

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET  
DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOULOUD MAMMARI DE TIZI-OUZOU  
FACULTE DU GENIE DE LA CONSTRUCTION  
DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE



**THESE**

Présentée pour l'obtention du diplôme de  
DOCTORAT 3<sup>ème</sup> Cycle LMD En Génie Mécanique

*Spécialité* **GENIE DES MATERIAUX**

*Par :* **Mr KEMER HOUSSAM**

**Thème**

**Rhéologie des matériaux à seuil de cisaillement élevé,  
Expérimentation et modélisation**

Devant le jury composé de :

OULD OUALI Mohand	Professeur (UMMTO)	Président du Jury
BOURAS Rachid	Professeur (UMMTO)	Directeur de thèse
FERHOUM Rabah	Professeur (UMMTO)	Examineur
SAFI Brahim	Professeur (UMBB)	Examineur
CHAHOUR Kahina	Maître de conférences A (UMMTO)	Examinatrice
KHELOUI Née Taouche Fatma	Maître de conférences A (UMMTO)	Examinatrice

Soutenu le : 13 / 11 /2022.

---

## REMERCIEMENTS

---

### REMERCIEMENTS

Toute notre gratitude, grâce et remerciements vont en premier lieu à **Dieu** le tout puissant qui nous a donné la force, la patience, le courage et la volonté pour élaborer notre travail dans les meilleures conditions.

Ce travail de thèse a été effectué à l'unité de Recherche Matériaux, procédés et Environnement (URMPE) de l'université M'Hamed Bougara de Boumerdès, dirigé par le Professeur BENMOUNAH Abdelbaki que je remercie de m'avoir permis de travailler dans le laboratoire de rhéologie. Mes remerciements vont en premier lieu à mon directeur de thèse, BOURAS Rachid, Professeur à l'université Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou de m'avoir guidés dans mon travail et m'ont aidé à trouver des solutions pour avancer et à l'aboutissement du programme projeté ainsi que pour leurs soutiens et leurs encouragements.

Je tiens à remercier le Professeur OULD OUALI Mohand d'avoir accepté de Présider mon jury de thèse, ainsi que : les Professeurs FERHOUM Rabah, SAFI Brahim et les Docteurs KHELOUI Née Taouche Fatma et CHAHOUR Kahina, d'avoir bien voulu examiner cette thèse.

Mes chaleureux remerciements vont également au Professeur SONEBI Mohammed, Professeur à School of Natural and Build Environment, School of Planning, Architecture and Civil Engineering, Queen's University Belfast, UK, et le Docteur MESBOUA Nouredin pour leur disponibilité et leurs conseils scientifiques lors de l'interprétation des résultats obtenus et la rédaction des articles scientifiques.

Enfin, et surtout, je tiens à remercier ma famille : Ma mère, mon père, Mes frères, ma sœur, Ahlem ma femme, mon enfant Islam, qui m'ont patiemment encouragée et soutenue spirituellement tout au long de mes études de doctorat et de ma vie en général.

## Résumé

Cette thèse fournit un nouveau modèle analytique pour estimer le seuil d'écoulement des suspensions, telles que la pâte cimentaire durable à seuil de cisaillement élevée, basée sur la diffusion d'un volume fini de pâte sur une surface plane. En considérant le rayon ( $R$ ) et la hauteur ( $h$ ) de l'échantillon à l'arrêt de l'écoulement, différents régimes asymptotiques, où  $h < R$  ou  $h > R$ , conduisent à différents modèles analytiques qui permettent la détermination de la contrainte critique. Les observations expérimentales ont montré clairement la zone non déformée à l'arrêt de l'écoulement des échantillons à haute contrainte critique. Sur la base de ces observations, une idée a été formulée pour appliquer un élément métallique à l'entrée du moule afin de pousser l'étalement de la pâte. La validité de notre modèle a été évaluée à partir des données obtenues avec différentes dispersions des pâtes cimentaires durables. La contrainte critique mesurée avec le modèle empirique proposé a été comparée à la contrainte critique estimée à partir des courbes d'écoulement en cisaillement obtenues avec la géométrie plan/plan rugueuse ajustée avec le modèle Herschel-Bulkley. Les résultats montrent la nouveauté et l'applicabilité du présent modèle dans le processus de mise en relation des paramètres empiriques avec la contrainte critique.

D'autre part, et dans le même axe, cette thèse examine le comportement rhéologique de la pâte de ciment durable sous le contrôle de certains paramètres physiques de nouvelles sources d'ajouts cimentaires telles que bentonite calcinée (BC), la diatomite calcinée (DC) et la fumée de silice (FS), respectivement. En prenant en considération le rapport eau/liant ( $E/L$ ) et les réducteurs d'eau à haut rendement (PCE et PNS).

**Mots – clés :** *Rhéologie, seuil de cisaillement, thixotropie, mortier joint.*

### Abstract

This thesis provides a new analytical model to estimate the yield stress of suspensions, such as sustainable cement paste, based on the release of a finite volume of paste onto a horizontal surface. Considering the radius ( $R$ ) and the height ( $h$ ) of the sample at the flow stoppage, different asymptotic regimes, where  $h > R$  or  $h < R$ , lead to different analytical models that allow the determination of yield stress. The experimental observations clearly showed the undeformed area at the flow stoppage of high yield stress samples. Based on these observations, an idea was formulated to apply a metal element at the mold inlet to push the spread of the paste. The validity of our model was evaluated from data obtained with different dispersions of durable cements pastes. The yield stress measured with the proposed empirical model was compared to the critical stress estimated from the shear flow curves obtained with the rough plane/plane geometry fitted with the Herschel-Bulkley model. The results show the novelty and applicability of the present model in the process of relating the empirical parameters to the yield stress.

On the other hand, and in the same axis, this thesis examines the rheological behavior of sustainable cement paste under the control of some physical parameters of new sources of supplementary cementing materials such as calcined bentonite (CB), calcined diatomite (CD) and silica fume (SF), respectively. Taking into consideration the water/binder ratio (W/B) and high water reducers (PCE and PNS).

**Keywords:** *Rheology, yield stress, thixotropy, joint mortar.*

تقدم هذه الأطروحة نموذجًا تحليليًا جديدًا لتقدير نقطة عتبة التدفق، مثل معجون أسمنتي متين ذات عتبة تدفق عالية، على أساس تدفق كمية محدودة من العجينة على سطح مستوي. بالأخذ بعين الاعتبار نصف القطر والارتفاع للعينة عند توقف التدفق، عدة مقاربات مختلفة، حيث تؤدي إلى نماذج تحليلية مختلفة تسمح بتحديد نقطة عتبة التدفق. أظهرت الملاحظات التجريبية بوضوح المنطقة الغير المتدفقة عند توقف تدفق العينات ذات عتبة التدفق العالية. بناءً على هذه الملاحظات، تمت صياغة فكرة لتطبيق عنصر معدني على مدخل القالب لدفع انتشار العجين. تم تقييم صلاحية نموذجنا من البيانات التي تم الحصول عليها باستخدام عينات مختلفة من المعاجين الأسمنتية المتينة. تمت مقارنة عتبة التدفق الذي تم قياسها باستخدام النموذج التجريبي المقترح مع عتبة التدفق المقدرة من منحنيات التدفق التي تم الحصول عليها باستخدام الشكل الهندسي المستوي /المستوي الغير املس التي تم تعديلها مع نموذج هيرشل - بيكلي. تظهر النتائج حداثة النموذج الحالي وقابليته للتطبيق في عملية ربط المعلمات التجريبية بعتبة التدفق.

من ناحية أخرى، وفي نفس المحور ، تدرس هذه الأطروحة السلوك الانسيابي لعجينة الأسمنت المتينة تحت تأثير معايير فيزيائية معينة لمصادر جديدة لمضافات الأسمنت مثل البنتونيت المكلس، الدياتومايت المكلس ودخان السيليكا، على التوالي. مع الأخذ بعين الاعتبار نسبة الماء / الملاط ومخفضات المياه ذات الكفاءة العالية.

*الكلمات المفتاحية: الريولوجيا ، عتبة التدفق ، متغيرة الانسيابية ، ملاط مشترك .*

Remerciement  
Résumé  
Table des matières  
Liste des figures et tableaux  
Nomenclature

Chapitre I: Introduction générale 14

Chapitre II: Notions générales sur la rhéologie des matériaux cimentaires

1. Introduction..... 21

2. Concepts de base de la rhéologie..... 23

    2. 1. Tenseur des contraintes en cisaillement simple..... 23

    2. 2. Contrainte de cisaillement..... 24

    2. 3. Vitesse de cisaillement ..... 25

    2. 4. Seuil d'écoulement..... 26

    2. 5. Viscosité..... 27

    2. 6. Mécanisme des phénomènes rhéofluidifiant-rhéopaississant.... 27

3. Modèles rhéologiques des matériaux cimentaires..... 31

    3. 1. Thixotropie et Antithixotropie..... 31

        3. 1. 1. Thixotropie..... 31

        3. 1. 2. Antithixotropie..... 34

    3. 2. Modèle de Bingham (BM) ..... 35

    3. 3. Modèle de Herschel-Bulkley (HB)..... 35

    3. 4. Modèle de Bingham modifié (BMM)..... 37

    3. 5. Modèle de casson..... 37

4. Facteurs affectant la rhéologie des matériaux cimentaires..... 38

    4. 1. Effet de l'hydratation du ciment, la finesse du ciment et de la température..... 38

    4. 2. Effet de la méthode et du temps de malaxage..... 41

    4. 3. Effet des vibrations..... 43

    4. 4. Effet de la pression et du divertissement de l'air..... 43

5. Propriétés rhéologiques d'une pâte cimentaire à base de nano-matériaux..... 44

    5. 1. Nano-silice (NS)..... 45

    5. 2. Nano-argile (NA)..... 46

6. Conclusion..... 48

Chapitre III: Matériaux cimentaires durables

1. Généralités..... 50

2. Chimie du ciment..... 51

    2. 1. Matières premières entrant dans la fabrication du ciment..... 51

        2. 1. 1. Composition du ciment..... 51

        2. 1. 2. Hydratation du ciment..... 52

            2. 1. 2. 1. Hydratation des phases cimentaire..... 52

            2. 1. 2. 2. Hydratation des grains de ciment portland..... 54

3. L'emploi de superplastifiants..... 57

    3. 1. Mécanisme d'action des superplastifiants..... 57

3. 1. 1. L'effet électrostatique au voisinage de la particule de ciment...	59
3. 1. 2. La corrélation ionique.....	60
3. 2. Les deux grandes familles des adjuvants organiques.....	61
3. 2. 1. Les polycarboxylates (PC).....	61
3. 2. 2. Les polynaphtalènes sulfonates (PNS) et polyméamines sulfonates (PMS).....	63
3. 3. Paramètres influant sur l'adsorption.....	64
4. Conclusion.....	65

#### CHAPITRE IV: Choix expérimentaux pour les études rhéologiques

1. Pourquoi étudier les pâtes de ciment?.....	67
1. 1. Marché du ciment-émissions de CO <sub>2</sub> .....	67
1. 2. Importance de la pâte cimentaire.....	67
1. 3. Hétérogénéité du matériau.....	67
1. 4. Insuffisance théorique des moyens d'étude expérimentaux des bétons.....	68
2. Appareillages de mesures.....	69
2. 1. Rhéomètre.....	69
2. 1. 1. Géométrie cône-plan.....	71
2. 1. 2. Géométrie plan-plan.....	73
2. 1. 3. Géométrie de couette cylindrique.....	74
3. L'outil vane.....	75
4. Phénomènes perturbateurs.....	75
4. 1. Evaporation.....	75
4. 2. Homogénéité de l'écoulement.....	76
4. 3. Glissement.....	77
4. 4. Hétérogénéité du matériau.....	78
4. 5. Effet d'inertie.....	78
5. Dispositifs expérimentaux «RhéomètreAR2000».....	79
5. 1. Protocole de mesure.....	81
6. Matériaux et caractérisations.....	82
6. 1. Ciment.....	82
6. 2. Matériaux cimentaires supplémentaires.....	83
6. 3. Superplastifiant.....	86
6. 4. Eau de gâchage.....	86
7. Formulations et essais sur les pâtes.....	86
7. 1. Proportions des mélanges.....	86
7. 2. Procédure de malaxage.....	88
7. 3. Point de saturation.....	89
7. 4. Test de décantation.....	90
8. Conclusion.....	90

#### CHAPITRE V: Rhéologie des pâtes cimentaires durable

<b>1. Introduction.....</b>	<b>92</b>
<b>2. Résultats et interprétations.....</b>	<b>96</b>
2. 1. Degrés de saturation de la SP.....	96
2. 2. Résistance à la décantation.....	96
2. 3. Comportement de l'écoulement en cisaillement du PCD-effet des paramètres de conception du mélange.....	98
2. 4. Seuil d'écoulement, viscosité et thixotropie.....	102
2. 5. Indice d'écoulement.....	104
2. 5. 1. Paramètres physiques influençant le phénomène rhéofluidifiant	104
2. 5. 2. Effet de la nature des superplastifiants.....	106
<b>3. Conclusion.....</b>	<b>107</b>

**CHAPITRE VI: Nouveau modèle pour les pâtes cimentaires à contrainte critique élevée**

<b>1. Introduction.....</b>	<b>110</b>
<b>2. Théorie.....</b>	<b>113</b>
2. 1. Généralités.....	113
2. 2. Développements mathématiques.....	116
2. 3. Variation de la pression hydrostatique.....	120
2. 4. Profil d'étalement -1.....	120
2. 5. Profil d'étalement -2.....	121
2. 6. Profil d'étalement -3.....	121
<b>3. Proposition d'un nouveau modèle analytique.....</b>	<b>122</b>
3. 1. Développement analytique.....	122
3. 2. Protocol expérimental.....	125
3. 2. 1. Matériaux.....	125
3. 2. 2. Mesures rhéométriques.....	126
3. 2. 3. Comportement sous cisaillement.....	127
3. 2. 4. L'essai cylindrique.....	128
3. 2. 5. L'étalement vs. L'affaissement.....	129
3. 3. Validation du nouveau modèle.....	131
<b>4. Conclusion.....</b>	<b>132</b>
<b>Conclusion générale.....</b>	<b>134</b>
<b>Références.....</b>	<b>138</b>

## Chapitre II

**Figure II. 1.** Schéma de la vitesse de cisaillement.

**Figure II. 2.** Changement de configuration d'empilement des particules sous cisaillement.

**Figure II. 3.** Lois de comportement en régime stationnaire.

**Figure II. 4. (a-b).** Comportements rhéofluidifiant-rhéopaississant des suspensions colloïdales. **(c).** Courbe de viscosité typique d'une FR (Données expérimentales obtenues à partir d'une suspension d'Aerosil® R816 dans du PPG à 25°C.

**Figure II. 5.** Boucle d'hystérésis du comportement thixotropique.

**Figure II. 6.** Rhéogramme d'un système présentant une antithixotropie.

**Figure II. 7.** Rhéogramme d'un matériau cimentaire binghamien.

**Figure II. 8.** Différents comportements rhéologiques.

**Figure II. 9.** Les différentes phases d'hydratation du ciment.

**Figure II. 10.** Modèle de béton frais avec théorie de la pâte fraîche.

**Figure II. 11.** Plages de tailles et SSA de divers constituants du béton.

## Chapitre III

**Figure III. 1.** Microstructure du ciment portland hydraté.

**Figure III. 2.** Défloculation des grains de ciment par l'adjuvant organique.

**Figure III. 3.** Mode d'action des réducteurs d'eau sur le ciment.

**Figure III. 4.** La « bonne » image de la cohésion du ciment.

**Figure III. 5.** Schéma général des co-polymères.

**Figure III. 6.** Représentation schématique de la formule de polycarboxylate (PC).

**Figure III. 7.** Représentation schématique de la force entre deux surfaces avec des co-polymères en peigne adsorbés en fonction de la distance de séparation.

**Figure III. 8.** Schéma des forces exercées entre un ensemble de particules de ciment sur lesquels sont adsorbés des copolymères de polycarboxylates avec des chaînes PEO.

**Figure III. 9.** Représentation schématique des polymères : a) polycondensé de formaldéhyde et de mélamine sulfonate PMS, b) polycondensé de formaldéhyde et de naphthalène sulfonate PNS.

## Chapitre IV

**Figure IV. 1.** Géométries standard : plaques parallèles, cône-plan et Couette.

**Figure IV. 2.** Géométrie cône-plan.

**Figure V. 3.** Géométrie plans parallèles.

**Figure IV. 4.** La géométrie Couette est constituée de deux cylindres coaxiaux.  $R_e$  est le rayon du cylindre extérieur et  $R_i$  le rayon du cylindre intérieur. Le cylindre intérieur tourne à une vitesse de rotation  $\Omega$  alors que le cylindre extérieur est fixe.

**Figure IV. 5.** Techniques de diminution de l'évaporation.

**Figure V. 6.** (a) Géométrie plan-plan; (b) vitesse de cisaillement inhomogène.

**Figure IV. 7.** Rhéomètre AR2000-TA-Instruments.

**Figure IV. 8.** Schéma explicatif de la géométrie vane.

**Figure IV. 9.** Protocole de mesure pour établir les courbes d'écoulement des échantillons.

**Figure IV. 10.** MEB des MSC utilisés (DC, BC et FS).

**Figure IV. 11.** Distribution des tailles de particules de ciment, DC, BC et FS.

**Figure IV. 12.** Malaxeur mécanique auto-mortar.

**Figure IV. 13.** Séquence de malaxage.

**Figure IV. 14.** (a) Vue schématique du cône de March considéré et (b) courbe explicative de la méthode pour la saturation de SP.

## Chapitre V

**Figure V. 1.** Variations de la décantation de divers mélanges avec PCE-SP.

**Figure V. 2.** Variations de la décantation de divers mélanges avec PNS-SP.

**Figure V. 3.** Courbes d'écoulement des PCD avec tous les MCS, 0.3 de E/L et PCE- SP.

**Figure V. 4.** Courbes d'écoulement des PCD avec tous les MCS, 0.3 de E/L et PNS- SP.

**Figure V. 5.** Courbes d'écoulement des PCD avec tous les MCS, 0.4 de E/L et PCE- SP.

**Figure V. 6.** Courbes d'écoulement des PCD avec tous les MCS, 0.4 de E/L et PNS- SP.

**Figure V. 7.** Courbes d'écoulement des PCD avec tous les MCS, 0.5 de E/L.

## Liste des figures et tableaux

---

**Figure V. 8.** Variation de l'indice de fluidité (n) (par rapport aux pâtes sans remplacement (SR)) des mélanges PCD réalisés avec différents E/L et PCE-SP.

**Figure V. 9.** Variation de l'indice de fluidité (n) (par rapport aux pâtes sans remplacement (SR)) des mélanges PCD réalisés avec différents E/L et PNS-SP.

### Chapitre VI

**Figure VI. 1.** L'essai cylindrique de la pâte cimentaire à haute contrainte critique.

**Figure VI. 2.** Forme initiale du cylindre et les coordonnées cylindriques.

**Figure VI. 3.** Affaissement cylindrique à l'arrêt de l'écoulement sous l'influence de charge.

**Figure VI. 4.** Géométrie de la plaque utilisée pour les mesures des seuils d'écoulement.

**Figure VI. 5.** Courbe d'écoulement sous cisaillement du PCD avec  $\tau_0=300.10$  Pa.

**Figure VI. 6.** Equipement pour l'essai cylindrique et schéma explicatif.

**Figure VI. 7.** Des images de l'étalement en fonction de l'affaissement des échantillons à l'arrêt de l'écoulement.

**Figure VI. 8.** Pâte cimentaire à contrainte critique élevée, sans charge et sous charge.

**Figure VI. 9.** Nouveau modèle empirique (Eq. 26), régimes de Roussel d'affaissement (Eq. 28) et d'étalement (Eq. 27) en fonction des valeurs des seuils critiques calculées à partir du rhéomètre AR 2000 avec le modèle Herschel-Bulkley.

### Chapitre III

**Tableau III. 1.** Composition typique de ciment portland conformément à la norme ASTM 150.

### Chapitre IV

**Tableau IV. 1.** Compositions chimiques (%) de ciment.

**Tableau IV. 2.** Compositions minéralogique (%) de ciment.

**Tableau IV. 3.** Proportions des mélanges des pâtes cimentaires durables.

### Chapitre V

**Tableau V. 1.** Les paramètres rhéologiques.

## Chapitre VI

**Tableau VI. 1.** Conception des mélanges des pâtes cimentaire.

## Nomenclature

---

P : la pression hydrostatique (Pa) ;	S : la surface des plaques (m <sup>2</sup> ) ;
E/L : eau/liant ;	R : le rayon du cône (m) ;
$\rho$ : la densité (kg/m <sup>3</sup> ) ;	Re : le rayon du cylindre ext (m) ;
E/C : eau/ciment ;	Ri : le rayon du cylindre int (m) ;
T : le tenseur des contraintes ;	V <sub>pâte, ex</sub> : le volume de la pâte en
BAP : le béton auto-plaçant.	Excès (m <sup>3</sup> ) ;
I : le tenseur identité ;	V <sub>pâte</sub> : le volume total de la pâte (m <sup>3</sup> ) ;
$\sigma$ : la contrainte ;	V <sub>A, vide</sub> : le volume des vides (m <sup>3</sup> ) ;
D : tenseur de vitesse de déformation ;	BHP : béton à haute résistance ;
$\nabla u$ : le gradient de vitesse ;	NS : nano silice ;
$\gamma$ : le taux de cisaillement (s <sup>-1</sup> ) ;	NA : nano-argile ;
$\mu$ : la viscosité dynamique (Pa.s) ;	CPO : Ciment Portland ordinaire ;
t : le temps (s) ;	MCS : Les matériaux cimentaires
n : l'indice pseudo-plastique ;	supplémentaires ;
F : Force de cisaillement [N].	DC : diatomites calcinées ;
H : l'entrefer (mm) ;	BC : bentonite calcinée ;
dS : surface élémentaire (m <sup>2</sup> ) ;	FS : fumé de silice ;
dF : la force de frottement tangentielle (m <sup>2</sup> ) ;	PCE : polycarboxylate éther ;
$\tau_s$ : le seuil de cisaillement statique (Pa) ;	PNS : polynaphtalène sulfonate ;
$\tau_0$ : le seuil de cisaillement dynamique (Pa) ;	ES : l'erreur standard ;
$\tau_d$ : la résistance additionnelle (Pa) ;	PCD : pâtes cimentaires durables ;
$\Omega$ : la vitesse angulaire (rad.s <sup>-1</sup> ) ;	T' : le déviateur des contraintes ;
C : le couple ;	D <sub>II</sub> : le deuxième invariant du tenseur
FRP : les fluides rhéoépaississant ;	de vitesse de déformation ;
$\mu_p$ : la viscosité plastique (Pa.s) ;	T <sub>II</sub> : le deuxième invariant du tenseur
1/T : le terme de structuration ;	du l'extra tenseur des contraintes ;

## Nomenclature

---

M : la masse des charges ;

$\lambda$ : la floculation du matériau ;

$\alpha$  : paramètre thixotropique ;

BM : modèle de Bingham ;

HB : modèle de Herschel-Bulkley ;

BMM : Modèle de Bingham modifié.

### Lexique Anglais-Français

Viscosity : viscosité.

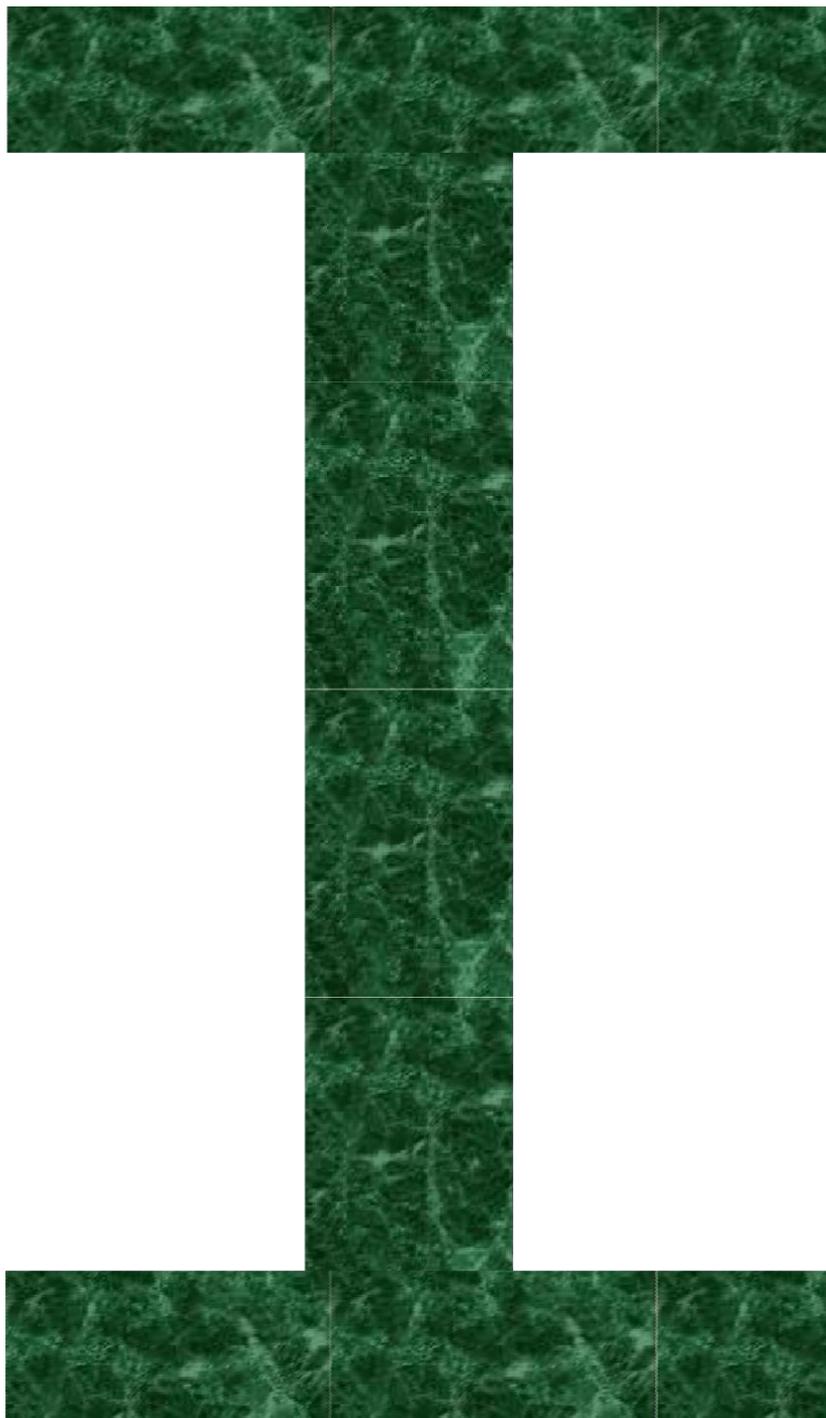
Shear stress : Contrainte de cisaillement.

Shear rate : gradient de cisaillement de cisaillement (vitesse de cisaillement).

Paste : pâte.

# CHAPITRE

## Introduction



## 1. GENERALITES

Les fluides à seuil tels que, gels pour cheveux, crèmes cosmétiques, mousses à raser, mayonnaise, mousses de plâtre, bétons frais, neige, boues... etc. sont des matériaux qui ne s'écoulent que si une contrainte suffisante, appelée contrainte seuil, leur est appliquée. Cette propriété est au cœur de leur utilisation. Considérons une crème cosmétique : on souhaite pouvoir l'appliquer aisément sur la peau, en la sollicitant en cisaillement comme un liquide. Cependant, on désire que la crème présente un caractère solide, ne coulant pas sous l'effet de la gravité, lorsqu'on en forme un petit tas de quelques millimètres d'épaisseur dans la main ou sur la peau. La contrainte gravitaire caractéristique s'exerçant sur un matériau à seuil d'épaisseur  $h$  est de l'ordre de  $\rho gh$ , où  $\rho$  est la masse volumique du matériau ( $\approx 1000$  kg/m<sup>3</sup> pour une émulsion cosmétique) et  $g$  l'accélération de la pesanteur ; un tel matériau doit donc idéalement posséder un seuil d'écoulement de l'ordre de 10 Pa pour répondre aux exigences de l'utilisateur.

On retrouve l'importance de cette ambivalence solide/liquide en formulation des bétons frais. Il faut en effet qu'un béton frais soit pompable et puisse être mis en œuvre comme un liquide dans un coffrage ; pour qu'il puisse remplir aisément des coffrages de formes complexes et que sa surface libre soit parfaitement plane lors du coulage d'une dalle, un seuil de contrainte très faible, voire nul, est idéalement recherché. Cependant, les granulats et sables sont plus lourds que les pâtes de ciment entrant dans leur formulation : ils ont donc tendance à sédimenter sous l'effet de la gravité. Pour éviter ce problème rédhibitoire, il faut que la pâte puisse avoir un seuil suffisant (plusieurs dizaines de Pa) pour stabiliser les particules.

On cherche donc un matériau dont le seuil d'arrêt de l'écoulement (le seuil « dynamique »), qui est la grandeur pertinente lors de sa mise en œuvre, soit plus faible que son seuil de démarrage des écoulements (son seuil « statique »), qui est pertinent pour la stabilité des granulats une fois le matériau en place. On rentre alors dans le domaine des fluides à seuil « thixotropes », qui se déstructurent en écoulement et se structurent au repos. A travers ces deux exemples, on voit qu'il est particulièrement important de pouvoir caractériser finement le seuil d'écoulement des matériaux à seuil lorsqu'on les formule. Le cas de matériaux thixotropes est le plus délicat : on doit pouvoir caractériser ces matériaux pour

des histoires de sollicitation bien définies, amenant de façon reproductible le matériau dans un état contrôlé. La thèse sera structurée comme suit :

Dans un premier temps, on a présenté d'abord une revue critique des principales méthodes rhéologiques dédiées à la caractérisation du comportement des fluides à seuil (seuil d'écoulement, propriétés d'écoulement, structuration), en insistant tout particulièrement sur le problème de la mesure du seuil d'écoulement et sur les procédures à utiliser pour caractériser convenablement les matériaux cimentaires thixotropes.

Dans un deuxième temps, on a étudié les spécificités des matériaux cimentaires à seuil à prendre en compte en rhéomètre, plus particulièrement les matériaux cimentaires à seuil de cisaillement élevé.

Finalement, nous nous sommes intéressés à concevoir une procédure expérimentale, simple d'utilisation et rapide à mettre en place pour éventuellement la détermination du seuil d'écoulement des matériaux ferme, par la suite précéder à la validation par un modèle mathématique.

## **1. OBJECTIFS**

La présente thèse se focalise sur la rhéologie des pâtes cimentaires durables à seuil de cisaillement élevé, expérimentation et modélisation. Les principaux objectifs de la recherche sont les suivants :

- Présenter une revue critique de certains des résultats publiés sur les modèles de la rhéologie générale pour prédire le comportement d'écoulement des matériaux cimentaires. De plus, les facteurs influençant la rhéologie des composites cimentaires sont présents.
- Défendre notre choix de l'étude des pâtes cimentaires durables qui s'appuie sur quatre principaux arguments.
- Valoriser des nouvelles sources des matériaux cimentaires supplémentaires dans la matrice cimentaire à seuil d'écoulement élevée.
- Identifier une méthode de malaxage appropriée, un protocole rhéologique adéquat des pâtes étudiées de manière à ce qu'elles représentent la phase pâteuse du béton.

- Etudier expérimentalement les effets des nouvelles sources d'ajouts cimentaires sur l'indice de fluidité et les autres paramètres rhéologiques des pâtes cimentaires durables, en tenant compte des rapports E/L et de la nature du SP.
- Proposer des paramètres à juger et à comparer, principalement dans le but de comparer et d'évaluer l'indice d'écoulement de la pâte cimentaire durable en fonction des rôles des nouvelles sources d'ajouts cimentaires sur les comportements rhéologiques, y compris la viscosité, la contrainte critique, le phénomène de thixotropie et surtout le comportement d'épaississement par cisaillement de la pâte cimentaire durable, et de fournir des informations utiles pour la conception, la préparation et les applications du béton durable.
- Évaluer le comportement d'écoulement de la pâte de ciment durable en utilisant une méthode empirique, et le corrélérer avec les caractéristiques rhéologiques.
- Proposition d'un nouveau modèle afin d'estimer correctement les seuils d'écoulements élevées des pâtes cimentaires durables en assurant un étalement correct lors de l'arrêt de l'écoulement.
- Validation du modèle proposé en utilisant le rhéomètre AR-2000 -TA instrument avec une géométrie plan-plan rugueuse.

## **2. STRUCTURE DE LA THESE**

La stratégie de recherche qui a été suivie afin d'atteindre les objectifs spécifiés dans la section précédente et les résultats obtenus sont décrits dans les chapitres suivants :

Le chapitre II présente un examen détaillé sur les notions générales de la rhéologie des matériaux cimentaires, D'autre part, ce chapitre est organisé de manière à présenter la discussion et une revue critique de certains des résultats publiés sur les modèles de rhéologie générale pour prédire le comportement d'écoulement des matériaux cimentaires. Les facteurs affectant la rhéologie des composites cimentaires autres que les constituants tels que la séquence de malaxage, l'hydratation du ciment, la température, la finesse des

particules de ciment, et la phase de vibration pendant et après le coulage sont soulignées dans le même chapitre. Enfin, l'effet des nano matériaux sur les propriétés rhéologiques et les modèles utilisés pour prédire leur comportement d'écoulement sont une partie essentielle de ce chapitre.

Dans le chapitre III, nous avons présenté une synthèse bibliographique sur les différents matériaux utilisés dans ce cadre avec les éléments impliqués dans les processus physico-chimiques d'interaction ciment-superplastifiant. Plusieurs caractéristiques clés de la composition du ciment et des processus d'hydratation du ciment sont également présentées. D'autre part, un examen détaillé sur les deux grandes familles desuperplastifiants, de leurs modes d'action et des facteurs pouvant influencer leur adsorption sur le ciment est également fourni.

Le chapitre IV est consacré sur les choix expérimentaux pour les études rhéologiques des pâtes cimentaires durables. AR2000-TA-Instruments avec une géométrie de type vane est préférentiel au système à cylindres coaxiaux, pour plusieurs raisons : notamment la suppression de l'effet de paroi. Par ailleurs, nous avons abordé les différents problèmes que l'on peut rencontrer en rhéologie expérimentale et apporter des solutions pour limiter ces phénomènes. D'autre part, Pour toutes les mesures rhéologiques, le protocole d'essai présenté a été retenu pour tous les pâtes étudiés, ce dernier ayant été choisi en parallèle avec les phases de malaxage, de pompage et de mise en place du béton frais. En fin, Les différents matériaux nécessaires pour la formulation des pâtes cimentaires durables : ciment, superplastifiants et les nouvelles sources d'additions ont été caractérisés suivant les méthodes et les normes les plus appropriées (Algérienne NA, françaises NF et européen EN).

Le chapitre V est consacré à l'étude expérimentale sur les comportements rhéologiques des pâtes cimentaires avec des seuils d'écoulements (faible, moyen et élevé) à base des nouvelles sources des additions cimentaires supplémentaires qui **n'a été abordé dans aucun travail** sous l'essai de cisaillement du type Couette co-axiaux. D'autre part, nous avons proposé des paramètres à juger et à comparer, principalement dans le but de comparer et d'évaluer l'indice d'écoulement de la pâte cimentaire en fonction des rôles de ces nouvelles sources d'ajouts cimentaires sur les comportements rhéologiques, y compris la viscosité, la contrainte critique, le phénomène de thixotropie et surtout le comportement

d'épaississement par cisaillement de la pâte cimentaire durable, et de fournir des informations utiles pour la conception, la préparation et les applications du béton durable.

Enfin, et comme une **originalité** de la thèse, dans le chapitre VI on a réfléchi sur une procédure expérimentale simple à réaliser pour la détermination des seuils de cisaillement des matériaux à seuil élevé, par la suite, on a validé les résultats expérimentaux par une modélisation mathématique. En effet, à faible étalement par rapport à l'état d'affaissement et à l'arrêt de l'écoulement, n'est pas nécessairement de limiter le comportement d'écoulement dans un seul régime (régime d'affaissement), et peut conduire à un autre modèle. Par conséquent, le nouveau modèle proposé a été développé afin d'estimer correctement la contrainte critique de la pâte cimentaire en assurant un étalement correct lors de l'arrêt de l'écoulement. Pour ce faire, l'élément métallique a été appliqué pour pousser la zone non déformée, éliminer les pics, le bord relevé et le creux irrégulier sur le bord supérieur de la pâte après le soulèvement du moule rempli.

Pour finir, chaque phase de cette étude, **les principales conclusions** et **recommandations** pour les recherches futures sont présentées.

