCTURO® 333 peut être utilisé avec tous les ciments répondant aux normes ASTM et CEN.

Le STRUCTURO® 333 est destiné à être utilisé dans les domaines suivants :

- béton prêt à l'emploi, mortiers, coulis
- béton pompé
- béton autoplaçant
- tous bétons nécessitant un temps de maniabilité de longue durée et/ou de hautes performances.

Caractéristiques physico-chimiques

Etat du produit	liquide turbide
Couleur	Incolore à léger jaune
Masse volumique à 20° C	1,05 kg/L
pH	6
Teneur en chlorures	< 0,1 %
Extrait sec	23 %
Teneur en Na ₂ O équivalent	< 1,5 %
Point de congélation	Craint le gel
En cas de gel, réhomogénéiser avant emploi après retour à l'état liquide.	
(Les tolérances des valeurs de pH, de MV et d'ES respectent les exigences de la norme EN 934-2).	

Mode d'emploi

En centrale, il sera incorporé dans l'eau de gâchage.

Dans le cas de béton prêt à l'emploi, le rajout peut aussi se faire dans le malaxeur du camion avant déversement du béton : le malaxage sera alors prolongé de 5 mn à vitesse maximum de rotation du malaxeur.

Dosage

Plage de dosage :

- 0,2 à 5 kg pour 100 kg de ciment.

Le dosage exact à l'intérieur de cette plage devra être déterminé précisément par des essais préalables.

Précautions de manipulation

Produit sans danger. En cas de projection, rincer à l'eau savonneuse.
Consulter la fiche de données de sécurité.
Stocker à l'abri du gel.

Conditionnement et conservation

Voir tarif en vigueur

Le STRUCTURO® 333 se conserve pendant 24 mois dans son emballage d'origine

Annexe B

Principes de l'imagerie par résonance magnétique

Parmi de nombreuses techniques de vélocimétrie, l'imagerie par résonance magnétique est un bon moyen d'étudier la dynamique des fluides dans différentes configurations [2, 18, 19, 30, 53, 54, 55, 80, 100]. Cette technique s'appuie sur la résonance magnétique nucléaire (RMN) du proton pour obtenir des informations spatiales, tant du point de vue physico-chimiques que dynamiques, sur un grand nombre de matériaux. Les protons font, en effet, souvent partie du fluide étudié lui-même (l'eau est présente dans de nombreuses suspensions). C'est pourquoi, cette technique ne nécessite pas l'adjonction de traceurs pour réaliser les expériences.

Nous posons, dans cette partie, les bases de la RMN et de la vélocimétrie par IRM. Pour de plus amples informations, nous renvoyons le lecteur vers des ouvrages plus spécialisés [74]. Le dispositif expérimental du LMSGC est ensuite détaillé.

B.1 Vélocimétrie par IRM

D'un point de vue physique, les protons ont des moments magnétiques dipolaires sensibles aux champs magnétiques extérieurs. Quand ces moments sont placés à l'intérieur d'un fort champ magnétique $\vec{B}_0$, ils montrent un comportement spécifique qui peut être qualifié de triple. Tout d'abord, les moments tendent naturellement vers une position d'équilibre alignée suivant $\vec{B}_0$. De plus, si ces moments sont basculés en dehors de cette position, ils ne reviennent pas, de façon simple, à l'équilibre. Au contraire, ils commencent à précesser ensemble autour de $\vec{B}_0$ à une fréquence particulière appelée fréquence de Larmor :

$$\omega_0 = \gamma B_0 \tag{B.1}$$

où γ est le rapport gyromagnétique des protons.

Ce mouvement de précession perd finalement son amplitude et les moments retournent progressivement dans leur état d'équilibre suivant $\vec{B}_0$. La cinétique de ce dernier processus est caractérisé par un temps de relaxation du signal RMN, dépendant du matériau étudié.

D'un point de vue pratique, un aimant (dans notre cas un supra conducteur) crée un fort champ magnétique homogène à l'intérieur de l'échantillon. Une antenne radio-fréquence, capable de basculer les protons en dehors de leur état d'équilibre, permet de réaliser les mesures d'amplitudes et de phases du mouvement de précession ainsi généré. Pour obtenir des informations sur les vitesses d'écoulement, on doit appliquer des gradients de champ, générés par des bobines spécifiques entourant l'échantillon. Quand l'application de ces gradients intervient, la fréquence de Larmor devient une fonction linéaire de l'espace :

$$\omega(\vec{r}) = \gamma(B_0 + \vec{G} \cdot \vec{r}) \quad (\text{B.2})$$

Considérons un élément de fluide sous "précession magnétique", se trouvant initialement à la position $\vec{r}$, mu par une petite variation de vitesse $\vec{v}$ soumis à un gradient $\vec{G}(t)$ durant un court intervalle de temps $[0, T]$. On peut calculer, après le temps T , le mouvement de précession à l'intérieur de l'élément de fluide. Il ne sera affecté (comparé à la précession résultante du champ homogène $\vec{B}_0$) que par un changement de phase :

$$\Delta\phi = \vec{k}_1 \cdot \vec{r} + \vec{k}_2 \cdot \vec{v} \quad (\text{B.3})$$

où $\vec{k}_1 = \gamma \int_0^T \vec{G}(t) dt$ et $\vec{k}_2 = \gamma \int_0^T \vec{G}(t) dt$

$\Delta\phi$ est donc en mesure de donner des informations indirectes sur la position spatiale de la vitesse du fluide. Au cours d'évolutions lentes d'écoulements, des mesures successives de ce changement de phase pendant des périodes successives de précession des protons, nous permet, à travers une analyse spécifique des données, d'avoir accès au champs de vitesse au sein de l'échantillon.

B.2 Dispositif expérimental

Les expériences sont réalisées avec un IRM Bruker Biospec 24/80 DBX (*Fig. B.1*) situé au LMSGC. Il est équipé d'un aimant vertical produisant un champ magnétique de 0,5 T (fréquence du proton : 20 MHz, diamètre : 40 cm), avec des bobines de gradient délivrant un gradient de 50 mT/m, et avec une bobine radio-fréquence linéaire de 24 cm de long et 20 cm de diamètre (*Fig. B.2*).

Pour les besoins des expériences, une géométrie de Couette a été conçue de façon à répondre aux contraintes imposées par l'IRM. La taille relativement large des échantillons qu'elle peut accepter la rend très utile pour



FIG. B.1 – *Vue de l'IRM. La cuve du rhéomètre est insérée dans le tube de gradient par l'ouverture située en dessous.*

l'étude des matériaux du génie civil contenant des particules grossières (pâtes de ciment, boues, pâtes granulaires...). Toutes les parties de l'appareillage insérées à l'intérieur de l'aimant sont construites avec des matériaux amagnétiques. Le moteur électrique, quant à lui, est placé aussi loin que possible de l'entrée de l'aimant. Nous utilisons une géométrie à cylindres coaxiaux pourvu d'un cylindre intérieur (de rayon $r_i = 4,07\text{ cm}$ et de hauteur $h = 11,35\text{ cm}$) pouvant être mis en rotation et d'une cuve fixe (de rayon $r_e = 5,93\text{ cm}$) (Fig. B.3). Les surfaces du mobile et de la cuve en contact

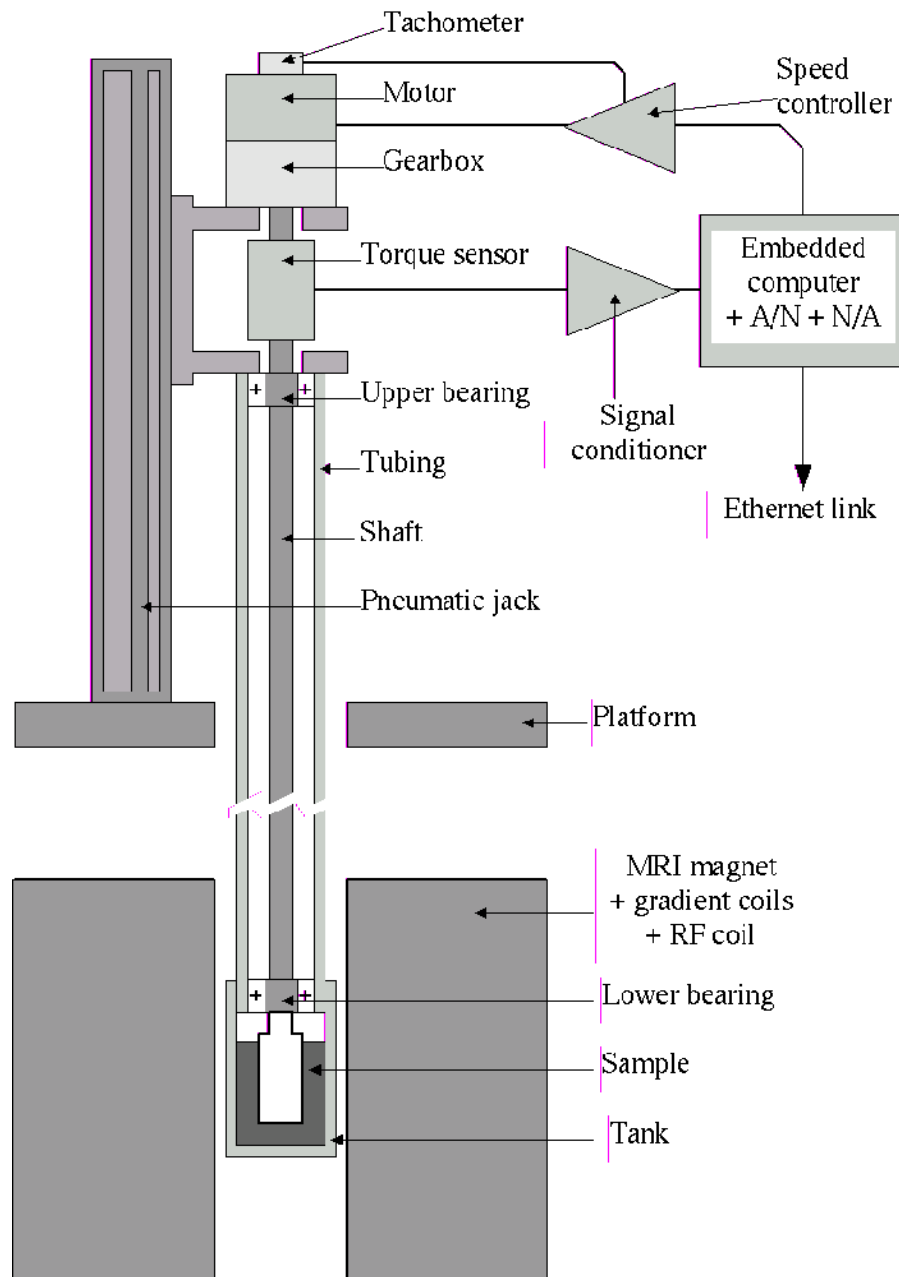


FIG. B.2 – Représentation schématique du rhéomètre inséré dans l'IRM.

avec le fluide sont recouvertes de papier de verre, pour éviter le phénomène de glissement. En comparaison avec les précédents travaux réalisés dans ce

domaine [53], ce rhéomètre est en position verticale comme le sont les rhéomètres de laboratoire.

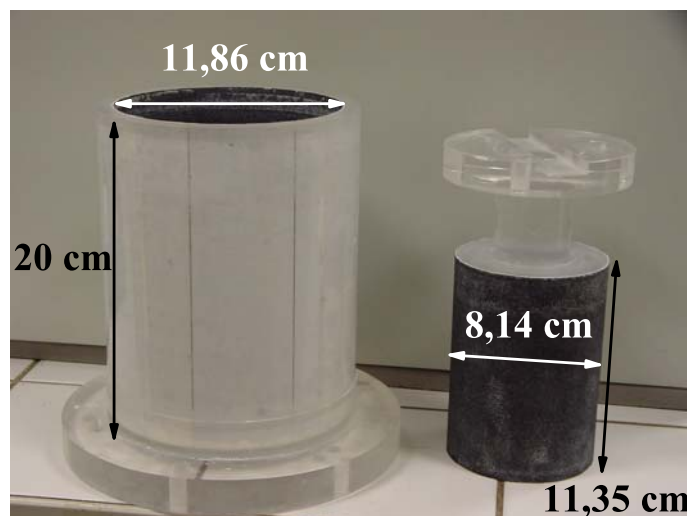


FIG. B.3 – Géométrie utilisée dans l'IRM.