# CHAPITRE

## Notions générales sur la rhéologie des matériaux cimentaires



## 1. INTRODUCTION

Le béton de ciment est une dispersion très concentrée de granulats solides en suspension dans un liquide visqueux de pâte de ciment. La pâte de ciment est un fluide non uniforme composé de grains de ciment dispersés dans l'eau. Comme la taille des matériaux dans le béton varie de mm en cm, il présente des propriétés fluides compliquées [1, 2]. L'impact sur les processus de coulage, de consolidation et de moulage, qui peut affecter la résistance à long terme du béton durci, nécessite l'évaluation des qualités du béton frais. Les problèmes d'alvéolage et de ségrégation, par exemple, peuvent être causés par une uniformité et une maniabilité insuffisantes. Par conséquent, de solides qualités rhéologiques sont requises pour le béton frais pendant le pompage et le coulage. La pompabilité, la consistance, la maniabilité, la compactabilité, la mobilité et la facilité de finition ont toutes été utilisées pour décrire les propriétés du béton frais dans le passé [3]. Il s'agissait toutefois de procédures empiriques basées sur une analyse qualitative qui ne fournissait qu'une seule valeur. L'essai d'écoulement/de table d'étalement, l'essai d'affaissement, l'essai en entonnoir en V et l'essai de la boîte en L sont les essais les plus connus pour déterminer les qualités fraîches du béton. Comme une petite modification dans l'exécution peut donner des résultats différents, ces tests se sont avérés très sensibles [3]. Par conséquent, des méthodes permettant de caractériser les qualités du béton frais à l'aide de grandeurs physiques doivent être développées.

La rhéologie fait référence à la déformation et à l'écoulement des matériaux lorsque des contraintes et des taux de cisaillement sont appliqués. En 1920, Bingham a inventé le terme "rhéologie". Les courbes d'écoulement qui relient la contrainte critique, le taux de cisaillement et la viscosité plastique peuvent mieux expliquer la fluidité du béton frais. Les paramètres rhéologiques peuvent être utilisés pour quantifier et évaluer scientifiquement les qualités du béton dans sa forme fraîche. La rhéologie est liée aux qualités du béton frais telles que la fluidité (frottement interparticulaire, cohésion et viscosité), la compactabilité (densité et tassement des particules) et la stabilité (ressuage, ségrégation).

Ferraris et al. (1992) ont découvert que les paramètres rhéologiques du béton frais sont associés à la ségrégation, à la pression de pompage, à la qualité de la surface et à la pression du coffrage. Il a également été découvert que la diminution de la viscosité plastique réduit la pression de coffrage tout en augmentant le risque de ségrégation [4].

De même, lorsque la contrainte critique augmente, la pression de pompage du béton ferme augmente. Pour obtenir un bon état de surface avec une faible pression de pompage et sans

ségrégation, une combinaison appropriée de caractéristiques rhéologiques est nécessaire. Les mesures rhéologiques, plutôt que les essais d'écoulement d'affaissement, peuvent être utilisées pour évaluer l'ouvrabilité du béton à haute performance, selon Roussel et Perrot [5-7] ont montré que la thixotropie de la pâte de ciment permet de réduire la pression de coffrage, et que ce phénomène de build-up structurel est avantageux dans le cas du coulage multicouche.

Depuis le béton ordinaire vibré jusqu'au béton autoplaçant, l'impact des paramètres de rhéologie et du débit sur la pression de pompage se modifie. Plusieurs tests empiriques ont été utilisés auparavant pour relier les propriétés à l'état frais aux quantités mesurées. Pour simuler l'écoulement du béton, des essais rhéométriques et divers modèles ont été donnés. Les rhéomètres sont préférés car ils fournissent des mesures physiques qui sont liées au comportement d'écoulement sous-jacent du béton. Ces données peuvent être utilisées pour prévoir la fluidité du béton frais pour des applications telles que l'impression 3D de béton et le béton autoplaçant. La modélisation du béton est utilisée pour mieux anticiper correctement le comportement d'écoulement à partir de sa composition, car elle produit des valeurs plus précises une fois qu'elle est entièrement terminée. Quelques-uns d'entre eux ont été trouvés indirectement liés aux mesures rhéologiques en raison des limitations des équipements de mesure. Certains ne donnent qu'un seul paramètre, ce qui est inadéquat pour prédire l'écoulement du béton frais. De plus, les effets des nano-composites ou les propriétés des agrégats tels que la texture de surface, la taille et la forme n'ont pas été pris en considération dans plusieurs modèles. Une revue critique de ces modèles d'écoulement employés pour la prédiction du comportement d'écoulement des matériaux cimentaires est donc présente dans ce chapitre.

L'utilisation de nanomatériaux dans le béton pour obtenir des caractéristiques modifiées a augmenté de façon considérable ces dernières années. L'utilisation de nanomatériaux dans le béton, en particulier, est employée pour modifier le comportement du matériau et obtenir des qualités mécaniques et de durabilité améliorées [8]. Les nanomatériaux peuvent augmenter de manière significative le taux d'hydratation des matériaux cimentaires en fournissant des sites de nucléation supplémentaires pour la précipitation et la croissance du gel d'hydrate de silicate de calcium. Les attributs mécaniques et de durabilité améliorés sont dus aux produits d'hydratation modifiés [9]. En raison de la grande surface spécifique, la demande en eau augmente et l'ouvrabilité globale de la matrice diminue. Des superplastifiants aux dosages appropriés sont utilisés pour améliorer l'ouvrabilité et les qualités rhéologiques du béton imprimé.

## 2. CONCEPTS DE BASE DE LA RHEOLOGIE

### 2. 1. Tenseur des contraintes en cisaillement simple

Dans le contexte de la mécanique des milieux continus, la description des contraintes et des déformations est nécessaire selon une forme tensorielle. Une loi de comportement est par conséquent une relation tensorielle entre contrainte et déformation. Le tenseur des contraintes  $\sigma$  peut être décomposé en deux termes :

- La pression hydrostatique  $p$  ;
- Le déviateur des contraintes  $T$  qui se rapporte aux contraintes tendant à déformer le fluide.

$$\sigma = -p.I + T$$

Où  $p$  est la pression et  $I$  est le tenseur identité.

Lors d'un écoulement, les éléments du fluide sont susceptibles de se déplacer les uns par rapport aux autres, ce qui conduit à des vitesses différentes d'un point à un autre. Le tenseur de gradient de vitesse  $\nabla u$  est par conséquent non nul. Les termes sur la diagonale de  $\sigma$  traduisent les forces de traction ou de compression, tandis que les autres caractérisent les forces associées au cisaillement.

La formule de comportement, en général, fait le lien entre le déviateur des contraintes  $T$  et le tenseur de vitesse de déformation  $D$  qui est la partie symétrique du tenseur des gradients de vitesse :

$$D = \frac{1}{2} (\nabla u + (\nabla u)^T)$$

Où  $\nabla u$  désigne la vitesse.

En principe, la forme tensorielle de la loi de comportement est très compliquée pour être définie expérimentalement. L'objectif du rhéomètre est de réaliser des écoulements simples qui permettent d'extraire une forme tensorielle simplifiée, valable pour ces types d'écoulements. Le cas le plus simple est celui d'un cisaillement effectué entre deux plans parallèles, l'un fixe et l'autre en mouvement de translation selon l'axe  $Ox$ , animé d'une vitesse  $u_0$ . Dans le cas d'un écoulement laminaire, on peut considérer que la structure du fluide se trouve sous la forme de couches extrêmement fines (Voir figure II. 1), la déformation du matériau se réalisant par glissement relatif des couches les unes par rapport aux autres, sans

transport de matière d'une couche à l'autre. Il en résulte des forces de frottement nommées forces de cisaillement qui sont exercées tangentiellement à la surface de chaque couche. La simplification ci-dessous est apportée dans le cas d'un cisaillement simple :

$$\sigma = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & 0 \\ \sigma_{xy} & \sigma_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{zz} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -p & T_{xy} & 0 \\ T_{xy} & -p & 0 \\ 0 & 0 & -p \end{bmatrix}$$

$$D = \gamma/2 \begin{bmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

Où  $\gamma$  représente le taux de cisaillement ou le gradient de vitesse, et  $\sigma_{xy}$  la contrainte de cisaillement.

Il est habituel de relier les forces de cisaillement à l'unité de surface sur laquelle elles s'exercent, définissant ainsi la contrainte de cisaillement tangentielle. En rhéologie, il est généralement noté  $\sigma = \sigma_{xy}$  (ou  $\sigma = T = T_{xy}$ ) qui est une grandeur dynamique essentielle de la rhéologie. Par ailleurs, la couche de matériau immédiatement en contact avec le plan fixe a une vitesse égale à zéro ( $u(y=0) = 0$ ), et la couche en contact avec le plan en mouvement a une vitesse  $u_0$ , c'est la condition d'adhérence à la paroi ( $u(y=e) = u_0$ ). Entre ces deux états, la vitesse des couches croît avec la distance au plan fixe.

Supposons un élément de volume infinitésimal localisé au temps  $t = 0$  à une distance  $y$  du plan fixe. A un instant ultérieur  $t$ , ce volume aura parcouru une distance  $d(x, t)$ . Nous définissons le taux de cisaillement  $\gamma$  par :

$$\gamma = \frac{\partial}{\partial y} \left( \frac{\partial d(y, t)}{\partial t} \right) = \frac{\partial u(y, t)}{\partial y}$$

Dans ce type de cisaillement simple, la viscosité dynamique du fluide est une grandeur caractéristique du matériau. Elle est donnée par :

$$\mu = \frac{\sigma}{\gamma}$$

## 2. 2. Contrainte de cisaillement :

Au cours d'un mouvement laminaire de cisaillement, les couches sont animées de mouvement relatif les unes par rapport aux autres : deux couches successives, au contact l'une de l'autre, se déplacent relativement l'une par rapport à l'autre. Il en résulte l'apparition de contraintes qui s'exercent tangentiellement à la surface de la couche [10]. Donc, on peut dire

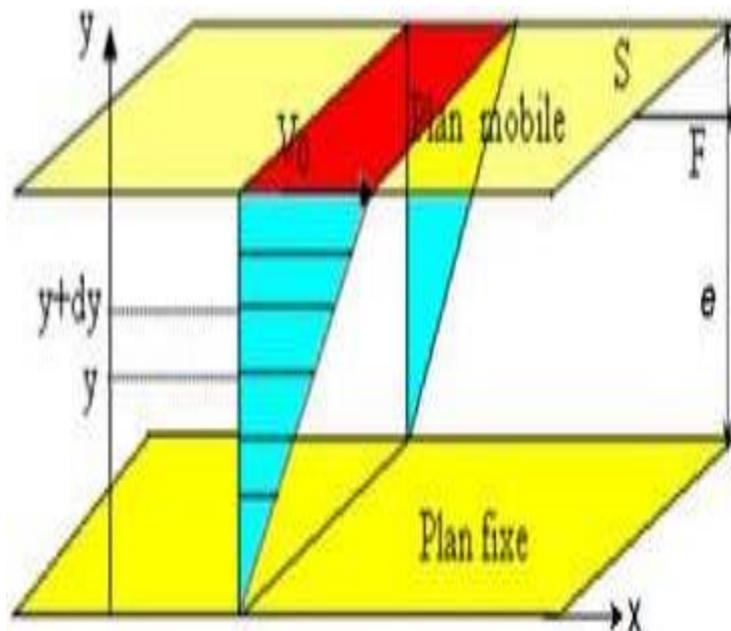
que la contrainte de cisaillement est la force que l'on exerce par unité de surface du fluide:

$$\tau = dF/dS$$

Avec :  $dS$  : surface élémentaire d'une couche cisailée.  
 $dF$  : projection de la force de frottement tangentielle.

### 2. 3. Vitesse de cisaillement :

Considérons un matériau comme un ensemble de couches moléculaires parallèles emprisonnées entre 2 plans parallèles de surface séparés d'une distance  $h$  (Figure II. 1). Un des plans est fixe, et le second est déplacé d'une distance  $dx$  à une vitesse constante de norme  $V_0$ .



**Figure II. 1.** Schéma de la vitesse de cisaillement.

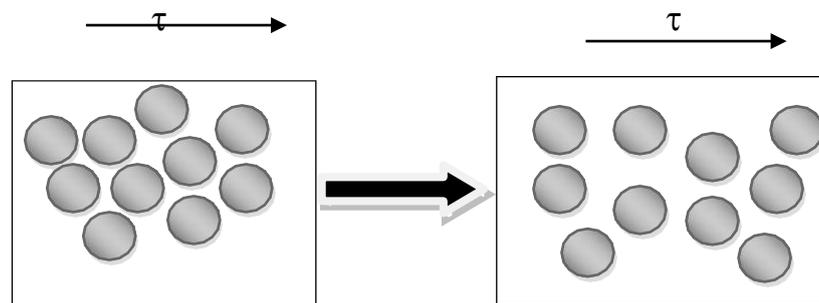
Sous l'effet de la force tangentielle, la première couche moléculaire se déplace à la même vitesse. Les couches inférieures vont se mouvoir dans la même direction mais avec des vitesses de plus en plus petites. Il se crée un *gradient de vitesse* entre les deux plans. Le déplacement entre les deux plans est défini comme *la déformation*, symbole  $\gamma$  suivant la relation:

$$\gamma = dx/dz$$

La norme du gradient de vitesse constant dans tout l'échantillon est définie comme la vitesse de cisaillement. Appelée également vitesse de déformation ou taux de cisaillement, il s'agit de la vitesse de déformation entre deux couches successives voisines du fluide cisailé. Elle est souvent présentée comme étant la dérivée par rapport au temps de la déformation de cisaillement. Et s'exprime en  $s^{-1}$ .

#### 2. 4. Seuil d'écoulement :

En anglais « yield stress », La contrainte appliquée doit dépasser une valeur critique  $\tau_0$ , appelée contrainte seuil pour que l'écoulement commence à se produire. De nombreux auteurs ont précisé cette notion de contrainte seuil. ou  $\tau_0$  est défini comme étant la contrainte de cisaillement minimum à atteindre pour qu'un fluide soumis à une déformation de cisaillement s'écoule. En dessous de cette valeur, ce dernier se comporte comme un pseudo solide (pas de déformations permanentes) [11]. Diverses appellations existent dans la littérature parmi lesquelles le seuil de plasticité, le seuil de cisaillement, le seuil de rigidité, la contrainte seuil ou le seuil de cisaillement, ...etc.



a) Configuration fermée au repos.

b) configuration ouverte sous cisaillement.

**Figure II. 2.** Changement de configuration d'empilement des particules sous cisaillement [12].

Il existe deux seuils d'écoulement conduisant à des notions physiques très différentes [12]:

- Le seuil de cisaillement statique  $\tau_s$  est la contrainte nécessaire à fournir pour déclencher l'écoulement du matériau. Il correspond à la contrainte minimale fournie pour obtenir le premier signe d'écoulement (passage de l'état statique à l'état viscoplastique). Sa mesure est faite sur une suspension totalement structurée et donc vierge de toute sollicitation par application d'une contrainte croissante jusqu'à la valeur provoquant l'écoulement du matériau.

- Le seuil de cisaillement dynamique  $\tau_0$  est la contrainte minimale pour stopper l'écoulement (passage de l'état viscoplastique à l'état solide). Il est obtenu par interpolation de la courbe d'écoulement à une vitesse de cisaillement nulle.

La contrainte seuil statique est généralement supérieure à la contrainte seuil dynamique en raison de l'état de déstructuration de la matière ce à l'écoulement de la matière cisailé [13]. Le seuil de cisaillement statique est relié au seuil dynamique par la relation :

$$\tau_s = \tau_0 + \tau_d$$

Où  $\tau_d$  est la résistance additionnelle causée par la variation de l'empilement des particules lorsque la vitesse de cisaillement passe de 0 (empilement dense, figure II. 2 a) à une valeur non nulle (empilement ouvert, figure II. 2 b).

## 2. 5. Viscosité

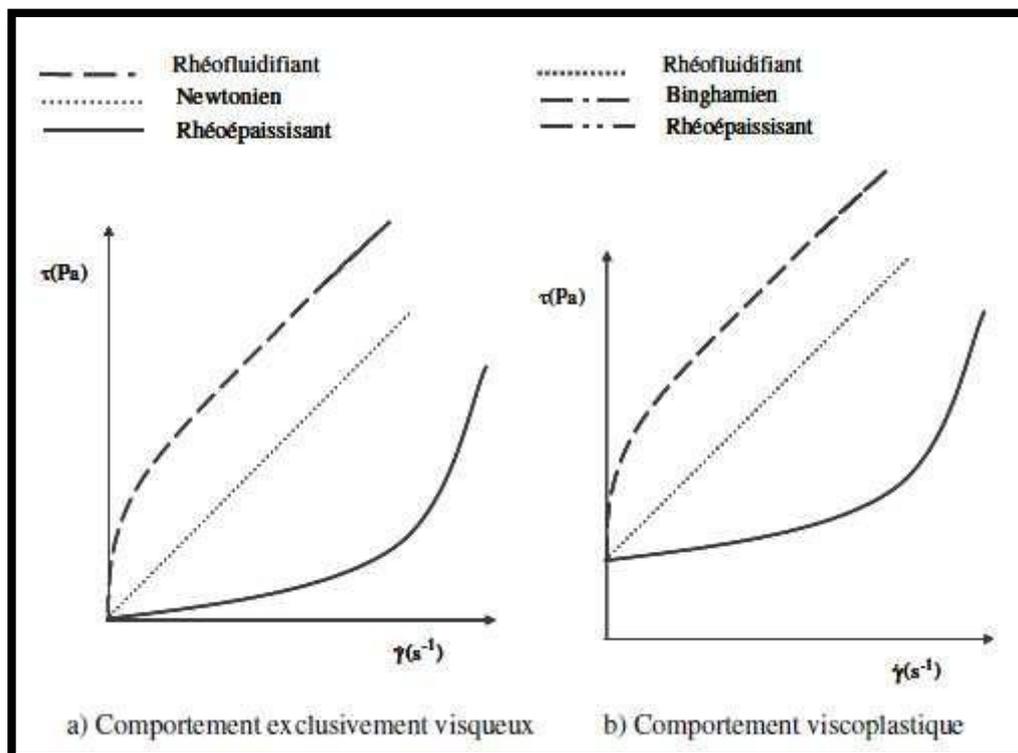
La viscosité dynamique ou viscosité apparente du fluide caractérise la capacité de mouvement (diffusion) d'une molécule dans un environnement encombré par les autres molécules (friction). Elle correspond à la caractéristique du fluide qui engendre des forces de frottement lorsqu'il est mis en écoulement. Elle est définie mathématiquement comme le rapport entre la contrainte de cisaillement  $\sigma$  et le taux de cisaillement  $\gamma$  :

$$\mu = \frac{\sigma}{\gamma}$$

## 2. 6. Mécanisme des phénomènes rhéofluidifiant-rhéopaisissant

Les comportements les plus rencontrés dans les fluides sont montrés sur la figure II. 3. Les fluides rhéopaisissant (FRP) sont des fluides non newtoniens, également appelés fluides dilatants, qui se caractérisent par une augmentation significative de la viscosité lorsque le taux de cisaillement appliqué atteint une valeur critique (figure II. 4). En général, les FRP sont des dispersions bi-phasées, composées de particules de taille nanométrique ou micro et du fluide dans lequel les particules sont dispersées. Le FRP présente une faible viscosité à des taux de cisaillement inférieurs à une valeur critique et une viscosité élevée à des taux de cisaillement supérieurs à la valeur critique. La théorie d'ordre-désordre et la théorie des hydro-clusters sont des mécanismes traditionnels expliquant le comportement rhéopaisissant. La théorie de

l'ordre et du désordre décrit la structure de l'écoulement qui passe de couches ordonnées à une structure désordonnée lorsque le taux de cisaillement augmente, ce qui entraîne une augmentation des forces de traînée entre les particules. La théorie des hydro-clusters décrit la tendance des particules à former des clusters sous l'effet de la contrainte de cisaillement, ce qui entraîne une augmentation des forces de traînée entre les particules (Figure II. 4). Contrairement aux rapports précédents, qui suggéraient que la formation des grappes de particules et les forces hydrodynamiques seules sont les causes principales et responsables du comportement rhéoépaississant dans les suspensions colloïdales concentrées, Hoffman [14] a proposé une autre théorie basée sur les contacts physiques des particules. Selon le modèle d'Hoffman, avant l'étape d'épaississement par cisaillement, les particules s'arrangent en couches (épaisseur  $\sim$  une à plusieurs particules) et au début de l'épaississement par cisaillement, une force hydrodynamique tend à pousser la particule à sortir de ces couches. Dans ce processus, les particules interagissent les unes avec les autres par le contact physique ou par regroupement. Les forces de frottement et de lubrification sont également impliquées de manière significative dans l'épaississement par cisaillement.

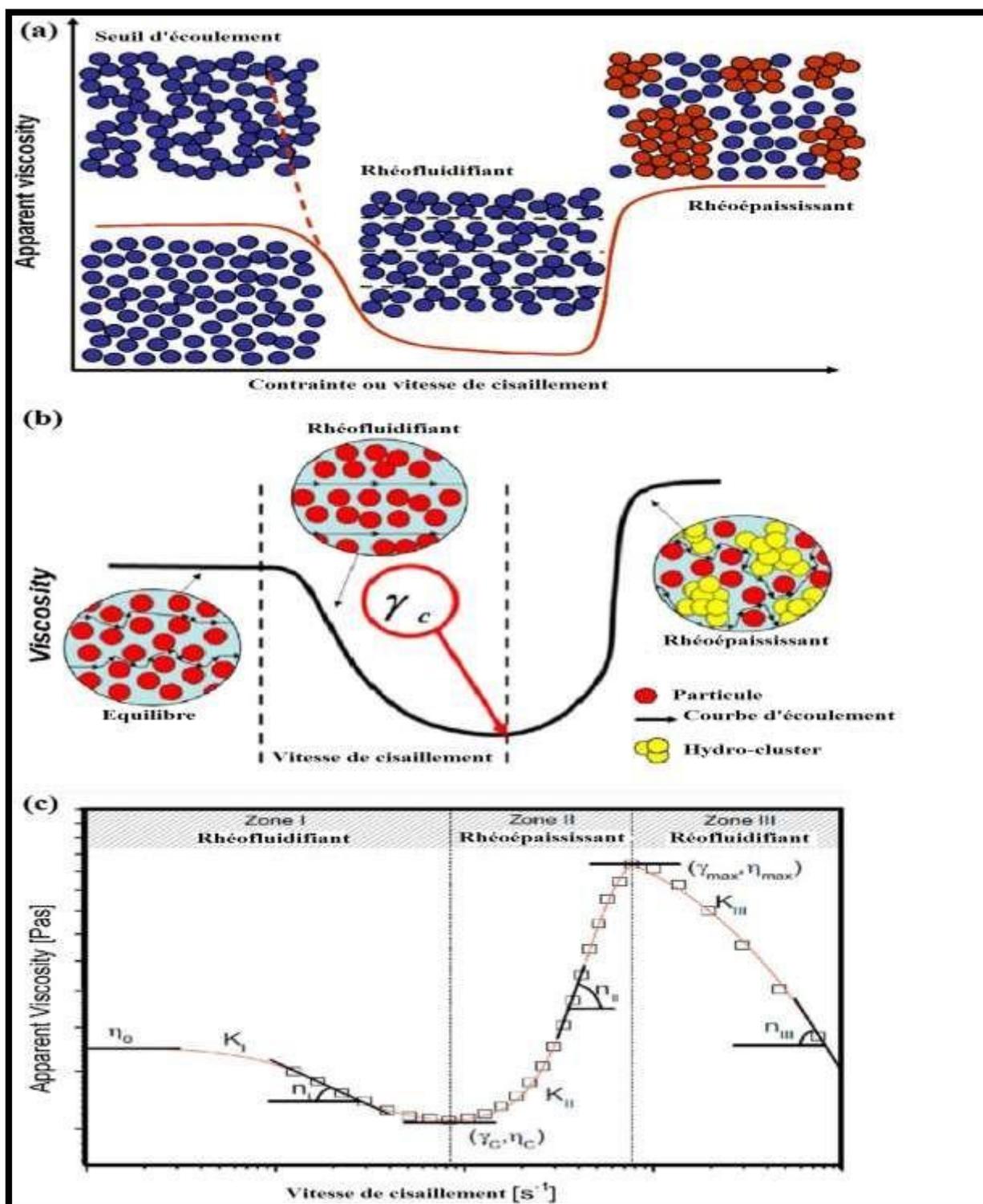


**Figure II. 3.** Lois de comportement en régime stationnaire.

Les simulations et les nouveaux modèles suggèrent que le contact frictionnel direct joue un rôle majeur dans l'épaississement par cisaillement continu et discontinu [15-17]. Pour étudier

cette affirmation, Lin et al. [18] ont étudié le comportement d'épaississement par cisaillement en interaction avec des particules de silice et de latex de taille micrométrique afin de déterminer les contributions des forces hydrodynamiques ainsi de contact dans le processus d'épaississement par cisaillement. La figure II. 4 montre les contributions hydrodynamiques et de contact à la viscosité totale. Selon ce graphique, en augmentant le taux de déformation, la contribution de contact augmente, tandis que la contribution hydrodynamique reste constante au fur et à mesure que la suspension s'épaissit. Ce phénomène démontre l'influence importante des forces de contact sur l'épaississement par cisaillement continu de cette suspension de silice. Selon les résultats, les forces de contact dominant non seulement dans l'épaississement par cisaillement discontinu mais aussi dans l'épaississement par cisaillement continu, qui est directement sous l'influence des interactions de friction. Dans les "modèles rhéologiques de contact" [17], à des faibles taux de cisaillement, l'hydro-clustering domine. En raison de la rhéologie sans contact, les répulsions et la petite taille des particules conduisent à un épaississement léger au début du processus d'épaississement [19,20]. Au point d'épaississement, les forces de contact augmentent considérablement et les particules colloïdales entrent en contact les unes avec les autres à des taux de cisaillement élevés. Les particules en contact génèrent les réseaux de contact qui s'étendent dans la suspension. Ainsi, les forces de contact sont des facteurs majeurs dans le mécanisme d'épaississement par cisaillement des suspensions colloïdales denses.

Nous pouvons conclure qu'à faible contrainte de cisaillement, il n'y a pas de contacts significatifs entre les particules et que les forces de lubrification hydrodynamique entraînent un comportement newtonien ou un épaississement par cisaillement. Après une contrainte critique, la lubrification s'effondre et les forces de frottement produisent des chaînes de force, qui génèrent l'épaississement discontinu par cisaillement [16,17]. Les transitions de brouillage transforment les systèmes de particules de type fluide en solides amorphes avec une contrainte critique limitée lorsque le tassement de la fraction des particules augmente au-delà d'une valeur critique [21]. Néanmoins, il n'y a pas de blocage complet et un état fragile existe, qui s'écoule et se bloque périodiquement. Avec l'augmentation de la contrainte, le réseau de force change vers un état plus dense jusqu'à ce qu'un état de cisaillement complet soit atteint. Le cisaillement renvoie les particules dans des structures anisotropes qui génèrent de grands clusters.



**Figure II. 4. (a-b).** Comportements rhéofluidifiant-rhééoépaississant des suspensions colloïdales. (c). Courbe de viscosité typique d'une FR (Données expérimentales obtenues à partir d'une suspension d'Aerosil<sup>®</sup> R816 dans du PPG à 25°C. Réimprimé à partir des références [22-24], avec autorisation.

Dans le cas d'interactions hydrodynamiques sans frottement entre les particules en suspension, ces hydro-clusters entraînent une augmentation régulière et réversible de la viscosité (épaississement continu par cisaillement). Mais, les contacts frictionnels génèrent les grands sauts, l'augmentation rapide et irréversible de la viscosité associée à un épaississement par cisaillement fort et discontinu.

### **3. LES MODELES RHEOLOGIQUES DES MATERIAUX CIMENTAIRES**

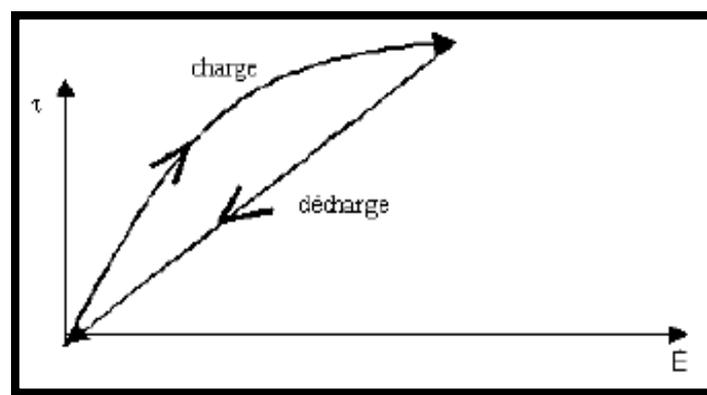
Les propriétés rhéologiques de la pâte cimentaire sont directement liées à la maniabilité, la fluidité et la consistance du béton. Le comportement rhéologique de la pâte de ciment est complexe car il dépend de plusieurs paramètres comme le rapport eau/liant, les adjuvants chimiques, le taux de cisaillement et les matériaux cimentaires supplémentaires [11]. Les modèles rhéologiques prennent en compte plusieurs facteurs qui ont une grande influence sur la rhéologie de la pâte cimentaire, et il est nécessaire de les prendre en compte pour obtenir des meilleures approches. En raison de l'influence de plusieurs facteurs dans le modèle rhéologique de la pâte de ciment, le comportement d'écoulement ne peut pas être prédit avec les meilleures courbes d'ajustement en utilisant un seul modèle [11]. Le béton frais présente un comportement fluide avec un seuil d'écoulement qui est la contrainte minimale requise pour initier l'écoulement. Initialement, la valeur de la contrainte de cisaillement s'incline avec le temps sans aucun écoulement. Tant que, l'écoulement en régime permanent approche, les courbes d'écoulement du béton à l'état frais suivent les modèles de Bingham ou de Hershel Bulkley. Cependant, les modèles de seuil d'écoulement s'avèrent inadéquats entre deux états d'équilibre successifs pour définir la fluidité en raison de la nature thixotropique d'un matériau cimentaire.

#### **3. 1. LA THIXOTROPIE ET ANTITHIXOTROPIE**

##### **3. 1. 1. La thixotropie**

Un matériau est thixotrope, s'il floccule au repos et devient fluide sous l'effet du cisaillement. La pâte cimentaire dans le mortier ou le béton est responsable du comportement thixotrope en raison de sa nature colloïdale. Les valeurs de viscosité diminuent avec le temps sous cisaillement constant pour un fluide thixotrope. Initialement, le taux de cisaillement augmente de zéro à une valeur spécifique, puis diminue pour revenir à zéro. La boucle d'hystérésis se forme avec une courbe descendante qui suit un chemin différent.

L'aire sous la courbe indique le degré de thixotropie du matériau comme le montre la figure II. 5 [25,26]. Dans le béton, les réactions d'hydratation commencent lorsque le ciment est mis en contact avec l'eau, puis la viscosité commence à évoluer. Le comportement thixotrope d'un fluide dépend de la viscosité apparente  $\mu$  ( $\mu = \tau/\gamma$ ), où  $\tau$  désigne la contrainte de cisaillement et  $\gamma$  le taux de cisaillement. Les grandeurs de  $\tau$  et  $\gamma$  dépendent de la floculation ( $\lambda$ ) du matériau. Dans la littérature, divers modèles sont généralement employés avec les équations constitutives basées sur  $\lambda$ . Ces études définissent  $\lambda$  comme une différence entre le taux de floculation et de défloculation d'un matériau en raison de son écoulement, qui se trouve directement proportionnel au taux de cisaillement [27].



**Figure II. 5.** Boucle d'hystérésis du comportement thixotrope.

Avec la thixotropie, deux aspects de floculation au repos et de défloculation sous écoulement se produisent. Des recherches précédentes sur le béton auto-plaçant (BAP) ont révélé que la compréhension et la mesure de la floculation sont plus critiques en termes de mesure de la pression de coffrage et de l'extrudabilité de l'impression 3D [28]. Par conséquent, la plupart des chercheurs se sont concentrés sur le phénomène de floculation pour quantifier le comportement thixotrope [6]. Cependant, en considérant les équations des études précédentes, Roussel a proposé un modèle pour la thixotropie du béton basé sur l'hypothèse que la contrainte au repos augmente avec une fonction linéaire du temps, exprimée mathématiquement dans l'équation (1).

$$\tau = (1 + \lambda) \tau_0 + \mu_p \gamma \quad (1)$$

$$\frac{\partial \lambda}{\partial t} = \frac{1}{T} \alpha \lambda \gamma \quad (2)$$

Où,  $\tau_0$  est la contrainte critique,  $\mu_p$  est la viscosité plastique,  $1/T$  est le terme de structuration et  $\alpha$  est un paramètre thixotropique. En supposant que le temps caractéristique de floculation est plus grand que le temps caractéristique de défloculation et après intégration, l'équation (3) est la suivante :

$$\lambda = \lambda_0 e^{-\alpha\gamma t} \quad (3)$$

Après avoir mis la valeur de  $\lambda$  dans l'équation (1), la contrainte critique est alors de

$$\tau = (1 + \lambda_0 e^{-\alpha\gamma t}) \tau_0 + \mu_p \gamma \quad (4)$$

Le deuxième terme de l'équation (4) est lié au taux de déstructuration. Cet état est lié à l'histoire de l'écoulement. Pendant le malaxage, le béton subit à un taux de cisaillement maximal. Cela signifie que la floculation  $\lambda$  et la contrainte critique apparente thixotropique  $\lambda\tau_0$  deviennent nulles. Cependant, après avoir traversé diverses étapes pendant le coulage,  $\lambda$  prendra une certaine valeur selon l'équation (2).

Au repos, lorsque le taux de cisaillement est égal à zéro, la contrainte critique apparente est égale à :

$$\tau_0(t) = (1 + \lambda) \tau_0 = \tau_0 + \tau_0 \frac{t}{T} = \tau_0 + A_{thix} t \quad (5)$$

$$\text{Où } A_{thix} = \frac{\tau_0}{T}$$

Où,  $\tau_0(t)$  indique l'évolution de la contrainte critique en fonction du temps. Ce modèle décrit mieux la structuration au repos. Cependant, il ne permet pas de mesurer l'état de structuration pour un temps de repos supérieur à 60 s [5].

Le contrôle du taux de structuration est le facteur le plus important dans le cas du coulage multicouche [5]. La première couche doit développer un niveau important de seuil d'écoulement pour supporter le poids des couches supérieures. De plus, une structuration rapide peut provoquer une faible liaison d'interface entre les couches successives d'un béton imprimé en 3D [29]. La première couche doit être stable pour supporter le propre poids ainsi que les couches supérieures. Ce phénomène de constructibilité en impression 3D dépend notamment du seuil d'écoulement. Ce paramètre est développé par la première couche après le temps de repos  $\Delta t$ , est donnée par l'équation (6).

$$\tau_0(\Delta t) = \tau_0 + A_{thix} \Delta t \quad (6)$$

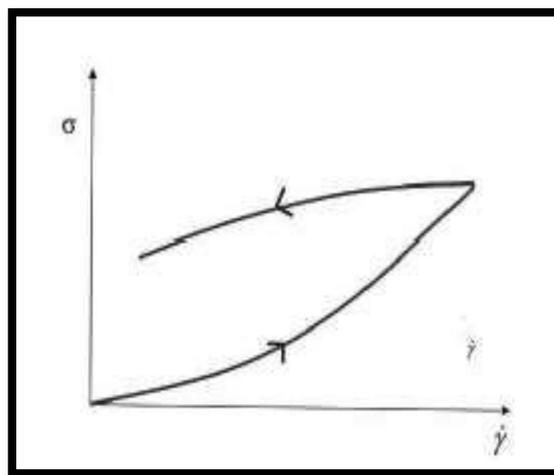
Où  $\Delta t$  est le temps de repos de la première couche,  $V$  et  $h$  sont le volume et la hauteur de béton de la deuxième couche,  $\mu_p$  est la viscosité plastique et  $\Delta t_c$  est le temps critique après lequel les deux couches ne se mélangent plus [5]. Selon Roussel, la contrainte critique se développe linéairement à cause de la floculation et des ponts C-S-H entre les grains de ciment pendant une période de dormance de quelques minutes. Cependant, Perrot et al. [30] ont proposé un modèle permettant de prédire et d'optimiser le comportement d'accumulation structurelle précoce des matériaux cimentaires en fonction de l'évolution de sa contrainte critique. Ils ont montré que la contrainte critique croît exponentiellement avec le temps, comme l'illustre l'équation (7).

$$\tau_0(t) = A_{thix} t_c (e^{t_{rep}/t_c} - 1) + \tau_{0,0} \quad (7)$$

Où  $t_c$ ,  $t_{rep}$  et  $\tau_{0,0}$  dénotent respectivement le temps caractéristique ajusté selon la courbe, le temps au repos et le seuil d'écoulement avec un temps au repos nul.

### 3. 1. 2. L'Antithixotropie

Inversement, on trouve également les fluides antithixotropes (très rares), c'est-à dire dont la viscosité apparente augmente avec le temps (figure II. 6), dans les mêmes conditions que pour une expérience de la thixotropie. La structure est organisée par cisaillement. L'antithixotropie est souvent associée à un comportement rhéoépaississant. Il ne faut pas confondre l'antithixotropie et la rhéopexie : ce dernier terme désigne la solidification d'un système thixotrope sous l'effet d'un mouvement doux et régulier [31].



**Figure II. 6.** Rhéogramme d'un système présentant une antithixotropie.

### 3. 2. Modèle de Bingham (BM)

Dans des études antérieures, les courbes d'écoulement ont été rapportées pour s'adapter à divers modèles mathématiques liant la contrainte de cisaillement et le taux de cisaillement. En général, les matériaux viscoélastiques doivent surmonter une certaine valeur de la contrainte critique  $\tau_0$  pour que l'écoulement commence. Une fois que l'écoulement commence, la contrainte de cisaillement  $\tau$  et le taux de cisaillement  $\gamma$ , montrent une relation directe (figure II. 7). La pente de cette courbe d'écoulement définit la viscosité plastique qui est généralement désignée par  $\mu_p$ . Le comportement d'écoulement du béton selon le modèle de Bingham est illustré par l'équation (8).

$$\tau = \tau_0 + \mu_p \gamma \quad (8)$$

Où  $\tau \geq \tau_0$

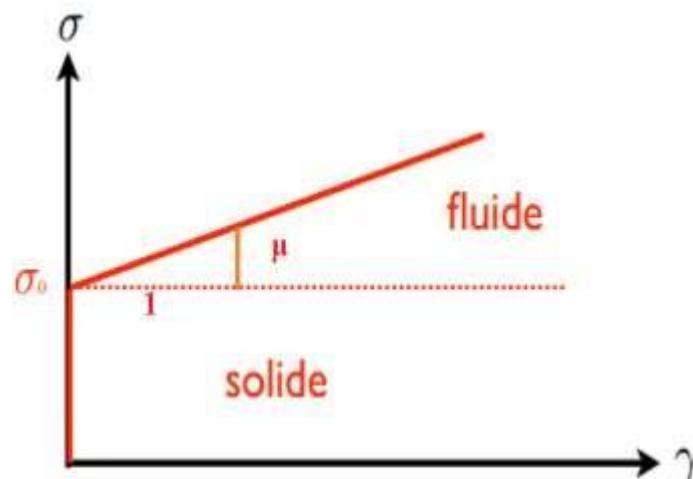
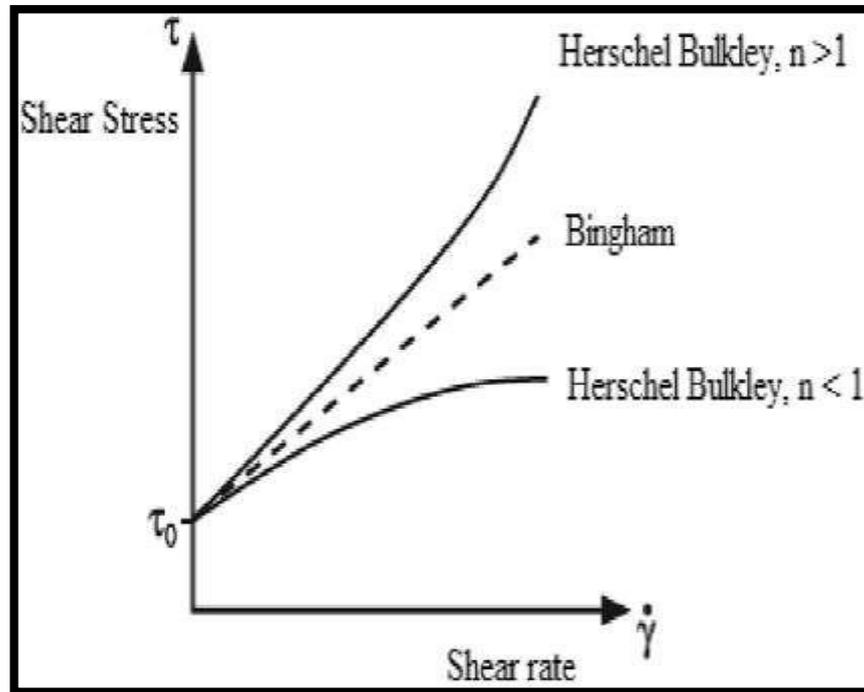


Figure II. 7. Rhéogramme d'un matériau cimentaire binghamien.

### 3. 3. Modèle de Herschel-Bulkley (HB)

Ces dernières années, divers auteurs ont rapporté leurs travaux sur la rhéologie des matériaux cimentaires en utilisant le modèle de Bingham [32-34]. Cependant, pour les mélanges hautement pseudo plastiques, avec un agent modifiant de la viscosité et des matériaux cimentaires supplémentaires (MCS), le modèle de Bingham a donné le moins d'ajustement pour les données expérimentales (figure II. 8), tandis qu'il a été jugé inadapté en cas de partie non linéaire, en particulier dans le cas de comportement rhéoépaississant du BAP [35]. De Larrard et al. ont également signalé une courbe non linéaire entre le couple et la vitesse de rotation pour les mélanges épais, et même le modèle de Bingham a donné des

valeurs négatives pour la contrainte, ce qui est pratiquement impossible (aucun signification physique). Par conséquent, le modèle de Bingham a été jugé non approprié pour prédire les propriétés d'écoulement en cas de non-linéarité.



**Figure II. 8.** Différents comportements rhéologiques [36].

Pour surmonter la faiblesse du modèle de Bingham, Herschel- Bulkley (HB) (Herschel, 1926) a présenté un modèle en combinant à la fois le seuil d'écoulement et l'équation de puissance pour adapter les propriétés rhéologiques du fluide de Bingham dans une partie non linéaire. Mathématiquement, il est représenté par les équations (9) et (10).

$$\tau = a\dot{\gamma}^b \quad (9)$$

$$\tau = \tau_0 + a\dot{\gamma}^b \quad (10)$$

Où,  $a$  est la consistance en  $\text{Pa}\cdot\text{s}^n$  et  $n$  est la puissance ou l'indice pseudo-plastique qui montre la déviation du modèle de Bingham. Rhéoépaississant est le comportement d'un fluide dont la viscosité augmente avec le taux de cisaillement, alors que la viscosité diminue dans le cas contraire (rhéofluidifiant) avec le taux de cisaillement. Le modèle HB décrit efficacement le comportement rhéoépaississant de la pâte cimentaire (Figure II. 8). Pour le comportement rhéoépaississant, la valeur de  $b$  est supérieure à 1 alors que, la valeur de  $b$  inférieure à 1 montre le comportement rhéofluidifiant.

### 3. 4. Modèle de Bingham modifié (BMM)

Le modèle de HB décrit de manière significative le comportement d'écoulement du béton auto-plaçant. Cependant, selon les investigations de Yahia et Khayat utilisant différents échantillons de coulis avec une quantité variable de gomme welan, et un adjuvant à forte réduction d'eau, les valeurs les plus faibles de la contrainte critique ont été rapportées par le modèle HB en cisaillement-épaississement par rapport aux autres modèles rhéologiques pour les mêmes données d'écoulement [33]. Feys et al. [37] ont corrélé cette divergence avec la formulation mathématique. Une surestimation du seuil d'écoulement est obtenue à de faibles taux de cisaillement, en cas de comportement rhéoépaississant. Ainsi, ce modèle est jugé inadéquat pour définir le comportement non linéaire de la courbe d'écoulement.

Un modèle de Bingham modifié (MBM) avec le terme linéaire additionnel a été introduit pour surmonter la déficience du modèle de Herschele Bulkley, comme illustré dans l'équation (11). Le terme de second ordre du taux de cisaillement a été introduit dans le BMM pour mesurer le comportement rhéoépaississant. Comme le modèle BMM a été formulé pour surmonter les divergences entre le modèle de Bingham et le modèle HB, il s'est avéré être une meilleure description de la partie non linéaire de la courbe d'écoulement [38].

$$\tau = \tau_0 + \mu_p \gamma + C\gamma^2 \quad (11)$$

C est le paramètre du deuxième ordre et  $\mu_p$  est la viscosité plastique. Par rapport au modèle HB, le BMM n'a pas de terme contenant la variable (b) et ne montre aucune restriction dans la formulation mathématique pour les comportements rhéoépaississant ou rhéofluidifiant. Une limitation de ce modèle est que le fluide ne doit pas avoir un comportement rhéoépaississant élevé. Par conséquent, l'ajustement des données d'écoulement est limité à un polynôme du second ordre [38,39].

### 3. 5. Modèle de casson

En 1959, Casson a proposé une équation reliant la contrainte d'écoulement à la vitesse cisaillement dans le cas d'une suspension. Il était supposé que les particules dispersées d'une certaine force de cohésion dans une suspension flocculent pour former une structure en chaîne. Cependant, dans le cas de suspensions hautement concentrées, il ne permet pas de prédire l'interaction entre les structures en chaîne [40]. La forme mathématique du modèle de Casson est présentée dans l'équation (12). Il possède deux paramètres ajustables qui peuvent

estimer la viscosité à des taux de cisaillement élevés [34,40]. Cependant, le modèle de Casson s'est avéré être le moins adapté par rapport aux modèles de BM, HB et BMM lors de l'étude des propriétés rhéologiques des nano-matériaux à base de graphène [32].

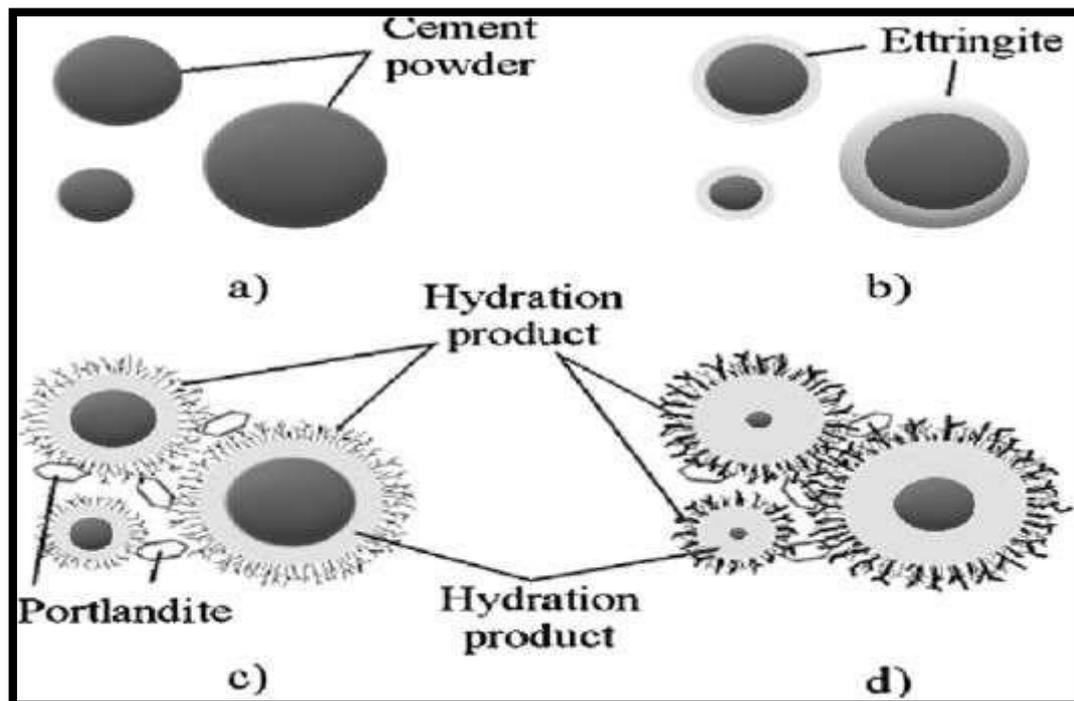
$$\sqrt{\tau} = \sqrt{\tau_0} + \sqrt{\mu_p \dot{\gamma}} \quad (12)$$

#### **4. FACTEURS AFFECTANT LA RHEOLOGIE DES MATERIAUX CIMENTAIRES**

Le béton est un matériau composite multi-phase composé de granulats, de ciment, d'eau, d'adjuvants chimiques et minéraux présents en différentes tailles. La rhéologie du béton dépend principalement de la qualité de ses constituants et de leurs interactions. Auparavant, de nombreux chercheurs ont exploré l'effet des constituants sur la rhéologie du béton [36]. Cependant, il existe un deuxième groupe de facteurs qui affectent également de manière significative la rhéologie des nano-composites cimentaires, tels que l'hydratation et la finesse du ciment, la température, la quantité de la pâte cimentaire, la méthode de malaxage, la vibration, le temps de malaxage, la pression et la teneur en vides. Ces facteurs d'influence sont examinés et discutés dans cette section.

##### **4. 1. Effet de l'hydratation du ciment, la finesse du ciment et de la température**

La rhéologie des matériaux cimentaires peut être corrélée aux propriétés physiques et chimiques du ciment. Il est bien connu que l'hydratation entraîne une perte d'eau dans le béton, ce qui peut influencer considérablement le comportement d'écoulement. Le ciment Portland ordinaire (C.P.O) est composé de quatre minéraux de base [tri-silicate de calcium ( $C_3S$ ), bi-silicate de calcium ( $C_2S$ ), aluminat tricalcique ( $C_3A$ ) et alumino ferrite tétra calcique ( $C_4AF$ )]. Le tri-silicate de calcium est la phase la plus réactive du ciment car il joue un rôle important dans sa phase d'hydratation précoce et affecte à la fois les propriétés mécaniques et les performances rhéologiques. Les principales phases impliquées au début de l'hydratation sont le  $C_3A$  et le sulfate de calcium, qui conduisent à la précipitation de l'ettringite et du  $C_3S$ , qui forme le silicate de calcium hydraté (C-S-H) et une phase cristalline appelée portlandite (C-H) (figure II. 9).



**Figure II. 9.** Les différentes phases d'hydratation du ciment.

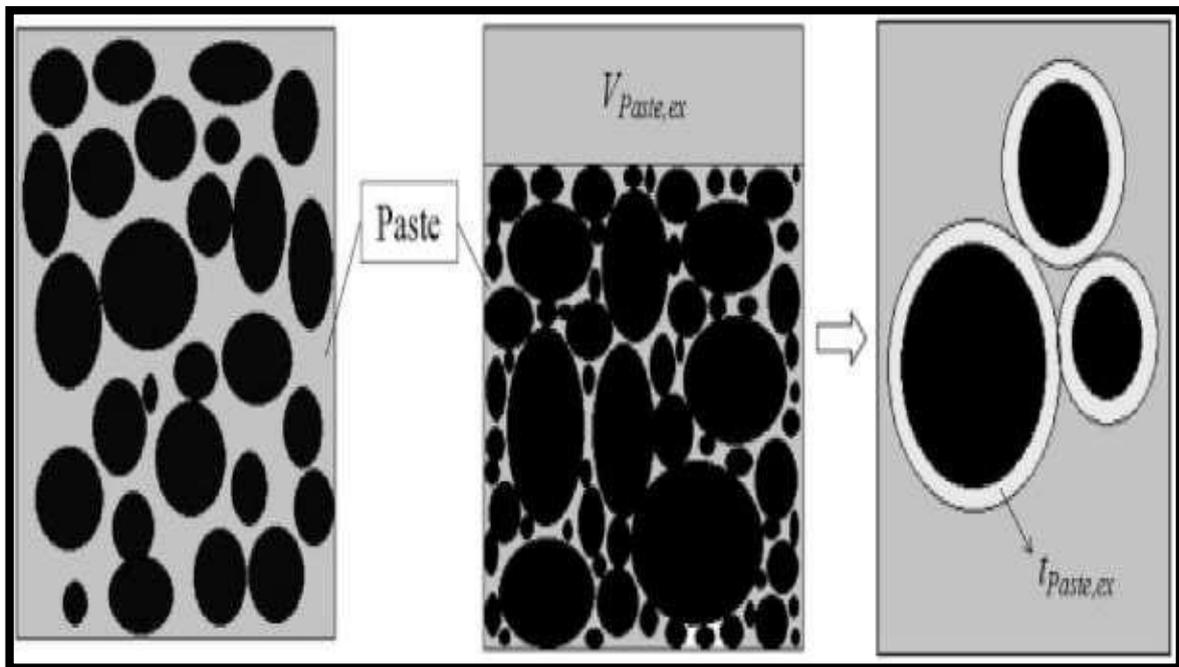
L'hydratation du  $C_3S$  est principalement responsable des propriétés de liaison du ciment car la structure du C-S-H est très fine et très cohésive [41]. Aux premiers stades de l'hydratation, la précipitation de C-S-H conduit à une augmentation de la thixotropie de la pâte de ciment en raison de la formation de ponts entre les grains de ciment. Cependant, après la phase initiale exothermique rapide, la période de dormance des réactions d'hydratation est considérée comme lente, ce qui provoque une précipitation massive de C-S-H et entraîne la prise et le durcissement général du ciment [42]. Le  $C_3A$  est la phase la plus réactive du ciment qui est typiquement présente de 5 à 10% en volume du ciment et son hydratation conduirait à la prise rapide du ciment appelée " flash set " [42]. Par conséquent, pour atteindre une précipitation maximale de C-S-H, les teneurs en sulfate dans l'CPO devaient être contrôlées. Les propriétés du béton frais, telles que la maniabilité, le temps de prise et la rhéologie, sont directement influencées par l'hydratation des matériaux cimentaires. De même, la floculation irréversible en thixotropie est due à la formation de ponts C-S-H entre les particules de ciment. Le dégagement de chaleur pendant les réactions d'hydratation est influencé par les adjuvants chimiques, les proportions du mélange de béton et les conditions de cure [26]. L'hydratation des grains de ciment est d'une importance critique pour être contrôlée dans le cas du béton auto-plaçant (BAP), du béton projeté et de l'impression 3D de béton.

La composition chimique et les caractéristiques physiques des particules de ciment affectent significativement les propriétés rhéologiques du béton imprimé [44]. Hope et al. [45] ont mentionné que les teneurs élevées en  $Al_2O_3$  ou  $C_2S$  dans le ciment augmentent le besoin en eau pour les réactions d'hydratation, tandis que l'ajout d'une quantité élevée de carbonate ou de  $C_3S$  diminue le besoin en eau. Mork et al. [46] ont étudié l'impact du rapport gypse/hémihydrate du ciment sur le comportement rhéologique et ont observé que la valeur du seuil d'écoulement diminue avec la diminution du rapport gypse/hémihydrate pour tout ciment contenant des teneurs élevées en  $C_3A$  et en alcalis. Dils et al. [47] ont analysé l'influence de divers adjuvants chimiques et du degré de finesse du ciment sur les propriétés rhéologiques du béton à ultra-hautes performances. Les plus faibles valeurs d'ouvrabilité ont été observées sur le ciment contenant des teneurs élevées en  $C_3A$ , en alcalins et en finesse.

Wu et al. [48] ont corrélié la viscosité plastique et le seuil d'écoulement avec le temps de durcissement et la température et ont observé que la viscosité augmente avec l'augmentation de la température et la progression de l'hydratation. Avec une augmentation de la température, la prise du ciment est accélérée quel que soit le type de retardateur [49]. Huang et al. [50] ont étudié l'effet de la température sur l'hydratation de la pâte de ciment mélangée avec divers adjuvants de nano silice, nano argile, laitier, fumée de silice et cendres volantes en utilisant le test de croissance statique du rendement. Il a été conclu que le développement structurel est lié à la nucléation du C-S-H, qui est très sensible à la température. L'ajout de minéraux augmente le taux d'accumulation structurelle à haute température, en particulier, la nano silice et la nano argile ont montré un effet prédominant dans le contexte de l'impression 3D [51].

Vom Berg [52] a révélé que le seuil d'écoulement et la viscosité plastique de la pâte de ciment sont corrélés à la finesse du ciment et à la concentration en solides. Lee et al. [53] ont constaté une diminution des valeurs de la viscosité apparente avec l'augmentation de la distribution granulométrique du liant ciment/cendres volantes. En examinant la relation entre les paramètres rhéologiques, la densité des particules et les distributions granulométriques des liants ciment/cendres volantes, Bentz P. et al. [54] ont constaté que ce sont des paramètres critiques influençant la réponse rhéologique. La viscosité et le seuil d'écoulement dépendent toutes deux des caractéristiques des particules utilisées pour préparer le liant ciment/cendres volantes. Chen et al. [55] ont mentionné que l'influence du ciment ultrafin sur les propriétés rhéologiques dépend de l'épaisseur du film d'eau sur les grains de ciment. Avec E/C de 0,24, l'ajout de ciment superficiel augmenterait la contrainte critique et la viscosité.

Cependant, à E/C de 0,22, l'ajout de ciment superficiel diminuerait les valeurs de la contrainte critique et de la viscosité.



**Figure II. 10.** Modèle de béton frais avec théorie de la pâte fraîche [56].

Reinhardt et Wüstholtz [56] ont proposé une équation pour trouver le volume de cette pâte excédentaire.

$$V_{\text{pâte, ex}} = V_{\text{pâte}} - V_{A, \text{vide}} = V_{\text{pâte}} - \frac{m_A}{\rho_A} \left( \frac{\rho_A}{\rho_{A,ap}} - 1 \right) \quad (13)$$

Où  $V_{\text{pâte, ex}}$ ,  $V_{\text{pâte}}$  et  $V_{A, \text{vide}}$ , indiquent respectivement le volume de la pâte en excès, le volume total de la pâte, le volume des vides entre les agrégats,  $m_A$ ,  $\rho_A$  et  $\rho_{A,ap}$ , indiquent respectivement la masse, la densité et la densité apparente des agrégats, comme le montre la figure II. 10.

#### 4. 2. Effet de la méthode et du temps de malaxage

Le malaxage d'une pâte de ciment, d'un mortier ou d'un béton est une action mécanique visant à réduire ou à éliminer les éventuelles in-homogénéités présentes dans le mélange. Le processus de malaxage peut avoir un impact significatif sur la rhéologie et la microstructure du béton frais. De même, les conditions de malaxage, en particulier le type de malaxeur et la séquence de malaxage, ont un impact important sur les propriétés d'écoulement des matériaux cimentaires. Le processus de malaxage doit être intensif et suffisamment long pour briser les

agglomérats, mais il faut veiller à entraver les effets négatifs dus à la présence d'adjuvants ou de nano-matériaux. Roy et Asaga [57] ont observé une diminution de près de 60% de la viscosité plastique et du seuil d'écoulement d'un béton de ciment surmalaxé en raison de la rupture structurelle. En outre, la largeur de la boucle d'hystérésis a diminué avec un mélange sévère. Han et al. ont examiné l'influence des types de malaxeurs sur la rhéologie et la microstructure d'échantillons de pâte de ciment préparés avec une teneur en solides et un w/l variables et en utilisant deux types de malaxeurs selon la norme ASTM C 305 (en utilisant un malaxeur à palettes commun) et ASTM C 1738 (en utilisant un malaxeur à haut vitesse de cisaillement). Une augmentation des valeurs de viscosité plastique a été observée lors de l'utilisation du protocole ASTM C 1738, cependant, même dans un temps prolongé, les valeurs de viscosité ont été trouvées inférieures dans les échantillons préparés en utilisant le protocole ASTM C305.

Yang et al. [58] ont révélé que les méthodes de malaxage influencent de manière significative les propriétés rhéologiques des pâtes de ciment pendant les 2 premières heures. En raison d'un malaxage insuffisant à la main ou à l'aide de pales, les agglomérats de poudre de ciment et de pâte de ciment restent incassables et sont responsables des valeurs des seuils d'écoulements plus élevées. De plus, une quantité significative de particules de ciment à l'intérieur de l'agglomérat reste non hydratée (anhydre) pendant une période plus longue. Ces agglomérats sont principalement responsables des défauts créés dans la microstructure d'une pâte cimentaire mal malaxée [58]. La séquence de malaxage est également très importante en termes de rhéologie [59]. Si les nano-matériaux sont directement ajoutés au mortier ou à la pâte, ils peuvent former des amas, ce qui réduit la maniabilité. Il est donc nécessaire de mélanger les nano-matériaux avec du sable ou du ciment ou d'adopter un processus de sonication pour obtenir l'homogénéité et la fluidité adéquate du mélange de béton [60].

Le malaxage prolongé du béton affecte et modifie considérablement son comportement rhéologique. Cet effet est surtout observé (en raison de l'agitation continue) pendant le transport du béton prêt à l'emploi vers le chantier. Cependant, dans la plupart des cas, la fluidité diminue alors que la rhéologie du mélange augmente. Li et al. [61] ont développé un modèle en étudiant la dépendance au temps des paramètres de Bingham. Les résultats ont montré l'augmentation du seuil de cisaillement et de la viscosité en fonction du temps et de la température. Cependant, l'ajout d'une quantité optimale de réducteurs d'eau à haute gamme au béton, avec un temps d'agitation prolongé, a montré une augmentation du seuil de cisaillement, mais aucun effet n'a été observé sur la viscosité [62]. Dans le cas des pâtes

et mortiers auto-plaçant, l'agitation prolongée augmente la fluidité mais perturbe la structure floculée du mélange, ce qui réduit la viscosité et la stabilité [63].

### **4. 3. Effet des vibrations**

La vibration est généralement utilisée pour le compactage du béton normal. Pendant la vibration, les valeurs du seuil d'écoulement et de la viscosité plastique peuvent diminuer, ce qui rend le béton sensible à la ségrégation. Tattersall et Baker [64] ont expliqué que le béton vibré, ayant des valeurs de viscosité plastique et du seuil d'écoulement, ne suit pas le comportement d'écoulement de Bingham. Hu et De Larrad [65] ont remarqué une diminution de presque la moitié des valeurs du seuil de cisaillement après vibration par rapport au béton non vibré, mais un impact très faible sur la viscosité plastique. Krstulovic et Juradin [66] ont étudié l'impact de la vibration en comparant le rhéomètre de type vibratoire avec le rhéomètre BTRHEOM. Ils ont observé une augmentation de l'ouvrabilité avec l'augmentation de la vitesse de vibration jusqu'à un certain niveau, au-delà duquel elle est constante. Cette valeur maximale d'ouvrabilité est corrélée avec le seuil d'écoulement du béton non vibré.

### **4. 4. Effet de la pression et du divertissement de l'air**

Le pompage du béton est le moyen le plus couramment utilisé sur le terrain pour transporter ce matériau du camion-malaxeur au site de construction. Pendant le pompage, la pression est appliquée au béton, ce qui affecte de manière significative les propriétés rhéologiques du béton. Cependant, ces changements dépendent de la plage de pression et de la conception du mélange de béton, de mortier ou de boues dans le cas des puits de forage [67]. À l'intérieur des pompes, le béton subit un cisaillement intensif qui modifie les paramètres de rhéologie et de maniabilité. Ces propriétés changent en raison de l'absorption de puissance de l'eau par les granulats grossiers et de l'effet de température dû à la friction [68]. Ils ont étudié l'effet de la pression sur le béton à haute résistance (BHP) et ont constaté une augmentation de l'affaissement ; cependant, les valeurs de la contrainte critique et de la viscosité ont diminué. Les auteurs [67] ont observé l'augmentation de la viscosité et du seuil de cisaillement jusqu'à E/C de 0,4 avec une pression de 30 MPa. Par la suite, les résultats ont montré une différence minimale dans la rhéologie. Feys et al. [69] ont conclu, après avoir étudié l'effet de la pression de pompage sur la rhéologie du BAP, que la viscosité diminue avec l'augmentation du temps de pression. Cependant, la contrainte critique peut augmenter ou diminuer en fonction de la teneur en superplastifiant. Une augmentation significative du seuil de cisaillement peut

entraîner une coagulation et une augmentation de la pression, tandis qu'une diminution du seuil d'écoulement entraîne une ségrégation dans le BAP. Des résultats similaires d'augmentation de la contrainte critique et de diminution de la viscosité après l'application d'une pression de pompage ont été rapportés par Secrieru et al. [70].

Les agents d'entraînement d'air sont utilisés pour fournir des bulles d'air dans le béton afin de soulager la pression supplémentaire développée par le gel et le dégel du béton. Habituellement, ces bulles ont une taille de 0,1 mm à 1 mm. Les modifications de la teneur en air ou du vide d'air affectent de manière significative l'affaissement ainsi que la rhéologie des composites à base de ciment. Le seuil de cisaillement augmente alors que la viscosité plastique diminue sans adjuvant réducteur d'eau à haut rendement. Cependant, la viscosité plastique et le seuil d'écoulement augmentent avec l'augmentation de la teneur en air de la pâte cimentaire dispersée avec le réducteur d'eau à haut rendement. Cette hypothèse a été expliquée par la formation de dépôts de bulles [71]. Alors que certains chercheurs établissent un lien entre l'augmentation ou la diminution du seuil de cisaillement et la taille de la bulle d'air, les petites bulles d'air augmentent la contrainte critique tandis que les grandes bulles produisent l'effet inverse [72].

## **5. PROPRIETES RHEOLOGIQUES D'UNE PATE CIMENTAIRE A BASE DE NANO-MATERIAUX**

Le béton est composé de divers matériaux dont la taille varie de 300 nm à 32 mm (la plus grande taille de gravier). Divers nano-matériaux ont été incorporés au béton pour améliorer les propriétés à l'état frais et durci. Les nano-matériaux ont une surface spécifique élevée par rapport au volume (figure II. 11), ce qui les rend plus réactifs chimiquement pendant l'hydratation [73]. La surface plus élevée des nanoparticules augmente leur besoin en eau dans le mélange, ce qui peut entraîner un manque d'eau dispersante dans un système aqueux. Les nano-particules dans les matériaux cimentaires peuvent agir comme des particules de remplissage qui densifient la microstructure, réduisant ainsi la porosité du béton durci [74]. Généralement, les nano-matériaux ont un impact négatif sur l'ouvrabilité en réduisant la fluidité ou la coulabilité en diminuant l'eau libre disponible dans un mélange [69]. L'effet de différents nano-matériaux sur la rhéologie et l'ouvrabilité des composites cimentaires a été discuté dans cette section.

### 5. 1. Nano-silice (SiO<sub>2</sub>)

La nano-silice (NS) est un matériau pouzzolanique très efficace ayant des particules vitreuses environ 1000 fois plus petites que les particules de ciment [75]. La NS est incorporée comme additif pour améliorer la qualité globale, y compris la durabilité, la porosité et la résistance à la compression de la matrice cimentaire. Les NS affectent énormément la cinétique d'hydratation avec leur haute surface spécifique, qui à son tour améliore la microstructure et favorise l'activité pouzzolanique. Pendant l'hydratation, les NS réagissent avec la portlandite Ca(OH)<sub>2</sub> et agissent comme un site de nucléation pour la formation du gel de C-S-H [76]. Cependant, il reste à établir si l'accélération du processus d'hydratation est due à sa réactivité chimique ou à une surface spécifique plus élevée.

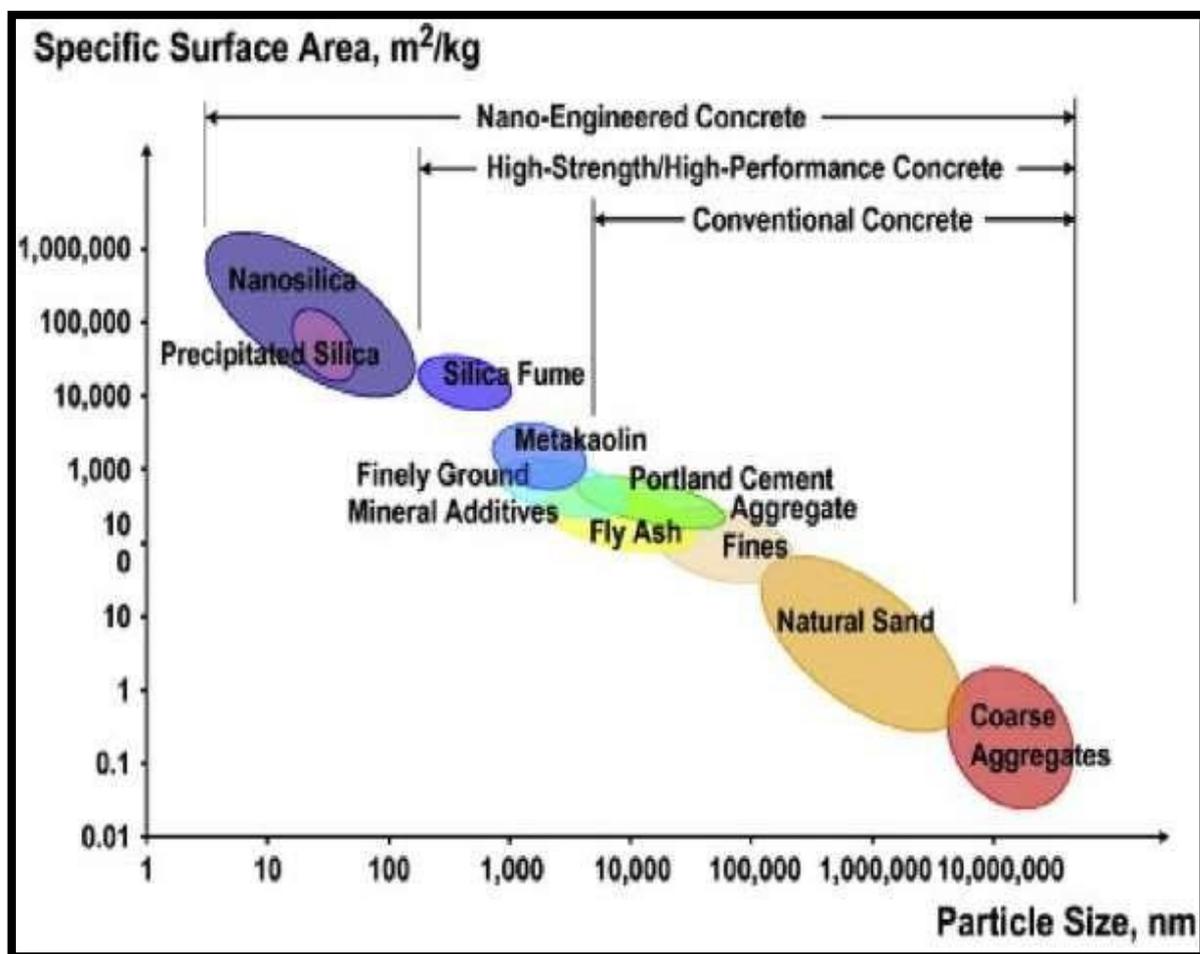


Figure II. 11. Plages de tailles et SSA de divers constituants du béton [77].

Senff et al. [78] ont observé une augmentation significative du processus d'hydratation, réduction du temps de prise et de la formation du gel C-S-H après 9 h de malaxage. Il a été expliqué que l'ajout des minéraux à haute surface spécifique dans les mélanges de ciment augmentait le besoin en eau pour maintenir la maniabilité requise. L'augmentation de la friction entre les particules et la densification des NS dans le mélange est à l'origine d'une augmentation du seuil d'écoulement et de la viscosité [78]. Plus tard, Senff et al. [79] ont employé une approche de conception factorielle ainsi que des tests de rhéomètre et de table d'écoulement pour étudier l'effet combiné de la nano-silice et du nano-titane sur les propriétés d'écoulement des mortiers. Ils ont présenté une combinaison très efficace des deux nano-matériaux avec la proportion de superplastifiant pour obtenir une rhéologie avec une résistance à la compression significative. Cependant, Pourjavadi et al. ont identifié que l'impact négatif des NS sur les propriétés d'écoulement peut être réduit par la sélection de dosages appropriés de polymères super-absorbants [80]. Safi et al. [81] ont également observé les mêmes résultats. Ils ont employé des NS sous forme de poudre et des NS sous forme de suspension dans la solution du superplastifiant et ont conclu que ce dernier donnait les résultats les plus appropriés pour les paramètres rhéologiques. Wang et al. [82] ont adapté la technique d'ultra-sonication pour réaliser une suspension de nano-matériaux dans l'eau distillée et ont observé une augmentation progressive de la viscosité avec une augmentation significative des valeurs du seuil d'écoulement en incorporant des NS.

## 5. 2. Nano-argile (NA)

NA, est un nom commun parmi les silicates minéraux, peut être encore catégorisé comme bentonite, hectorite, montmorillonite, kaolinite, halloysite, et NA organiquement modifié, basé sur leur morphologie et composition chimique [83]. NA fait une forte liaison avec les matériaux cimentaires et augmente le taux d'hydratation et le degré de floculation. La propriété d'adsorption d'eau du NA peut réduire la quantité d'eau libre, augmentant ainsi la viscosité et le seuil d'écoulement. Quanji et al. [84] ont contrôlé le degré de floculation et le taux d'hydratation de la pâte cimentaire fraîche mélangée à l'argile d'attapulгите. Les nano argiles (NA) affectent de manière significative les paramètres rhéologiques des matériaux cimentaires imprimés en 3D. Les deux, la courbe de boucle d'hystérésis et les tests calorimétriques ont montré des taux élevés de thixotropie et d'hydratation avec l'ajout d'attapulгите. La NA a été largement utilisée dans le BAP pour obtenir une résistance à court terme et pour réduire la pression sur le coffrage. Des études sur l'influence de la nano-argile,

des cendres volantes et d'autres ajouts sur le BAP et la variation de la pression sur le coffrage ont été menées par différents chercheurs. La pression la plus faible a été obtenue en utilisant de la nano-argile à moins de 1% du poids des liants [85].