L'axe de rotation repose sur deux paliers situés à ses deux extrémités. L'ensemble est monté sur vérin pneumatique : sa position basse se situe en dehors de l'aimant, de sorte que la géométrie et l'échantillon puissent être installés facilement, tandis que sa position haute place la géométrie de cisaillement au centre de l'aimant. L'échantillon peut être mis en place pendant la rotation du cylindre intérieur, ainsi le temps entre la fin du malaxage et le précisaillement est court. La vitesse de rotation imposée peut varier dans une gamme très large de valeur (de 0,002 à 1000 *trs/min*) en ajoutant un réducteur au moteur.

Ce rhéomètre est contrôlé par l'intermédiaire d'un ordinateur et la vitesse peut être imposée, soit palier par palier, soit par rampe continue. La température du matériau dans la cellule de Couette ne peut pas être contrôlée mais la pièce dans laquelle se trouve l'IRM est maintenue entre 20° et 24°.

Les mesures de velocimétrie par IRM à l'intérieur d'une géométrie de Couette sont obtenues à partir de la méthode développée en premier par Hanlon *et al.* [58] et modifiée par la suite par Raynaud *et al.*. La séquence RMN est représentée sur la Fig. B.4. Deux émissions successives de radio-fréquence, couplées avec des gradients de champ notés (*a*) et (*b*), sélectionnent respectivement, dans les directions *y* et *z*, un barreau virtuel le long d'un diamètre de la cellule de Couette (Fig. B.5). La paire de gradients (en noirs), dans la direction *y*, introduit, dans le signal RMN local, un fort changement de

phase proportionnel à la vitesse ortho-radiale (ou tangentielle) à l'intérieur de l'écoulement. Les champs de gradients, appliqués dans la direction x (c), permettent de récupérer des informations spatiales précises sur le signal RMN à l'intérieur du barreau au temps de mesure du signal (d).

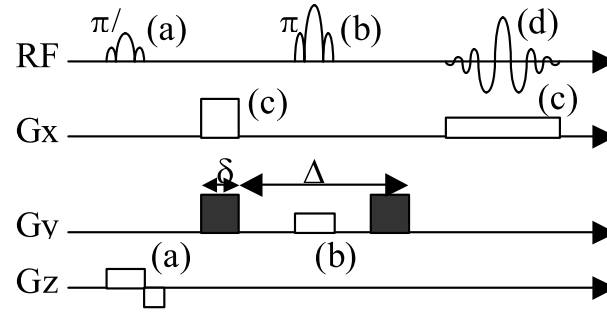


FIG. B.4 – Séquence RMN.

La comparaison de deux mesures, obtenues pour deux gradients, encodant la vitesse, d'intensités différentes, permet de se débarrasser des faux changements de phase dans le signal RMN, et finalement obtenir le changement de phase "pur" relatif à la vitesse suivant la direction x . Un traitement numérique simple nous donne le champ de vitesse de l'écoulement.

Une des principales difficultés rencontrées sur les pâtes de ciment provient de la très faible valeur du temps de relaxation T_2 de l'eau (environ 4 ms). Bien que quelques millisecondes soient nécessaires pour réaliser une séquence RMN, une si faible valeur conduit à un faible rapport signal sur bruit durant le temps d'acquisition du signal. Cependant, cette difficulté peut être contournée par un réglage spécifique de la séquence et un traitement approprié des données [100]. Ainsi, des mesures correctes de profils de vitesse sont obtenues pour des temps aussi courts que 5 ms.

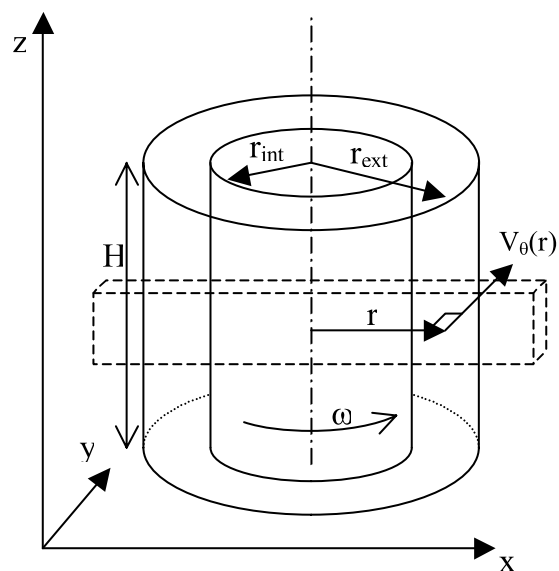


FIG. B.5 – Volume utilisé pour les mesures de profils de vitesse. Les mesures sont moyennées sur l'ensemble du barreau (longueur : 17 cm, hauteur : 5 cm et épaisseur : 1 cm).

Annexe C

Dispositif expérimental du plan incliné

Nous présentons dans cette annexe le dispositif expérimental du plan incliné. Ce dispositif a été élaboré par Da Cruz [38] et Rognon [101] pour l'étude des écoulements granulaires secs.

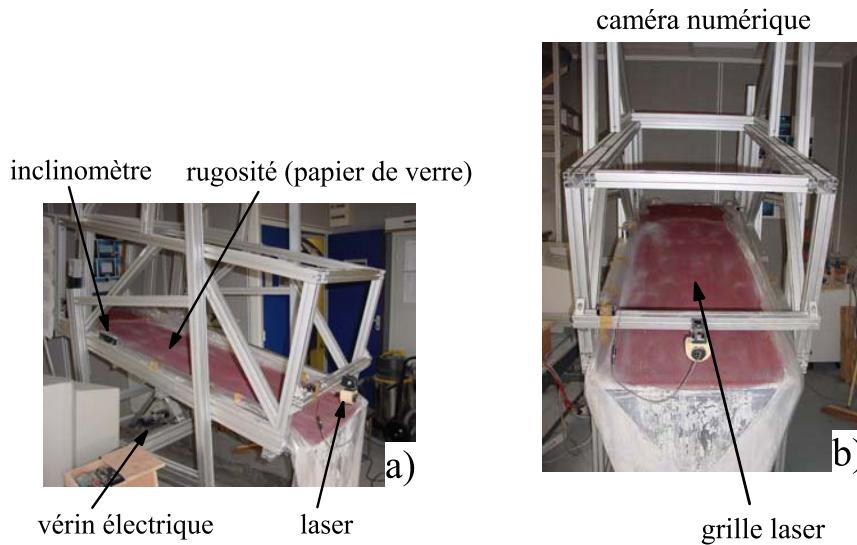


FIG. C.1 – a) *Vue de coté du plan incliné.* b) *Vue de face du plan incliné.*

Le plan incliné est constitué d'une tôle en aluminium recouverte d'une feuille de papier de verre imperméable. Le tout est maintenu par un berceau en profilé ®Norcan et soutenu par un vérin électrique qui permet le contrôle de l'inclinaison. Le dispositif est présenté sur la figure C.1.

Caractéristiques du plan incliné :

Longueur : 2 m

Largeur : $0,7\text{ m}$

Plage d'angle possible : de 0° à 35° modifiable selon les besoins

L'accès à la vitesse et à la hauteur de l'écoulement a nécessité la mise au point d'outils de mesures spécifiques. Une caméra numérique fournit un film de dix secondes à 24 images par seconde codées sur 256 niveaux de gris. Les images sont de haute résolution (1024×1280 pixels). Deux programmes en langage C (basés sur le traitement de ces images) ont été élaborés pour répondre aux besoins de chaque expérience [97, 101].

C.1 Mesure de vitesse

La méthode employée est une méthode analogue à la méthode PIV (particle image velocimetry). Le matériau possédant des traceurs à la surface (des graines de colza), on mesure le déplacement de ceux-ci entre deux images par une fonction d'autocorrélation.

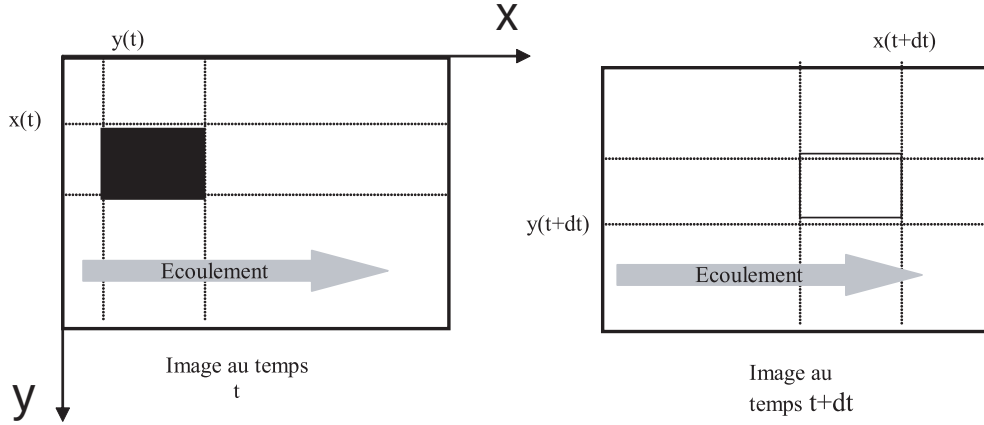


FIG. C.2 – Fenêtre de corrélation.

La démarche est de sélectionner une fenêtre de corrélation dans l'image seuillée au temps t et de trouver sa position au temps $t + dt$ (Fig. C.2). Un léger déplacement de la fenêtre est possible selon y si la caméra n'est pas parfaitement alignée avec l'écoulement. Ce déplacement est faible ($dy < 0,05 \times dx$). Pour économiser le temps de calcul, le programme recherchera uniquement la position $x(t + dt)$. La vitesse est alors calculée de la manière suivante : $V = dx/dt$, avec $dx = x(t + dt) - x(t)$ et $dy = y(t + dt) - y(t)$

On translate cette fenêtre systématiquement sur l'ensemble des positions possibles en la comparant avec la nouvelle image. L'ensemble des positions

possibles doit être le plus petit pour limiter le temps de calcul et le plus grand possible pour être sûr d'y retrouver la fenêtre de corrélation. La ressemblance entre les deux fenêtres est évaluée avec une fonction de corrélation discrète :

$$F(dx) = [I(x_i, y_j, t) \times I(x_i + dx, y_j, t + dt)] \quad (C.1)$$

Avec $I(x_i, y_j, t)$ l'intensité lumineuse vue par la caméra au point (x_i, y_j) sur l'image correspondante au temps t .

Le déplacement de la fenêtre de corrélation est alors la valeur de dx pour laquelle la fonction F est maximum. La détermination de ce maximum se fait par une interpolation par la méthode des moindres carrés (pivot de Gauss). L'interpolation va chercher à définir une abscisse plus précise du pic de corrélation. Pour cela, nous avons choisi un nombre de points autour du maximum de corrélation, puis nous avons fait passer un polynôme par ces points. Cette méthode repousse nos limites de mesure et nous fait gagner en précision en diminuant le bruit de manière conséquente.

C.2 Mesure de la hauteur

Pour mesurer la hauteur de la couche en écoulement, nous mesurons la position de l'intersection d'un faisceau laser (He/Ne 10mW) en incidence rasante avec la surface de la couche du matériau à étudier.

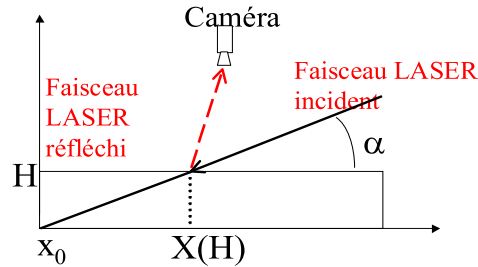


FIG. C.3 – *Principe de la mesure de hauteur*

Après avoir seillé l'image, on commence par repérer la coordonnée X_0 de l'intersection du faisceau laser avec la surface du plan. Puis, lorsqu'une couche de matériau s'écoule on mesure la coordonnée X de l'intersection du faisceau laser avec la surface du matériau. La connaissance de l'angle d'incidence α nous donne la hauteur H correspondante selon la relation :

$$H = (X - X_0) \tan(\alpha) \quad (C.2)$$

Notons que plus l'angle d'incidence est petit (incidence rasante) plus l'incertitude sur la mesure est faible.

C.3 Incertitudes sur les mesures

La mesure de l'inclinaison est donnée par un inclinomètre électronique (précision de $0,1^\circ$).