Tregger et al. ont adapté l'approche multi-structure pour étudier l'influence des micro et nano- argiles sur le développement de la résistance au jeune âge du béton. La teneur en NA de 1 % en poids du liant s'est avérée optimale pour obtenir une résistance à vert maximale après le coulage [86]. Des nombreux chercheurs ont observé l'augmentation significative de la thixotropie, du seuil de cisaillement et de la viscosité des suspensions cimentaires en incorporant des NA jusqu'à 3% en poids du ciment [87]. Qian et Kawashima [88] ont trouvé que la NA à 0,5% était la quantité la plus appropriée pour accélérer la réaction d'hydratation de la phase d'aluminate. En raison d'une augmentation de la viscosité et de la structure en forme de tige de la NA, le seuil de cisaillement plus élevé sera nécessaire pour initier l'écoulement. Qian et Schutter [89] ont étudié l'effet de la nano-argile d'attapulгите en plus des différents pourcentages polycarboxylate d'éther (PCE). Le modèle de Bingham s'est avéré le plus adapté aux résultats expérimentaux pour évaluer les valeurs de la contrainte critique. L'indice thixotropique a été obtenu à partir du graphe de la contrainte de cisaillement en fonction du temps avec un modèle et un degré thixotropique. D'après les résultats, il a été conclu que la NA augmente à la fois le seuil d'écoulement et la thixotropie des pâtes cimentaires.

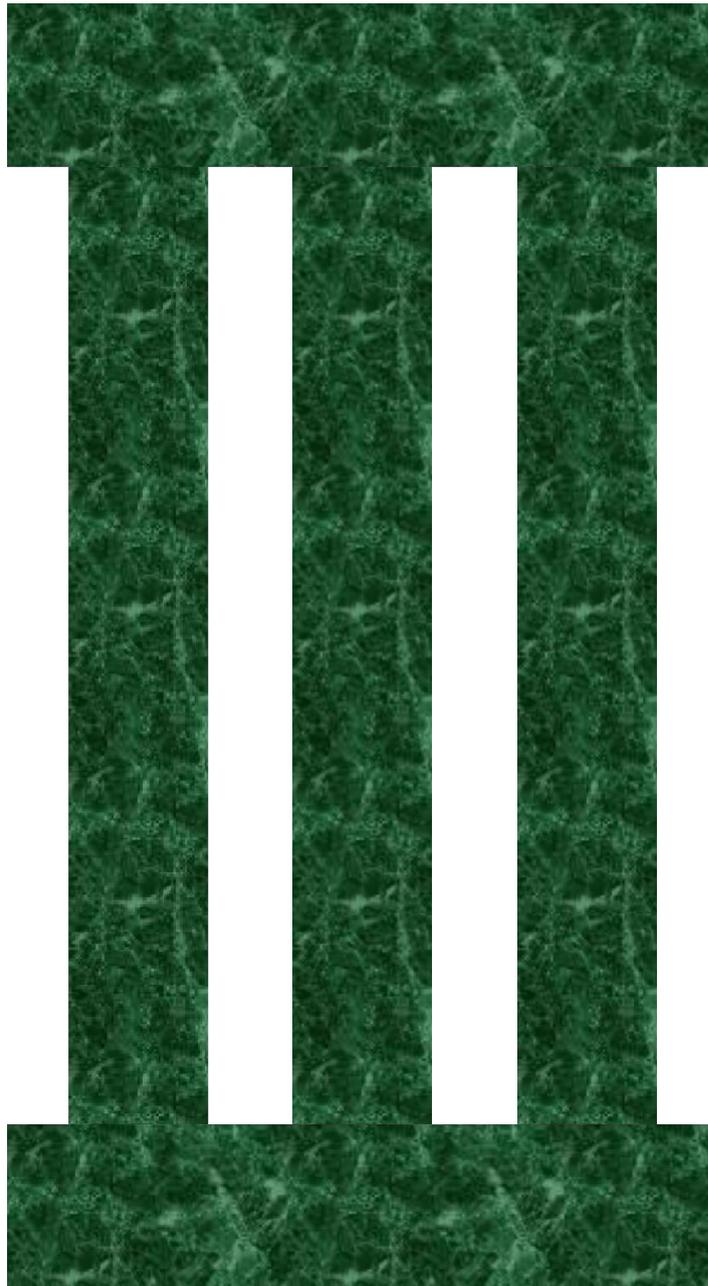
Dans le cas de l'impression 3D de béton, la NA améliore la stabilité de la forme des couches imprimées [90]. Après avoir comparé la gomme de diutan et la NA dans l'impression de béton 3D, Rubio et al. [91] ont remarqué que la NA fournit une meilleure stabilité de forme et l'écart de temps en gagnant une résistance au jeune âge sans compromettre la fluidité. Panda et al. [92] ont étudié l'effet de différents pourcentages d'argile d'attapulгите sur l'état frais, la microstructure et l'imprimabilité 3D des mélanges en CPO mélangés avec des cendres volantes à haut volume. Les résultats du rhéomètre ont montré une augmentation significative du seuil d'écoulement et de la viscosité apparente en raison de la formation d'une microstructure dense. En outre, le degré de floculation a été trouvé élevé, ce qui indique que la NA améliore considérablement la constructibilité et convient parfaitement à l'impression 3D de béton. Des résultats similaires ont été obtenus par Zhang et al. Pour le comportement rhéologique du béton imprimé avec l'ajout de nano-argile [93].

## 6. CONCLUSION

Tout d'abord, des notions de base sur les différents paramètres rhéologiques ont été bien citées. D'autre part, ce chapitre est organisé de manière à présenter la discussion et une revue critique de certains des résultats publiés sur les modèles de rhéologie générale pour prédire le comportement d'écoulement des matériaux cimentaires. De plus, les facteurs influençant la rhéologie des composites cimentaires autres que les constituants tels que la séquence de malaxage, l'hydratation du ciment, la température, la finesse des particules de ciment, et la phase de vibration pendant et après le coulage sont discutés dans la présente section. Enfin, l'effet des nano-matériaux sur les propriétés rhéologiques et les modèles utilisés pour prédire leur comportement d'écoulement sont discutés.

# CHAPITRE

# Matériaux cimentaires durables



## 1. GÉNÉRALITÉS

Les ajouts minéraux et les adjuvants chimiques sont devenus des composants essentiels d'un béton de haute qualité, et ils sont ajoutés au mélange pour modifier les propriétés du béton à l'état frais comme à l'état durci. Selon la norme ACI 116R (2000), un ajout est "tout élément autre que l'eau, les granulats, le ciment hydraulique et les fibres de renforcement, utilisé comme ingrédient dans le béton ou le mortier et ajouté au mélange immédiatement avant ou pendant le malaxage". La fumée de silice, les cendres volantes, le laitier granulé de haut fourneau en poudre et le métakaolin sont des exemples d'ajouts minéraux qui peuvent améliorer la résistance et la durabilité du béton. Les adjuvants chimiques sont utilisés de diverses façons selon leurs applications ; par exemple, les adjuvants entraîneurs d'air sont couramment utilisés dans les climats froids où le béton est sujet aux dommages causés par le gel et le dégel, les accélérateurs de prise sont nécessaires pour le bétonnage par voie humide, et les retardateurs sont couramment utilisés lorsque le béton prêt à l'emploi doit être transporté sur de longues distances. En revanche, le superplastifiant, également connu sous le nom de réducteur d'eau, est un adjuvant qui est devenu un composant important de tous les bétons de haute performance ; il améliore l'ouvrabilité à faible teneur en eau, ce qui entraîne une bonne fluidité à l'état frais, ainsi qu'une réduction de la porosité et une stabilité de la composition lorsque le béton est transporté et mis en place. L'utilisation de superplastifiants haute réducteur d'eau dans le béton a été déterminante dans le développement de bétons à haute résistance et haute performance, ce qui n'aurait pas été possible autrement.

Cependant, plusieurs facteurs influencent l'efficacité d'un adjuvant dans le béton, notamment le type et la quantité d'additif utilisé, le type de ciment et de granulats utilisés, le rapport eau-ciment et les conditions environnementales. De plus, en raison de l'incompatibilité du ciment et des adjuvants, plusieurs problèmes tels qu'une perte rapide d'ouvrabilité, une prise rapide/retardée et un faible taux de croissance de la résistance peuvent survenir. Dans d'autres cas, l'incompatibilité peut se développer entre un adjuvant spécifique et seulement certains lots de la même marque de ciment (produits dans différentes usines), ce qui implique que la situation est compliquée du point de vue de l'utilisateur. Par conséquent, la maîtrise des effets des superplastifiants sur les propriétés du béton est essentielle pour améliorer les caractéristiques et le comportement

du superplastifiant et du béton.

## 2. CHIMIE DU CIMENT

### 2. 1. Matières premières entrant dans la fabrication du ciment

Les matériaux calcaires et argileux font partie des matières premières utilisées dans la fabrication du ciment. Le CaO est extrait du calcaire, principalement de la calcite, et de la chaux (chaux vive, chaux dolomitique ou chaux magnésienne) peut être utilisée. Le CaO ou le MgO constituent la majorité de la chaux vive. La chaux dolomitique implique que le calcaire contient 35 à 45 % de carbonate de magnésium, tandis que la chaux magnésienne suggère que le calcaire contient 5 à 35 % de carbonate de magnésium. La silice ( $\text{SiO}_2$ ) est présente dans la nature sous forme de divers polymorphes cristallins (par exemple, le quartz, la cristobalite, la tridymite) et de minéraux impurs faiblement cristallisés ou amorphes sous forme fine (par exemple, l'opale et le silex). Il est introduit dans l'alimentation du four par l'intermédiaire de minéraux aluminosilicatés, qui réagissent avec CaO pendant le processus de clinkérisation pour générer des silicates de calcium impurs tels que l'alite et la bélite. Les deux autres oxydes importants, l'oxyde d'aluminium ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) et l'oxyde de fer ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), proviennent respectivement de l'argile et du schiste [94].

Le gypse naturel et l'anhydrite (sulfate de calcium anhydre) se trouvent dans divers endroits du monde. Le gypse naturel utilisé pour la fabrication du ciment peut provenir de la mer ou du désert. Le sulfate de calcium est également fabriqué comme sous-produit dans le processus de fabrication d'engrais à base d'acide. Cependant, la présence de fluor hydrosoluble, de phosphates hydrosolubles et de phosphates dans le réseau cristallin du gypse entraîne une augmentation du temps de prise lorsqu'il est utilisé dans la fabrication du ciment [94].

#### 2. 1. 1. Composition du ciment

Les ciments Portland sont des composés inorganiques multiphasés à plusieurs composants, constitués de cinq éléments primaires en quantités variables. Les deux silicates de calcium - le silicate tricalcique ( $\text{C}_3\text{S}$ ) et le silicate bi-calcique ( $\text{C}_2\text{S}$ ) - contrôlent la résistance et l'évolution d'un matériau à base de ciment dans ses premiers

stades, tandis que les deux aluminates - l'aluminate tricalcique ( $C_3A$ ) et l'alumino ferrite tétra calcique ( $C_4AF$ ) - et les phases sulfatées (c'est-à-dire le gypse) influencent la prise [94]. Des composés mineurs tels que  $MgO$ ,  $TiO_2$ ,  $Mn_2O_3$ ,  $K_2O$  et  $Na_2O$  existent en plus de ces composés principaux. En termes de comportement rhéologique et d'interactions entre le ciment et le superplastifiant, deux produits chimiques mineurs, les oxydes de sodium et de potassium, également connus sous le nom d'alcalis, jouent un rôle crucial dans le système cimentaire.

La norme telle que l'ASTM définissent les plages de composants admissibles pour les différentes classes de ciment. Par exemple, la norme ASTM C 150 (2007) impose une teneur minimale en silicate bicalcique de 40 % et une teneur maximale en alcali de 0,6 % ( $Na_2O$ )eq [94]; un ciment typique répondant à cette spécification peut avoir la composition illustrée dans le tableau 2.1.

Type de composé	Composition (%)
$C_3S$ et $C_2S$	70-80
$C_3A$	0-16
$C_4AF$	1-17
$MgO$	0.5 -6
$Na_2SO_4$ , $K_2 SO_4$	0.5-3
Chaux libre	0.2-4
Gypse	4
Teneur en alcali	< 0.6 ( $Na_2O$ )eq

**Tableau III. 1.** Composition typique de ciment portland conformément à la norme ASTM 150.

## 2.1.2. Hydratation du ciment

### 2. 1. 2 .1. Hydratation des phases cimentaire

L'hydratation du ciment est la pierre de base de la performance du béton en termes de

prise, de durabilité et de résistance. Les silicates de calcium, les aluminates de calcium et l'alumino-ferrite de calcium sont tous hydratés au cours de ce processus. Lorsque de l'eau est ajoutée au ciment, chacun des composés subit des réactions qui contribuent à la prise, au gain de résistance et à d'autres propriétés de la pâte de ciment durcie de différentes manières ; par exemple, l'hydratation du silicate tricalcique affecte la réponse au jeune âge tandis que l'hydratation du silicate bi-calcique affecte la résistance à des âges plus avancés. Les paragraphes suivants passent en revue les caractéristiques importantes de l'hydratation des principales phases du ciment. Il convient de souligner que le silicate de calcium hydraté (C-S-H) représente 60 à 70 % des produits d'hydratation en volume, l'hydroxyde de calcium 20 à 25 % et les autres phases mineures 5 à 15 %.

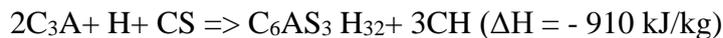
Le silicate tricalcique ( $C_3S$ ) interagit rapidement avec l'eau pour libérer des ions de calcium, des ions d'hydroxyde et une quantité considérable de chaleur. En raison de la réaction des ions hydroxyde ( $OH^-$ ) alcalins, le pH s'élève rapidement à plus de 12. Cette hydrolyse initiale ralentit rapidement, ce qui entraîne une réduction de la quantité de chaleur libérée. La réaction continue à produire des ions calcium et hydroxyde de façon régulière jusqu'à ce que le système atteigne la saturation. Le  $Ca(OH)_2$  commence alors à cristalliser. L'hydrate de silicate de calcium commence à se développer au même moment. Les ions de calcium et d'hydroxyde précipitent alors hors de la solution, accélérant l'hydratation du silicate tricalcique. Les molécules d'eau ont plus de mal à atteindre le silicate tricalcique non hydraté à mesure que les cristaux de C-S-H s'épaississent. Les molécules d'eau ont de plus en plus de mal à atteindre le silicate tricalcique non hydraté à mesure que les cristaux de C-S-H s'épaississent. Par conséquent, la vitesse à laquelle les molécules d'eau diffusent à travers le revêtement de C-S-H à la surface des particules de ciment non hydraté contrôle la vitesse de réaction. La génération de C-S-H devient de plus en plus lente à mesure que l'épaisseur du revêtement augmente [95]. L'équation suivante donne le processus chimique complet et la chaleur libérée (H) :



D'après la réaction et la chaleur d'hydratation données ci-dessous, le silicate bi-calcique réagit avec l'eau de manière similaire à  $C_3S$  mais beaucoup plus lentement:



En présence de gypse, l'aluminate tricalcique (C<sub>3</sub>A) s'hydrate comme suit :



L'hydrate d'aluminate de calcium, également appelé l'ettringite, recouvre la surface des particules d'aluminate de calcium en cours d'hydratation et les empêche d'absorber plus d'eau. Si la teneur en sulfate du gypse s'épuise avant que le C<sub>3</sub>A ne soit complètement hydraté, une deuxième réaction peut se produire, donnant lieu à du mono-sulfoaluminate de calcium. Si la teneur en gypse est inférieure à celle requise par le taux de réactivité du C<sub>3</sub>A et des ions sulfate, cette réaction peut se produire avant la création de l'ettringite. De nouvelles réactions se produiront si le mono-sulfoaluminate est exposé ultérieurement aux ions sulfate, entraînant la création d'ettringite supplémentaire.

Le calcium alumino-ferrite produit les mêmes produits d'hydratation que le C<sub>3</sub>A, mais à une vitesse plus lente, qui est encore plus ralentie par le gypse et une teneur accrue en oxyde de fer. L'équation suivante décrit la réaction :



Les phases d'aluminate et leurs produits d'hydratation jouent un rôle clé dans les processus d'hydratation précoces et les interactions ciment-mélange, C<sub>3</sub>A > C<sub>3</sub>S > C<sub>2</sub>S > C<sub>4</sub>AF étant la réactivité relative des phases minérales distinctes avec l'eau.

### 2. 1. 2. 2. Hydratation des grains de ciment portland

La figure III.1 illustre le développement de la microstructure d'un grain de ciment polyminéral typique, ainsi que les principaux produits chimiques non hydratés présents (a). Diverses réactions se produisent après le premier contact du ciment avec l'eau, donnant lieu à un schéma typique de développement de la chaleur avec le temps, à travers lequel on peut identifier quatre étapes dans le processus d'hydratation précoce : période d'hydratation initiale, période de dormance, période d'accélération et de décélération. Les mécanismes de base régulés par la présence d'adjuvants, en particulier ceux qui se produisent dans les processus d'hydratation précoce, sont les suivants [95,96] :

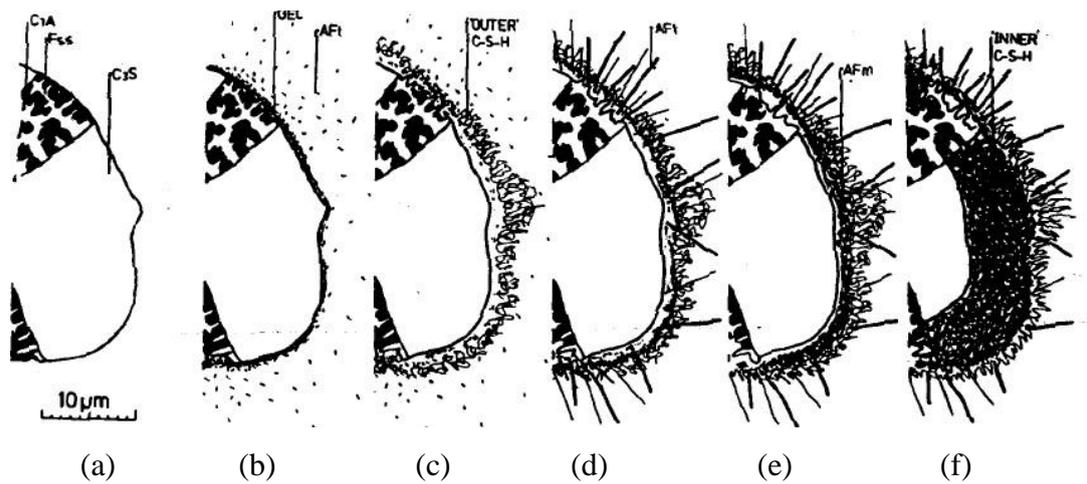


Figure III. 1. Microstructure du ciment portland hydraté [97].

**Hydratation initiale (0-15 minutes) :** Une génération rapide de chaleur, connue sous le nom de chaleur de mouillage, se produit pendant ce temps lorsque le ciment est mélangé à l'eau. Dans l'eau environnante, les composants facilement solubles tels que les alcalis, le calcium, les phases sulfatées et la chaux libre se dissolvent, entraînant la solubilisation de diverses espèces ioniques telles que les ions  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$  et  $\text{OH}^-$ . Suite au mouillage des particules de ciment et à la dissolution ultérieure des ions, une couche de gel amorphe se forme à la surface des grains. Le processus de nucléation régit la production de produits d'hydratation solides en plus du processus de solubilisation. Comme l'illustre la figure II.1, le processus de nucléation initial implique la création de sulfoaluminate de calcium ou d'ettringite à partir des ions  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$  et  $\text{Al}(\text{OH})_4^-$  sur la surface externe de la couche de gel (b). En termes de rhéologie de la pâte de ciment fraîche, cette réaction est la plus essentielle. La présence d'alcalis dissous supplémentaires peut augmenter la dissolution précoce du  $\text{C}_3\text{A}$ . Après un certain temps, les grains de ciment sont recouverts d'une couche protectrice de produits d'hydratation. La vitesse des réactions ralentit considérablement à ce stade, ce qui entraîne une diminution de la chaleur d'hydratation.

Les adjuvants organiques peuvent perturber ces processus de nucléation et de croissance, entraînant une modification des réactions et des produits d'hydratation. De plus, après quelques minutes, les adjuvants chimiques interagissent avec ces produits d'hydratation au lieu d'hydrater les composés.

**Période dormante (2-4 heures) :** Le mélange reste plastique pendant ce temps, et très peu de chaleur est générée, ce qui indique que toutes les réactions sont lentes. Ceci est

dû à deux facteurs : (1) le gel généré dans la première étape agit comme une barrière de diffusion autour du  $C_3S$  ; et (2) la double couche électrique riche en  $SiO_2$  formée autour du  $C_3S$ , ainsi que la sursaturation de  $Ca^{2+}$ ,  $OH^-$  et  $SO_4^{2-}$  en solution, empêchent la poursuite de la dissolution des ions. Le temps nécessaire à l'eau pour pénétrer dans le revêtement augmente avec l'épaisseur, la réaction devient donc contrôlée par diffusion.

Les cristaux d'ettringite continuent à se développer en présence d'une concentration appropriée d'ions  $SO_4^{2-}$ . Parallèlement, la réaction du  $C_3S$  forme le "produit périphérique" C-S-H sur l'Aft, laissant un espace entre le grain et l'enveloppe hydratée, comme le montre la figure II.1. (c). Le développement de l'aluminate de calcium hydraté (C-A-H) est causé par une concentration insuffisante d'ions  $SO_4^{2-}$ . La nucléation massive et le développement de cristaux de gypse se produisent lorsque la concentration en  $SO_4^{2-}$  est excessivement élevée en raison de la présence d'hémihydrates et de sulfates alcalins.

L'interaction d'un adjuvant avec l'une de ces réactions ou espèces réactives affecte de manière significative le comportement des pâtes de ciment et des bétons pendant la période d'induction.

Plusieurs théories ont été proposées pour expliquer la fin de la période dormante ou le début de la période d'accélération : La fin de la période dormante et le début de la période d'accélération sont marqués par l'affaiblissement de la double couche en raison d'une hydratation plus importante, d'une plus grande diffusion et d'un affaiblissement de la force ionique autour de la particule qui s'hydrate. Pendant cette période, cependant, la suspension perd sa fluidité et se transforme en une matrice plus ferme et non fluide. L'hydratation secondaire de  $C_3A$  entraîne la formation de longues tiges d'Aft, et l'hydratation intensive de  $C_3S$  pendant la période d'accélération aboutit à la création du "produit interne" C-S-H et à la précipitation de C-H, comme le montre la figure II.1. (d). Plus tard, le  $C_2S$  commence à s'hydrater et, dans une moindre mesure, le  $C_4AF$  continue à s'hydrater. Pendant la période d'accélération, les concentrations en ions de calcium et de sulfate dans l'eau interstitielle diminuent en raison de la formation d'ettringite.

Dans la phase d'accélération, les adjuvants chimiques peuvent affecter la formation et les propriétés de la couche protectrice d'hydrates. Les adjuvants qui restent dans la solution aqueuse ont également un impact sur la nucléation et la croissance des produits

d'hydratation.

**Période de décélération (8-24 heures):** Pendant ce temps, les réactions sont lentes et complètement dépendantes de la diffusion, comme en témoigne le durcissement de la pâte de ciment. Le C3A réagit avec l'AFt pour former des plaques hexagonales de monosulfate (AFm), comme le montre la figure II.1, en raison de l'épuisement des ions sulfate dans l'eau des pores (e). Au fur et à mesure que l'hydratation progresse, la capacité des pores se réduit et la teneur en eau libre diminue, ce qui entraîne le développement du gel C-S-H et du CH. Puis il y a un état stable (12-24 heures) où la température a peu d'effet sur l'hydratation.

Comme le montre la figure II.1, l'hydratation ultérieure entraîne la production d'une quantité suffisante de C-S-H " interne " pour couvrir l'espace entre le grain et la coquille (f). Pendant ce temps, la C-S-H externe devient plus fibreuse, et l'ettringite est complètement transformée en monosulphoaluminate dans un délai de 1 à 3 jours.

### 3. L'EMPLOI DE SUPERPLASTIFIANTS

L'utilisation de superplastifiants permet d'augmenter la fluidité des matériaux cimentaires. Ces fluidifiants sont les mêmes que ceux utilisés dans les autres types de béton, comme les polymères polycarboxylates et polyacrylate/polyacrylate ester acrylique. Cette adjuvantation ne doit pas être trop importante (proche à la point de saturation) pour ne pas augmenter la sensibilité du béton aux variations de la teneur en eau en relation avec le problème de ségrégation et de ressuage.

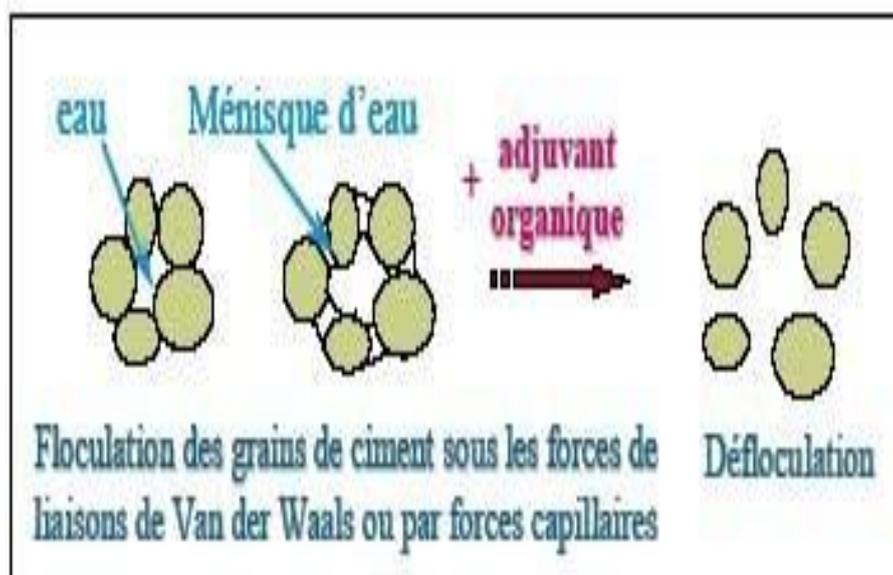
Les superplastifiants interagissent avec les particules du ciment et des fines en s'adsorbant à leur surface pour diminuer le phénomène de floculation au contact de l'eau. Ainsi, les particules sont dispersées par combinaison d'effets électrostatiques et stériques et la proportion d'eau libre est plus importante [11].

#### 3. 1. Mécanisme d'action des superplastifiants

Les adjuvants organiques super-réducteurs d'eau ou super-plastifiants sont des molécules polaires dont l'extrémité est fortement chargée et qui neutralisent un site opposé sur les grains de ciment.

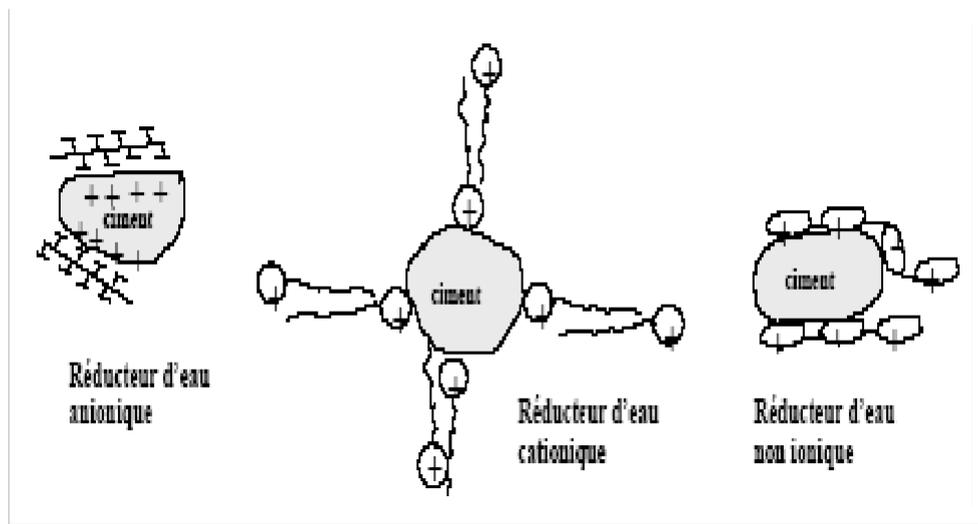
En général, les grains de ciment anhydre sont électriquement chargés à leur surface en raison de la rupture des liaisons électriques entre les cations et les anions pendant le broyage [31]. On peut observer que les grains de ciment anhydre sont plus chargés négativement que positivement à la sortie des broyeurs. Il existe une certaine cohésion entre les grains de ciment qui les maintient " collés " les uns aux autres en formant des floccs. Cette cohésion est associée à des phénomènes d'attraction électrique entre des zones de signes différents à la surface des grains et à des forces moins spécifiques appelées Van der Waals.

Les polymères s'adsorbent alors sur les surfaces chargées et dispersent les floccs de ciment. Le défloculant ajouté en quantité significative libère les particules de ciment entre elles en brisant les forces capillaires dans le cas de la formation de ménisques d'eau ou les forces électrostatiques de Van der Waals dans le cas de floccs formés à partir des charges électriques des particules de ciment. Cela permet d'éliminer un grand volume d'eau non mobilisé par l'hydratation du ciment. Les rapports E/C vont de 0,5 à 0,35, ce qui signifie une réduction de la teneur en eau de plus de 30%, voire plus selon le polymère.



**Figure III. 2.** Défloculation des grains de ciment par l'adjuvant organique.

Les additifs organiques sont donc des réducteurs d'eau. Ceux-ci peuvent être de nature anionique, cationique ou même non ionique (figure III. 3). Si le réducteur est non ionique, il agit comme un dipôle qui lie les grains de ciment.



**Figure III. 3.** Mode d'action des réducteurs d'eau sur le ciment.

Nous rappelons que la surface des grains de ciment présente des plages de charges positives et négatives.

L'efficacité de la dispersion dépend de la fonctionnalité du polyélectrolyte, de sa masse moléculaire moyenne, de sa polydispersité, de l'épaisseur de la couche adsorbée et de sa densité de charge [98]. En effet, en présence d'un adjuvant organique, la réactivité est favorisée et la résistance à court terme est supérieure à celle d'un béton ordinaire. Ceci est dû à l'élimination de l'eau en excès, suivie d'une diminution de la porosité capillaire, et à la libération des particules de ciment en surface, plus enclines à l'hydratation. Un excès d'adjuvant organique dans le béton entraîne l'apparition de phénomènes secondaires néfastes tels que l'entraînement de grosses bulles d'air (dû à la présence de tensioactifs) ou la ségrégation des particules de ciment en raison de l'absence de forces électrostatiques les maintenant ensemble.

### 3. 1. 1. L'effet électrostatique au voisinage de la particule de ciment

Pour le ciment anhydre, on considère qu'au voisinage de la surface, il existe une première couche, dite compacte ou couche de Stern, dans laquelle les ions sont liés à la surface. Ces liaisons sont suffisamment fortes pour ne pas être affectées par le mouvement brownien. Dès que le ciment et l'eau sont mélangés, les produits les plus solubles passent très rapidement en solution [99]. Ainsi, la phase aqueuse est pratiquement saturée en ions  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{SO}_4$  et  $\text{OH}^-$ , ainsi qu'en ions provenant de la dissociation de l'eau en ions  $\text{H}_3\text{O}^{4+}$  et  $\text{H}_7\text{O}^{4+}$ . Ces éléments sont répartis dans une couche

étendue appelée couche diffuse (due à l'agitation thermique) de Gouy Chapmann. Il s'agit de la deuxième couche dans la région allant de la couche de Stern à la solution interstitielle. En dehors de la couche de Stern, le potentiel continue de diminuer, mais de façon non linéaire.

La libération d'ions dans la solution crée des charges à la surface des particules. Une répulsion ou une attraction peut alors se produire en fonction des charges générées. Les ions dans cette zone sont affectés par la charge de surface de la particule ainsi que par le mouvement brownien.

### 3. 1. 2. La corrélation ionique

Des travaux ont été effectués par Pellenq et van Damme concernant la cohésion du ciment. Ils ont constaté que la cohésion entre les cristallites du ciment hydraté (C-S-H) ne peut être expliquée par la méthode impliquant uniquement les forces de Van der Waals (attractives), de double couche (répulsives) et de cœur dur (répulsives). Le mécanisme est plus compliqué, il prend en compte les différentes configurations ioniques telles que les corrélations ion-ion et les fluctuations locales du potentiel dues aux distributions et concentrations ioniques dépendant de l'état de surface des cristallites et du mouvement des ions dans l'eau résiduelle (non liée au C-S-H). La cohésion intracristallite est donc liée aux forces de corrélation ionique, tandis que la cohésion intracristallite au contact des cristaux de C-S-H par exemple est due aux forces électrostatiques [100].

Les forces attractives de van der Waals et les forces électrostatiques répulsives ne sont donc pas les deux seules forces à considérer dans nos suspensions. A ces forces de solvation, il faut également ajouter les forces stériques (par ajout de polymère), les forces hydrophobes, les forces de corrélation ionique [101], etc. Ces forces sont aussi importantes car elles nous permettent de contrôler la stabilité des suspensions pour lesquelles il est difficilement possible de jouer sur la concentration des ions ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ , etc.) : ce qui est le cas des pâtes de ciment.

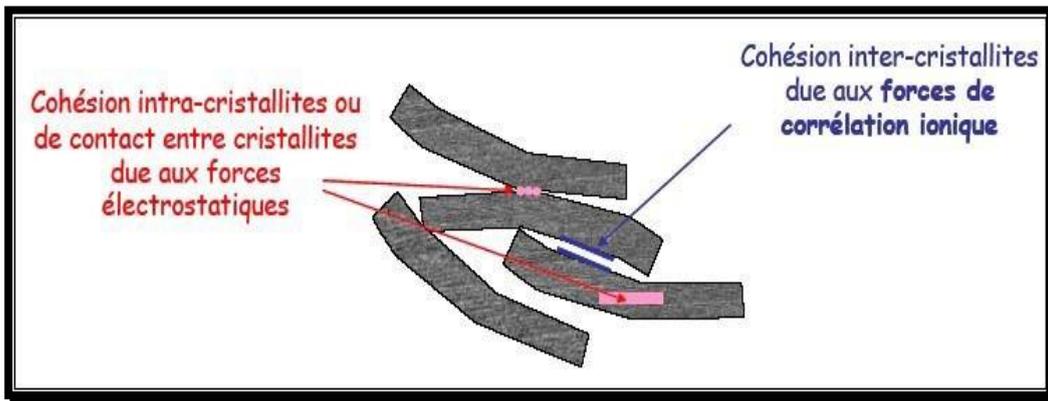


Figure III. 4. Image de la cohésion du ciment.

### 3. 2. Les deux grandes familles des adjuvants organiques

#### 3. 2. 1. Les polycarboxylates

En 1980, l'apparition des Polycarboxylates nommés PC est une grande évolution des super réducteurs d'eau. Ils sont formés par une combinaison de polymères dont le mécanisme de dispersion est basé sur une répulsion électrostatique et stérique combinée.

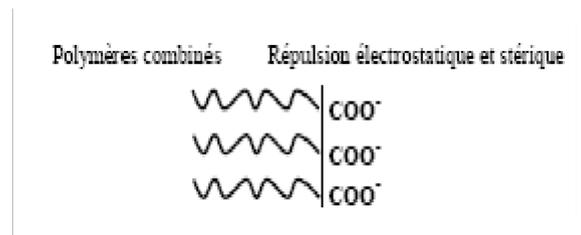


Figure III. 5. Schéma général des co-polymères.

Le groupement fonctionnel est formé d'acides méthacryliques ou acryliques avec un groupe actif anionique  $\text{COO}^-$  (plus efficaces par rapport aux sulfonates), et qui a été partiellement estérifié avec plusieurs chaînes latérales de PolyOxyde d'Ethylène (notées PEO).

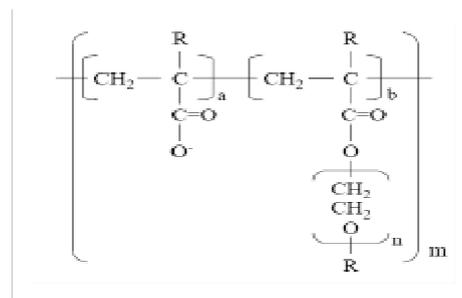
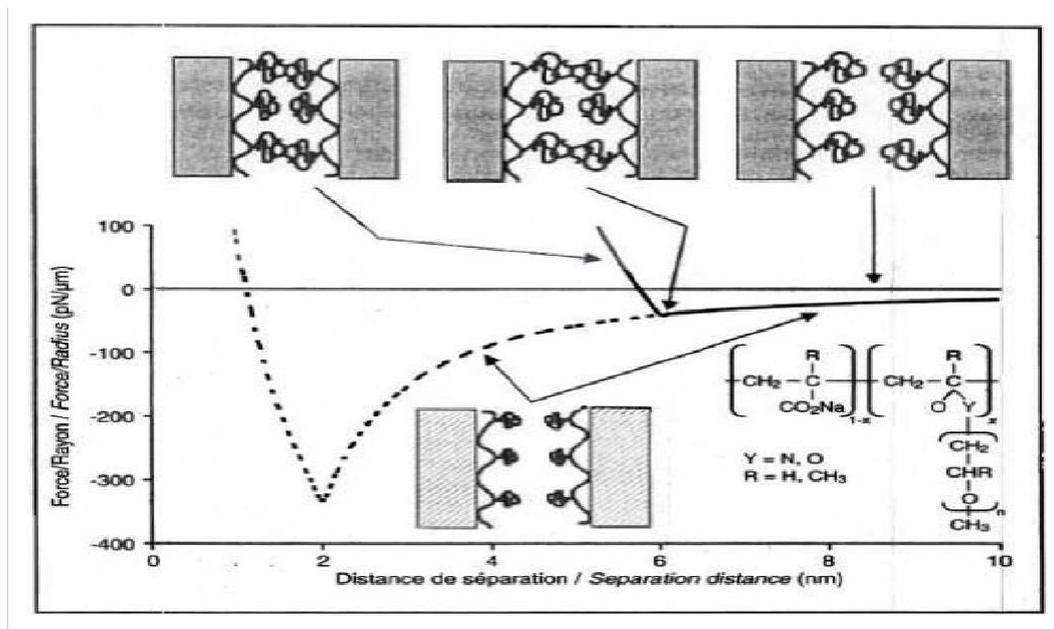


Figure III. 6. Représentation schématique de la formule de polycarboxylate (PC) [31].

R : représente H ou un groupe alkyle.

La répulsion stérique est causée par les chaînes de PEO, qui permettent une plus grande dispersion des grains de ciment. D'autre part, Flatt [101] montre le décalage des forces interparticulaires lorsque les particules se repoussent sous l'action du copolymère.



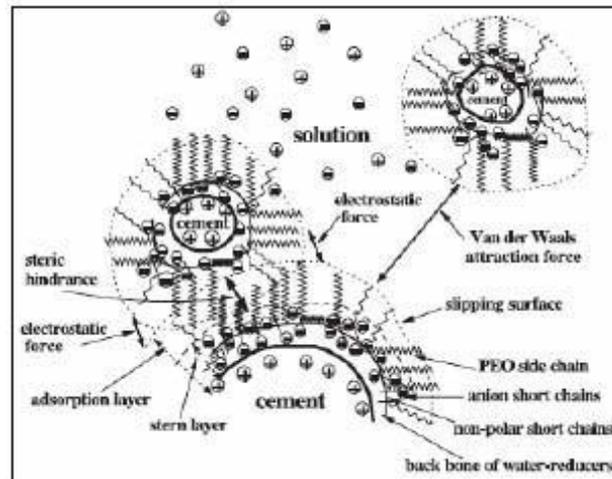
**Figure III. 7.** Représentation schématique de la force entre deux surfaces avec des copolymères en peigne adsorbés en fonction de la distance de séparation [101].

La répulsion stérique fait obstacle aux interactions de van der Waals qui créent une force d'attraction (valeurs négatives) entre les particules. Cette distance inter-particulaire est plus grande que celle qui serait obtenue avec la seule répulsion électrostatique.

La partie supérieure du schéma montre (de droite à gauche) la surface avant, au départ et durant le chevauchement des différentes couches adsorbées, entraînant une interruption du développement des forces de van der Waals dues à la répulsion stérique. La ligne pointillée représente une couche plus fine qui est représentée avant le chevauchement couche sur couche dans la partie inférieure de l'illustration. La formule en bas à droite donne la formulation générique de ce type de co-polymère en peigne.

Une description schématique des forces [102] mises en jeu entre les particules de ciment (ici figurées comme chargées positivement) est présentée dans la Figure III. 8.

Les forces stériques agissent principalement au niveau des couches de Stern, tandis que les forces électrostatiques agissent au niveau des couches d'adsorption.



**Figure III. 8.** Schéma des forces exercées entre un ensemble de particules de ciment sur lesquelles sont adsorbés des copolymères de polycarboxylates avec des chaînes PEO [103].

Les forces d'attraction de Van der Waals se produisent toujours, même lorsque les particules de ciment et le polymère adsorbé sont relativement éloignés.

### 3. 2. 2. Les polynaphtalènes sulfonates (PNS) et polymélamines sulfonates (PMS)

Pendant plus de trente ans, le secteur de la fabrication du béton s'est contenté de ces réducteurs d'eau jusqu'à ce que les Japonais et les Allemands mettent sur le marché des produits synthétiques aux propriétés dispersantes bien plus efficaces que les lignosulfonates de l'époque.

Ces deux nouveaux produits élaborés en 1940 sont les sels sulfoniques de formaldéhyde et de condensat de naphthalène (produit japonais) PNS ou de mélamine (produit allemand) PMS. Ils ont été commercialisés sous différents noms : superplastifiants, superréducteurs d'eau, fluidifiants, etc. Ce sont aussi des polyélectrolytes qui dispersent la suspension par effet exclusivement électrostatique.

Leur description schématique est la suivante :

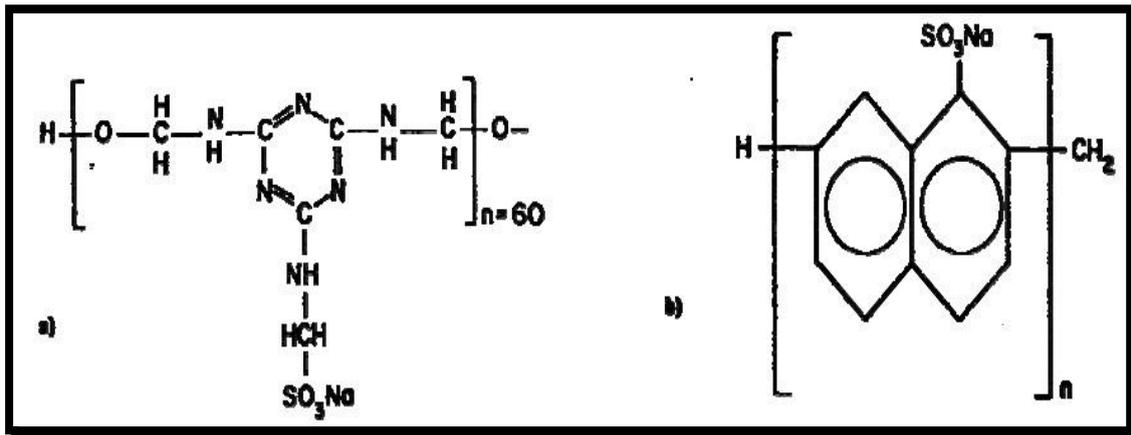


Figure III. 9. Représentation schématique des polymères :

- a) polycondensé de formaldéhyde et de mélamine sulfonate PMS ;
- b) polycondensé de formaldéhyde et de naphthalène sulfonate PNS [104].

H peut être remplacé aussi par un groupe alkyle.

Ce sont des polymères anioniques avec des groupes sulfonates SO<sub>3</sub><sup>-</sup> à intervalles réguliers.

### 3. 3. Paramètres influant sur l'adsorption

Quand un solide est mis en contact avec une solution, chaque constituant de cette dernière, le solvant et le soluté, manifeste une tendance à l'adsorption à la surface du solide. Il y'a donc une compétition en surface entre deux adsorptions qui sont concurrentielles. Le cas le plus intéressant est celui où l'adsorption du soluté est de loin plus importante que celle du solvant. Donc la quantité adsorbée, dépend de nombreux facteurs dont les principaux sont [105].

- **La surface spécifique**

La surface spécifique d'un solide est définie comme étant une surface par unité de masse, elle est exprimée en (m<sup>2</sup>/g) En général, la capacité d'adsorption d'un adsorbant est proportionnelle à sa surface spécifique, plus la surface est importante, plus grande sera la quantité de molécules adsorbées.

- **La structure de l'adsorbant**

L'adsorption d'une substance croit avec la diminution de la taille des particules et les dimensions des pores de l'adsorbant. Mais si le diamètre des pores est inférieur au diamètre des molécules, l'adsorption de ce composé sera négative, même si la surface de

l'adsorbant a une grande affinité pour le composé.

La distribution des tailles des pores joue un rôle important dans la cinétique globale du processus d'adsorption.

- **Porosité**

La porosité est liée à la répartition de la taille des pores. Elle reflète la structure interne des adsorbants microporeux.

- **La polarité**

Les solides polaires adsorbent préférentiellement les corps polaires, et les solides apolaires adsorbent les corps apolaires. L'affinité pour les substrats croît avec la masse moléculaire de l'adsorbat.

- **pH**

Le pH du milieu est l'un des paramètres importants contrôlant le processus d'adsorption en raison de son influence à la fois sur la structure de l'adsorbant et de l'adsorbat, ainsi que sur le mécanisme d'adsorption. Il joue un rôle important dans la mobilité des ions métalliques, c'est pourquoi, une variation du pH du milieu conduit à des changements importants dans le processus d'adsorption.

- **Température**

L'expérience montre que dans la majorité des cas, l'adsorption endothermique ne peut avoir lieu. Ceci veut dire que les mécanismes sont dans leurs grande majorités des processus exothermiques, d'où les résultats sont meilleurs à froid.

## 4. CONCLUSION

L'objectif de cette section est de présenter les nombreux éléments impliqués dans les processus physico-chimiques afin de mieux comprendre l'interaction ciment-superplastifiant. Pour mieux comprendre le fonctionnement du superplastifiant dans un système cimentaire, plusieurs caractéristiques clés de la composition du ciment et des processus d'hydratation du ciment sont également présentées. Un examen détaillé sur les différentes familles de superplastifiants, de leurs modes d'action et des facteurs pouvant influencer leur adsorption sur le ciment est également fourni.

# CHAPITRE

## Choix expérimentaux pour les études rhéologiques



### **1. POURQUOI ETUDIER LES PATES DE CIMENT?**

La totalité des études rhéologiques présentées dans ce travail ont été effectuées sur des pâtes cimentaires durable, représentant essentiellement la fraction fine des bétons, pour mieux mettre en évidence les modifications engendrées par l'utilisation de fines minérales et d'adjuvants de type superplastifiants. La justification de ce choix s'appuie sur quatre principaux arguments :

#### **1. 1. Marché du ciment - émissions de CO<sub>2</sub>**

Le ciment est le principal constituant du béton et le marché mondial du ciment représente plus de 2 billions de tonnes par an. Cependant, l'industrie du ciment dans son ensemble est à l'origine d'environ 8 % de l'empreinte carbone mondiale. Par conséquent, toute réduction de la teneur en ciment peut avoir un impact significatif sur la réduction des émissions mondiales de CO<sub>2</sub>. En termes de concept de durabilité, les matériaux cimentaires supplémentaires (MCS) sont l'une des solutions les plus courantes étant donné leurs grands avantages techniques pour les bétons modernes, tels que l'ajustement des paramètres rhéologiques, le gain de résistance et la durabilité, en plus de l'énergie réduite et des faibles impacts environnementaux [11].

#### **1. 2. Importance de la pâte cimentaire**

Il semble raisonnable d'affirmer que la rhéologie du béton soit influencée par le comportement de sa pâte. En effet, l'écoulement du béton frais n'est pas celui d'un tas de cailloux. C'est plutôt la pâte qui confère (en partie) au béton son aspect plus ou moins fluide. De plus, c'est elle qui est modifiée en premier lieu dans le but de faire varier le comportement rhéologique de l'ensemble, soit par l'ajout d'adjuvants ou d'additions minérales. La maîtrise des propriétés de la pâte est donc nécessaire [31].

#### **1. 3. Hétérogénéité du matériau**

Le béton est un matériau multiphasique complexe. Aux composants de base (ciment, sable, granulats, eau) s'ajoutent différents produits tels que les adjuvants (superplastifiants, agents entraîneur d'air, retardateurs, accélérateurs, etc.) et les additions minérales. L'étude du béton frais est rendue difficile par la présence de ces différentes phases. En effet, ces dernières confèrent au matériau une hétérogénéité importante, menant à l'apparition de plusieurs types d'interactions :

- Interactions chimiques liées à la nature des constituants (réactivité du ciment et des autres matériaux, compatibilité ciments-adjuvants, etc.);
- Interactions physiques, surtout marquées par la taille des particules présentes (de moins d'un micromètre à plusieurs millimètres).

Ce dernier point est d'ailleurs primordial car, même en négligeant la réactivité du ciment, les différents phénomènes physiques influencent grandement les propriétés d'écoulement. Ainsi, dans un béton contenant de la fumée de silice, l'étendue granulaire couvre jusqu'à cinq décades, des colloïdes (fumées de silice :  $d_{50} \gg 0,1\text{mm}$ ) jusqu'aux grains grossiers (cailloux :  $d_{50} \gg 10\text{mm}$ ). Les forces interparticulaires d'un tel mélange sont variées:

- forces colloïdales, électrostatiques ou stériques;
- forces hydrodynamiques;
- forces d'inertie, de frottement et de collision.

L'importance relative de chacune d'elles reste alors difficile à déterminer. L'intérêt des études fondamentales au premier niveau réside donc dans la limitation des hétérogénéités, d'où une limitation des classes granulaires.

### **1. 4. Insuffisance théorique des moyens d'étude expérimentaux des bétons**

Les essais associés aux études sur béton sont généralement empiriques (cône d'Abrams, écoulement sous vibration, etc.) et les tentatives de création d'essais fondamentaux pour bétons ne sont pas faciles et ne donnent pas nécessairement des résultats. Quoique ces essais restent adaptés pour la pratique et indispensables pour effectuer des formulations applicables en chantier, ils ne sont toutefois pas satisfaisants pour l'étude physico-chimique fondamentale du matériau, parce qu'ils ne permettent pas de retrouver les grandeurs rhéologiques caractéristiques de l'écoulement des fluides. D'un point de vue pratique, l'étude du béton est à privilégier puisque le matériau global est le seul représentatif de la réalité. Cette approche est préconisée par plusieurs chercheurs et elle est justifiable lorsque les objectifs sont technologiques (résolution de problèmes de formulation et études en conditions réelles d'emploi). Toutefois, l'étude fondamentale du matériau global, qui permettrait de prendre en compte tous ces phénomènes physicochimiques mis en jeu lors de son écoulement, est difficile en raison de la multitude de paramètres à considérer.

Nous considérons donc, pour les motifs évoqués précédemment, et même si l'objectif ultime est évidemment l'étude de l'influence des fines et adjuvants sur le comportement du béton frais, que les études fondamentales sur la rhéologie des bétons doivent commencer par l'étude de leur matrice cimentaire.

### 2. APPAREILLAGES DE MESURES

La mesure de viscosité et, par extension la mesure des propriétés viscoélastiques d'un fluide, possède des outils largement utilisés à l'échelle industrielle. Ces outils peuvent être séparés en deux familles ; les viscosimètres permettent, comme leur nom le suggère, de mesurer la viscosité d'un fluide et les rhéomètres qui, quant à eux, l'étude du comportement rhéologique du fluide. Ce type d'appareil est tout particulièrement adapté aux fluides viscoélastiques dont le comportement change avec les conditions d'écoulement.

#### 2. 1. Rhéométrie

Afin de prédire le comportement des matériaux dans un écoulement complexe quelconque, qui implique des déformations dans toutes les directions de l'espace, il est nécessaire de connaître la relation entre le tenseur des contraintes déviatoriques  $\sigma_{ij}$  et le tenseur des vitesses de déformation  $d_{ij}$  (qui est, par exemple,  $\sigma_{ij} = 2\eta d_{ij}$  pour un fluide newtonien de viscosité  $\eta$ ). Une telle relation de tension est très difficile à dériver à partir de mesures expérimentaux. L'objectif de la rhéométrie est de simplifier le problème au maximum en mesurant les propriétés d'écoulement des matériaux dans le cas où il n'y a qu'une seule composante non nulle du tenseur de vitesse de déformation, à savoir le cisaillement simple. Un autre cas simple est l'écoulement en extension, qui fournit un moyen complémentaire de caractérisation des matériaux mais n'est pas étudié ici. Notez également que de nouvelles méthodes ont récemment été développées pour étudier le comportement dans des écoulements tridimensionnels contrôlés [31].

Grâce à sa simplicité, le cisaillement simple permet de caractériser et de comprendre le comportement des fluides complexes. De plus, cette caractérisation peut être utilisée directement pour prédire le comportement des fluides dans de nombreuses situations pratiques (écoulements de tuyaux, écoulements sur une pente, etc). Néanmoins, dans des cas plus complexes, cette caractérisation doit encore être généralisée sous une forme tensorielle.

Dans un cisaillement simple, le cisaillement se produit uniquement par le mouvement relatif de couches parallèles du matériau. Si l'on considère que  $x$  est la direction du flux et  $y$  la direction des variations spatiales de la vitesse  $V_x(y)$ , la seule composante non nulle du tenseur de la vitesse de déformation en cisaillement simple est  $dx_y = dy_x$ . Il est alors pratique de définir la vitesse de cisaillement, qui est donc le gradient de vitesse. Si  $\gamma$  est constant suivant la direction  $y$ , le cisaillement simple est dit homogène.

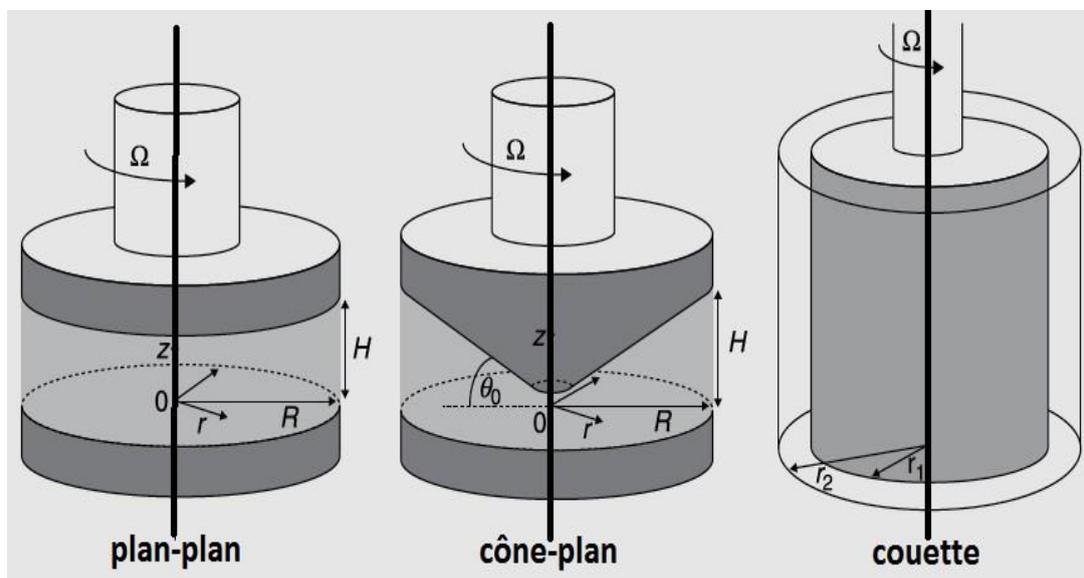
Trois composantes du tenseur des contraintes peuvent être non nulles en cisaillement simple : la contrainte de cisaillement  $\tau = \sigma_{xy}$ , et les première et deuxième différences de contraintes normales  $N_1 = \sigma_{xx} - \sigma_{yy}$ ,  $N_2 = \sigma_{yy} - \sigma_{zz}$ . Le but de la rhéométrie est de caractériser la dépendance de la contrainte de cisaillement  $\tau$  (et, le cas échéant, des différences de contraintes normales) par rapport à la déformation de cisaillement  $\gamma$  et/ou au taux de cisaillement  $\dot{\gamma}$  en cisaillement simple.

Le cisaillement simple homogène est théoriquement réalisé en plaçant un échantillon du matériau entre deux plaques parallèles infinies séparées par une distance  $H$  (appelée "entrefer") et en imposant une différence de vitesse  $V$  entre les deux plaques. Le comportement du matériau est alors caractérisé par la mesure de la relation entre deux grandeurs macroscopiques: la force  $F(V)$  qui doit être appliquée pour imposer un écoulement caractérisé par la vitesse  $V$ . Dans les conditions idéales du cisaillement simple homogène, le taux de cisaillement et la contrainte de cisaillement sont obtenus par  $\dot{\gamma} = V / H$  et  $\tau = F / S$  ( $S$  étant la surface des plaques, supposée tendre vers l'infini). Les mesures macroscopiques  $F(V)$  fournissent alors directement la loi constitutive  $\tau(\dot{\gamma})$ .

Notons également que, dans certains matériaux, une force normale  $F_N$  non nulle doit être appliquée pour maintenir un écart constant pendant le cisaillement ; dans les conditions idéales,  $F_N$  fournit une mesure de la contrainte normale totale  $\Sigma_{zz} = F_N / S$  en fonction de  $\dot{\gamma}$ . Comme deux différences de contraintes normales peuvent être non nulles, on voit ici qu'une seule expérience en cisaillement simple n'est pas suffisante pour obtenir ces deux grandeurs. On montre ci-dessous que l'utilisation de deux géométries différentes permet de mesurer ces deux grandeurs. Afin d'imposer un cisaillement simple avec une géométrie finie, la plupart

des expériences utilisent des écoulements rotatifs. Les principaux problèmes de rhéométrie sont alors de :

- trouver les conditions dans lesquelles un cisaillement simple homogène peut être réalisé ;
- relier dans un cas général (cisaillement homogène et hétérogène), les quantités macroscopiques mesurées (vitesse de rotation, couple, force normale) à des quantités locales (taux de cisaillement et contraintes) et donc au comportement constitutif du matériau  $\tau(\gamma)$ .



**Figure IV. 1.** Géométries standard : plaques parallèles, cône-plan et Couette [31].

On peut voir ci-dessous que, dans de nombreux cas, seules des équations approximatives existent. Il est donc primordial de connaître leur domaine de validité et de pouvoir choisir les équations appropriées pour un matériau donné dans une situation donnée.

En conclusion, trois principales géométries qui permettent d'obtenir un écoulement à cisaillement simple sont les cône-plan, plaques parallèles et géométrie de couette (Figure IV. 1).

### 3. 1. 1. Géométrie cône-plan

Cette géométrie est constituée d'un plan et d'un cône tronqué (pour éviter en pratique les frottements du cône sur le plan fixe, car le sommet fictif du cône est en contact avec ce plan), ils sont coaxiaux en rotation relative (Figure IV. 2). Le plus souvent, le cône tronqué est

## Chapitre IV Choix expérimentaux pour les études rhéologiques

mobile alors que le plan reste fixe. Dans ce cas, le gradient de vitesse reste homogène, lorsque l'angle  $\alpha$  de l'entrefer est petit (en pratique  $<4^\circ$ ), Les relations entre la vitesse angulaire de rotation  $\Omega$  et le gradient de vitesse  $\gamma$  d'une part, entre le couple  $M$  et la contrainte  $\tau$  d'autre part sont donnée par :

$$\gamma = \frac{1}{\alpha} \Omega$$

$$\tau = \frac{3}{2\pi R^3} M$$

Où  $R$  est le rayon du cône (Figure IV. 2).

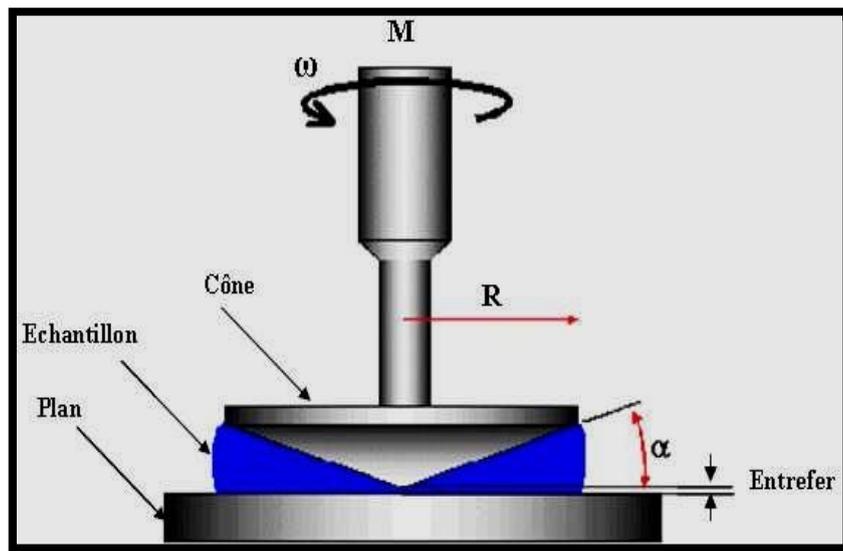


Figure IV. 2. Géométrie cône-plan.

L'avantage principal de cette géométrie est que le gradient de vitesse reste presque homogène tant que l'angle du cône reste faible. 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 ne permettre qu'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 pouvait conduire à un blocage de l'écoulement à ce niveau. La surface libre, relativement grande par rapport au volume testé, favorise le phénomène d'évaporation.

### 2. 1. 2. Géométrie plan-plan

Dans une géométrie à plaques parallèles (Figure IV. 3), le matériau est placé entre deux disques de même axe de symétrie et de même rayon  $R$ , séparés par une distance  $H$  (appelée "entrefer"). En pratique l'entrefer doit être supérieur au moins, dix fois la taille des plus grosses particules en suspension [11]. La plaque inférieure est fixe et le cisaillement est imposé par la rotation de la plaque supérieure autour de l'axe de symétrie à la vitesse  $\Omega$ , ce qui entraîne un couple  $T$ . Cette géométrie est privilégiée pour des pâtes granulaires car l'entrefer est ajustable. L'inconvénient majeur de cette géométrie réside en revanche dans l'inhomogénéité de son taux de cisaillement (nul près de l'axe et maximal à la périphérie) mais il est par contre constant dans la direction perpendiculaire aux disques pour une distance donnée. Le principal avantage de cette géométrie est que la mise en place requiert une faible quantité de fluide à mesurer et un nettoyage aisé.

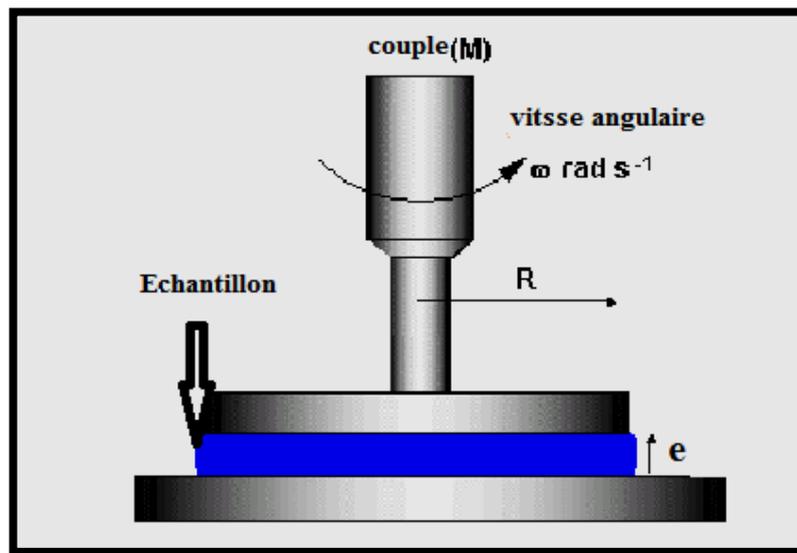


Figure V. 3. Géométrie plans parallèles.

Néanmoins, la géométrie plan-plan ne permet pas de contrecarrer les variations du gradient de vitesse au sein de l'échantillon en fonction de la distance par rapport à l'axe central. On a:

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

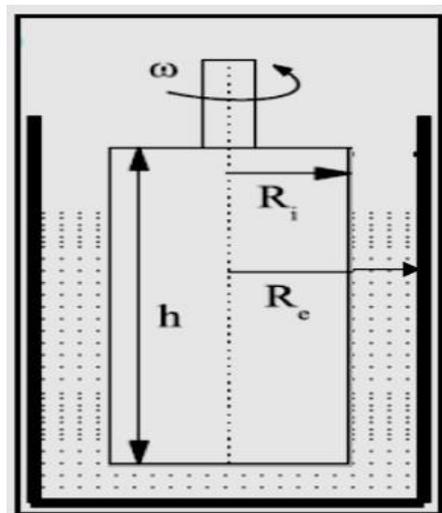
La relation entre la contrainte et gradient de vitesse est:

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

Où  $C$  désigne le couple et  $R$  le rayon du disque.

### 2. 1. 3. Géométrie de Couette cylindrique

Dans une géométrie de Couette (Figure IV. 4), le matériau est placé entre deux cylindres coaxiaux. Dans la plupart des cas, le cylindre extérieur est fixe et le cisaillement est imposé par la rotation du cylindre intérieur de hauteur  $h$  autour de l'axe de symétrie à une vitesse  $\Omega$ , ce qui entraîne un couple  $C$ . Notons que la distance entre le cylindre intérieur et le fond de la coupelle est généralement choisie beaucoup plus grande que la taille de l'interstice afin que la contribution au couple provenant du cisaillement au fond soit aussi négligeable que possible ; ces effets finaux peuvent être corrigés par des procédures appropriées si nécessaire [31]. Le principal avantage des géométries de Couette pour les fluides complexes est que le gap peut être important. C'est donc la géométrie préférée pour les suspensions composées de grosses particules comme le béton frais. Cependant, à moins que le rayon du cylindre interne ne soit très grand, un grand entrefer implique une distribution très hétérogène des contraintes de cisaillement, ce qui pose le problème de la localisation du cisaillement et de la migration induite par le cisaillement.



**Figure IV. 4.** La géométrie Couette est constituée de deux cylindres coaxiaux.  $R_e$  est le rayon du cylindre extérieur et  $R_i$  le rayon du cylindre intérieur. Le cylindre intérieur tourne à une vitesse de rotation  $\Omega$  alors que le cylindre extérieur est fixe.

La relation reliant le couple à la contrainte s'écrit :

$$\tau = \frac{C}{2\pi r^2 h}$$

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 ( $Re - Ri \ll Ri$ ) il vient :

$$\tau \cong \frac{C}{2\pi Ri^2 h}$$

$$\gamma \cong \frac{\Omega Ri}{Re - Ri}$$

### 3. L'OUTIL VANE

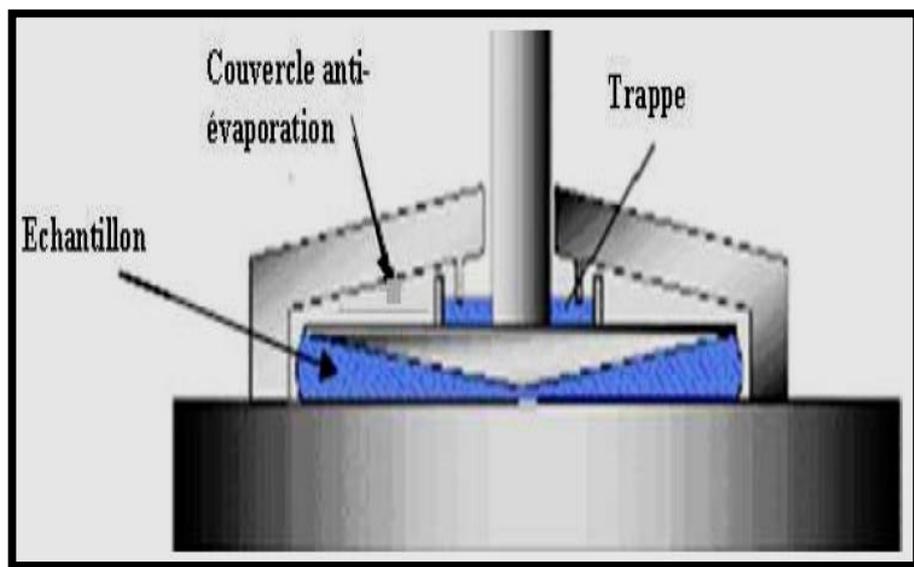
Les suspensions concentrées sont souvent étudiées avec une géométrie de type vane. Dans cette géométrie, le cylindre interne de la géométrie Couette est remplacé par un outil à ailettes, qui consiste en N lames minces centrées sur un axe mince (généralement, N = 4 ou 6). Par rapport à la géométrie de Couette à cylindres coaxiaux, elle présente deux avantages principaux. Premièrement, elle permet l'étude des propriétés de matériaux structurés avec une perturbation minimale de la structure du matériau pendant l'insertion de l'outil. Deuxièmement, elle est censée éviter le glissement de paroi [31] car le matériau cisailé dans l'espace de la géométrie est cisailé par le (même) matériau qui est piégé entre les lames. Par conséquent, elle est largement utilisée pour étudier le comportement des matériaux pâteux contenant de grosses particules comme le béton frais.

## 4. PHENOMENES PERTURBATEURS

### 5. 1. Evaporation

Le problème de l'évaporation est rencontré principalement dans le cas de solutions ou de dispersions à base d'eau et de solvants volatils. Lorsque l'échantillon est en contact direct avec l'atmosphère, il est affecté par l'évaporation en fonction de la température, de la pression et de

l'hygrométrie de l'air ambiant. Plus l'entrefer est vaste, plus la surface libre est importante. Ce problème peut entraîner une diminution du volume de l'échantillon, surtout lorsque les essais sont longs et que la substance reste longtemps exposée à l'air. Du fait que l'évaporation affecte l'eau, qui est le solvant que nous utilisons, la concentration pourrait augmenter, ce qui entraînera une augmentation de la viscosité de l'échantillon [106]. Pour cela, les essais ont été réalisés dans un environnement saturé en vapeur d'eau. Les géométries à notre disposition sont équipées d'un piège à solvant (Figure IV. 5). De plus, une couverture anti-évaporation saturée en solvant est placée autour de la géométrie. L'effet de l'évaporation peut ainsi être réduit (Figure V. 5).



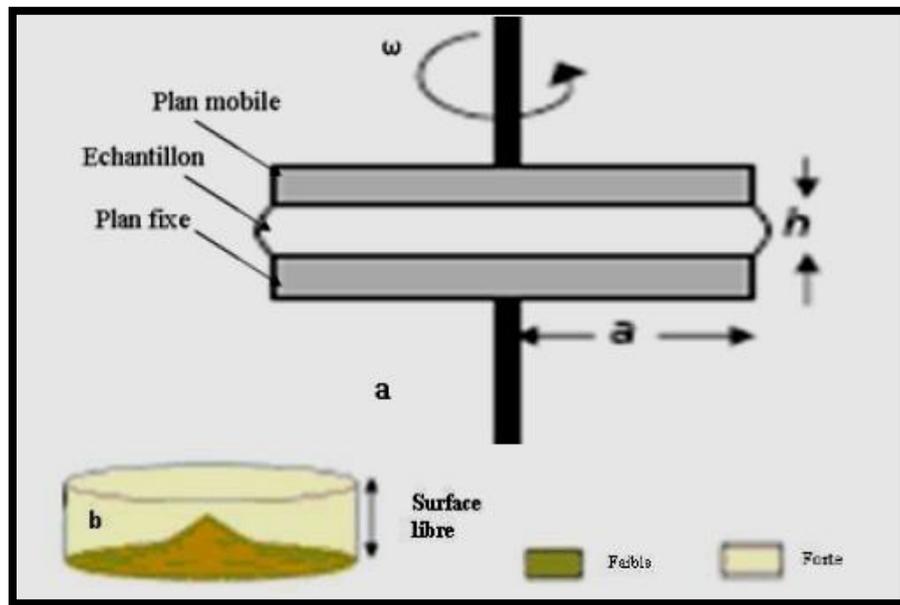
**Figure IV. 5.** Techniques de diminution de l'évaporation

Pour limiter l'évaporation, il est également possible, dans le cas d'une géométrie de cylindre coaxial, de déposer un film d'huile de faible viscosité à la surface de l'échantillon. Néanmoins, cette technique peut altérer les propriétés des suspensions argileuses [107].

### 4. 2. Homogénéité de l'écoulement

Les évaluations rhéologiques nécessitent la connaissance du gradient de vitesse  $g$  du fluide. Dans le cas des géométries planes parallèles (Figure IV. 6 (a)), la vitesse est nulle près de l'axe central et devient maximale à la périphérie. Le cisaillement n'est donc pas homogène dans toute la l'entrefer. Pour les fluides à seuil, à faible vitesse de rotation, une partie de l'échantillon peut ne pas être cisailée dans un premier temps. Une zone de cisaillement faible peut se produire à la proximité de l'axe de rotation et du plan de référence (Figure IV. 6 (b)).

De ce fait, le rhéogramme qui résulte de cette étude devra être soigneusement examiné afin de définir la plage de vitesse pour laquelle l'ensemble du milieu est cisailé [108].



**Figure V. 6.** (a) Géométrie plan-plan; (b) vitesse de cisaillement inhomogène [108].

Pour les cylindres coaxiaux, lorsque la hauteur des cylindres est importante par rapport aux dimensions de l'entrefer, cette forme géométrique offre l'avantage d'une très bonne sensibilité de mesure et d'un gradient de vitesse qui ne varie pas beaucoup dans l'entrefer. Néanmoins, le cisaillement interne est variable en fonction de la distance à l'axe principal. Des bandes de cisaillement pourront apparaître longitudinalement à cause de la vitesse de cisaillement ou horizontalement à cause de la sédimentation [109]. Le gradient de vitesse mesuré par le rhéomètre ne prend pas en compte cette localisation du cisaillement [108].