Nous calculons la vitesse en mesurant le déplacement de traceurs entre deux images espacées d'un pas de temps dt variant de $1/24$ à $1/4$ seconde selon la gamme de vitesse explorée. Notre précision spatiale est de 1 pixel (environ 1 mm). L'incertitude sur la mesure de vitesse est donc $\Delta V = 1/dt\text{ mm.s}^{-1}$. Quant à $\Delta(H)$, il est surestimé à $0,5\text{ mm}$.

Annexe D

Article publié dans *Rhéologie*,
vol. 2, 52-63, 2002 [65]

Caractérisation des écoulements de pâte dans une géométrie Couette

S. Jarny et P. Coussot

Laboratoire des Matériaux et des Structures du Génie Civil (UMR113 LCPC-ENPC-CNRS), Institut Navier, 2 Allée Kepler, Champs sur Marne

Reçu le 27 juin 2002 – Version finale acceptée le 30 Octobre 2002

Résumé : La géométrie Couette (à cylindres coaxiaux) est fréquemment utilisée pour les matériaux pâteux. Son inconvénient majeur est que le champ de contrainte est hétérogène. On compare ici l'allure des profils de vitesse tangentielle dans une telle géométrie pour différents types de lois de comportement en cisaillement simple utilisées pour représenter le comportement des pâtes, i.e. le modèle d'Ostwald, le modèle de Herschel-Bulkley et un modèle en « loi de puissance tronquée ». Ces calculs simples permettent notamment d'estimer l'importance de l'hétérogénéité du gradient de vitesse dans l'entrefer selon les caractéristiques de la géométrie utilisée. On montre ensuite que la loi de puissance tronquée est le modèle le plus adapté pour représenter les profils de vitesse déterminés par des mesures directes par IRM avec divers types de matériaux pâteux. Enfin on étudie dans quelles conditions les techniques de rhéométrie classiques, fondées sur l'analyse de mesures macroscopiques, permettent de retrouver le comportement de ces matériaux.

Mots-clés : cylindres coaxiaux, fluide rhéofluidifiant, fluide à seuil, gradient critique

Abstract : The Couette geometry (with coaxial cylinders) is often used for characterizing pasty materials. Its major disadvantage a priori lies in the heterogeneity of the shear stress. Here we compare the shape of the tangential velocity profiles in such a geometry for different constitutive equations in simple shear, used for representing the behaviour of pastes, i.e. the Ostwald model, the Herschel-Bulkley model and a truncated power-law model. These simple calculations make it possible to estimate the heterogeneity of the shear rate in the gap as a function of the geometrical characteristics of the rheometer. We then show that the truncated power-law model is the most suited one for representing velocity profiles directly obtained from MRI measurements with different pasty materials. At last we examine under which conditions the usual rheometrical techniques, based on the analysis of macroscopic data, are capable to find out the effective behaviour of these materials.

1. Introduction

La géométrie Couette, ou à cylindres coaxiaux, est couramment employée pour déterminer la loi de comportement des suspensions ou des pâtes. Elle possède en effet divers avantages : les effets de bord sont négligeables (en l'absence d'effet Weissenberg), la distance entre les outils peut être grande devant la taille des éléments constitutifs du matériau, assurant ainsi la validité d'une description dans le cadre de la mécanique des milieux continus, et enfin il est possible de diminuer considérablement le risque de glissement le long du cylindre intérieur en utilisant un outil constitué d'un certain nombre de pales qui induit un cisaillement en première approximation analogue à celui provoqué par la rotation d'un cylindre qui envelopperait ce jeu de pales. L'inconvénient majeur de cette géométrie est

l'hétérogénéité du champ de contraintes. On considère habituellement que son effet est mineur tant que le rapport entre l'entrefer et le rayon d'un des cylindres est très petit devant un. Cependant cette condition ne peut pas facilement être respectée en même temps que celle relative au rapport suffisamment grand entre l'entrefer et la taille des éléments constitutifs du matériau. Par ailleurs quelle que soit la valeur du rapport entrefer/rayon le cisaillement devient fortement hétérogène lorsque la vitesse relative des outils est faible au point que la contrainte seuil est atteinte au sein de l'entrefer. Enfin diverses observations directes de l'écoulement de pâtes ont montré que le cisaillement avait tendance à se localiser au sein des échantillons, induisant un champ de gradients de vitesse hétérogène, i.e. constitué d'une région à fort gradient

de vitesse au contact d'une région à gradient de vitesse nul ou négligeable [1-6]. L'objectif de cet article est donc de décrire en détail et de comparer l'allure des profils de vitesse tangentielle dans une géométrie Couette pour des matériaux dont le comportement peut être représenté par les modèles classiquement utilisés pour les pâtes ou les suspensions, ou bien par un modèle dit de loi de puissance tronquée (issu des observations directes cités ci-dessus). Dans un second temps nous comparons l'aptitude de ces modèles à représenter des résultats expérimentaux typiquement obtenus par IRM. Enfin nous discutons la validité des techniques de rhéométrie classique prenant ou non en compte l'hétérogénéité du champ de contrainte, qui consistent à interpréter les courbes couple-vitesse, pour en déduire la loi de comportement effective des pâtes.

2. Profils de vitesse théoriques

2.1 Généralités

Les hypothèses de base du traitement de l'écoulement laminaire d'un fluide incompressible dans une géométrie Couette sont les suivantes :

- on suppose que la surface libre reste horizontale (une hypothèse essentielle dont il convient de vérifier la validité expérimentalement), les effets perturbateurs liés aux contraintes normales sont donc négligeables, ceci implique *a priori* que la composante verticale de la vitesse est nulle ;
- on néglige les effets de l'écoulement au fond, en supposant par exemple que le fluide glisse parfaitement le long de la surface horizontale du cylindre, ou que le rapport entre la hauteur du cylindre et l'entrefer est très grand ;
- le fluide reste homogène ;
- les effets inertiels sont négligeables.

Dans ces conditions, puisque l'écoulement est symétrique par rotation autour de l'axe central, la seule composante de vitesse non-nulle est la vitesse tangentielle, v_θ , qui ne dépend que de la distance r entre le point considéré et l'axe de rotation. On en déduit que les seules composantes non-nulles du tenseur des taux de déformation sont les termes (r, θ) qui s'écrivent $\dot{\gamma}/2$ où :

$$\dot{\gamma} = r \frac{\partial(v_\theta/r)}{\partial r} \quad (1)$$

est le gradient de vitesse. L'équation (1) ne nous donne aucune information macroscopique mais elle est valide localement et permet de déduire des

principes généraux des lois de comportement (cf. [7]) que le tenseur des contraintes a la forme simplifiée suivante :

$$\Sigma = \begin{pmatrix} \sigma_{rr} & \sigma_{r\theta} & 0 \\ \sigma_{r\theta} & \sigma_{\theta\theta} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{zz} \end{pmatrix} \quad (2)$$

dans laquelle les différentes composantes ne dépendent que de r . Les équations du mouvement nous donnent alors en particulier :

$$\frac{1}{r^2} \frac{\partial(r^2 \sigma_{r\theta})}{\partial r} = \rho \frac{\partial v_\theta}{\partial t} \quad (3)$$

où ρ est la masse volumique du fluide. En l'absence d'effets d'inertie le terme de droite de (3) peut être négligé pour obtenir finalement l'expression générale de la contrainte en fonction du couple :

$$\tau = \sigma_{r\theta} = \frac{C}{2\pi h r^2} \quad (4)$$

où h est la hauteur des cylindres. Moyennant nos hypothèses de départ la contrainte tangentielle en chaque point du fluide ($\tau(r)$) est donc connue et contrôlée à partir du couple imposé C . Dans toute la suite nous supposons pour simplifier que seul le cylindre intérieur est mobile par rapport au référentiel terrestre. Lorsque l'on connaît la loi de comportement du matériau en cisaillement simple et en régime permanent, c'est-à-dire :

$$\tau = f(\dot{\gamma}) \text{ ou } \dot{\gamma} = \chi(\tau) \quad (5)$$

on peut donc en déduire le profil des vitesses. Par exemple, pour un fluide newtonien, on a (dans la suite τ et $\dot{\gamma}$ seront toujours les amplitudes de contrainte et de gradient de vitesse) :

$$\tau = \mu \dot{\gamma} = \mu r \left| \frac{d(v_\theta/r)}{dr} \right| \quad (6)$$

duquel on déduit après égalisation de (6) avec (4) et insertion dans (1) puis intégration :

$$v_\theta(r) = \frac{C}{4\pi\mu h r_e} \left[\frac{r_e}{r} - \frac{r}{r_e} \right] \quad (7)$$

où r_e est le rayon du cylindre extérieur. Notons que réciproquement la connaissance du profil des vitesses locales $v_\theta(r)$ permet de déterminer directement la loi de comportement en cisaillement simple du matériau (dans une certaine gamme de gradient de vitesse). Pour cela il suffit en effet d'éliminer r entre (1) et (4). Bien que relativement simple cette remarque est fondamentale car elle

justifie l'utilisation de l'IRM en rhéologie. Cette procédure va cependant à l'encontre des habitudes en rhéométrie qui se fondent sur des approches macroscopiques « aveugles ».

2.2 Modèle d'Ostwald de Waele (ou loi de puissance simple)

La loi de comportement s'écrit dans ce cas :

$$\tau = k\dot{\gamma}^n \quad (8)$$

où k et n sont des paramètres du matériau, souvent appelés respectivement consistance et indice de viscosité. A partir de (1), (4) et (8) on obtient après intégration :

$$v_\theta(r) = \frac{n}{2} \left(\frac{C}{2\pi hk} \right)^{1/n} r \left(r^{-2/n} - r_e^{-2/n} \right) \quad (9)$$

En prenant pour référence la vitesse maximale du fluide, $V_{\max}$, c'est à dire la vitesse de la paroi du cylindre intérieur, il vient :

$$V(R) = \frac{V_\theta(r)}{V_{\max}} = \frac{r}{r_i} \left(\frac{r^{-2/n} - r_e^{-2/n}}{r_i^{-2/n} - r_e^{-2/n}} \right) = \frac{R}{\Lambda} \left(\frac{R^{-2/n} - 1}{\Lambda^{-2/n} - 1} \right) \quad (10)$$

avec $R = r/r_e$ et $\Lambda = r_i/r_e$, où r_i est le rayon du cylindre intérieur.

La formule (10) nous montre que pour une valeur de n donnée le profil des vitesses adimensionnel $V(R)$ ne dépend que de la distance à l'axe et des dimensions relatives de l'entrefer, et non de la vitesse de rotation du cylindre intérieur. De façon à avoir une idée de l'allure des profils des vitesses pour différents comportements et différentes dimensions relatives nous avons tracé ces profils pour n compris entre 0.1 et 5, au sein de deux géométries (Figs.1 et 2): $r_i/r_e = 2/3$ et $r_i/r_e = 9/10$, qui correspondent respectivement à des situations typiques de large et petit entrefer. Les valeurs de n inférieures à 1 correspondent à des fluides rhéofluidifiants, celles supérieures à 1 à des fluides rhéoépaississants, le cas newtonien étant obtenu pour $n = 1$. Nous avons représenté ces profils en échelle linéaire car c'est l'échelle d'observation naturelle à partir des mesures, et en échelle logarithmique car c'est une échelle qui permet, à condition d'avoir obtenu des mesures valables sur plusieurs décades, de discerner de manière pertinente la validité des différents modèles pour représenter le comportement réel des matériaux.

De façon à quantifier plus précisément l'hétérogénéité du gradient de vitesse dans l'entrefer il est intéressant de comparer le gradient de vitesse local et le gradient de vitesse apparent. Pour un fluide en loi de puissance on déduit de (1) et (9) le gradient de vitesse local :

$$\dot{\gamma}(r) = \left(\frac{C}{2\pi hk} \right)^{1/n} r^{-2/n} \quad (11)$$

et le gradient de vitesse apparent, supposant un cisaillement homogène :

$$\dot{\gamma}_{app} = \frac{v_\theta(r_i)}{r_e - r_i} = \frac{n}{2} \left(\frac{C}{2\pi hk} \right)^{1/n} \frac{r_i^{-2/n} - r_e^{-2/n}}{r_e - r_i} \quad (12)$$

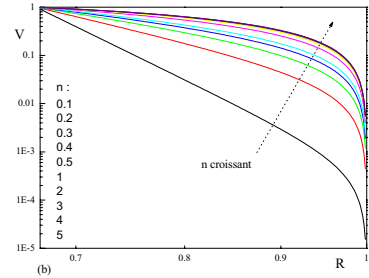
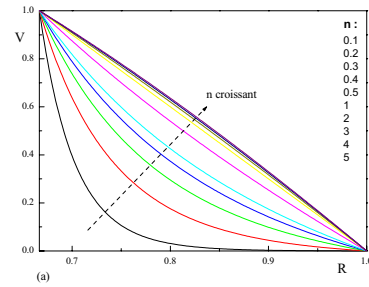


Figure 1 : Profils de vitesse tangentielle adimensionnelle dans l'entrefer d'une géométrie Couette large ($r_i/r_e = 2/3$) pour différentes valeurs de n dans le cas d'un fluide ayant un comportement du type loi de puissance simple : échelle linéaire (a), échelle logarithmique (b).