Indépendamment de la géométrie appliquée, des instabilités de mesure se manifestent lors des essais rhéologiques. Elles se traduisent par une variation de la pente du rhéogramme qui peut suggérer une augmentation de la viscosité.

### 4. 3. Glissement

Les surfaces des géométries de mesure sont globalement lisses. Le contact de ces dernières avec le matériau peut entraîner un glissement plus ou moins important au niveau des parois. Ce mécanisme se produit en fonction de la viscosité du matériau et de la vitesse de rotation de la partie en mouvement. Le cisaillement engendre une fine couche de fluide à la périphérie des parois. Ce problème peut provoquer des erreurs de mesure et d'interprétation des résultats,

notamment lors de l'étude des matériaux à seuil avec un rhéomètre à contrainte imposée [110]. En ce qui concerne les suspensions, le glissement peut être provoqué par la migration des particules et la décroissance de leur concentration à la périphérie de la paroi lisse. Ce mécanisme est appelé "effet sigma" et a été évalué par plusieurs auteurs [111]. Pour surmonter le phénomène de glissement, des papiers de verre rugueux peuvent être collés sur les surfaces des plans. Des corps de mesure striés peuvent également être adoptés. Le glissement peut également être corrigé [112].

Le phénomène de glissement se manifeste fréquemment durant l'étude rhéologique des fluides et ce, avec toutes les géométries de mesures. Il se produit en particulier dans l'étude des suspensions de gel à forte cohésion, l'échantillon reste bloqué dans l'entrefer, une fine bande de cisaillement apparaît au voisinage de l'outil [110]. Pour notre cas, les courbes d'écoulement établies avec de la géométrie plan-plan dont les surfaces ont été recouvertes de papier de verre.

### 4. 4. Hétérogénéité du matériau

Différents types d'hétérogénéités peuvent se rencontrer. Pour les suspensions à faible concentration, la sédimentation des particules peut conduire à la formation d'une couche de plus faible densité dans laquelle le cisaillement est concentré. Cela crée une bande de cisaillement différenciée. Pendant la mise en place des pâtes de suspension, une précaution supplémentaire doit être prise pour éviter de piéger des bulles d'air dans l'entrefer [113]. Afin de garantir l'homogénéité du matériau, un pré-cisaillement a été appliqué avant chaque essai rhéologique.

### 4. 5. Effet d'inertie

Durant les mesures expérimentales des paramètres rhéologiques d'un matériau, des effets causés par l'inertie du fluide ou de l'instrument sont susceptibles de perturber les mesures. L'inertie de l'instrument est liée à la mise en mouvement de toute la partie mécanique mobile du dispositif expérimental, tandis que l'inertie du fluide est associée au temps nécessaire pour que l'écoulement s'établisse dans la géométrie de mesure [114].

#### *Inertie du fluide*

L'inertie du fluide traduit le mouvement du liquide au sein de la géométrie de mesure. L'étude des matériaux de faible viscosité doit être réalisée dans une géométrie avec un très faible entrefer, ce qui élargit la gamme de sensibilité de l'équipement en termes de gradient de

vitesse [114].

### *Inertie de l'appareil*

Les rhéomètres rotatifs sous contrainte ou à vitesse contrôlée ont des difficultés avec l'inertie de la partie mobile au début des essais de cisaillement. Dans notre situation pour le rhéomètre AR 2000, c'est la contrainte de cisaillement qui est contrôlée. Les fabricants prennent en compte cette inertie de manière différente selon le type de moteur. Dans le cas des rhéomètres à couple imposé (contrainte imposée), les effets de l'inertie sont corrigés à partir de la mesure effectuée [115].

Au cours de la variation très rapide de la contrainte de cisaillement, le couple lié à l'inertie de l'appareil peut entraîner des erreurs de mesure. Ces erreurs sont causées par un décalage de la réponse de l'outil aux sollicitations pendant la montée ou la descente de la contrainte. Par conséquent, la contrainte réelle doit être la soustraction de la contrainte indiquée par l'appareil et celle du terme lié à l'inertie [115].

Dans le paragraphe suivant, nous allons décrire le rhéomètre que nous avons utilisé pour la caractérisation rhéologique de nos pâtes.

### **5. DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX «RHEOMETRE AR 2000»**

Dans le cadre de ce présent travail, nous avons fait appel au rhéomètre AR-2000-TA Instruments ; il s'agit d'un rhéomètre rotatif, dont le fonctionnement est à gradient imposé (Figure IV.7). Ce dispositif fonctionne également en contrainte imposée mais il est plus efficace dans le premier mode car il est conçu pour ce genre de fonctionnement. Plusieurs géométries sont à disposition : plan/plan, cône/plan, simple couette et double Couette pour lesquels il est possible de maîtriser la température (plan à effet Peltier au bain thermostat). Dans le but de minimiser l'influence de la sédimentation sur les tests rhéologiques, nous avons fait le choix de travailler avec une géométrie de type cylindre co-axial avec une géométrie de type «vane» à quatre lames. Par ailleurs, La géométrie de type vane est reconnue comme convenant aux suspensions granulaires, telles que les pâtes cimentaires [116,117]. La vane rotor, d'un rayon de 28 mm, tourne dans un cylindre extérieur creux et fixe d'un rayon de 45 mm (Figure IV. 8). On obtient ainsi une épaisseur de fente de 8.5 mm, qui est donc plusieurs fois supérieure à la taille des plus gros grains constituant la pâte de ciment (ciment et ajouts cimentaires) (de l'ordre de 0,1 mm environ) [118].



**Figure IV.7.** Rhéomètre AR2000- TA- Instruments.

Les spécifications techniques du rhéomètre sont :

- o Couple :  $10^{-4}$  a 200 N.m ;
- o Force normale :  $5 \cdot 10^{-3}$  a 50 N ;
- o Vitesse de rotation (CS) :  $10^{-8}$  a  $300 \text{ rad.s}^{-1}$  ;
- o Vitesse de rotation (CR) :  $10^{-4}$  a  $300 \text{ rad.s}^{-1}$  ;
- o Fréquence d'oscillation :  $7.5 \cdot 10^{-7}$  a  $628 \text{ rad.s}^{-1}$  ;
- o Résolution angulaire :  $0.04 \mu\text{rad}$  ;
- o Contrôle de la température : Module Peltier : -20 a  $200 \text{ }^\circ\text{C}$ .

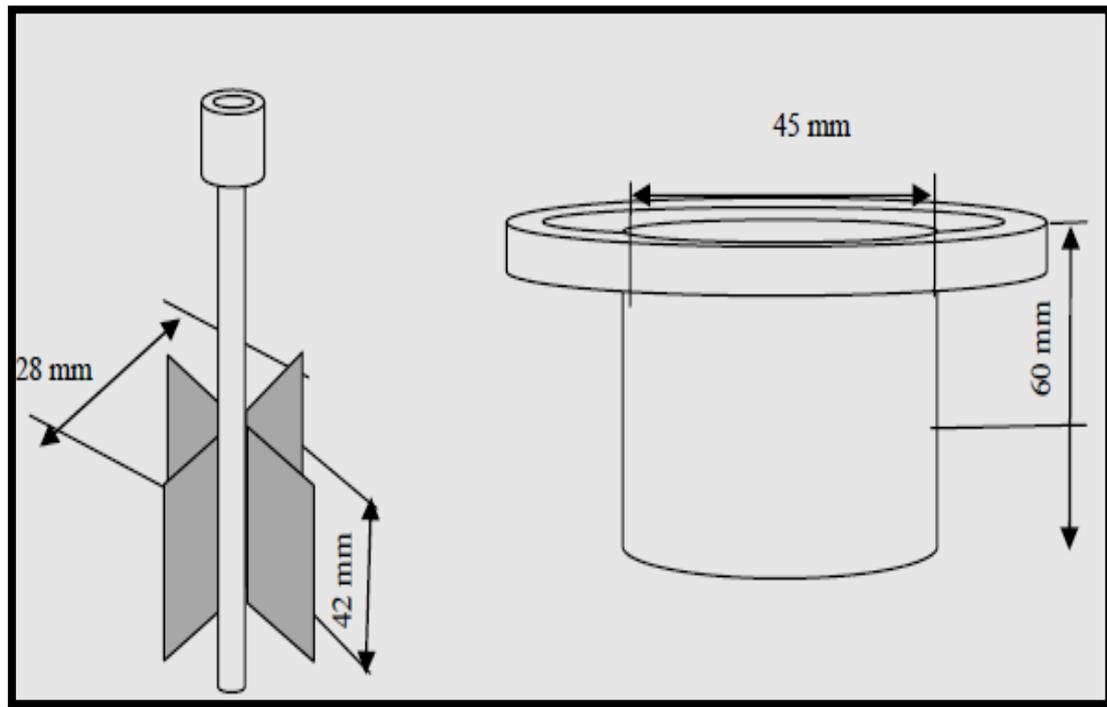


Figure IV. 8. Schéma explicatif de la géométrie vane.

### 5. 1. Protocole de mesure

Pour assurer la reproductibilité des essais, les suspensions sont introduites dans le système de mesure à l'âge de 14 min (après le contact initial du liant avec l'eau). Pour toutes les mesures rhéologiques, le protocole d'essai présenté en (Figure IV. 9) a été retenu pour tous les mélanges étudiés, ce dernier ayant été choisi en parallèle avec les phases de malaxage, de pompage et de mise en place du béton frais [119,120]. Dans un premier temps, un pré-cisaillement de  $300 \text{ s}^{-1}$  des pâtes de ciment pendant 60 s suivi d'une période de repos de 60 s. Cette phase de pré-cisaillement a été appliquée pour provoquer une rupture structurelle complète de l'échantillon de pâte de ciment et créer des conditions uniformes avant les essais [39]. Par la suite, des mesures contrôlées par le taux ont été effectuées par augmentation-diminution du taux de cisaillement (haut et bas), de  $0.01 \text{ s}^{-1}$  à  $220 \text{ s}^{-1}$  puis retour de  $220 \text{ s}^{-1}$  à  $0.01 \text{ s}^{-1}$  pendant 120 s. La courbe à pente descendante a été choisie pour l'estimation des comportements d'écoulement.

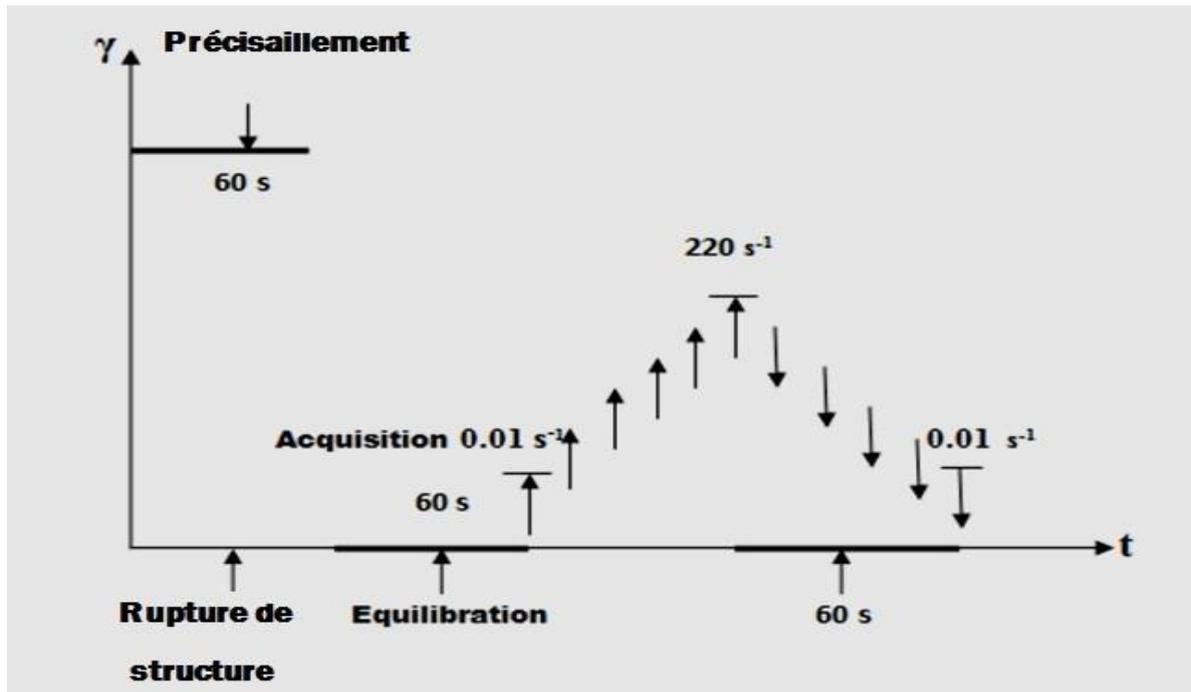


Figure IV. 9. Protocole de mesure pour établir les courbes d'écoulement des échantillons.

## 5. MATERIAUX ET CARACTERISATIONS

### 6. 1. Ciment

Le ciment fait partie des liants hydrauliques, qui se trouvent sous forme de poudre minérale broyée, s'hydratant en contact avec l'eau. Il forme une pâte dont la prise et le durcissement se font progressivement avec le temps sous l'eau et à l'air libre. C'est le composant essentiel des matériaux cimentaires, car il sert de colle aux différents composants. En effet, nous avons utilisés un seul type de ciment pour la préparation des formulations. CEM II 42,5 MPa Ciment Portland composé (CP), conforme aux normes européennes EN FN 196-1 [121]. La surface spécifique et la densité du ciment étaient respectivement de  $3545 \text{ cm}^2/\text{g}$  et de  $3,15 \text{ g}/\text{cm}^3$ . Les temps de prise initiale et finale du ciment étaient de 170 min et 265 min. Ce ciment a été fourni par des sources locales dans la région de M'sila, Algérie (Ciment Lafarge). Les compositions chimiques des ciments sont caractérisées par Fluorescence X, comme détaillés dans le tableau IV. 1. D'autre part, les phases minéralogiques de clinker de ciment, sont données dans le tableau IV. 2.

Oxide/ Material		Compositions chimiques (%)			ASTM C618
		DC	BC	FS	Exigences (%)
Oxyde de silicium	SiO <sub>2</sub>	68.30	64.23	95,00	
Oxyde d'aluminium	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10.59	19.39	1,00	
oxyde ferrique	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	18.16	5.19		
Oxyde de magnésium	MgO	0.63	1.81		5 max.
Oxyde de calcium	CaO	1.86	3.79		
Oxyde de sodium	Na <sub>2</sub> O	-	1.49	0,6	
Oxyde de potassium	K <sub>2</sub> O	-	1.52	1,7	
Pentoxyde de phosphore	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	-	0.02	-	
Trioxysde de soufre	SO <sub>3</sub>	-	0.08	0,1	
Oxyde de titane	TiO <sub>2</sub>	-	0.09	-	
P.A.F	P.A.F	1.09	1.12	2	10 max.
	SiO <sub>2</sub> <sup>+</sup> Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>+</sup> Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	97.49	88.81	≥ 95	70 min.
Paramètres physiques	-				
Densité (g/cm <sup>3</sup> )	-	2.43	2.2	2.24	
Surface spécifique (cm <sup>2</sup> /g)	-	9480	10500	22500	
Taille moyenne des particules (µm)	-	46	40.1	5.8	
D[V,0.5] (µm)	-	42.6	27.8	0.15	

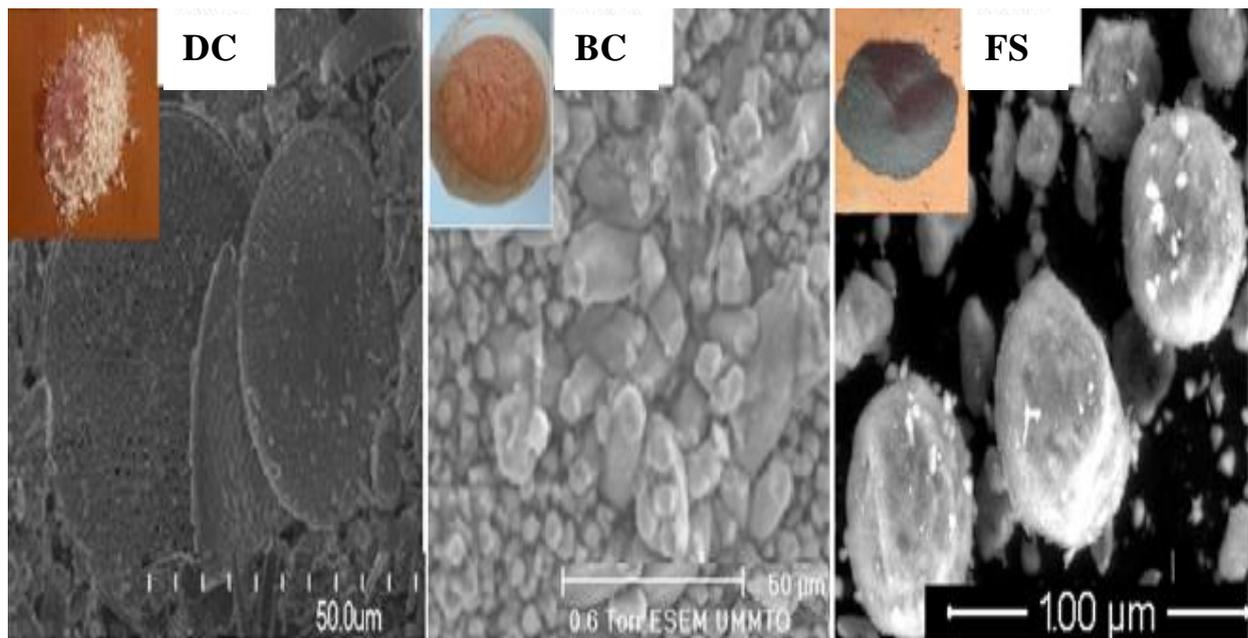
Tableau IV. 1. Compositions chimiques (%) de ciment, DC, BC et FS.

Minéraux du Clinker	C <sub>2</sub> S	C <sub>3</sub> S	C <sub>3</sub> A	C <sub>4</sub> AF	CaO	gypse
Teneur rapportée au clinker (%)	16	55	3	16	1.5	5

Tableau IV. 2. Compositions minéralogique (%) de ciment.

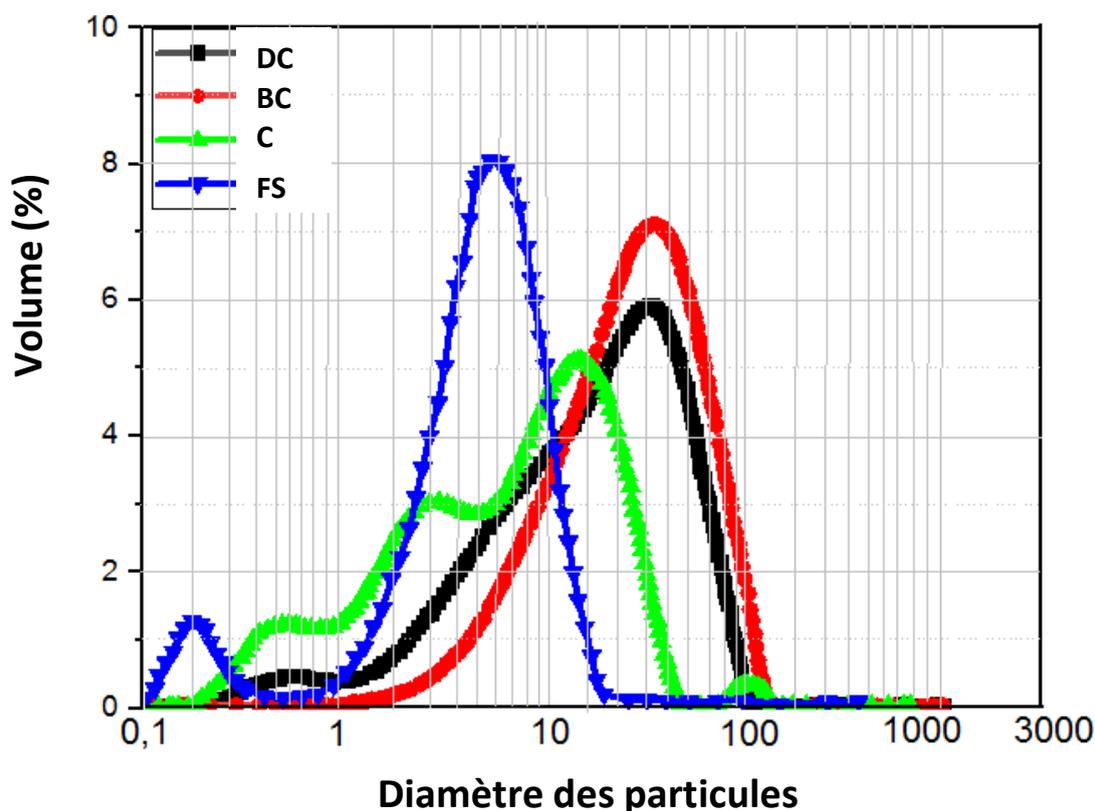
### 6. 2. Matériaux cimentaires supplémentaires

Pour permettre de réduire la teneur en ciment, des substitutions cimentaires ayant un impact environnemental considérablement plus important sont incorporées dans les pâtes cimentaires durables qui visent un impact environnemental réduit. Les matériaux cimentaires supplémentaires (MCS) comprennent des matériaux qui contribuent aux propriétés de durcissement de la pâte de ciment par des réactions pouzzolaniques.



**Figure IV. 10.** MEB des MSC utilisés (DC, BC et FS).

Le tableau 1 présente les propriétés chimiques et physiques des diatomites calcinées (DC), bentonite calcinée (BC) et la fumé de silice (FS). Les matériaux cimentaires supplémentaires utilisés sont le DC, le BC et le FS (de la société Granitex). Les roches de diatomite algériennes ont été extraites d'un gisement minéral dans la région nord-ouest de Sig (Wilaya de Mascara). Les roches volumineuses de diatomite extraites ont été broyées par un concasseur, le but de ce procédé étant de limiter la taille des particules à 50 voire à 100 μm. L'argile bentonitique locale a été extraite d'une carrière située dans la région de Maghnia (Wilaya de Tlemcen, Algérie). Elle a été fournie par la société Bental. La diatomite et l'argile bentonitique, sont soumises à une opération de broyage qui a été effectuée dans la machine d'abrasion de Los Angeles [54] et un tamisage à travers un tamis de 63 μm, suivi d'un traitement thermique (four électrique de type Nabertherm) pendant 2 h avec une augmentation de la température de calcination de la température ambiante ( $20\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ ) au seuil de calcination.



**Figure IV. 11.** Distribution des tailles de particules de ciment, DC, BC et FS.

D'autre part, Comme suggéré dans la revue de la littérature, les températures appropriées pour la calcination sont 850 °C pour la bentonite et 950 °C pour la diatomite [122,123], comme optimales pour améliorer leurs propriétés en augmentant une réactivité pouzzolanique [124]. Comme résultats, l'excroissance de ces processus, la diatomite calcinée (DC) et la bentonite calcinée (BC) ont été obtenues associées avec moins d'énergie requise pour le processus de calcination (0,37 GJ/tonne) [11] par rapport à la production de clincker (3,5 GJ/tonne) [11].

À l'aide d'un spectromètre à fluorescence X (FRX), un analyseur laser de distribution des particules MASTERSISER-2000 (Figure IV. 11), respectivement. Les compositions chimiques et les paramètres physiques des CP, DC, BC et FS sont indiqués dans le tableau IV. 1. D'après ces données, la teneur totale de  $Fe_2O_3$ ,  $SiO_2$  et  $Al_2O_3$  dans tous les MSC est largement supérieure à 70%, ce qui correspond à la recommandation de la norme ASTM C 618 [125]. Par ailleurs, la microphotographie par examen au microscope électronique à balayage (MEB) a été réalisée sur FS, DC, et BC pour mettre en évidence la morphologie des grains anhydres ; les résultats sont clairement visibles sur la figure IV. 10.

### 6. 3. Superplastifiant

Les superplastifiants (SP) sont l'ingrédient clé pour obtenir des bétons à haute résistance, car ils réduisent la demande en eau en dispersant les particules de ciment, libérant l'eau autrement piégée dans les agglomérats de ciment flocculé et en maximisant l'eau libre pour la maniabilité. C'est la faible demande en eau, et donc les faibles rapports eau/liant (E/L), qui permettent d'obtenir des résistances élevées, voire ultra-élevées. En effet, Deux types différents de SP ont été fournis par la société Granitex (Algérie), polynaphtalène sulfonate (PNS) et polycarboxylate éther (PCE), ont été utilisés pour minimiser la demande en eau. Le PNS avait une densité de  $1,20 \pm 0,01$  et une teneur en solides de 40 %, ainsi qu'un type PCE, qui est de  $1,07 \pm 0,01$  et 30 %, respectivement.

### 6. 4. Eau de gâchage

L'eau utilisée pour la formulation des pâtes cimentaires durable, c'est une eau potable de robinet des régions de Boumerdès et de Bouira, qui répond à toutes les exigences de la norme (NF EN 1008, 2003 ; NA 1966, 2009).

## 7. FORMULATIONS ET ESSAIS SUR LES PATES

### 7.1. Proportions des mélanges

Comme détaillé dans le tableau IV. 3, trois séries de mélanges ont été préparées avec des rapports E/L de (0,3, 0,4 et 0,5), donc un total de vingt mélanges de pâte de ciment ont été testés. Les taux de l'adition du ciment par (DC, BC et FS) sont restés inchangés dans tous les mélanges (10%), chacun étant indiqué en pourcentage de masse du ciment anhydre total. D'autre part, des superplastifiants (PCE et PNS) ont été ajoutés dans tous les mélanges, à l'exception de ceux ayant un rapport E/L de 0,5.

N°	E/L	Eau (ml)	Ciment (g)	MCS (10%) (g)			SP* (ml)	
				DC	BC	FS	PCE	PNS
1	0.3	116.16	352	35.2	-	-	2.46	-
		116.16	352		35.2	-	2.46	-
		116.16	352	-	-	35.2	2.46	-
		105.60	352	-	-	-	2.80	-
		116.16	352	35.2	-	-	-	7.04
		116.16	352	-	35.2	-	-	7.04
		116.16	352	-	-	35.2	-	7.04
		105.60	352	-	-	-	-	8.00
2	0.4	154.88	352	35.2	-	-	0.67	-
		154.88	352	-	35.2	-	0.67	-
		154.88	352	-	-	35.2	0.67	-
		140.80	352	-	-	-	1.21	-
		154.88	352	35.2	-	-	-	4.13
		154.88	352	-	35.2	-	-	4.13
		154.88	352	-	-	35.2	-	4.13
		140.80	352	-	-	-	-	5.81
3	0.5	193.60	352	35.2	-	-	-	-
		193.60	352	-	35.2	-	-	-
		193.60	352	-	-	35.2	-	-
		176.00	352	-	-	-	-	-

\*Point de saturation

Tableau IV. 3. Proportions des mélanges des pâtes cimentaires durables.

## 7.2. Procédure de malaxage

Afin de réduire ou de supprimer toute hétérogénéité présente dans les mélanges, le malaxage en tant qu'action mécanique est intrinsèque à cet objectif.



Figure IV. 12. Malaxeur mécanique auto-mortar.

Les mélanges ont été préparés pendant 600 s dans un malaxeur mécanique (auto-mortier) (voir la figure IV. 12) conforme aux spécifications de la norme ASTM C 305 [126] avec une capacité maximale de 5 L.

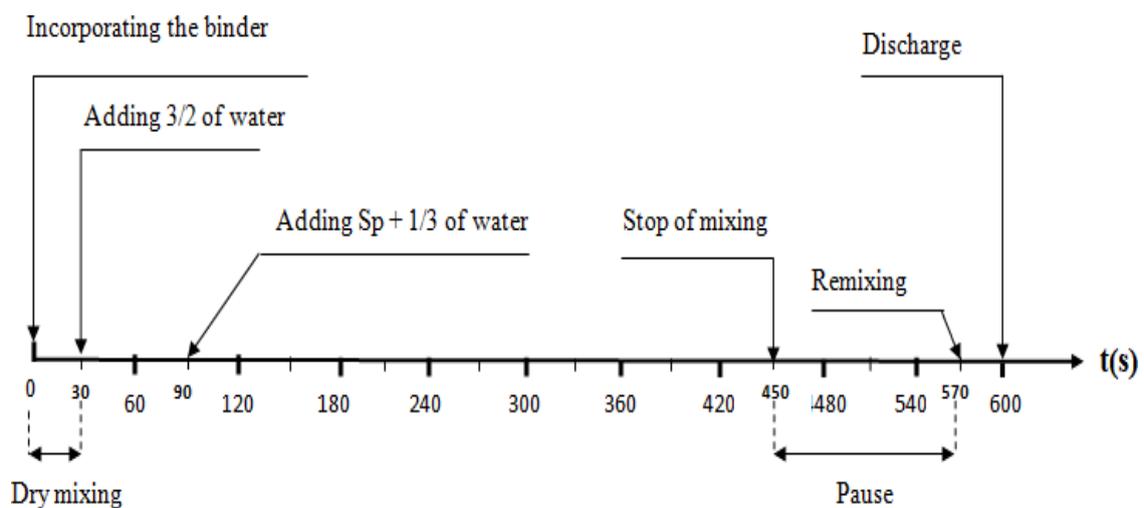
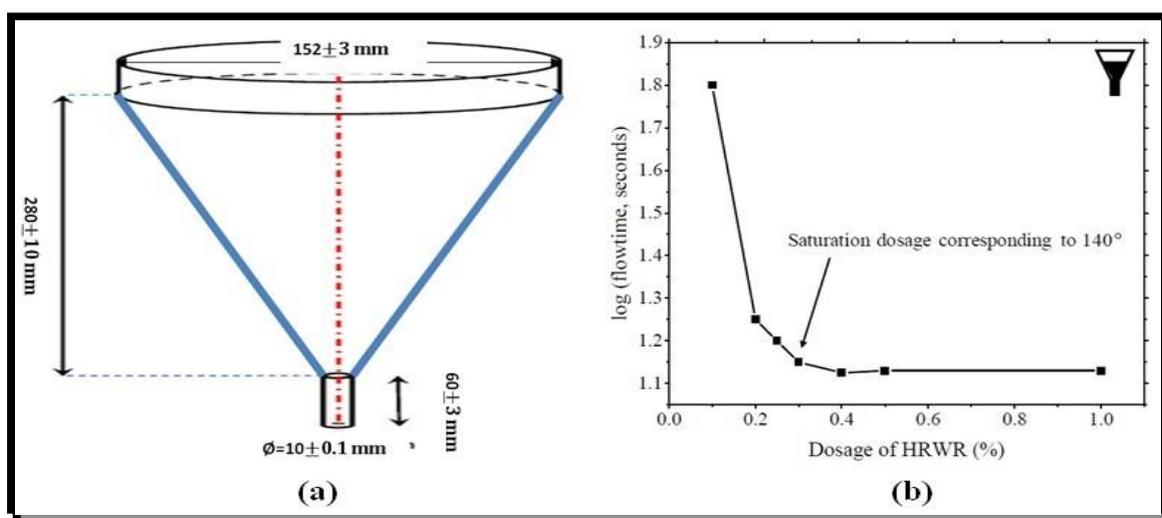


Figure IV. 13. Séquence de malaxage.

Le protocole de malaxage est présenté dans la figure IV. 13 et est resté inchangé pour toutes les conceptions des mélanges [11]. Ce dernier consiste à : (i) incorporer le liant dans le malaxeur et le mélanger sous forme anhydre pendant 30 s, lorsqu'il est nécessaire de remuer les MCS avec le ciment pour obtenir l'homogénéité et la fluidité adéquate de la pâte cimentaire [60] ; (ii) ajouter 2/3 d'eau et continuer à malaxer pendant 60 s, puis ajouter le 1/3 d'eau restant avec SP. (iii) L'opération de mélange s'est poursuivie pendant 300 s, suivie d'une période de repos de 120 s, tandis que la paroi intérieure du malaxeur était nettoyée à l'aide d'une spatule métallique pendant ce temps pour récupérer le matériau collé sur la paroi du récipient, et enfin, le déchargement après 30 s de malaxage.

### 7. 3. Détermination du point de saturation de SP

Le seuil de SP a été amélioré en mesurant le temps d'efflux avec un cône Marsh (Figure IV. 14 (a)) selon le protocole ASTM C939-02 et les normes EN445 (2007). Le niveau de saturation du SP est la quantité au-dessus de laquelle il n'y a pas de diminution appréciable du temps d'efflux, mais un coulis ségrégué est produit. De même, l'angle interne ( $\alpha$ ) correspondant à chaque ensemble de données de l'expérience du cône de Marsh peut être calculé comme une méthode d'évaluation de l'angle interne. En effet, peut être considéré comme une méthode pour déterminer le dosage de saturation de la SP. Ensuite, le niveau de SP correspondant à un angle interne ( $\alpha$ ) de  $140 \pm 10^\circ$  serait le dosage seuil à ce rapport eau/liant (Figure IV. 14 (b)) [127]. En pratique, le tableau IV. 3 montre clairement le niveau de dosage des types PCE ainsi que PNS pour toutes les pâtes cimentaires durables.



**Figure IV. 14.** (a) Vue schématique du cône de Marsh considéré et (b) courbe explicative de la méthode pour la saturation en SP.

### 7. Test de décantation

Après 2 heures, un coulis est considéré stable si la décantation finale est inférieure à 5% [128]. Que les coulis fraîchement mélangés sont examinés pour la décantation finale dans un cylindre gradué en verre conforme au protocole ASTM C 940 (ASTM, 2016).

### 8. CONCLUSION

Dans ce chapitre, et pour les études rhéologiques sur des pâtes cimentaires durables, nous avons choisi d'utiliser le rhéomètre AR2000-TA-Instruments comportant un mobile à ailettes (vane) préférentiellement au système à cylindres coaxiaux, pour plusieurs raisons : notamment la suppression de l'effet de paroi. Par ailleurs, nous avons abordé les différents problèmes que l'on peut rencontrer en rhéologie expérimentale et apporter des solutions pour limiter ces phénomènes. En fin, Les différents matériaux nécessaires pour la formulation des pâtes cimentaires durables : ciment, superplastifiants, les nouvelles sources d'additions et les pâtes cimentaires ont été caractérisés suivant les méthodes et les normes les plus appropriées (Algérienne NA, françaises NF et européen EN).

# CHAPITRE

## Rhéologie des pâtes cimentaires durable



## 1. INTRODUCTION

Depuis que les civilisations ont commencé à construire, la race humaine a cherché des matériaux permettant de lier les pierres en une masse solidement formée. Après la découverte du ciment Portland en 1824 (année du brevet), le béton est devenu le matériau structural le plus utilisé dans les civilisations modernes. La qualité de la structure en béton dépend bien sûr de la qualité de chaque constituant utilisé dans le mélange de béton. Dans la conception de ce dernier, le superplastifiant (SP) est l'ingrédient essentiel qui est ajouté pour favoriser l'état de défloculation des grains fins et diminuer le rapport eau/liant (E/L) pour une fluidité spécifiée. Sur la base d'un mécanisme de défloculation, les réducteurs d'eau à haut rendement (REHR) peuvent être divisés en deux groupes : les condensats de polynaphtalène sulfonate (PNS) et les éthers polycarboxyliques (EPC). Les types PNS, par exemple, sont affectés par des forces répulsives électrostatiques, alors que les types EPC sont affectés par des forces répulsives stériques [129]. La conception des mélanges frais de béton est principalement basée sur une matrice composée de granulats de différentes tailles reliés par une matrice de pâte de ciment ; cette dernière peut être considérée comme un système flocculant en raison des effets de l'attraction de Van der Waals et des forces hydrodynamiques, ainsi que des réactions chimiques, ce qui entraîne un comportement rhéologique complexe affecté par plusieurs facteurs physiques et chimiques [130]. Le comportement d'écoulement des matériaux cimentaires frais est contrôlé par leur concentration en solides, la composition minéralogique du ciment, la phase de malaxage (processus, séquence et temps), la température, l'action du SP et, dans certains cas, les matériaux cimentaires supplémentaires (MCS) incorporés pour améliorer les propriétés de l'état frais et les performances à l'état durci.

Il a été signalé en 2019 que la production du matériau cimentaire, indispensable à la fabrication du béton, non seulement consomme du calcaire ( $\text{CaCO}_3$ ), de l'argile et du combustible, mais est également responsable d'environ 8 à 10 % des émissions totales de  $\text{CO}_2$  à l'échelle mondiale [131]. Par conséquent, les MCS offrent actuellement l'un des principaux outils de réduction des émissions de dioxyde-carbone associées à la production de béton. «The United Nations Environmental Program Sustainable Building and Climate Initiative» (UNEP-SBCI) [132] a identifié la substitution du clinker et les mélanges en béton comme les principaux outils de réduction du carbone pour l'industrie. À cet égard et afin d'atteindre ces objectifs, la nécessité d'un faible coût de MCS s'est récemment imposée. Des recherches récentes ont porté sur le développement des propriétés pouzzolaniques d'argiles calcinées non kaoliniques, telles que le schiste illite et la bentonite (BC) [133,134], cette dernière étant une

argile naturelle que l'on trouve dans de nombreux pays et qui est principalement composée de montmorillonite, de feldspaths, de quartz cristallin, de roche volcanique et de cristobalite [134,135]. À cet égard, la phase de calcination est très importante, c'est pourquoi on peut voir des MCS communs dans le groupe des argiles calcinées en raison de la bonne disponibilité de la matière première et aux composants actifs résultant de la décomposition des minéraux argileux après un traitement thermique modéré [132]. Les phases amorphes, qui se forment à des températures allant de 500 à 900 °C selon le concept du minéral argileux, réagissent de manière pouzzolanique comme d'autres MCS en raison de leur composition chimique [136]. En outre, la poudre de diatomite est l'une des nouvelles générations de matériaux transformés qui a été extrêmement ignorée dans l'application des MCS dans les matériaux à base de ciment. La diatomite est une roche sédimentaire contenant des plantes aquatiques unicellulaires appelées algues diatomées et des squelettes fossilisés de diatomées [137]. Les squelettes de diatomées sont très poreux, légers, chimiquement stables et inertes [138]. La diatomite est utilisée dans le ciment Portland, les mortiers et les coulis comme un matériau de substitution pouzzolanique. Certains auteurs [139] ont rapporté une étude comparative entre la diatomite non calcinée et la poudre de diatomite calcinée (DC) dans la production de ciment. 5 %, 10 % et 20 % du clinker du ciment ont été remplacés par de la diatomite non calcinée et de la DC, séparément. À la suite de cette recherche [139], on a constaté que la diatomite non calcinée avait une résistance comparable jusqu'à un stade de remplacement de 10 % du clinker. L'utilisation de diatomite non calcinée à des niveaux de remplacement plus élevés entraîne une réduction de la résistance. En outre, le processus de calcination a modifié la nature poreuse de la diatomite et amélioré sa broyabilité, ce qui permet de l'utiliser comme matériau de substitution du ciment à un taux plus élevé de 20% sans perte de résistance. Le résultat de cette étude est que le traitement par calcination s'est avéré être une bonne alternative pour réduire l'adsorption d'eau de la diatomite et donc améliorer les propriétés mécaniques des mélanges de ciment à base de diatomite. En plus du DC et du BC, la fumée de silice (FS), en tant que source traditionnelle de MCS [140], a la capacité de réduire l'empreinte carbonique du béton, puisque les matériaux sont des sous-produits industriels, ils sont exploités après leur fabrication.

Les propriétés rhéologiques de la pâte cimentaire sont directement liées à la maniabilité, la fluidité et la consistance du béton. Le comportement rhéologique de la pâte de ciment est complexe car il dépend de plusieurs paramètres tels que le rapport eau/ciment, les adjuvants, le taux de cisaillement et les matériaux cimentaires supplémentaires [138]. Les modèles

rhéologiques prennent en compte plusieurs facteurs qui ont une grande influence sur la rhéologie de la pâte de ciment, et il est nécessaire de les prendre en compte pour obtenir des approches meilleures et réalistes. En raison de l'influence de plusieurs facteurs dans le modèle rhéologique de la pâte de ciment, le comportement d'écoulement ne peut pas être prédit avec les meilleures courbes d'ajustement en utilisant un seul modèle [139]. Il est également connu que la précision et l'efficacité du modèle mathématique dépendent de l'ajustement absolu des données expérimentales. Par conséquent, quatre modèles rhéologiques ont été sélectionnés à partir de diverses normes et de chercheurs [133]. Le modèle de Bingham a été le plus largement utilisé par les chercheurs pour déterminer la limite d'élasticité et la viscosité plastique de la pâte de ciment [140]. L'équation mathématique de Bingham est linéaire et relativement facile à utiliser pour une solution analytique [141]. Cependant, elle ne parvient pas à s'adapter à la partie non linéaire de la courbe d'écoulement à faible taux de cisaillement et ne peut pas prédire avec précision la contrainte de cisaillement au rendement, en particulier pour le comportement d'épaississement par cisaillement [139]. Pour surmonter ce problème, l'équation de Bingham a été modifiée et a été utilisée pour ajuster le modèle dans un comportement pseudo-plastique ou d'épaississement par cisaillement. L'expression mathématique du modèle de Bingham modifié est donnée [131]. Cependant, elle limite la réponse de la pâte de ciment à un polynôme du second ordre. Le comportement d'épaississement par cisaillement de la pâte de ciment a été quantifié plus précisément en utilisant le modèle de Herschel-Bulkley. Ce modèle possède les caractéristiques des modèles de Bingham et de Power et est donné [141]. Ce modèle est basé sur l'indice de puissance ( $n$ ), qui peut prédire le comportement d'amincissement et d'épaississement par cisaillement de la pâte de ciment. Avec l'augmentation de la valeur de l'indice de puissance ( $n$ ) supérieure à 1, le comportement d'épaississement par cisaillement de la pâte sera plus important. Le modèle de Casson a deux paramètres ajustables, c'est-à-dire la contrainte de cisaillement et la viscosité plastique. Il utilise la racine carrée de ces valeurs, ce qui rend sa relation complexe et difficile à expliquer. Selon [19], elle peut prédire la viscosité à un taux de cisaillement très élevé (taux de cisaillement infini). Cependant, cette équation est limitée dans la prédiction des paramètres d'écoulement pour les suspensions très concentrées [138]. D'après l'observation de [138], l'équation de Casson s'adapte très bien à divers types de fluides et est plus appropriée à utiliser par rapport à l'équation de Herschel-Bulkley, mais elle est difficile à expliquer dans la plupart des cas.

L'efficacité de chaque modèle analytique à correspondre précisément à la régression non linéaire à un faible taux de cisaillement définira sa précision. Comme cette capacité varie avec chaque expression mathématique, les paramètres rhéologiques calculés, en particulier les valeurs de la contrainte critique, peuvent offrir des valeurs différentes pour différents modèles. L'erreur standard (ES) pour chaque modèle rhéologique a été déterminée. Elle dépend de l'écart-type normalisé. Enfin, une comparaison a été établie entre les valeurs calculées pour déterminer le modèle efficace et le mieux ajusté.

Le comportement de l'épaississement par cisaillement pose des problèmes pour la manipulation du béton sur site en augmentant la viscosité plastique de ce dernier pendant les phases de malaxage et de pompage. De nombreuses études ont porté sur l'impact des SP et des MCS sur la nature de l'épaississement par cisaillement de la pâte de ciment. Des recherches antérieures [142-144] ont montré que la SP est la principale raison de l'épaississement par cisaillement. Le phénomène d'épaississement par cisaillement qui se produit dans les suspensions à base de ciment avec des SP peut être expliqué par la théorie de la transition ordre-désordre ou la théorie des hydro-clusteries. Cependant, la réduction ou la suppression des SP n'est pas une solution viable pour réduire la viscosité plastique de la pâte cimentaire avec un taux de cisaillement élevé. La tendance à former des clusters à l'intérieur du vide interstitiel du mélange doit être minimisée pour limiter l'épaississement par cisaillement. Divers ajouts cimentaires plus fins que les particules de ciment pourraient être des choix raisonnables pour réduire les vides interstitiels [145]. Une étude similaire a révélé que les ajouts cimentaires, tels que le laitier, la poudre de calcaire, les cendres volantes et le métakaolin, augmentent la réponse d'épaississement par cisaillement [146,147], tandis que le SF la réduit [144]. D'autre part, la bibliographie a révélé que peu d'études ont été publiées sur les effets de la bentonite calcinée et de la diatomite calcinée sur les propriétés mécaniques et micro-structurelles du béton [148-150], mais l'incorporation de ces ajouts cimentaires pour comprendre le comportement d'épaississement par cisaillement et les autres paramètres rhéologiques de la pâte cimentaire n'a été abordée dans aucun travail. Par conséquent, les objectifs de ce chapitre étaient d'étudier expérimentalement les effets de DC, BC et FS sur l'indice de fluidité et les autres paramètres rhéologiques des pâtes cimentaires durables, en tenant compte des rapports E/L et de la nature du SP. D'autre part, nous avons proposé des paramètres à juger et à comparer, principalement dans le but de comparer et d'évaluer l'indice d'écoulement de la pâte cimentaire en fonction des rôles de ces nouvelles sources d'ajouts cimentaires sur les comportements rhéologiques, y compris la viscosité, la contrainte critique,

le phénomène de thixotropie et surtout le comportement d'épaississement par cisaillement de la pâte cimentaire durable, et de fournir des informations utiles pour la conception, la préparation et les applications du béton durable.

## **2. RESULTATS ET INTERPRETATIONS**

### **2. 1. Degrés de saturation de la SP**

Le niveau de saturation en SP est lié à plusieurs paramètres, dont la surface spécifique, la composition chimique et minéralogique du ciment, la teneur en alcalis, le rapport E/L du mélange et surtout le type de SP. En général, l'utilisation de la combinaison PCE-liant a nécessité des dosages relativement plus faibles que la combinaison PNS-liant pour atteindre les propriétés rhéologiques visées des mélanges de pâtes. Selon les résultats des tests, le dosage requis pour le PNS-SP était plus élevé (voir le tableau IV. 3 (Chapitre IV)) que celui du type PCE. En fait, cette disparité a été causée par la couche de polymère plus épaisse du type PCE par rapport à celle du PNS, qui entoure les grains de ciment et agit par encombrement [129]. Ce qui attire également notre attention, c'est que le niveau de saturation des deux types de PS est clairement plus élevé pour tous les PCD sans MCS (quantité plus élevée de SP), et ceci peut être expliqué par les phénomènes d'adsorption-dispersion. Par conséquent, la quantité adsorbée d'argile SP telle que la bentonite calcinée peut être réduite par la charge négative du groupe terminal carboxyle. Par conséquent, l'intensité de dispersion des particules de ciment a augmenté sous la surface chargée négativement de l'argile [151]. Une tendance similaire dans le cas de la FS, le phénomène d'adsorption est prouvée par la stéréochimie selon laquelle les groupes carboxylates doivent correspondre à la position stérique du  $\text{Ca}^{+2}$  positionné sur la surface de la silice [152]. Alors que la diatomite calcinée présente une structure poreuse (voir la Figure V. 10 (Chapitre IV)), ce fait renforce son phénomène d'adsorption.

### **2. 2. Résistance à la décantation**

Le coulis de ciment est homogénéisé et stable en raison de la faible exsudation et de l'absence de sédimentation. Le rapport eau/liant anhydre a un impact significatif sur le saignement du coulis [153]. L'effet de la diatomite calcinée, de la bentonite calcinée et de la fumée de silice sur le développement de la décantation a également été mesuré et les résultats de l'effet sont tracés dans les Figures V. 1-2. En fait, les résultats de décantation obtenus

démontrent qu'il est inférieur à 5% dans tous les échantillons PCD quel que soit le type de MCS et le niveau d'E/L. En effet, l'intensité de la résistance au saignement des PCD sous l'influence des MCS est respectivement FS, DC et BC. Les bonnes résistances au saignement de la combinaison PCD-FS peuvent être expliquées par un besoin accru en eau et une accélération du processus d'hydratation [154] causés par une surface spécifique élevée (22500 cm<sup>2</sup>/g). Suivis par les PCD-DC sous l'influence de la microstructure poreuse comme le montre la figure V. 10. Cependant, les PCD-BC représentent une résistance considérable à la décantation causée par un potentiel zêta négatif [134] dominé par les particules de bentonite dans une combinaison ciment-bentonite aqueuse. De ce fait, ce sont les forces répulsives qui dominent sur les interactions de van der Waals, ce qui entraîne un degré considérable de stabilité ainsi qu'une réduction de la décantation.

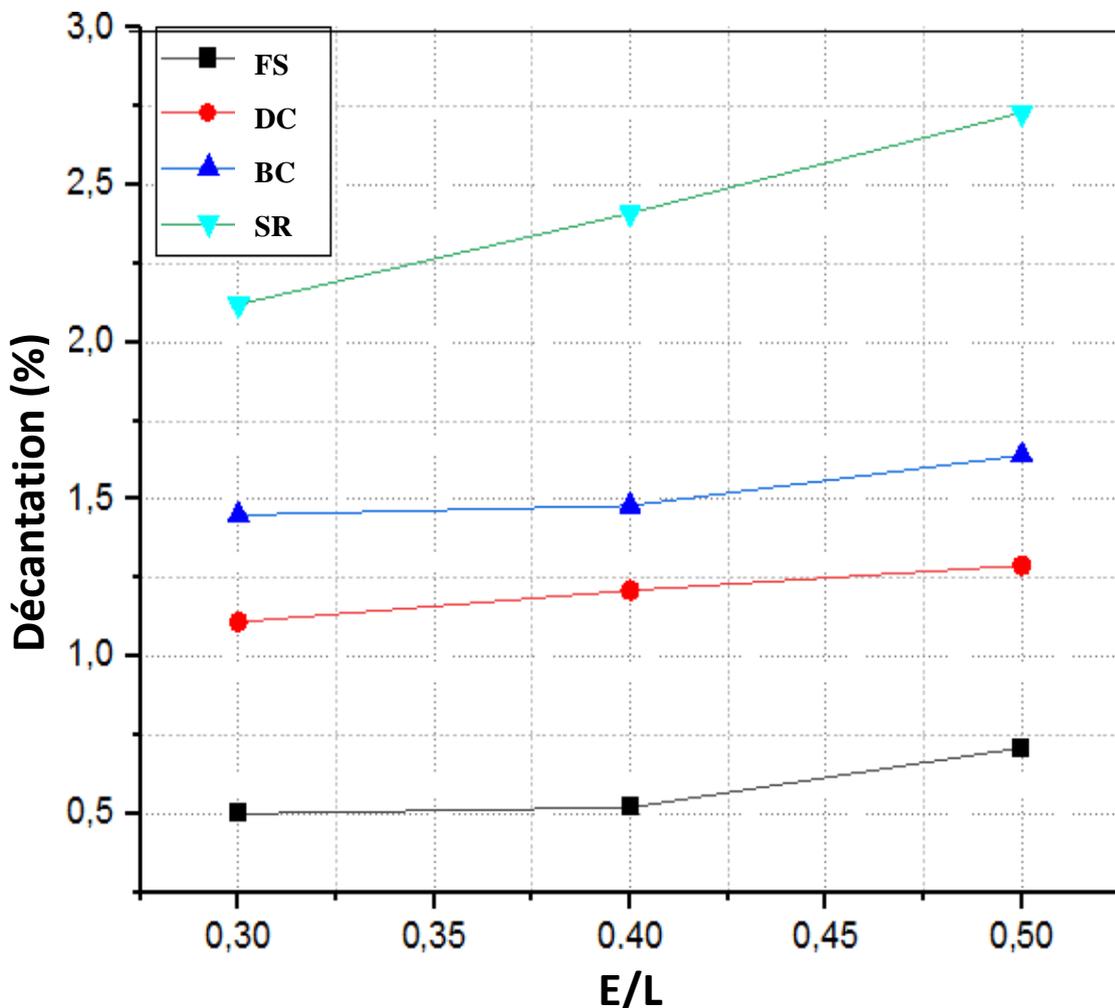


Figure V. 1. Variations de la décantation de divers mélanges avec PCE-SP.

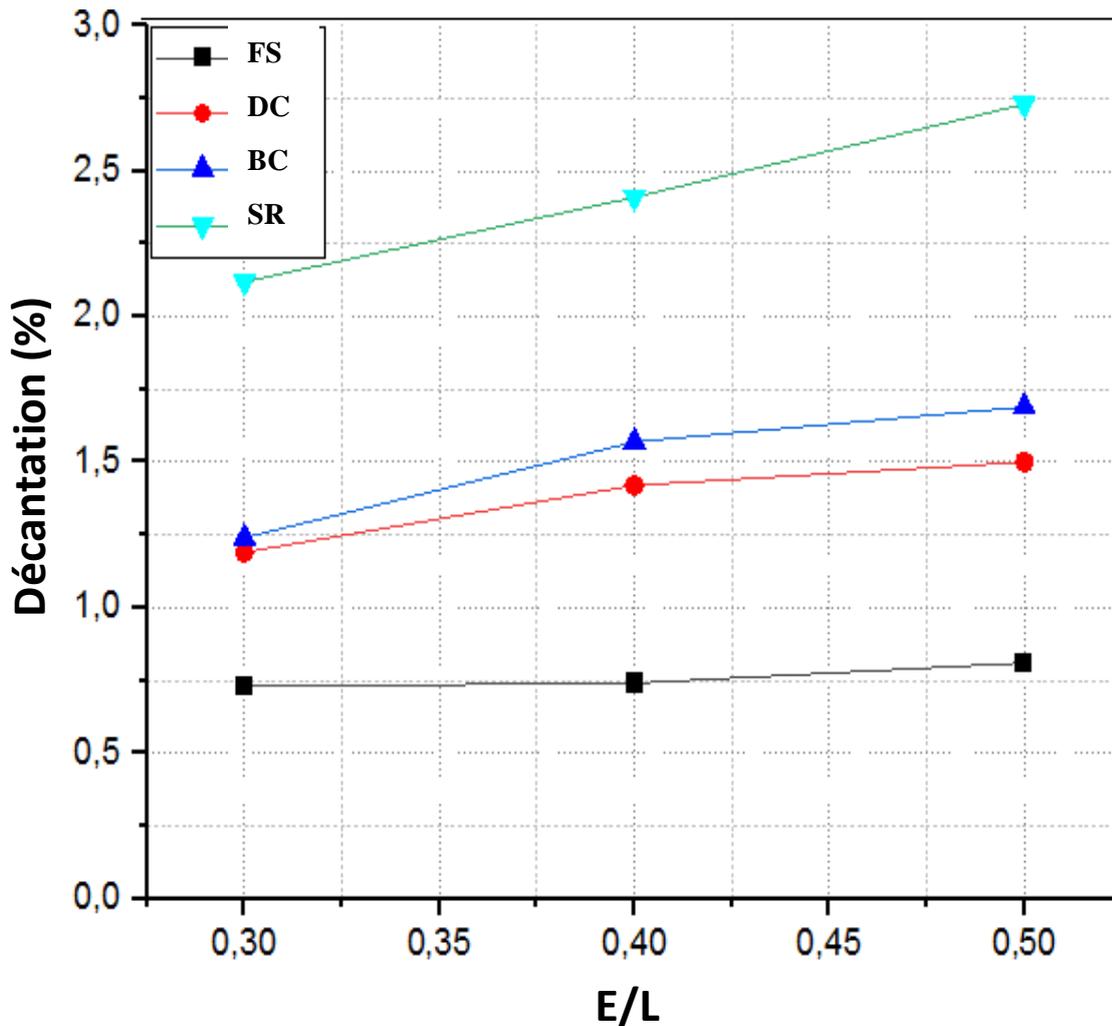


Figure V. 2. Variations de la décantation de divers mélanges avec PNS-SP.

### 2. 3. Comportement de l'écoulement en cisaillement du SCP - effet des paramètres de conception du mélange

Les différentes courbes d'écoulement obtenues (Figures V. 3-7) montrent clairement que le comportement rhéologique des pâtes fraîches est un matériau à contrainte seuil (non-newtonien). De nombreux auteurs [155-177] ont décrit que le modèle rhéologique des pâtes de ciment peut être décrit par les modèles rhéologiques de Bingham ou encore le modèle de Hershel-Bulkley. Sur la base des valeurs obtenues des paramètres statistiques de l'erreur standard (ES), nous avons constaté que le modèle rhéologique de Herschel-Bulkley s'adapte mieux aux données expérimentales ( $4 < ES < 30$ ) de tous les mélanges étudiés. Ce modèle mathématique est donné par l'équation (10) (Chapitre II) et est basé sur certains paramètres, notamment la contrainte critique, la consistance et l'indice d'écoulement, ce dernier étant

considéré comme un autre paramètre important dans le processus de comparaison et d'évaluation des comportements d'écoulement des fluides non-Newton. En effet, cet indice ( $n$ ) fournit des informations sur le comportement d'écoulement : Rhéoépaississant pour ( $n > 1$ ) et rhéofluidifiant par cisaillement pour ( $n < 1$ ).

Code	T (°C)	$\mu$ (Pa.s)	$\tau_0$ (Pa)	$n$	Thixo (Pa/s)	ES	Condition finale
C3-PCDC	20	0.21	11.31	1.31	2021	7.40	Terminé normalement
C3-PCBC	20	0.16	15.27	1.17	748	14.59	Terminé normalement
C3-PCFS	20	0.21	2.11	0.97	264	4.56	Terminé normalement
C3-PCSR	20	0.11	1.26	1.10	251	3.48	Terminé normalement
C3-PNSDC	20	1.27	183.4	1.05	558	38.61	Terminé normalement
C3-PNSBC	20	0.31	49.33	1.03	514	4.74	Terminé normalement
C3-PNSFS	20	0.34	23.57	0.88	102	18.89	Terminé normalement
C3-PNSSR	20	0.16	4.16	1.02	344	7.26	Terminé normalement
C4-PCDC	20	0.13	9.84	1.10	177	4.57	Terminé normalement
C4-PCBC	20	0.18	26.38	0.91	151	14.81	Terminé normalement
C4-PCFS	20	0.26	0.83	0.69	90	25.68	Terminé normalement
C4-PCSR	20	0.18	0.40	0.78	35	40.30	Terminé normalement
C4-PNSDC	20	2.75	197.50	0.87	1148	17.05	Terminé normalement
C4-PNSBC	20	0.17	41.94	0.78	1126	10.37	Terminé normalement
C4-PNSFS	20	3.47	92.79	0.42	685	34.64	Terminé normalement
C4-PNSSR	20	0.92	38.71	0.59	364	18.19	Terminé normalement
C5-DC	20	18.72	18.53	0.44	2492	18.20	Terminé normalement
C5-BC	20	46.04	20.08	0.18	2565	27.60	Terminé normalement
C5-FS	20	71.85	8.12	0.17	364	12.42	Terminé normalement
C5-SR	20	2.56	1.18	0.28	35	33.52	Terminé normalement

**Tableau V. 1.** Les paramètres rhéologiques des PCD.

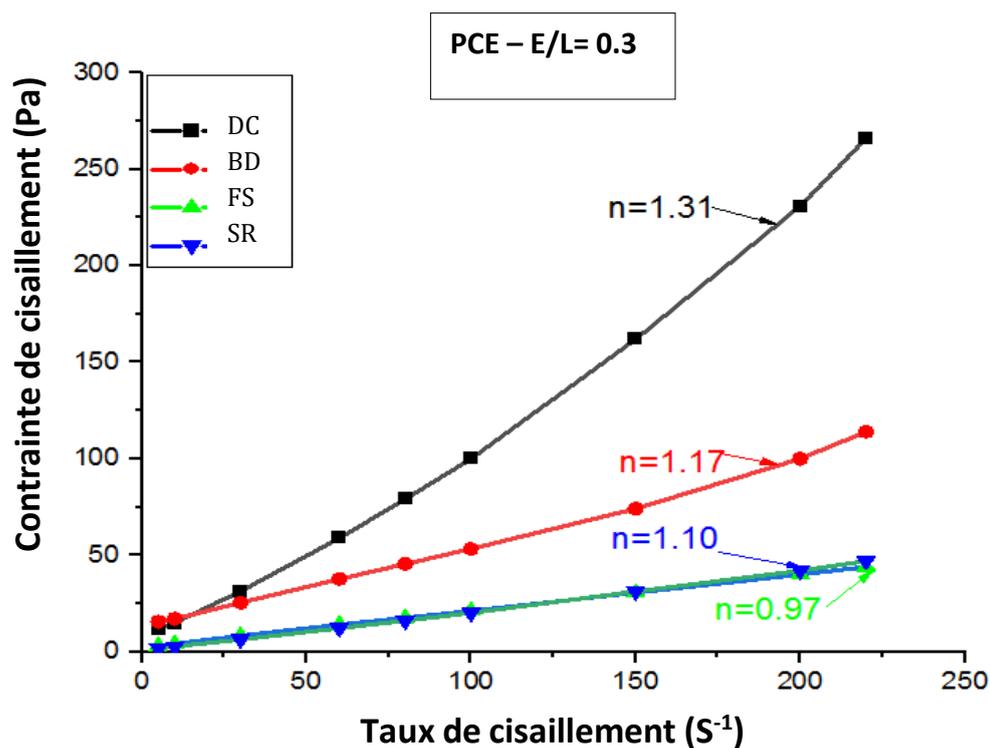


Figure V. 3. Courbes d'écoulement des PCD avec tous les MCS, 0.3 d'E/L et PCE- SP.

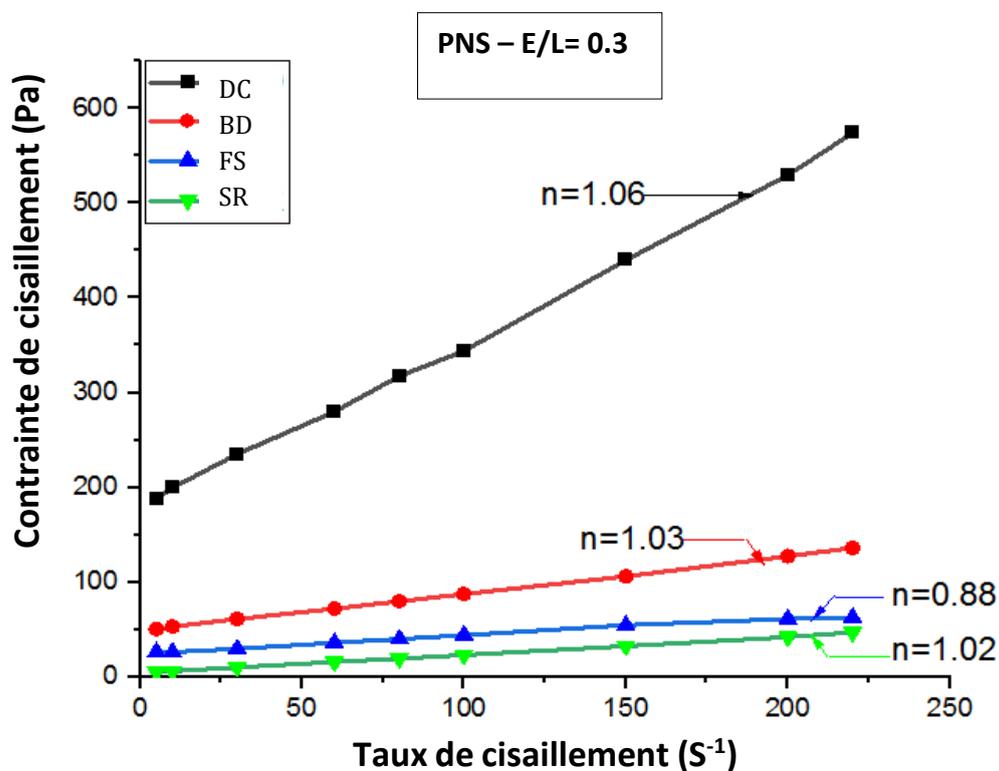


Figure V. 4. Courbes d'écoulement des PCD avec tous les MCS, 0.3 d'E/L et PNS- SP.

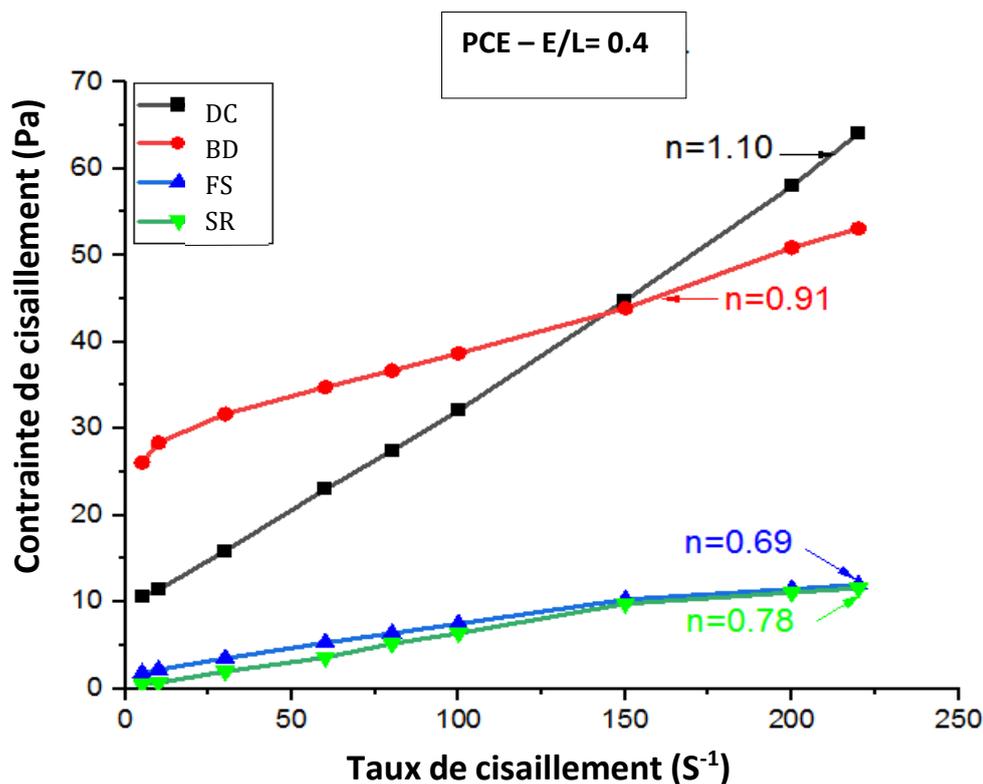


Figure V. 5. Courbes d'écoulement des PCD avec tous les MCS, 0.4 d'E/L et PCE- SP.

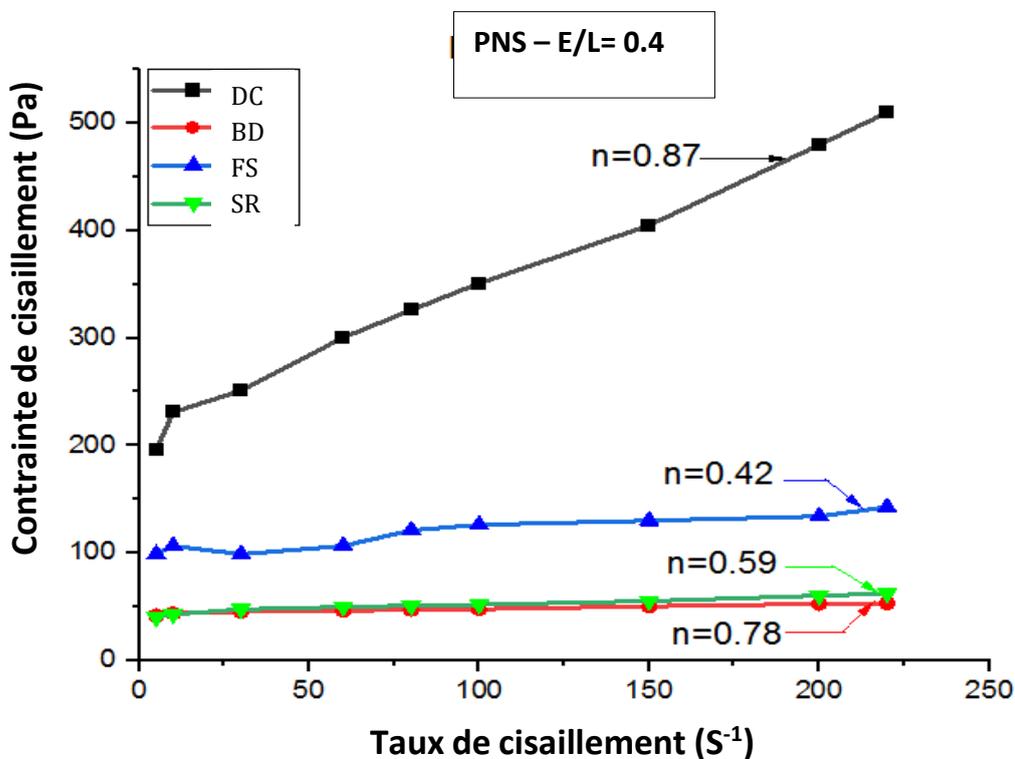


Figure V. 6. Courbes d'écoulement des PCD avec tous les MCS, 0.4 d'E/L et PNS- SP.

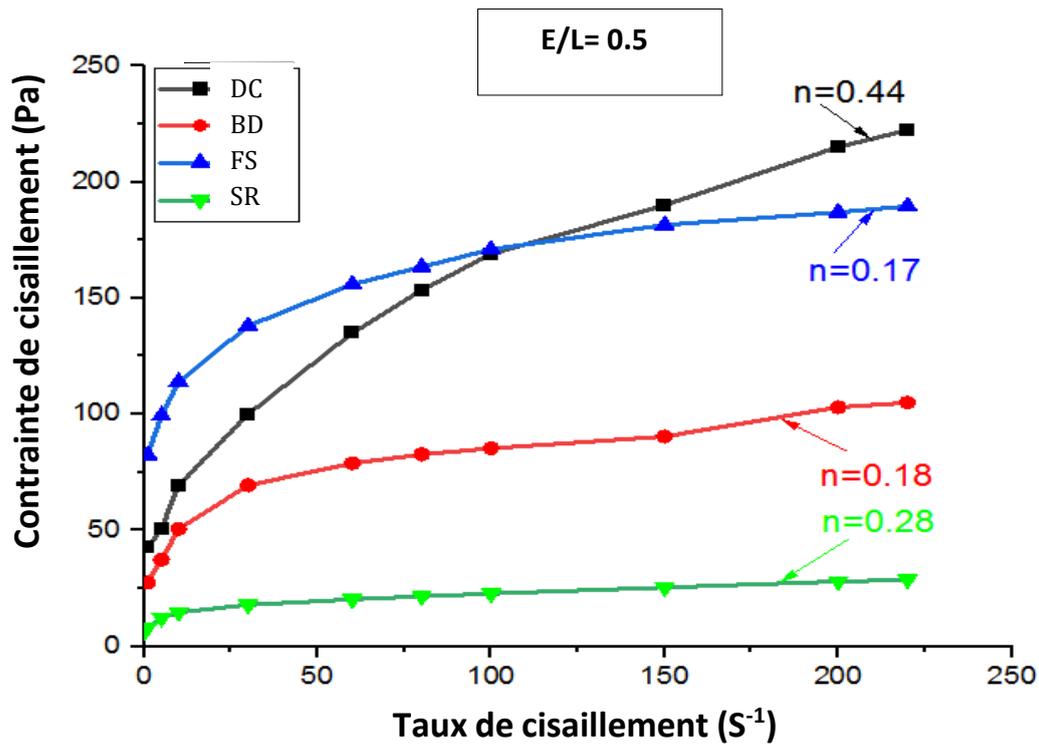


Figure V. 7. Courbes d'écoulement des PCD avec tous les MCS, 0.5 de E/L.

## 2. 4. Seuil d'écoulement, viscosité et thixotropie

Les figures V. 3-7 montre l'évolution de la contrainte de cisaillement de toutes les pâtes cimentaire durables à base de DC, BC et FS en fonction du taux de cisaillement. Les valeurs de la contrainte critique et de la viscosité dynamique ajustées par le modèle non linéaire de Hershel-Bulkley sont détaillées dans le tableau V. 1. En effet, la contrainte critique et la viscosité dynamique de tous les PCD substitués par DC, BC et FC sont plus élevées que celles sans remplacement. Ceci est dû à la structure poreuse du DC, à la forte absorption d'eau du BC qui peut réduire la quantité d'eau libre, augmentant ainsi la contrainte critique et la viscosité [11]. Par contre, une surface spécifique plus élevée de FS peut augmenter la friction particule- particule. En effet, c'est la raison pour laquelle la viscosité et la contrainte critique augmentent [158]. En outre, le tableau V. 1 montre la variation claire des paramètres rhéologiques tels que la viscosité, la contrainte critique et les valeurs de thixotropie, ce qui nous donne de nombreuses options pour la conception du béton et ses applications. De plus, une qualité de finition peut être optimisée en ayant une viscosité appropriée (pas trop faible, car cela augmente ce risque, mais pas trop élevée), car cela empêche les bulles d'air de s'échapper [159]. La consolidation est suggérée pour éviter l'air si le seuil d'écoulement est élevé. De plus, un faible seuil d'écoulement et une faible viscosité permettent une meilleure

Pompabilité [160].