On en déduit le rapport entre la gradient de vitesse réel le long de la paroi du cylindre intérieur, qui conditionne directement la mesure de couple, et le gradient de vitesse apparent :

$$\Delta = \frac{\dot{\gamma}(r_i)}{\dot{\gamma}_{app}} = \frac{2}{n} \frac{(1 - r_e/r_i)}{(1 - (r_e/r_i)^{-2/n})} \quad (13)$$

On peut d'abord remarquer que ce rapport est indépendant des conditions d'écoulement. Pour un rapport de rayons de 9/10 on peut également en déduire les valeurs de Δ pour différentes valeurs de n (2; 1; 0,5; 0,2; 0,1) : 1,11; 1,16; 1,29; 1,71; 2,53. On constate que pour des fluides fortement rhéofluidifiants on commet une erreur importante sur le gradient de vitesse calculé en ne prenant pas en compte l'hétérogénéité du gradient de vitesse même au sein d'entrefers petits devant le diamètre des cylindres.

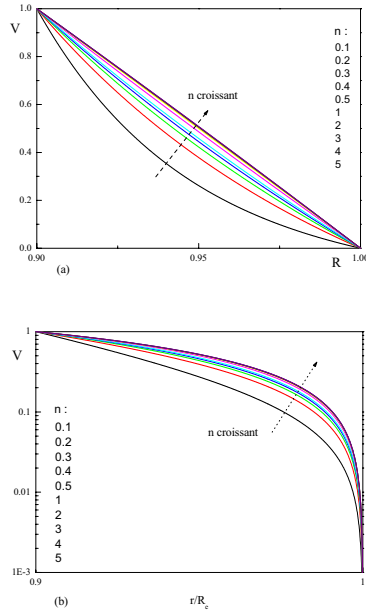


Figure 2 : Profils de vitesse tangentielle adimensionnelle dans l'entrefer d'une géométrie Couette large ($r_i/r_e = 9/10$) pour différentes valeurs de n dans le cas d'un fluide ayant un comportement du type loi de puissance simple : échelle linéaire (a), échelle logarithmique (b).

2.3 Loi de puissance tronquée

Ce modèle dérive des observations récentes selon lesquelles les fluides pâteux (suspensions ou émulsions concentrées), que l'on représente habituellement par un modèle de fluide à seuil simple, ont un comportement particulier : ils ne peuvent s'écouler de manière stable ou homogène à un gradient de vitesse inférieur à une valeur critique ($\dot{\gamma}_c$) [3, 8-9]. Ce phénomène a été confirmé par des mesures directes du profil des vitesses par IRM : une rupture de pente du profil à l'interface entre la zone cisailée et la zone non-cisailée est systématiquement observée [4-5]. Le modèle qui semble bien représenter ces données en régime permanent est une loi de puissance tronquée, qui s'écrit ainsi :

$$\tau < \tau_c \Rightarrow \dot{\gamma} = 0 ; \tau \geq \tau_c \Rightarrow \tau = k \dot{\gamma}^n \quad (14)$$

En fait on peut réécrire la seconde relation sous la forme :

$$\frac{\tau}{\tau_c} = \left(\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c} \right)^n \quad (15)$$

où τ_c et $\dot{\gamma}_c$ sont respectivement la contrainte et le gradient de vitesse à l'interface entre la région cisailée et la région non-cisailée. La différence essentielle par rapport à l'écoulement induit dans le cas du modèle précédent réside dans le fait qu'il peut maintenant y avoir une région non cisailée au sein du fluide. Il faut cependant noter qu'en pratique le gradient de vitesse critique peut, même en régime permanent, dépendre de l'histoire préalable du matériau [4]. Par exemple, la contrainte critique augmente avec le temps de repos préalable, ce qui implique que, pour un même couple imposé, l'épaisseur cisailée en régime permanent diminue avec ce temps de repos. Nous laisserons de côté cette difficulté en considérant que, quelle que soit la vitesse de rotation ou le couple imposés, l'histoire préalable du matériau est fixée et les évolutions ultérieures de la contrainte critique sont négligeables. Dans ces conditions (14) représente l'essentiel du comportement du fluide.

La distance (r_c) à laquelle la contrainte critique est atteinte s'écrit :

$$r_c = \sqrt{\frac{C}{2\pi h \tau_c}} \quad (16)$$

Lorsque $r_c \geq r_e$ il n'y a pas de zone non-cisailée.

La condition à la limite est donc $v_\theta(r_e) = 0$ et le profil des vitesses est analogue à celui obtenu dans

le cas du modèle d'Ostwald simple. Lorsque $r_c < r_e$ il y a une région non-cisaillée entre les deux cylindres et r_c est la position de l'interface entre la zone en écoulement et la zone rigide. Dans ce cas l'intégration du profil des vitesses en prenant en compte la condition à la limite $v_\theta(r_c) = 0$ nous donne :

$$r_c < r \leq r_e \Rightarrow v_\theta(r) = 0 ;$$

$$r_i \leq r \leq r_c \Rightarrow v_\theta(r) = \frac{n}{2} \dot{\gamma}_c \left[\left(\frac{r_c}{r} \right)^{2/n} - 1 \right] r \quad (17)$$

La vitesse adimensionnelle s'exprime maintenant :

$$V(R) = \frac{V_\theta(r)}{V_{\theta \max}} = \frac{r}{r_i} \frac{r^{-2/n} - r_c^{-2/n}}{r_i^{-2/n} - r_c^{-2/n}} = \frac{R}{\Lambda^*} \left(\frac{R^{-2/n} - 1}{\Lambda^{*-2/n} - 1} \right) \quad (18)$$

avec $R = r/r_c$ et $\Lambda^* = r_i/r_c$. Ces profils adimensionnels sont tout à fait analogues à ceux obtenus pour un modèle d'Ostwald ordinaire à la différence près que la position de l'équivalent du rayon extérieur est maintenant imposée par le comportement du matériau. Il n'est donc pas nécessaire de représenter l'allure de ces profils, qui est évidemment analogue à celle trouvée au paragraphe précédent. Pour illustrer la différence essentielle entre ces profils et les précédents (apparition d'une région non cisaillée) nous proposons seulement (Fig.3) un faisceau de profils dans le cas $r_i/r_e = 2/3$ et $r_i/r_c = 4/5$.

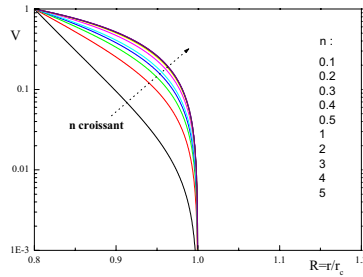


Figure 3 : Profils de vitesse tangentielle adimensionnelle dans l'entrefer d'une géométrie Couette large ($r_i/r_e = 2/3$) pour différentes valeurs de n dans le cas d'un fluide ayant un comportement du type loi de puissance tronquée.

Naturellement avec ce modèle la zone cisaillée voit son épaisseur se réduire et tendre vers zéro lorsque la vitesse de rotation du cylindre intérieur ($\Omega = v_\theta(r_i)/r_i$) tend vers zéro. On a en effet d'après (17) :

$$\Lambda^* = \left(1 + \frac{2\Omega}{n\dot{\gamma}_c} \right)^{-n/2} \quad (19)$$

qui montre que $\Lambda^* \rightarrow 1$ lorsque $\Omega \rightarrow 0$.

2.4 Modèle d'Herschel-Bulkley

Ce modèle est actuellement l'un des plus utilisés pour représenter le comportement en cisaillement simple des fluides à seuil tel qu'il apparaît à partir des expériences de rhéométrie classique (macroscopique). Il a notamment l'avantage de pouvoir représenter de manière assez satisfaisante les résultats obtenus dans une très large gamme de gradient de vitesse. En cisaillement simple il s'exprime ainsi :

$$\tau < \tau_c \Rightarrow \dot{\gamma} = 0 ; \tau \geq \tau_c \Rightarrow \tau = \tau_c + k \dot{\gamma}^n$$

La différence essentielle entre ce modèle et la loi de puissance tronquée réside dans le fait qu'il n'y a plus de discontinuité de gradient de vitesse au franchissement de l'interface entre la zone cisaillée et la zone non-cisaillée. Comme pour le modèle d'Ostwald tronqué il y a deux cas selon les valeurs relatives de r_c (toujours défini par (16)) et r_e .

Lorsque $r_c < r_e$ il y a une région non-cisaillée entre les deux cylindres. Après intégration on a ici :

$$r_c < r \leq r_e \Rightarrow v_\theta(r) = 0 ; \quad (20)$$

$$r_i \leq r \leq r_c$$

$$\Rightarrow v_\theta(r) = \left(\frac{C}{2\pi h k} \right)^{1/n} r \left(\int_{r_c}^r \frac{1}{r'} \left(\frac{1}{r'^2} - \frac{1}{r_c^2} \right)^{1/n} dr' \right)$$

Il n'existe pas d'expression analytique développée générale de cette vitesse mais nous pouvons l'exprimer de manière adimensionnelle :

$$V(R) = \frac{v_\theta(r)}{V_{\theta \max}} = \frac{R}{\Lambda^*} \left(\frac{\int_{\Lambda^*}^1 \frac{1}{x} (x^{-2} - 1)^{1/n} dx}{\int_{\Lambda^*}^1 \frac{1}{x} (x^{-2} - 1)^{1/n} dx} \right) \quad (21)$$

Les profils correspondants, simplement calculés à partir de sommes de Riemann, pour différentes valeurs de n , et pour deux types d'entrefer, sont représentés Figures 4 et 5.

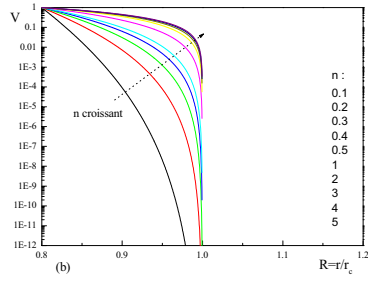
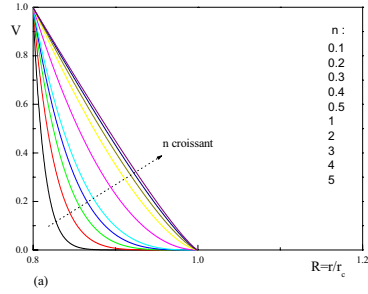


Figure 4 : Profils de vitesse tangentielle adimensionnelle dans l'entrefer d'une géométrie Couette large ($r_i/r_e = 2/3$) pour différentes valeurs de n dans le cas d'un fluide ayant un comportement du type Herschel-Bulkley : échelle linéaire (a), échelle logarithmique (b).

qui valide notre technique d'obtention des profils dans le cas général ($1/n$ quelconque).

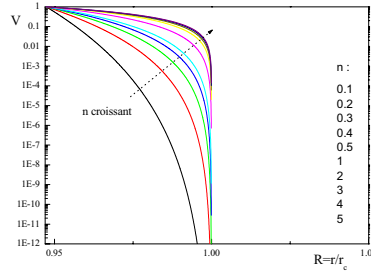
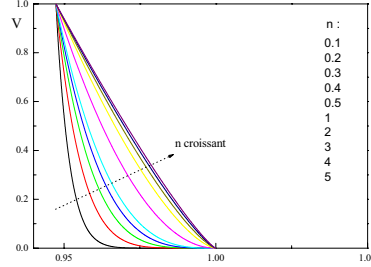


Figure 5 : Profils de vitesse tangentielle adimensionnelle dans l'entrefer d'une géométrie Couette large ($r_i/r_e = 9/10$) pour différentes valeurs de n dans le cas d'un fluide ayant un comportement du type Herschel-Bulkley : échelle linéaire (a), échelle logarithmique (b).

Il est possible de calculer l'expression analytique développée de (21) pour des valeurs entières de l'exposant $1/n$. En particulier, pour $n = 1$ (modèle de Bingham):

$$V = \frac{R}{\Lambda^*} \left[\frac{\frac{1}{2}(R^{-2} - 1) + \ln R}{\frac{1}{2}(\Lambda^{*-2} - 1) + \ln \Lambda^*} \right] \quad (22)$$

Les expressions analytiques correspondant à d'autres valeurs entières de $1/n$ sont données en Annexe 1. La comparaison de ces résultats à ceux obtenus plus haut par les sommes de Riemann montre que l'erreur maximum est de 1% lorsque $(r_c - r_i)/r_c \geq 1/8$, ce

Lorsque $r_c \geq r_e$ il n'y a pas de zone non-cisaillée. La condition à la limite est donc $v_\theta(r_c) = 0$ et le profil des vitesses est :

$$v_\theta(r) = \left(\frac{C}{2\pi h k} \right)^{1/n} r \left(\int_r^{r_c} \frac{1}{r'} \left(\frac{1}{r'^2} - \frac{1}{r_c^2} \right)^{1/n} dr' \right) \quad (23)$$

2.5 Analyse des profils

On a une bonne idée de la distribution de gradient de vitesse à partir de la distribution de pente de la vitesse, même si, comme le montre l'équation (1), ces deux variables ne sont pas absolument

identiques. Les résultats présentés dans les Figures 1 et 2 nous montrent que la distribution de gradient de vitesse pour un fluide suivant une loi de puissance est très hétérogène lorsque l'entrefer est grand (relativement au rayon) et ce, d'autant plus que n est petit. Cet effet est moins sensible lorsque l'entrefer diminue (Fig.2) : les hétérogénéités sont pratiquement gommées pour des valeurs de n supérieures à 0.2.

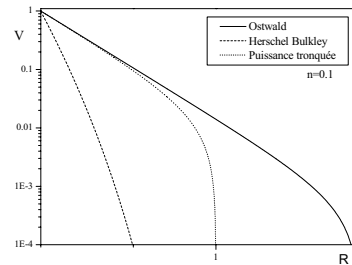


Figure 6 : Profils de vitesse tangentielle adimensionnelle des 3 modèles pour $n=0.1$. Ici, pour le fluide suivant un modèle d'Ostwald R représente le rapport r/r_c .

Les profils correspondant à une loi de puissance tronquée et à un modèle de Herschel-Bulkley sont assez similaires au premier abord en échelle linéaire (Figs. 3 à 5). Ils sont généralement convexes et tendent vers zéro à l'approche de l'interface entre la zone cisailée et la zone rigide, d'autant plus lentement que n est petit. Ici encore l'hétérogénéité du gradient de vitesse est importante. Cependant en échelle logarithmique on perçoit mieux la différence essentielle entre ces deux types de profils : la pente des profils du modèle de Herschel-Bulkley tend très progressivement vers zéro à l'approche de la zone rigide, ce qui donne en échelle logarithmique une vitesse qui tend lentement vers zéro, contrairement aux profils du modèle d'Ostwald tronqué qui tendent assez abruptement vers zéro, puisque le gradient de vitesse à l'interface est égal à $\dot{\gamma}_c$. Du coup les profils de la loi de puissance tronquée se rapprochent très vite de la verticale (en 2 ou 3 décades de vitesse) alors que pour le modèle de Herschel-Bulkley ce rapprochement s'étale sur une dizaine de décades pour les valeurs de n inférieures à 1. Par conséquent les profils obtenus par les deux modèles pour des valeurs identiques de n sont très différents (cf. Fig.6). Cet effet est d'autant plus marqué que n est petit. Il est finalement possible de représenter l'un des deux par l'autre en utilisant des valeurs

différentes de n , mais la superposition n'est bonne que dans une gamme particulière de vitesses (en général au maximum sur une décade de vitesse).

Enfin on peut noter que l'effet de l'utilisation d'un entrefer étroit dans le cas d'un fluide de Herschel-Bulkley est très faible : les profils obtenus avec les deux géométries différentes se superposent presque. Ceci ne semble pourtant pas facilement prévisible à partir de la formule (18).

3. Capacité des modèles à prédire les profils de vitesse obtenus pas IRM

Des expériences de rhéométrie couplée à l'IRM ont été réalisées avec divers matériaux pâteux [4-5, 10], à l'aide d'un rhéomètre à cylindres coaxiaux de rayon intérieur 4cm et de rayon extérieur 6cm. Nous ne rappellerons ici aucun élément concernant les procédures expérimentales qui ont été décrites ailleurs. Du fait de la technique utilisée le bruit lié au système de mesure écrante les mesures de vitesse lorsque celles-ci sont de deux ou trois (dans certains cas) ordres de grandeur plus faibles que la vitesse maximum. Les données qui doivent donc être retenues sont celles correspondant à la gamme de vitesses supérieures à ce bruit, qui peut être assez facilement identifiée en pratique, puisque, lorsque le bruit devient prédominant, la vitesse fluctue entre des valeurs extrêmes négatives et positives de l'ordre de grandeur du bruit. Dans les résultats étudiés ici nous avons extrait les valeurs échantonnées par le bruit et représenté sur les données les barres d'erreur, dont les dimensions correspondent en fait à l'amplitude du bruit mesuré.

On se propose ici d'examiner dans quelles conditions il est possible d'utiliser l'un des modèles ci-dessus pour représenter le comportement de ces pâtes mesuré par IRM. Pour valider la technique nous avons commencé par caler un modèle newtonien sur des mesures obtenues avec un miel liquide, a priori newtonien. La correspondance entre le modèle et les résultats expérimentaux est correcte sur les deux décades de vitesses (cf. Fig.7). Notons cependant que l'incertitude de mesure est plus forte ($0.01V$) que pour les autres matériaux ($0.004V$). Pour les pâtes nous utilisons des mesures obtenues sur trois matériaux, une suspension de bentonite [5] (Fig.8), une suspension de laponite [10] (Fig.9) et une suspension de silice [5] (Fig.10). Nous avons calé un modèle en loi de puissance au mieux sur chacune de ces séries de données, puis un modèle de Herschel-Bulkley, en ajustant les paramètres d'abord au mieux sur la partie initiale du profil, puis sur la partie finale. Pour les deux premiers matériaux il est possible de caler un modèle de Herschel-Bulkley de manière correcte sur une partie seulement des

données. L'écart entre ce modèle et les résultats expérimentaux est alors assez important sur le reste de la gamme de vitesses. En revanche pour la suspension de laponite il est possible de caler un modèle de Herschel-Bulkley sur l'ensemble de la gamme de vitesses de manière relativement correcte, même si un écart systématique de 15 à 20% subsiste par rapport à une série de points expérimentaux au centre de la courbe. Ceci conduit à un écart en échelle linéaire qui ne peut pas être expliqué par l'incertitude de mesures. Il est aussi intéressant d'examiner la valeur des paramètres des modèles de Herschel-Bulkley calés sur ces données : le coefficient de puissance prend des valeurs proches de 1, voire supérieures. Ceci est contraire aux résultats de rhéométrie classique qui conduisent à des valeurs nettement inférieures à 1 pour la plupart de ces fluides rhéofluidifiants. Ainsi, si l'hypothèse d'un comportement du type Herschel-Bulkley peut être retenue en première approximation par rapport à un profil des vitesses déterminé par IRM elle entrerait certainement en plus forte contradiction avec un ensemble de profils correspondant à différents niveaux de vitesses imposées pour un même matériau. Au contraire la loi de puissance tronquée s'avère cohérente avec un tel jeu de données et avec des mesures de rhéométrie classique par exemple pour une suspension de bentonite [4].

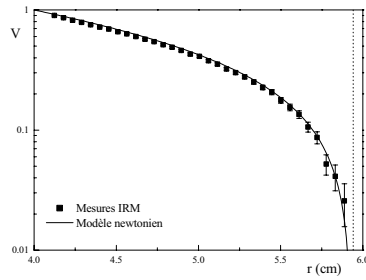


Figure 7 : Profil des vitesses pour un miel liquide pour une vitesse de rotation $\Omega=20$ tour/min. et calage du profil théorique issu d'un modèle newtonien.

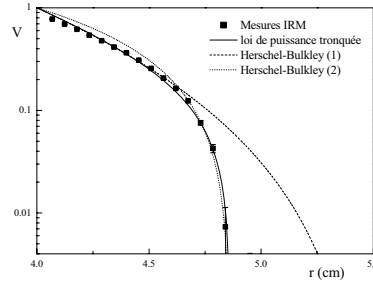


Figure 8 : Profil des vitesses en régime permanent pour une suspension de bentonite (précisaillage + repos 10 min.) ($\phi=3.2\%$) pour une vitesse de rotation $\Omega=40$ tour/min. et calage des profils théoriques issu d'une loi de puissance tronquée ($r_c = 4.86\text{cm}$; $n = 0.23$) et d'un modèle de Herschel-Bulkley soit sur les fortes vitesses (1) ($r_c = 5.5\text{cm}$; $n = 0.555$), soit sur les basses vitesses (2) ($r_c = 4.86\text{cm}$; $n = 2.75$).

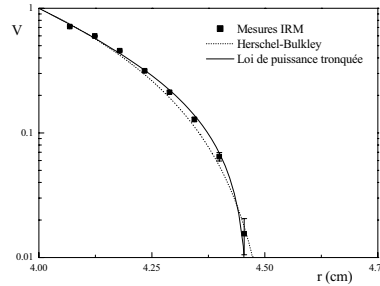


Figure 9 : Profil des vitesses en régime permanent pour une suspension de laponite (3.5% en masse) (précisaillage + repos 3h) pour une vitesse de rotation $\Omega=18$ tour/min. et calage des profils théoriques issu d'une loi de puissance tronquée ($r_c = 4.465\text{cm}$; $n = 0.14$) et d'un modèle de Herschel-Bulkley sur l'ensemble de la gamme de vitesses ($r_c = 4.53\text{cm}$; $n = 0.97$).

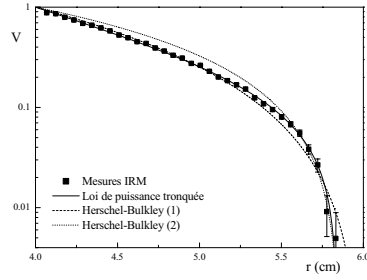


Figure 10 : Profil des vitesses en régime permanent pour une suspension de silice (*Seahostar KE P30*, Nihon-Shokubai, Japan, $\phi=50\%$) pour une vitesse de rotation $\Omega=20$ tour/min. et calage des profils théoriques issu d'une loi de puissance tronquée ($r_c = 5.84\text{ cm}$; $n = 0.39$) et d'un modèle de Herschel-Bulkley soit sur les fortes vitesses (1) ($r_c = 6\text{ cm}$; $n = 1.2$), soit sur les basses vitesses (2) ($r_c = 5.86\text{ cm}$; $n = 2.2$).

4. Détermination du comportement des pâtes par les techniques de rhéométrie "macroscopiques"

On se propose ici d'examiner la capacité des techniques usuelles basées sur l'analyse des données en termes de couple et de vitesse de rotation à déterminer la loi de comportement effectivement observée par IRM (loi de puissance tronquée).

4.1 Méthode simple

La technique de base qui peut être utilisée consiste à considérer que le gradient de vitesse est homogène dans l'entrefer, ce qui implique que $\dot{\gamma} \approx \Omega r_i / (r_e - r_i)$. Bien entendu cette approche est *a priori* d'autant plus valable que le rapport entrefer/rayon est petit. Pour un comportement effectif du type loi de puissance tronquée la vitesse de rotation du cylindre intérieur lorsque $r_i < r_c < r_e$ s'écrit (d'après (17)):

$$\tau \leq \tau_c \quad \Omega = 0 ; \quad \tau > \tau_c \quad \Omega = \frac{n}{2} \dot{\gamma}_c \left[\left(\frac{r_c}{r_i} \right)^{2/n} - 1 \right] \quad (24)$$

Compte tenu de l'expression de r_c en fonction du couple donnée par (16) on déduit la relation suivante

entre la contrainte à la paroi et le gradient de vitesse moyen dans l'entrefer :

$$\tau_p = \tau(r_i) = \tau_c \left[1 + \left(\frac{2(r_e - r_i)}{nr_i} \right) \frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c} \right]^n \quad (25)$$

valable pour $\tau_c < \tau_p < \tau_c (r_e/r_i)^2$. On constate donc que le comportement déduit par cette technique est celui d'un fluide à seuil proche d'un fluide du type Herschel-Bulkley : l'analyse classique simple prévoit que le gradient de vitesse au sein du fluide tend progressivement vers zéro lorsque la contrainte tend vers la contrainte critique. Ainsi cette technique ne permet pas de déterminer le comportement effectif du fluide et en particulier de mettre en valeur son incapacité à s'écouler à des gradients de vitesses inférieur à $\dot{\gamma}_c$.

Lorsque $r_i \geq r_e$ la vitesse de rotation du cylindre intérieur s'écrit (d'après (9)) :

$$\Omega = \frac{n}{2} \left(\frac{C}{2\pi h k} \right)^{1/n} \left(r_i^{-2/n} - r_e^{-2/n} \right) \quad (26)$$

On en déduit :

$$\tau_p = \tau_c \left[\frac{2(r_e - r_i)}{nr_i (1 - (r_i/r_e)^{2/n})} \frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_c} \right]^n \quad (27)$$

qui est valable pour $\tau_p > \tau_c (r_e/r_i)^2$ et, lorsque $r_i \rightarrow r_e$, équivaut à (15). L'analyse rhéométrique la plus simple permet donc de retrouver la loi de comportement effective des pâtes à vitesse suffisamment élevée, mais à vitesse faible elle donne un comportement de type fluide à seuil ordinaire. La figure 11 illustre, sur un exemple, la différence entre les résultats obtenus par cette technique et la loi de comportement effective du matériau. On constate que la courbe d'écoulement apparente pour un fluide en loi de puissance tronquée dans une géométrie Couette a l'allure typique des courbes d'écoulement obtenues couramment en pratique avec diverses géométries pour des matériaux pâteux. Notons au passage que la rupture de pente dans cette courbe théorique correspond à la rencontre de la zone cisailée et de la paroi et se déplace vers les forts gradients de vitesse si on augmente l'entrefer.

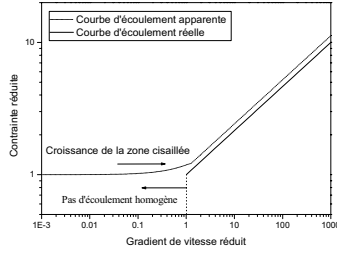


Figure 11 : Courbe d'écoulement obtenue dans le cas de l'approche simple et courbe d'écoulement réelle pour un fluide suivant une loi de puissance tronquée. On a représenté ici la contrainte réduite (par le seuil) en fonction du gradient de vitesse réduit (par le gradient de vitesse critique).

4.2 Méthodes plus sophistiquées

Ces techniques ont pour but de tenir compte de l'hétérogénéité du gradient de vitesse au sein de l'entrefer. Diverses approches ont été développées [11-13]. Elles ont toutes pour point de départ la formule générale permettant de calculer la vitesse de rotation du cylindre intérieur :

$$\Omega = \int_{r_i}^{r_e} \frac{\dot{\gamma}}{r} dr \quad (28)$$

qui, après un changement de variable utilisant la relation entre la contrainte et la distance à l'axe (4), conduit à une relation entre les variables macroscopiques mesurées et la loi de comportement du matériau :

$$\Omega = \int_{\tau_i}^{\tau_e} \frac{\chi(\tau)}{\tau} d\tau \quad (29)$$

On peut remarquer que, pour un fluide suivant une loi de comportement de type loi de puissance tronquée, la fonction $\chi(\tau)$ a une discontinuité en τ_c . Il n'est pas évident *a priori* que les techniques d'analyse rhéométriques, qui s'appuient sur des manipulations de dérivées de l'expression (29), soient capables de prendre en compte cette discontinuité.

Considérons d'abord la méthode la plus générale, celle de Coleman et al. (voir aussi [7]) qui consiste à dériver l'équation (29) pour obtenir d'abord :

$$2C \frac{\partial \Omega}{\partial C} = \dot{\gamma}(\tau_i) - \dot{\gamma}(\tau_e) \quad (30)$$

puis à sommer sur une série de couples décroissants dans un rapport $\beta = (r_i/r_e)^2$. Comme, nécessairement un gradient de vitesse nul est associé à un couple nul on a finalement :

$$\dot{\gamma}(\tau_i) = \sum_{p=0}^{\infty} \left(2C \frac{\partial \Omega}{\partial C} \right)_{\beta^p \tau_i} \quad (31)$$

Regardons maintenant ce que donne cette formule pour un fluide suivant une loi de puissance tronquée. Dans ce cas la vitesse de rotation est donnée par (26) tant que $\beta^{p+1} \tau_i > \tau_c$. Par ailleurs, lorsque $\beta^{p+1} \tau_i < \tau_c$, elle peut se réécrire sous la forme suivante (à partir de (24)) :

$$\Omega = \frac{n}{2} \left[\left(\frac{\tau_i}{k} \right)^{1/n} - \left(\frac{\tau_c}{k} \right)^{1/n} \right] \quad (32)$$

La somme (31) se réduit à $(\tau_i/k)^{1/n}$, ce qui est l'expression de la loi de comportement recherchée. Cette méthode permet donc de retrouver la loi de comportement effective (loi de puissance tronquée) des pâtes.

Notons que Nguyen et Boger [13] ont proposé une méthode simplifiée qui s'appuie sur le fait que, lorsqu'une zone non-cisaillée existe dans l'entrefer, l'une des bornes de l'intégrale (29) ne dépend pas du couple si bien que l'équation (29) peut être réécrite sous la forme :

$$\Omega = \int_{\tau_i}^{\tau_e} \frac{\chi(\tau)}{\tau} d\tau \quad (33)$$

qui, après dérivation, donne :

$$\dot{\gamma}_i = 2C \frac{d\Omega}{dC} = 2\Omega \frac{d \ln \Omega}{d \ln C} \quad (34)$$

A partir de cette équation, en utilisant l'expression de la vitesse de rotation avec une zone rigide (24), on retrouve la loi de comportement recherchée. En revanche, bien entendu, cette formule ne permet pas de retrouver la loi de puissance lorsqu'il n'y a plus de zone rigide.

5. Conclusion

Ces résultats montrent que les techniques de rhéométrie classiques doivent être utilisées avec précaution lorsqu'on a affaire à des matériaux pâteux. En effet les observations par IRM montrent que les profils de vitesse ne peuvent pas être prédits de manière précise par le modèle de Herschel-Bulkley, et qu'une loi de puissance tronquée est plus adaptée. Ceci résulte en particulier du fait que ces

profils de vitesse peuvent posséder une rupture de pente à une certaine distance de l'axe des cylindres. L'analyse simple des données de rhéométrie classique en termes de couple et de vitesse en supposant que le gradient de vitesse est homogène dans l'intervalle ne permet pas de déduire le comportement effectif du matériau (en loi de puissance tronquée), quelles que soient les dimensions de l'entrefer. En revanche les techniques d'analyse un peu plus sophistiquées permettent de déterminer ce comportement. Ces considérations s'appliquent au régime permanent. En régime transitoire l'analyse reste à faire.

- [10] Bonn, D., P. Coussot, H.T. Huynh, F. Bertrand, G. Debrégeas. Rheology of soft-glassy materials. À paraître dans *Europhys. Lett.* (2002).
- [11] Coleman, B.D., H. Markowitz and W. Noll, *Viscometric flows of Non-Newtonian Fluids*, (Springer-Verlag, Berlin, 1966).
- [12] Van Wazer J.R., J.W. Lyons, K.Y. Kim, and R.E. Colwell. *Viscosity and flow measurement – A laboratory handbook of rheology*, Interscience (1963).
- [13] Nguyen Q. D. and D.V. Boger. Characterization of yield stress fluids with concentric cylinder viscometers, *Rheol. Acta*, 26, 508-515 (1987).

Références

- [1] Britton, M.M., and P.T. Callaghan, Nuclear magnetic resonance visualization of anomalous flow in cone-and-plate rheometry, *J. Rheol.*, 41, 1365-1386 (1997).
- [2] Britton, M.M., R.W. Mair, R.K. Lambert, and P.T. Callaghan, Transition to shear banding in pipe and Couette flow of wormlike micellar solutions, *J. Rheol.*, 43, 897-909 (1999).
- [3] Pignon, F., A. Magnin, and J.M. Piau, Thixotropic colloidal suspensions and flow curves with minimum: identification of flow regimes and rheometric consequences, *J. Rheol.*, 40, 573-587 (1996).
- [4] Raynaud, J.S., P. Moucheron, J.C. Baudet, F. Bertrand, J.P. Guilbaud, and P. Coussot. Direct determination by NMR of the thixotropic and yielding behavior of suspensions, *J. Rheol.*, 46, 709-732 (2002).
- [5] Coussot, P., J.S. Raynaud, F. Bertrand, P. Moucheron, J.P. Guilbaud, H.T. Huynh, S. Jarny, and D. Lesueur, D. Coexistence of liquid and solid phases in flowing soft-glassy materials. *Phys. Rev. Lett.*, 88, 218301 (2002).
- [6] Götz J., W. Kreibich, M. Peciar, and H. Buggisch, MRI of Couette experiments in a newly developed shear device – suitable for pastes and concentrated suspensions?, *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, 98, 117-139 (2001).
- [7] Piau J.M., Fluides non-newtoniens, *Techniques de l'ingénieur – Sciences fondamentales – Mécanique – AF4* (1989).
- [8] Coussot, P., Q.D. Nguyen, H.T. Huynh, and D. Bonn. Viscosity bifurcation in thixotropic, yielding fluids. *J. Rheol.*, 46, 573-589 (2002).
- [9] Coussot, P., Q.D. Nguyen, H.T. Huynh and D. Bonn. Avalanche behavior in yield stress fluids, *Phys. Rev. Lett.*, 88, 175501 (2002).

Annexe 1 : Expression de la vitesse adimensionnelle dans une géométrie Couette pour un fluide dont le comportement est représenté par un modèle de Herschel-Bulkley pour quelques valeurs entières de $1/n$

$$\begin{aligned}
 \bullet 1/n = 2 \quad V &= \frac{R}{\Lambda^*} \left[\frac{\frac{1}{4}(R^{-2} - 1)(R^{-2} - 3) - \ln R}{\frac{1}{4}(\Lambda^{*-2} - 1)(\Lambda^{*-2} - 3) - \ln \Lambda^*} \right] \\
 \bullet 1/n = 3 \quad V &= \frac{R}{\Lambda^*} \left[\frac{\frac{1}{12}(R^{-2} - 1)(2R^{-4} - 7R^{-2} + 11) + \ln R}{\frac{1}{12}(\Lambda^{*-2} - 1)(2\Lambda^{*-4} - 7\Lambda^{*-2} + 11) + \ln \Lambda^*} \right] \\
 \bullet 1/n = 4 \quad V &= \frac{R}{\Lambda^*} \left[\frac{\frac{1}{24}(R^{-2} - 1)(3R^{-6} - 13R^{-4} + 23R^{-2} - 25) - \ln R}{\frac{1}{24}(\Lambda^{*-2} - 1)(3\Lambda^{*-6} - 13\Lambda^{*-4} + 23\Lambda^{*-2} - 25) - \ln \Lambda^*} \right] \\
 \bullet 1/n = 5 \quad V &= \frac{R}{\Lambda^*} \left[\frac{\frac{1}{120}(R^{-2} - 1)(12R^{-8} - 63R^{-6} + 137R^{-4} - 163R^{-2} + 137) + \ln R}{\frac{1}{120}(\Lambda^{*-2} - 1)(12\Lambda^{*-8} - 63\Lambda^{*-6} + 137\Lambda^{*-4} - 163\Lambda^{*-2} + 137) + \ln \Lambda^*} \right]
 \end{aligned}$$

Références

- [1] Portland-cement concrete rheology and workability : final report. Technical report, Federal Highway Administration, 2001.
- [2] C.K. Agemura, R.J. Kauten, and K.L. McCarthy. Flow fields in straight and tapered screw extruders using magnetic resonance imaging. *Journal of Food Engineering*, 25 : 55–72, 1995.
- [3] I. Aiad. Influence of time addition of superplasticizers on the rheological properties of fresh cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 33(8) : 1229–1234, 2003.
- [4] I. Aiad, S. Abd El-Aleem, and H. El-Didamony. Effect of delaying addition of some concrete admixtures on the rheological properties of cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 32(11) : 1839–1843, 2002.
- [5] P.C. Aïtcin, S. Jiang, B.G. Kim, P.C. Nkinamubanzi, and N. Pérov. Cement/superplasticizer interaction - the case of polysulfonates. *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, pages 89–99, 2001.
- [6] M.L. Allan. Rheology of latex-modified grouts. *Cement and Concrete Research*, 27(12) : 1875–1884, 1997.
- [7] G. Appa Rao. Investigations of the performance of silica fume-incorporated cement pastes and mortars. *Cement and Concrete Research*, 33(11) : 1765–1770, 2003.
- [8] D.F. Arola, G.A. Barrall, R.L. Powell, K.L. McCarthy, and M.J. McCarthy. Use of nuclear magnetic resonance imaging as a viscometer for process monitoring. *Chemical Engineering Science*, 52(13) : 2049–2057, 1997.
- [9] H.V. Atkinson. Modelling the semisolid processing of metallic alloys. *Progress in Materials Science*, 50 : 341–412, 2005.
- [10] C. Atzeni, L. Massida, and U. Sanna. Comparison between rheological models for portland cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 15(3) : 511–519, 1985.
- [11] P.F.G. Banfill. The rheology of fresh cement and concrete - a review. In 11th *International Cement Chemistry Congress*, 2003.

- [12] P.F.G. Banfill and D.C. Saunders. On the viscometric examination of cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 11(3) : 363–370, 1981.
- [13] P.F.G. Banfill and D.S. Swift. The effect of mixing on the rheology of cement-based materials containing high performance superplasticisers. In *The Nordic Rheology Conference*, pages 9–20, 2004.
- [14] H.A. Barnes. A review of the slip (wall depletion) of polymer solutions, emulsions and particle suspensions in viscometers : its cause, character, and cure. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 56 : 221–251, 1995.
- [15] H.A. Barnes. Thixotropy-a review. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 70 : 1–33, 1997.
- [16] H.A. Barnes and Q.D. Nguyen. Rotating vane rheometry - a review. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 98 : 1–14, 2001.
- [17] J.C. Baudez, S. Rodts, X. Chateau, and P. Coussot. New technique for reconstructing instantaneous velocity profiles from viscometric tests : application to pasty materials. *Current Opinion in Colloid and Interface Science*, 48(1) : 69–82, 2004.
- [18] M.M. Britton and P.T. Callaghan. Nuclear magnetic resonance visualization of anomalous flow in cone-and-plate rheometry. *Journal of Rheology*, 41(6) : 1365–1386, 1997.
- [19] M.M. Britton, R.W. Mair, R.K. Lambert, and P.T. Callaghan. Transition to shear banding in pipe and Couette flow of wormlike micellar solutions. *Journal of Rheology*, 43(4) : 897–909, 1999.
- [20] G.R. Burgos, A.N. Alexandrou, and V. Entov. Thixotropic rheology of semisolid metal suspensions. *Journal of Materials Processing Technology*, 110 : 164–176, 2001.
- [21] R. Byron-Bird, G.C. Dai, and B.J. Yarusso. The rheology and flow of viscoplastic materials. *Reviews in Chemical Engineering*, 1(1) : 1–70, 1983.
- [22] P.T. Callaghan. *Principles of nuclear magnetic resonance microscopy*. Oxford University Press, 1991.
- [23] C.F. Chan Man Fong, G. Turcotte, and D. De Kee. Modelling steady and transient rheological properties. *Journal of Food Engineering*, 27 : 63–70, 1996.
- [24] H.W. Chandler and D.E. Macphee. A model for the flow of cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 33(2) : 265–270, 2003.
- [25] S. Chandra and J. Björnström. Influence of cement and superplasticizers type and dosage on the fluidity of cement mortars - part i. *Cement and Concrete Research*, 32(10) : 1605–1611, 2002.

- [26] S. Chandra and J. Björnström. Influence of cement and superplasticizers type and dosage on the slump loss of portland cement mortars - part ii. *Cement and Concrete Research*, 32(10) : 1613–1619, 2002.
- [27] D.H. Cheng. Characterisation of thixotropy revisited. *Rheologica Acta*, 42 : 372–382, 2003.
- [28] D.H. Cheng and F. Evans. Phenomenological characterization of the rheological behaviour of inelastic reversible thixotropic and antithixotropic fluids. *British Journal of Applied Physics*, 16 : 1599, 1965.
- [29] B.D. Coleman, H Markovitz, and W. Noll. *Viscometrics flows of non-newtonian fluids*. Springer-Verlag, 1966.
- [30] A.M. Corbett, R.J. Phillips, R.J. Kauten, and K.L. McCarthy. Magnetic resonance imaging of concentration and velocity profiles of pure fluids and solid suspensions in rotating geometries. *Journal of Rheology*, 39(5) : 907–924, 1995.
- [31] P. Coussot and C. Ancey. *Rhéophysique des pâtes et des suspensions*. EDP Sciences, 1999.
- [32] P. Coussot and S. Boyer. Determination of yield stress fluid behaviour from inclined plane test. *Rheologica Acta*, 34 : 534–543, 1995.
- [33] P. Coussot, Q.D. Nguyen, H.T. Huynh, and D. Bonn. Viscosity bifurcation in thixotropic, yielding fluids. *Journal of Rheology*, 46 : 573–589, 2002.
- [34] P. Coussot, S. Proust, and C. Ancey. Rheological interpretation of deposits of yield stress fluids. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 66 : 55–70, 1996.
- [35] P. Coussot, J.S. Raynaud, F. Bertrand, P. Moucheron, J.P. Guilbaud, H.T. Huynh, S. Jarny, and D. Lesueur. Coexistence of liquid and solid phases in flowing soft-glassy materials. *Physical Review Letters*, 88(21) : 218301, 2002.
- [36] F. Curcio and B.A. De Angelis. Dilatant behavior of superplasticized cement paste containing metakaolin. *Cement and Concrete Research*, 28(5) : 629–634, 1998.
- [37] M. Cyr, C. Legrand, and M. Mouret. Study of the shear thickening effect of superplasticizers on the rheological behaviour of cement pastes containing or not mineral additives. *Cement and Concrete Research*, 30(9) : 1477–1483, 2000.
- [38] F. Da Cruz. *Écoulement de grains secs : frottement et blocage*. Thèse de doctorat, École Nationale des Ponts et Chaussées, 2004.
- [39] F. Da Cruz, F. Chevoir, D. Bonn, and P. Coussot. Viscosity bifurcation in foams, emulsions and granular systems. *Physical Review E*, 66 : 051305, 2002.

- [40] R. Darby. Couette viscometer data reduction for materials with yield stress. *Journal of Rheology*, 29(4) : 369–378, 1985.
- [41] D. De Kee and C.F. Chan Man Fong. Rheological properties of structured fluids. *Polymer Engineering and Science*, 34 : 438–445, 1994.
- [42] D. De Kee, R.P. Chhabra, M.B. Powley, and S. Roy. Flow of viscoplastic fluids on an inclined plane : evaluation of yield stress. *Chemical Engineering Communication*, 96 : 229–239, 1990.
- [43] C.F. Ferraris, K.H. Obla, and R. Hill. The influence of mineral admixtures on the rheology of cement paste and concrete. *Cement and Concrete Research*, 31(2) : 245–255, 2001.
- [44] R.J. Flatt. Polymeric dispersants in concrete. In *Polymers in particulate systems - Properties and applications*. Marcel Dekker, Inc., 2002.
- [45] R.J. Flatt. Dispersion forces in cement suspensions. *Cement and Concrete Research*, 34(3) : 399–408, 2004.
- [46] R.J. Flatt and P. Bowen. Electrostatic repulsion between particles in cement suspensions : Domain of validity of linearized poisson-boltzmann equation for nonideal electrolytes. *Cement and Concrete Research*, 33(6) : 781–791, 2003.
- [47] R.J. Flatt and Y.F. Houst. A simplified view on chemical effects perturbing the action of superplasticizers. *Cement and Concrete Research*, 31(8) : 1169–1176, 2001.
- [48] R.J. Flatt, Y.F. Houst, P. Bowen, H. Hofmann, J. Widmer, U. Sulser, U. Maeder, and T.A. Bürge. Interaction of superplasticizers with model powders in a highly alkaline medium. In *Fifth CANMET/ACI International Conference*, 1997.
- [49] M.R. Geiker, M. Brandl, L.N. Thrane, D.H. Bager, and O. Wallevik. The effect of measuring procedure on the apparent rheological properties of self-compacting concrete. *Cement and Concrete Research*, 32(11) : 1791–1795, 2002.
- [50] P. Gelade. *Stabilité et comportement rhéologiques des coulis d'injection*. Thèse de doctorat, Université Paris VII, Denis Diderot, 2001.
- [51] P. Gelade, R.; Le Roy, I. Boucenna, and P. Flaud. Stability of cement grout : study of sedimentation phenomena. *Applied Rheology*, 12(1) : 12–17, 2002.
- [52] J. Gołaszewski and J. Szwabowski. Influence of superplasticizers on rheological behaviour of fresh cement mortars. *Cement and Concrete Research*, 34(2) : 235–248, 2004.
- [53] J. Götz, W. Kreibich, M. Peciar, and H. Buggisch. MRI of Couette experiments in a newly developed shear device - suitable for pastes and concentrated suspensions? *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 98 : 117–139, 2001.

- [54] J. Götz, K. Zick, and W. Kreibich. Possible optimisation of pastes and the according apparatus in progress engineering by MRI flow experiments. *Chemical Engineering and Processing*, 42 : 517–534, 2003.
- [55] A.L. Graham, S.A. Altobelli, E. Fukushima, L.A. Mondy, and T.S. Stephens. NMR imaging of shear-induced diffusion and structure in concentrated suspensions undergoing Couette flow. *Journal of Rheology*, 35(1) : 191–201, 1991.
- [56] S. Grzeszczyk and G. Lipowski. Effect of content and particle size distribution of high-calcium fly ash on the rheological properties of cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 27(6) : 907–916, 1997.
- [57] V.A. Hackley and C.F. Ferraris. The use of nomenclature in dispersion science and technology. Technical report, National Institute of Standards and Technology, 2001.
- [58] A.D. Hanlon, S.J. Gibbs, L.D. Hall, D.E. Haycock, W.J. Frith, and S. Ablett. Rapid MRI and velocimetry of cylindrical Couette flow. *Magnetic Resonance Imaging*, 16(8) : 953–961, 1998.
- [59] S.G. Harding, O. Wik, A. Helander, N.O. Ahnfelt, and L. Kenne. NMR velocity imaging of the flow behaviour of hyaluronan solutions. *Carbohydrate Polymers*, 47 : 109–119, 2002.
- [60] P.J.A. Hartman Kok, S.G. Kazarian, C.J. Lawrence, and B.J. Briscoe. Near-wall particule depletion in a flowing colloidal suspension. *Journal of Rheology*, 46(2) : 481–493, 2002.
- [61] L. Heymann, S. Peukert, and N. Aksel. On the solid-liquid transition of concentrated suspensions in transient shear flow. *Rheologica Acta*, 41 : 307–315, 2002.
- [62] C. Hu and F. de Larrard. The rheology of fresh high-performance concrete. *Cement and Concrete Research*, 26(2) : 283–294, 1996.
- [63] H.T. Huynh, D. Bonn, and P. Coussot. Caractérisation de la thixotropie de fluides pâteux. In *36^{me} Colloque annuel du Groupe Français de Rhéologie : Rhéologie, génie civil et environnement*, pages 72–77, 2001.
- [64] H.T. Huynh, N. Roussel, and P. Coussot. Aging and free surface flow of a thixotropic fluid. *Physics of Fluid (soumis)*, 2004.
- [65] S. Jarny and P. Coussot. Caractérisation des écoulements de pâte dans une géométrie Couette. *Rhéologie*, vol. 2 : 52–63, 2002.
- [66] C. Jolicoeur and M.A. Simard. Chemical admixture-cement interactions : phenomenology and physico-chemical concepts. *Cement and Concrete Composites*, 20(2-3) : 87–101, 1998.
- [67] L. Jossic, A. Briguët, and A. Magnin. Segregation under flow of objects suspended in a yield stress fluid and NMR imaging visualisation. *Chemical Engineering Science*, 57 : 409–418, 2002.

- [68] G.L. Kalousek. A new instrument for measuring thixotropy. *Cement and Concrete Research*, 3(3) : 315–323, 1973.
- [69] K.H. Khayat. Viscosity-enhancing admixtures for cement-based materials - an overview. *Cement and Concrete Composites*, 20(2-3) : 171–188, 1998.
- [70] K.H. Khayat, M. Saric-Coric, and F. Liotta. Influence of thixotropy on stability characteristics of cement grout and concrete. *ACI Materials Journal*, 99(3) : 234–241, 2002.
- [71] K.H. Khayat and A. Yahia. Effect of welan gum-high-range water reducer combinations on rheology of cement grout. *ACI Materials Journal*, 94(5) : 365–372, 1997.
- [72] R. Lapasin, V. Longo, and S. Rajgelj. Thixotropic behaviour of cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 9(3) : 309–318, 1979.
- [73] R. Lapasin, A. Papo, and S. Rajgelj. Flow behavior of fresh cement pastes. a comparison of different rheological instruments and techniques. *Cement and Concrete Research*, 13(3) : 349–356, 1983.
- [74] D. Le Bihan. *Imagerie par résonance magnétique Bases physiques*. Masson, 1985.
- [75] S.H. Lee, H.J. Kim, E. Sakai, and M. Daimon. Effect of particle size distribution of fly ash-cement system on the fluidity of cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 33(5) : 763–768, 2003.
- [76] D. Leighton and A. Acrivos. The shear-induced migration of particles in concentrated suspensions. *Journal of Fluid Mechanics*, 181 : 415–439, 1987.
- [77] Y. Leong Yeow and J.W. Taylor. Obtaining the shear rate profile of steady laminar tube flow of newtonian and non-newtonian fluids from nuclear magnetic resonance imaging and laser doppler velocimetry data. *Journal of Rheology*, 46(2) : 351–365, 2002.
- [78] T.Q. Li and K.L. McCarthy. Pipe flow of aqueous polyacrylamide solutions studied by means of nuclear magnetic resonance imaging. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 57 : 155–175, 1995.
- [79] K.F. Liu and C.C. Mei. Slow spreading of a sheet of bingham fluid on an inclined plan. *Journal of Fluid Mechanics*, 207 : 505–529, 1989.
- [80] R.W. Mair and P.T. Callaghan. Shear flow of wormlike micelles in pipe and cylindrical Couette geometries as studied by nuclear magnetic resonance microscopy. *Journal of Rheology*, 41(4) : 901–924, 1997.
- [81] K.L. McCarthy and W.L. Kerr. Rheological characterization of a model suspension during pipe flow using MRI. *Journal of Food Engineering*, 37 : 11–23, 1998.
- [82] J. Mewis. Thixotropy-a general review. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 6 : 1–20, 1979.

- [83] J.B. Miller. NMR imaging of materials. *Progress in Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy*, 33 : 273–308, 1998.
- [84] E. Moulin, P. Blanc, and D. Sorrentino. Influence of key cement chemical parameters on the properties of metakaolin blended cements. *Cement and Concrete Composites*, 23(6) : 463–469, 2001.
- [85] A. Mujumdar, A.N. Beris, and A.B. Metzner. Transient phenomena in thixotropic systems. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 102 : 157–178, 2002.
- [86] M. Nehdi. Why some carbonate fillers cause rapid increases of viscosity in dispersed cement-based materials. *Cement and Concrete Research*, 30(10) : 1663–1669, 2000.
- [87] C.M. Neubauer, M. Yang, and H.M. Jennings. Interparticle potential and sedimentation behavior of cement suspensions - effects of admixtures. *Advanced Cement Based Materials*, 8(1) : 17–27, 1998.
- [88] H.M. Nguyen. Comportement rhéologique des suspensions concentrées. Rapport de DEA, INSA de Rennes, 2004.
- [89] Q.D. Nguyen and D.V. Boger. Yield stress measurement for concentrated suspensions. *Journal of Rheology*, 27(4) : 321–349, 1983.
- [90] Q.D. Nguyen and D.V. Boger. Direct yield stress measurement with the vane method. *Journal of Rheology*, 29(3) : 335–347, 1985.
- [91] Q.D. Nguyen and D.V. Boger. Characterization of yield stress fluids with concentric cylinder viscometers. *Journal of Rheology*, 26 : 508–515, 1987.
- [92] Q.D. Nguyen and D.V. Boger. Measuring the flow properties of yield stress fluids. *Annual Review of Fluid Mechanics*, 24 : 47–88, 1992.
- [93] J.A. Orban, P.A. Parcevaux, and D.J. Guillot. Specific mixing energy : a key factor for cement slurry quality. In *61st Annual Technical Conference and Exhibition of the Society of Petroleum Engineers*, pages 1–8, 1986.
- [94] Y. Otsubo, S. Miyai, and K. Umeiya. Time-dependent flow of cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 10(5) : 631–638, 1980.
- [95] A. Papo. The thixotropic behavior of white portland cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 18(4) : 595–603, 1987.
- [96] J.M. Piau. Fluides non-newtoniens. *Techniques de l'ingénieur*, 1989.
- [97] A. Ragouilliaux. Transition fluide-solide dans les fluides complexes : étude expérimentale d'écoulements de grains secs et de pâtes de ciment. Rapport de maîtrise, Université de Marne la Vallée, 2003.
- [98] J.S. Raynaud, P. Moucheron, J.C. Baudez, F. Bertrand, J.P. Guilbaud, and P. Coussot. Direct determination by nuclear magnetic resonance of the thixotropic and yielding behavior of suspensions. *Journal of Rheology*, 46(3) : 709–732, 2002.

- [99] W. Richtering. Rheology and shear induced structures in surfactant solutions. *Current Opinion in Colloid and Interface Science*, 6 : 446–450, 2001.
- [100] S. Rodts, F. Bertrand, S. Jarny, P. Poullain, and P. Moucheron. Développements récents dans l’application de l’IRM à la rhéologie et à la mécanique des fluides. *Comptes Rendus Chimie*, 7 : 275–282, 2004.
- [101] P. Rognon. Écoulements granulaires sur plan incliné : étude expérimentale de la transition vers l’arrêt. Rapport de maîtrise, Université de Marne la Vallée, 2002.
- [102] N. Roussel, R. Le Roy, and P. Coussot. Thixotropy modelling at local and macroscopic scales. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 117 : 85–95, 2004.
- [103] A.W. Saak, H.M. Jennings, and S.P. Shah. The influence of wall slip on yield stress and viscoelastic measurements of cement paste. *Cement and Concrete Research*, 31(2) : 205–212, 2001.
- [104] E. Sakai, K. Yamada, and A. Ohta. Molecular structure and dispersion-adsorption mechanisms of comb-type superplasticizers used in japan. *Journal of Advanced Concrete Technology*, 1(1) : 16–25, 2003.
- [105] M. Sari, E. Prat, and J.F. Labastire. High strength self-compacting concrete original solutions associating organic and inorganic admixtures. *Cement and Concrete Research*, 29(6) : 813–818, 1999.
- [106] M. Saric-Coric, K.H. Khayat, and A. Tagnit-Hamou. Performance characteristics of cement grouts made with various combinations of high-range water reducer and cellulose-based viscosity modifier. *Cement and Concrete Research*, 33(12) : 1999–2008, 2003.
- [107] R. Shaughnessy and P.E. Clark. The rheological behavior of fresh cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 18(3) : 327–341, 1988.
- [108] F. Sofrá and D.V. Boger. Environmental rheology for waste minimisation in the minerals industry. *Chemical Engineering Journal*, 86 : 319–330, 2002.
- [109] L. Svermova, M. Sonebi, and P.J.M. Bartos. Influence of mix proportions on rheology of cement grouts containing limestone powder. *Cement and Concrete Composites*, 25(7) : 737–749, 2003.
- [110] G.H. Tattersall and P.F.G. Banfill. *The rheology of fresh concrete*. Pitman, 1983.
- [111] P. Termkhajornkit and T. Nawa. The fluidity of fly ash-cement paste containing naphthalene sulfonate superplasticizer. *Cement and Concrete Research*, 34(6) : 1017–1024, 2004.
- [112] E.A. Toorman. An analytical solution for the velocity and shear rate distribution of non-ideal bingham fluids in concentric cylinder viscometers. *Rheologica Acta*, 33 : 193–202, 1994.

- [113] E.A. Toorman. Modelling the thixotropic behaviour of dense cohesive sediment suspensions. *Rheologica Acta*, 36 : 56–65, 1997.
- [114] F. Toussaint, C. Juge, J.M. Laye, and B. Pellerin. Assessment of thixotropic behavior of self compacting microconcrete. In *The Second International Symposium on Self-Compacting Concrete*, 2001.
- [115] H. Uchikawa, S. Hanehara, and D. Sawaki. The role of steric repulsive force in the dispersion of cement particles in fresh paste prepared with organic admixture. *Cement and Concrete Research*, 27(1) : 37–50, 1997.
- [116] P.H.T. Uhlherr, K.H. Park, C. Tiu, and J.R.G. Andrews. Yield stress from fluid behaviour on an inclined plane. In *IX International Congress on Rheology*, pages 183–190, 1984.
- [117] H. Usui. A thixotropy model for coal-water mixtures. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 60 : 259–275, 1995.
- [118] J.R. Van Waser, J.W. Lyons, K.Y. Kim, and R.E. Colwell. *Viscosity and flow measurement - A laboratory handbook of rheology*. Interscience, 1963.
- [119] J.E. Wallevik. *Rheology of particle suspensions, Fresh concrete, mortar and cement paste with various types of lignosulfonates*. PhD thesis, The Norwegian University of Science and Technology, 2003.
- [120] J.E. Wallevik. Thixotropic behaviour of cement pastes. In *The Nordic Rheology Conference*, pages 21–28, 2004.
- [121] D.A. Williams, A.W. Saak, and H.M. Jennings. The influence of mixing on the rheology of fresh cement paste. *Cement and Concrete Research*, 29(9) : 1491–1496, 1999.
- [122] A. Yahia and K.H. Khayat. Analytical models for estimating yield stress of high-performance pseudoplastic grouts. *Cement and Concrete Research*, 31(5) : 731–738, 2001.
- [123] M. Yang and H.M. Jennings. Influences of mixinx methods on the microstructure and rheological behavior of cement paste. *Advanced Cement Based Materials*, 2(2) : 70–78, 1995.
- [124] M. Yang, C.M. Neubauer, and H.M. Jennings. Interparticle potential and sedimentation behavior of cement suspensions - review and results from paste. *Advanced Cement Based Materials*, 5(1) : 1–7, 1997.
- [125] T. Yen, C.W. Tang, C.S. Chang, and K.H. Chen. Flow behaviour of high strength high-performance concrete. *Cement and Concrete Composites*, 21(5-6) : 413–424, 1999.
- [126] S. Zhong and Z. Chen. Properties of latex blends and its modified cement mortars. *Cement and Concrete Research*, 32(10) : 1515–1524, 2002.

THIXOTROPIE DES PÂTES CIMENTAIRES

Résumé :

Les nouveaux matériaux cimentaires fluides présentent des propriétés de thixotropie, phénomène réversible de gélification (au repos) - liquéfaction (en écoulement), qu'il est nécessaire de comprendre et de caractériser. Des essais croisés de rhéométrie globale (rhéomètre classique) et locale (vélocimétrie IRM) permettent d'obtenir le comportement complet en régime permanent et transitoire d'une pâte de ciment blanc. En particulier nous mettons en évidence une bifurcation de viscosité, traduisant un changement brutal de comportement en dessous d'une contrainte et d'un gradient de cisaillement critique. Un modèle simple, basé sur ces observations, permet de retrouver les propriétés observées. Son application à des essais d'écoulements sur plan incliné montre que cette configuration peut s'avérer un moyen simple de caractérisation pratique de la thixotropie.

Mots clés : rhéologie, thixotropie, ciment, vélocimétrie IRM, plan incliné, modèle.

THIXOTROPY OF CEMENT PASTES

Abstract :

The new cementitious fluid materials present properties of thixotropy, reversible phenomenon of gelation (at rest) - liquefaction (in flow), which it is necessary to understand and characterize. Cross tests of global rheometry (traditional rheometer) and local rheometry (MRI velocimetry) make it possible to obtain the complete behavior in steady and transient state of a white cement paste. In particular we highlight a viscosity bifurcation, representing a brutal change of behavior below a critical shear stress and a critical shear rate. A simple model, based on these observations, makes it possible to find the properties observed. Its application to tests of flows on inclined plane shows that this configuration can prove to be a simple means of practical characterization of thixotropy.

Key words : rheology, thixotropy, cement, MRI velocimetry, inclined plane, model.