D'autre part, le phénomène thixotropique de l'évolution des PCD étaient en accord avec le niveau de l'adition invariable de DC, BC et FS. Le tableau V. 1 détaille les valeurs thixotropiques résultantes de tous les échantillons de PCD avec ces MCS. Les valeurs des aires thixotropiques des PCD avec la combinaison DC-PCE avec tous les rapports E/L (0.3, 0.4 et 0.55, respectivement) étaient de 2021 Pa/s, 177 Pa/s et 2492 Pa/s, présentant 7.75, 5.05 et 7.62 fois celle de la référence (sans remplacement (SR)), respectivement. Les mêmes tendances ont été constatées avec les PCD de type PNS. En outre, DC a montré un effet positif sur la thixotropie, suivi d'une amélioration plus faible par BC, tandis que FS a montré une amélioration limitée du phénomène de thixotropie des PCD. En fait, la phase d'hydratation est le facteur important qui domine le phénomène de thixotropie de la pâte cimentaire. En résumé, l'augmentation de la thixotropie est principalement due à l'augmentation des interactions attractives entre particules sous l'influence du réarrangement et du mouvement des particules, des changements dans la structure de l'eau adsorbée et de la redistribution des ions [161]. Il existe de nombreuses liaisons hydrogène et structures hydroxyle à la surface de la structure de la diatomite, induisant une charge négative, tandis que les structures poreuses de la diatomite calcinée augmentent ses propriétés d'adsorption. En théorie, le comportement de la bentonite avec une structure en couches de 2:1 montre une thixotropie considérable dans la pâte de ciment [162]. Cependant, les PCD substitués par du BC ont montré une thixotropie plus faible par rapport à ceux de DC, ce qui est principalement dû à la forte absorption d'eau de la bentonite qui résulte en une quantité d'eau extrêmement faible dans la pâte de ciment [163,164], limitant ainsi les forces d'attraction particule-particule.

En pratique, une thixotropie élevée peut réduire la pression latérale exercée sur le coffrage dans le cas d'éléments de murs en hauteur et de colonnes de pont. Pour permettre l'insertion de surfaces inclinées sur un revêtement constitué d'un matériau en béton mince collé, un béton thixotrope présentant une fluidité suffisante est nécessaire. Un béton moderne avec une fluidité suffisante est nécessaire pour l'impression 3D de béton afin de garantir un ajustement facile de l'extrusion et de la pompabilité, tandis qu'une thixotropie élevée permet à ce matériau de se transformer en un filament continu rigide et pratiquement indéformable presque immédiatement après l'impression [164].

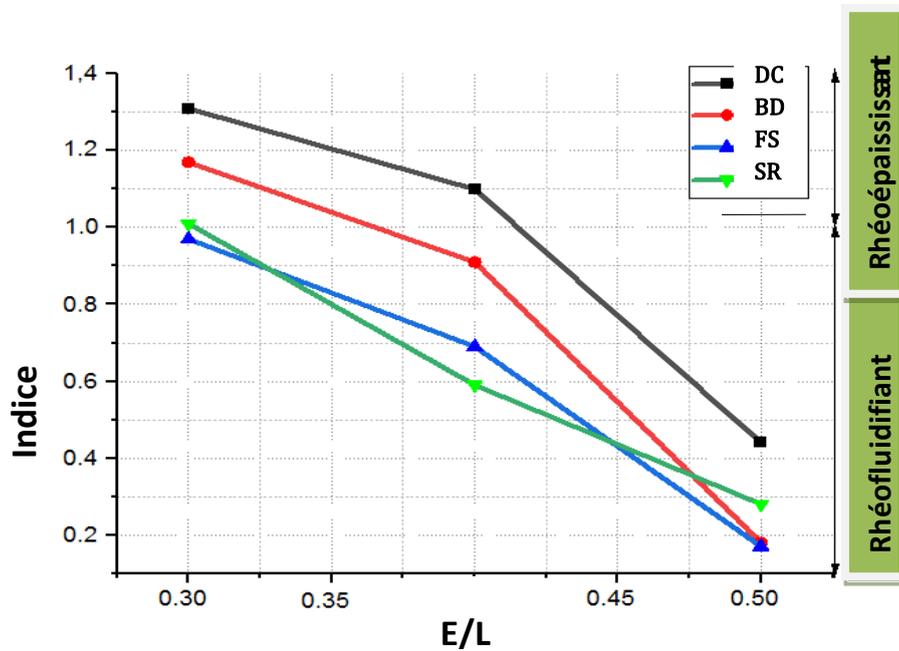
## 2. 5. Indice d'écoulement

### 2. 5. 1. Paramètres physiques influençant le phénomène rhéofluidifiant

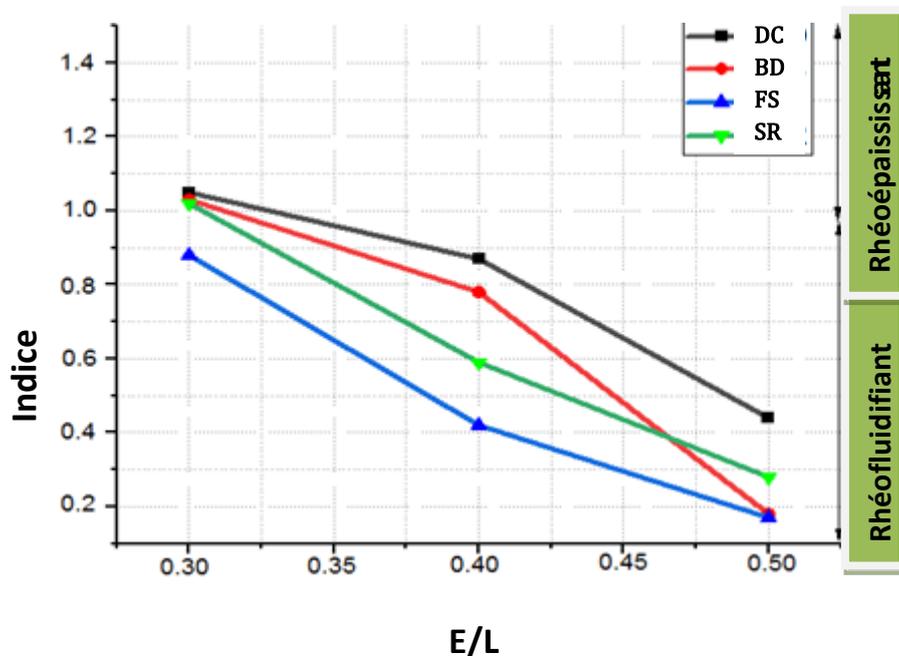
Plusieurs paramètres contrôlent le comportement rhéoépaississant par cisaillement (dilatation), notamment la fraction volumique des particules, l'interaction particule-particule, la forme des particules, la taille des particules et la distribution de la taille des particules [143]. La fraction volumique des particules, qui est définie comme la fraction du volume total divisée par le volume des particules, est un paramètre important qui influence le comportement rhéoépaississant des matériaux. Toute augmentation de la fraction volumique des particules entraîne une diminution du taux de cisaillement critique. Par conséquent, une faible fraction volumique des particules induit généralement un comportement rhéofluidifiant, tandis que des concentrations élevées de particules peuvent entraîner un épaissement par cisaillement. La forme et la structure de la particule affectent également le comportement rhéoépaississant, par exemple, les particules qui présentent une forme irrégulière ont tendance à montrer plus facilement un comportement rhéoépaississant. Cependant, le comportement rhéoépaississant ne dépend pas seulement de ces paramètres mais aussi de la distribution de la taille des particules. Dans la plupart des suspensions, les particules diffèrent en taille, ce qui peut être exprimé par la distribution des particules. En général, lorsque le mélange devient plus polydispersé, le degré d'épaississement par cisaillement diminue. En outre, l'épaississement par cisaillement peut se produire dans des suspensions contenant des particules aussi petites que quelques dizaines de micromètres. Enfin, le comportement rhéoépaississant se produit après que les suspensions ont été défloculées.

Les morphologies des particules de tous les MCS, y compris la diatomite calcinée (DC), la bentonite calcinée (BC) et la fumée de silice (FS), sont respectivement la structure de plaques circulaires, la forme de grains et la forme purement sphérique (voir la figure IV. 10). Les figures V. 3- 9 montrent l'effet de divers ajouts cimentaires sur le paramètre d'indice d'écoulement ( $n$ ). Comme pour (DC), l'épaississement par cisaillement apparaît clairement en prenant en considération les rapports E/L et la forme SP (PNS et PCE), en raison de l'augmentation des particules imbriquées et des mouvements de rotation complexes dans l'écoulement [165], sauf pour les mélanges à 0.5 d'E/L. De plus, dans le cas du même mélange, comme conséquence directe de la forme des grains de BC, une diminution de l'intensité de l'épaississement par cisaillement a été enregistrée, ce qui montre que la contribution des particules sphériques dans le comportement d'épaississement est inférieure à

celle des particules allongées [166]. D'autre part, toutes les pâtes de ciment durables avec l'addition de la FS, l'épaississement par cisaillement a disparu et le phénomène rhéofluidifiant prend sa place, causé par la faible force de friction générée par le contact sphère-sphère pendant l'écoulement, qui,  $F_{\text{sphère-sphère}} < F_{\text{sphère-plaque}} < F_{\text{plaque-plaque}}$  [167].



**Figure V. 8.** Variation de l'indice de fluidité (n) (par rapport aux pâtes sans remplacement (SR)) des mélanges PCD réalisés avec différents E/L et PCE-SP.



**Figure V. 9.** Variation de l'indice de fluidité (n) (par rapport aux pâtes sans remplacement (SR)) des mélanges PCD réalisés avec différents E/L et PNS-SP.

Les diamètres moyens  $D[V,0.5]$  des l'CPO, DC, BC, et FS sont de 12.36  $\mu\text{m}$ , 42.6  $\mu\text{m}$ , 27.8  $\mu\text{m}$ , et 0.15  $\mu\text{m}$ . La fumée de silice est donc environ 100 fois plus faible que celle du ciment Portland. Il est également évident que la diatomite calcinée et la bentonite calcinée sont respectivement 100 et 200 fois supérieures à la fumée de silice (voir tableau IV. 1). La surface spécifique de DC, BC et FS est respectivement de 9480  $\text{cm}^2/\text{g}$ , 10500  $\text{cm}^2/\text{g}$  et 22500  $\text{cm}^2/\text{g}$  (voir tableau IV. 1). L'augmentation de la réponse rhéofluidifiant par cisaillement (Figures V. 3-9) avec toutes les conceptions de mélanges de fumée de silice peut être due aux petites particules sphériques qui peuvent être insérées entre les grains de ciment, réduisant ainsi l'effet porteur du frottement inter-particulaire [167,168].

La densité de DC, BC et FS est un autre paramètre important qui affecte le comportement rhéoépaississant des pâtes cimentaires, ces valeurs sont respectivement de 2.43  $\text{g}/\text{cm}^3$ , 2.20  $\text{g}/\text{cm}^3$  et 2.24  $\text{g}/\text{cm}^3$ , donc la densité du ciment est supérieure à celle de tous les ajouts cimentaires utilisés (voir le tableau IV. 1). En effet, si le ciment anhydre a été substitué à la même fraction massique de ces ajouts cimentaires, le volume de la pâte, en particulier la fraction volumique des particules, change radicalement. Certains auteurs ont confirmé que l'augmentation du nombre de particules par unité de volume, l'épaississement par cisaillement apparaît facilement [169], en raison de l'augmentation des liaisons inter-particulaires. De plus, dans le processus d'explication de la diminution observée de l'intensité de l'épaississement par cisaillement [170] avec l'augmentation des rapports E/L (0.3 à 0.4), et sa disparition totale pour un rapport eau/liant de 0.5. Les mêmes conditions ont été appliquées en incluant le type de MCS.

### 2. 5. 2. Effet de la nature de superplastifiant

Comme il a été prouvé dans les différentes études que le SP est la cause principale de l'introduction du comportement rhéoépaississant des pâtes de cimentaires [142-144], le phénomène rhéoépaississant qui se produit dans les suspensions à base de ciment avec SP peut être expliqué par la théorie de l'hydro-cluster, ce fait étant en accord avec notre étude. Ainsi, tous les mélanges avec un rapport eau/liant de 0,5 et sans SP ont présenté un comportement rhéofluidifiant. En effet, la tendance des grains à la formation d'hydro-clusters sous l'intensité du cisaillement conduit à l'augmentation des forces de freinage entre les grains comme le montre la Figure II. 1. D'autre part, en se basant sur les courbes d'écoulement taux de cisaillement - contrainte de cisaillement (Figures V. 3-7), la quasi-totalité des pâtes testées avec différents MCS qui sont soumis à une faible résistance au cisaillement (faible taux de

déformation) ont présenté un comportement rhéofluidifiant causé par la domination des forces de van der waals dans le régime de faible taux de déformation qui donne lieu à un comportement rhéofluidifiant [171].

Enfin, comme défini dans les travaux précédents, les matériaux rhéoépaississants basés sur des fluides de poids moléculaire plus élevé présentent une viscosité plus élevée, en raison des longues chaînes moléculaires, qui empêchent les couches de fluide voisines de se déplacer [95, 96]. Par exemple, les mélanges à base de PCE présentaient un indice d'écoulement ( $n$ ) plus élevé que les mélanges-PNS à base de liquides de poids moléculaire inférieur (figures V. 8-9), suite à l'augmentation de l'adsorption des polymères sur les surfaces des particules [129], en raison des interactions polaires entre les chaînes polymères plus longues et les fonctionnalités chimiques des particules, qui facilitent l'extension de l'adsorption [172,173].

### 3. CONCLUSION

Une étude comparative a été évaluée dans ce chapitre afin de fournir un ensemble d'informations sur la contrainte critique, la viscosité, la thixotropie et l'indice d'écoulement, y compris le comportement d'épaississement par cisaillement de la pâte cimentaire durable à base des nouvelles sources d'ajouts cimentaires, en utilisant le rhéomètre AR-2000. Les résultats du présent chapitre prenant en compte les paramètres physiques, les rapports E/L et le type de SP peuvent être résumés comme suit :

- Le niveau de saturation des deux types de SP est clairement plus élevé pour tous les PCD sans MCS (plus grande quantité de SP), ce fait peut être expliqué par des phénomènes d'adsorption-dispersion.
- Suite au test de décantation, tous les mélanges de PCD sous l'addition invariable de DC, BC et FS ont montré une bonne résistance à la décantation et une faible sédimentation.
- Des valeurs faibles, moyennes et élevées de viscosité, de seuil d'écoulement et de thixotropie sont enregistrées. Parallèlement, une diminution de la pompabilité, une ségrégation contrôlée et une réduction de la pression exercée sur les coffrages, respectivement. En effet, il s'agit d'un gain technique en parallèle avec les conceptions et les applications du béton moderne.

- Sous certains paramètres physiques des différents MCS utilisés, y compris la taille des particules, la surface spécifique et la densité, on a constaté un comportement rhéoépaississant des pâtes cimentaire à base de CD avec une concentration élevée de particules (rapports E/L de 0.3 et 0.4), sauf pour ceux substitués par de la fumée de silice et pour le rapport E/L de 0.5.
- À des faibles rapports E/L (0.3 et 0.4), les pâtes de ciment durable substituées par des particules de forme circulaire à base de DC et contenant du PCE ou du PNS, ont montré une plus grande intensité d'épaississement par cisaillement par rapport aux mélanges avec des formes de grains à base de BC, cependant, plus de 0.4 de rapport E/L a montré un comportement rhéofluidifiant par cisaillement. Le même phénomène est également apparu avec des particules sphériques de FS dans les mêmes conditions.
- Les mélanges PCE-SP ont des effets plus prononcés sur la réponse d'épaississement par cisaillement que le type PNS-SP, en raison d'une adsorption accrue du polymère sur les surfaces des particules, due aux interactions polaires entre les chaînes polymères plus longues et les fonctionnalités chimiques des particules.
- Ce chapitre a apporté trois contributions principales : (i) Sur la base du concept gagnant-gagnant, une faible évolution de l'épaississement par cisaillement ( $n=1.31$  max) des pâtes de ciment durables basées sur de nouvelles sources d'ajouts cimentaires (DC et BC) a été enregistrée par rapport aux recherches précédentes dans les mêmes conditions, avec en plus l'impact environnemental incluant la réduction de l'empreinte carbonique sans oublier la moindre énergie associée à la production des ajouts cimentaires proposés ; (ii) la possibilité de corréler les paramètres physiques des ajouts cimentaires et du type de SP avec l'intensité de l'épaississement par cisaillement ; (iii) des informations et des données significatives pour une conception optimale du béton et leur application.

# CHAPITRE

## Nouveau modèle pour les pâtes cimentaires à contrainte critique élevée



## 1. INTRODUCTION

De nombreuses suspensions industrielles et naturelles se comportent comme des matériaux à contrainte critique qui ne s'écoulent que lorsqu'ils sont soumis à une contrainte de cisaillement minimale. Des cosmétiques [174] aux matériaux cimentaires [175-177], le comportement d'écoulement de ces matériaux est régi par la magnitude de leur contrainte d'écoulement. La mesure de cette contrainte critique est donc un enjeu majeur pour de nombreuses industries et applications [178]. Il est possible d'évaluer la contrainte de cisaillement de plusieurs façons [179,180] ; parmi celles-ci, une méthode simple et utile consiste à libérer un volume fini de matériau sur une surface horizontale.

L'essai de mini-slump est la technique la plus courante pour le contrôle de la qualité dans la caractérisation des pâtes et des coulis. L'appareil est un tronc de cône métallique ouvert aux deux extrémités et placé sur une plaque métallique. En soulevant verticalement le cône rempli, la gravité induit l'affaissement de la pâte. En raison du rapport entre le rayon  $R$  et la hauteur  $h$  du volume écoulé, cet essai est appelé respectivement "affaissement" pour  $h > R$ , et "étalement" pour  $h < R$  [181]. L'avantage de ce test est qu'il peut être utilisé sur les sites de construction ou dans le cadre du développement de la conception du mélange.

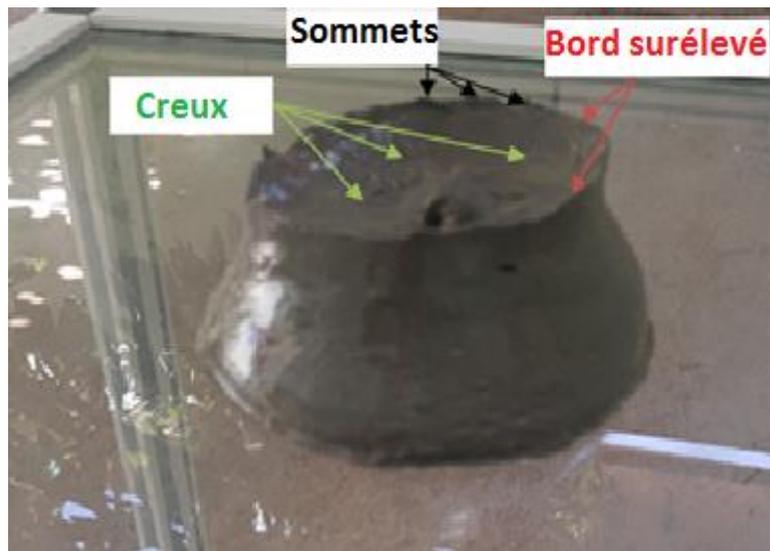
Ce test a été initialement développé pour des applications de génie civil en utilisant un outil à géométrie conique [182]. Ce test est généralement associé à Abrams, mais il semblerait que, selon Bartos et al. [182] et Wallevik [184], Chapman [183] ait été le premier à l'utiliser. La littérature publiée dans ce contexte note que le cône d'Abrams ASTM [185] est applicable pour quantifier la rhéologie du béton frais car la taille des granulats grossiers utilisés dans les bétons est importante. Kandro [186] a par la suite développé une nouvelle géométrie, appelée "mini-slump cône test", pour étudier l'influence des adjuvants réducteurs d'eau sur la rhéologie de la pâte cimentaire. Depuis, le mini-cône a été largement utilisé pour les pâtes cimentaires, les coulis ou les suspensions à faible contrainte critique [187]. Il existe également une tendance à utiliser des moules cylindriques avec ces types de matériaux [188,189].

Des recherches relatives à l'évaluation de la limite d'élasticité à partir de mesures d'affaissement et d'étalement ont été rapportées précédemment. En adoptant une

approche mécanique, Murata [190] a établi une corrélation entre la hauteur du matériau à la fin de l'essai d'affaissement et la contrainte critique du matériau examiné. Cette relation, obtenue avec une géométrie conique, a été améliorée par Christensen [191], par l'introduction de quantités sans dimension et la correction d'une erreur d'intégration dans le modèle de Murata. Dans ces études, il est supposé que le matériau dans la partie supérieure du cône ne s'écoule pas. Dans la partie basse, la contrainte induite par le poids propre du matériau est supérieure à la contrainte critique et l'écoulement se poursuit. Enfin, il semblerait que la hauteur du matériau en écoulement diminue jusqu'à ce que la contrainte soit égale à la contrainte critique et que, par conséquent, l'écoulement s'arrête. L'influence de la géométrie du moule utilisé pour réaliser l'essai a également été abordée. Rajani et al. [192] et Schowalter et al. [193] ont travaillé sur l'essai d'affaissement en utilisant une géométrie conique. Ils ont établi une relation entre la hauteur de l'échantillon à l'arrêt de l'écoulement et la contrainte critique qui ne dépend pas de la forme initiale du cône. Plus tard, Chandler [194] a porté l'essai d'affaissement sur un moule cylindrique sans obtenir une corrélation analytique entre l'affaissement et la contrainte critique du matériau.

Pahias et al. [195] ont été les premiers à corréler la contrainte critique, estimée à partir d'un rhéomètre à ailettes, à la contrainte critique obtenue à travers l'essai d'affaissement. Ils ont également rapporté que l'affaissement ne dépend pas de la vitesse de soulèvement du moule et de la surface sur laquelle l'affaissement est pratiqué. Clayton et al. [189] ont comparé des formes géométriques coniques et cylindriques en prenant comme référence la contrainte critique obtenue avec un essai à la palette, en utilisant la technique de Nguyen et Boger [196]. Clayton et al. [189] ont présenté des résultats plus fiables en préférant un moule cylindrique à un moule conique. En plus de cela, ils ont prouvé que la forme finale du matériau dépend de la hauteur d'un moule à géométrie conique. Ils ont également rapporté que les résultats des essais d'affaissement n'étaient pas affectés par la hauteur du moule cylindrique pour des valeurs de contrainte d'écoulement inférieure à 250 Pa.

Ces propositions analytiques ont été comparées favorablement aux simulations numériques [181] et aux données expérimentales sur la pâte cimentaire et le béton [187].



**Figure VI. 1.** L'essai cylindrique de la pâte cimentaire à haute contrainte critique

Estellé et Lanos [175] ont également comparé les valeurs de la contrainte critique obtenues à l'aide du rhéomètre avec une géométrie vane et de l'affaissement. Une autre tentative a été effectuée pour introduire les effets de tension superficielle dans l'écoulement par étalage [187], la proposition de cette solution était limitée à une pâte cimentaire. Roussel et Coussot [181] ont constaté que les deux méthodes d'analyse ne fournissaient pas les mêmes valeurs de contrainte critique dans le cas d'un comportement d'écoulement se situant entre les deux régimes. De plus, Flatt et al. [197] ont trouvé une divergence entre les deux modèles pour les valeurs de contrainte critique proches de 100 Pa.

Selon nos connaissances et comme détaillé ci-dessus, une grande divergence a été enregistrée entre les équations empiriques et les mesures rhéométriques dans le cas de matériaux à haut seuil d'écoulement. Néanmoins, Alexandre Pierre et al [198] créent un régime intermédiaire en plus des deux modèles classiques afin d'estimer correctement la contrainte critique des dispersions de Carbopol quel que soit le régime d'écoulement. Ce modèle a prouvé une meilleure corrélation avec les mesures rhéométriques pour des faibles valeurs de contrainte critique, mais à proximité de 100 Pa, l'équation a fourni un écart de près de 150 Pa par rapport aux mesures. En conséquence et en utilisant des pâtes cimentaires, on propose un nouveau modèle empirique pour les matériaux cimentaires à haut seuil d'écoulement afin de limiter cette déviation en appliquant des

élément métallique à l'entrée du moule cylindrique afin de repousser la zone non déformée et d'éliminer les phénomènes de pics et de bords relevés des pâtes (Figure VI. 1), en considérant que une petite erreur sur la lecture de la hauteur induira un changement significatif dans la contrainte critique évaluée.

## 2. THÉORIE

### 2. 1. Généralités

Les lois mécaniques d'un matériau incompressible à contrainte d'écoulement s'écoulant sur une surface plane sont décrites dans la section suivante. L'écoulement est décrit en coordonnées cylindriques attachées à la surface solide horizontale  $(r, \theta, z)$ . La géométrie cylindrique utilisée pour l'essai d'étalement est illustrée à la figure VI. 2. L'axisymétrie du problème implique qu'il n'y a pas de mouvement tangentiel dans une direction spécifique  $V_\theta$  et que les variables ne dépendent pas de  $\theta$ . On suppose également que l'arrêt de l'écoulement du matériau se produit lorsque la contrainte de cisaillement dans le matériau est égale ou inférieure à la contrainte critique. Comme indiqué dans l'introduction, la viscosité du matériau, l'inertie et les effets de tension superficielle à l'arrêt d'écoulement, sont également négligés [181]. Le tenseur de la vitesse de déformation est (Eq. 1):

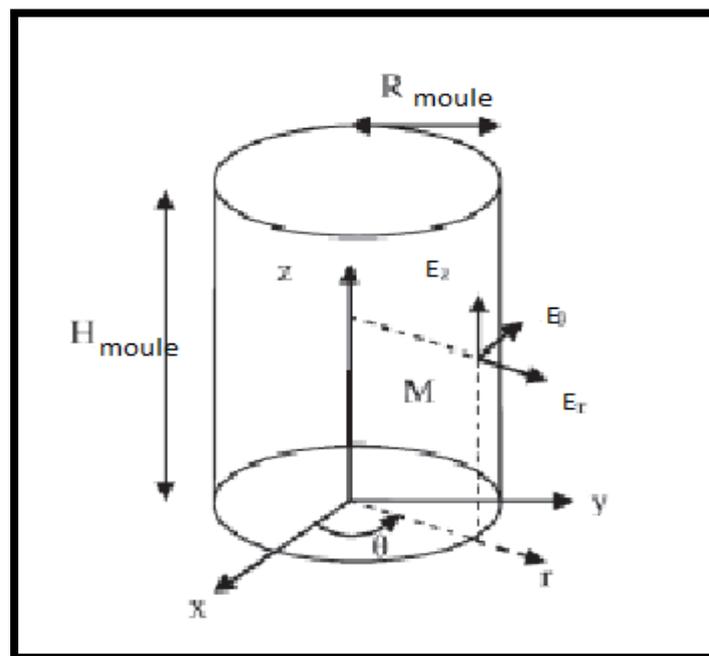


Figure VI. 2. Forme initiale du cylindre et les coordonnées cylindriques.

$$D = \begin{bmatrix} \frac{\partial V_z}{\partial z} & \frac{1}{2} \left( \frac{\partial V_z}{\partial r} + \frac{\partial V_r}{\partial z} \right) & \frac{1}{2} \left( \frac{\partial V_\theta}{\partial z} + \frac{1}{r} \frac{\partial V_z}{\partial \theta} \right) \\ \frac{1}{2} \left( \frac{\partial V_z}{\partial r} + \frac{\partial V_r}{\partial z} \right) & \left( \frac{\partial V_r}{\partial r} \right) & \frac{1}{2} \left( r \frac{\partial \left( \frac{V_\theta}{r} \right)}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial V_r}{\partial \theta} \right) \\ \frac{1}{2} \left( \frac{\partial V_\theta}{\partial z} + \frac{1}{r} \frac{\partial V_z}{\partial \theta} \right) & \frac{1}{2} \left( r \frac{\partial \left( \frac{V_\theta}{r} \right)}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial V_r}{\partial \theta} \right) & \frac{1}{r} \frac{\partial V_r}{\partial z} + \frac{V_r}{r} \end{bmatrix} \quad (1)$$

Simplification pour un étalement axisymétrique :

$$V_\theta = 0 \quad \text{et} \quad \frac{\partial}{\partial \theta} = 0$$

$$D = \begin{bmatrix} \frac{\partial V_z}{\partial z} & \frac{1}{2} \left( \frac{\partial V_z}{\partial r} + \frac{\partial V_r}{\partial z} \right) & \frac{1}{2} \left( \frac{\partial V_\theta}{\partial z} + \frac{1}{r} \frac{\partial V_z}{\partial \theta} \right) \\ \frac{1}{2} \left( \frac{\partial V_z}{\partial r} + \frac{\partial V_r}{\partial z} \right) & \left( \frac{\partial V_r}{\partial r} \right) & \frac{1}{2} \left( r \frac{\partial \left( \frac{V_\theta}{r} \right)}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial V_r}{\partial \theta} \right) \\ \frac{1}{2} \left( \frac{\partial V_\theta}{\partial z} + \frac{1}{r} \frac{\partial V_z}{\partial \theta} \right) & \frac{1}{2} \left( r \frac{\partial \left( \frac{V_\theta}{r} \right)}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial V_r}{\partial \theta} \right) & \frac{1}{r} \frac{\partial V_r}{\partial z} + \frac{V_r}{r} \end{bmatrix}$$

Pour les conditions axisymétriques de l'essai d'affaissement et d'écoulement, nous pouvons introduire deux simplifications importantes. Premièrement, la vitesse angulaire

est nulle. Deuxièmement, le comportement est axisymétrique, nous pouvons donc négliger tous les changements par rapport à  $\theta$ .

La vitesse de déformation simplifiée pour l'étalement axisymétrique :

$$D = \begin{bmatrix} \frac{\partial V_z}{\partial z} & \frac{1}{2} \left( \frac{\partial V_z}{\partial r} + \frac{\partial V_r}{\partial z} \right) & 0 \\ \frac{1}{2} \left( \frac{\partial V_z}{\partial r} + \frac{\partial V_r}{\partial z} \right) & \left( \frac{\partial V_r}{\partial r} \right) & 0 \\ 0 & 0 & \frac{V_r}{r} \end{bmatrix} \quad (2)$$

Équivalent à :

$$D = \frac{\partial V_r}{\partial r} E_{rr} + \frac{V_r}{r} E_{\theta\theta} + \frac{\partial V_z}{\partial z} E_{zz} + \frac{1}{2} \left( \frac{\partial V_z}{\partial r} + \frac{\partial V_r}{\partial z} \right) (E_{rz} + E_{zr})$$

Simplification pour des larges étalements :

$$V_z \ll V_r \text{ Et } \frac{\partial}{\partial r} \ll \frac{\partial}{\partial z}$$

$$D = \begin{bmatrix} \cancel{\frac{\partial V_z}{\partial z}} & \frac{1}{2} \left( \cancel{\frac{\partial V_z}{\partial r}} + \frac{\partial V_r}{\partial z} \right) & 0 \\ \frac{1}{2} \left( \cancel{\frac{\partial V_z}{\partial r}} + \frac{\partial V_r}{\partial z} \right) & \left( \cancel{\frac{\partial V_r}{\partial r}} \right) & 0 \\ 0 & 0 & \cancel{\frac{V_r}{r}} \end{bmatrix}$$

$$D = \begin{bmatrix} 0 & \frac{1}{2} \left( \frac{\partial V_r}{\partial z} \right) & 0 \\ \left( \frac{\partial V_r}{\partial z} \right) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (3)$$

Équivalent à :

$$D = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial V_r}{\partial z} \right) (Er_z + Ez_r) \quad (4)$$

En guise de simplifications supplémentaires pour les grands étalements, nous pouvons considérer que la vitesse radiale est beaucoup plus grande que la vitesse axiale. Cependant, en raison des différences de dimensions, nous pouvons également considérer que les dérivées par rapport à l'axe z sont beaucoup plus grandes que celles par rapport à l'axe radial.

## 2. 2. Développements mathématiques :

L'équation de Navier-Stokes est une expression de la loi de Newton pour les fluides. Elle est également appelée l'équation de conservation de la quantité de mouvement (Eq. 5).

$$\rho \left( \frac{\partial v}{\partial t} + v \cdot \nabla v \right) = -\nabla p + \nabla \cdot T + F \quad (5)$$

Où  $v$  est la vitesse d'écoulement,  $\rho$  est la densité du fluide,  $p$  est la pression,  $T$  est la composante (diviatoire) du tenseur de la contrainte totale, et  $f$  représente les forces du corps (par unité de volume) agissant sur le fluide et  $\Delta$  est l'opérateur del. Il s'agit d'un énoncé de la conservation de la quantité de mouvement dans un fluide et d'une

## Chapitre VI      Nouveau modèle pour les pâtes cimentaires contrainte critique élevée

---

application de la deuxième loi de Newton à un continuum ; en fait, cette équation est applicable à tout continuum non relativiste et est connue sous le nom d'équation de la quantité de mouvement de Cauchy.

On suppose que l'équation constitutive au-delà de la contrainte critique peut être exprimée sous la forme générale [199] (Eq. 6) :

$$\mathbf{T} = -p\mathbf{I} + \mathbf{T}' = -p\mathbf{I} + \frac{\tau_c}{\sqrt{-D_{II}}} \mathbf{D} \quad (6)$$

Où  $\mathbf{T}$  est le tenseur des contraintes, qui peut varier avec le régime d'écoulement,  $p$  est la pression, et  $\mathbf{T}'$  est le déviateur des contraintes.  $D_{II} = 1/2 ((\text{tr } \mathbf{D})^2 - \text{tr } (\mathbf{D}^2))$  est le deuxième invariant du tenseur de vitesse de déformation et  $\mathbf{I}$  est le tenseur d'identité.

Tenseur des contraintes déviatoriques (Eq. 7) :

$$\mathbf{T} = \left( \frac{\tau_c}{\sqrt{-D_{II}}} \right) \mathbf{D} = \alpha \mathbf{D} \quad (7)$$

$$\nabla \cdot \mathbf{T} = \alpha \begin{bmatrix} \frac{\partial D_{zz}}{\partial z} + \frac{1}{r} \frac{\partial (r D_{rz})}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial (D \theta z)}{\partial \theta} \\ \frac{\partial D_{zr}}{\partial z} + \frac{1}{r} \frac{\partial (r D_{rr})}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial D \theta r}{\partial \theta} - \frac{D \theta \theta}{r} \\ \frac{\partial D_{z\theta}}{\partial z} + \frac{\partial D_{r\theta}}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial D \theta \theta}{\partial \theta} + \frac{D_{r\theta} + D \theta r}{r} \end{bmatrix} \quad (8)$$

Sur une diapositive précédente, nous avons constaté que dans notre problème, le tenseur des contraintes déviatoriques était proportionnel au tenseur des déformations et nous avons noté la constante de proportionnalité  $\alpha$ . En développant l'expression de l'opérateur de divergence, nous obtenons l'expression ci-dessus.

Pour des larges étalements, seuls  $D_{rz}$  et  $D_{zr}$  sont nuls :

$$\nabla \cdot T = \alpha \begin{bmatrix} \frac{\partial D_{zz}}{\partial z} + \frac{1}{r} \frac{\partial (r D_{rz})}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial (D_{\theta z})}{\partial \theta} \\ \frac{\partial D_{zr}}{\partial z} + \frac{1}{r} \frac{\partial (r D_{rr})}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial D_{\theta r}}{\partial \theta} - \frac{D_{\theta\theta}}{r} \\ \frac{\partial D_{z\theta}}{\partial z} + \frac{\partial D_{r\theta}}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial D_{\theta\theta}}{\partial \theta} + \frac{D_{r\theta} + D_{\theta r}}{r} \end{bmatrix}$$

En considérant tous les termes nuls dans le tenseur de déformation, nous voyons que cela simplifie considérablement (Eq. 9).

$$\nabla \cdot T = \alpha \begin{bmatrix} \frac{1}{r} \frac{\partial (r D_{rz})}{\partial r} \\ \frac{\partial D_{zr}}{\partial z} \\ 0 \end{bmatrix} \tag{9}$$

Pour les grands étalements, nous avons également mentionné que (Eq. 10):

$$\frac{\partial}{\partial r} \ll \frac{\partial}{\partial z}$$

$$\nabla \cdot \mathbf{T} = \alpha \begin{bmatrix} 0 \\ \frac{\partial D_{zr}}{\partial z} \\ 0 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 \\ \frac{\partial \tau_{zr}}{\partial z} \\ 0 \end{bmatrix} \quad (10)$$

En utilisant le résultat de la diapositive précédente, nous écrivons maintenant l'équation de Navier-Stokes sous forme vectorielle pour les coordonnées cylindriques. Notez que la seule force du corps qui agit est la gravité et que sa direction est opposée à l'axe  $z$ , ce qui explique le signe négatif qui la précède. Cela conduit aux deux équations en bas de la diapositive. Nous devons maintenant résoudre les deux équations pour établir le lien entre l'étalement et le seuil d'écoulement.

$$-\begin{bmatrix} \frac{\partial P_r}{\partial z} \\ \frac{\partial P_r}{\partial r} \\ 0 \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} 0 \\ \frac{\partial \tau_{zr}}{\partial z} \\ 0 \end{bmatrix} - \begin{bmatrix} \rho g \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} = 0$$

Donne les deux équations suivantes :

$$\left\{ \begin{array}{l} -\frac{\partial P}{\partial z} - \rho g = 0 \\ -\frac{\partial P}{\partial r} + \frac{\partial \tau_{zr}}{\partial z} = 0 \end{array} \right. \quad (11) \quad (12)$$

### 2. 3. Variation de la pression hydrostatique:

Avec la première équation (Eq. 11), on obtient une expression de la variation de la pression en fonction de la hauteur (Eq. 12).

$$-\frac{\partial P}{\partial z} - \rho g = 0$$

$$P = \rho g(hr - z) \quad (12)$$

### 2. 4. Profil d'étalement - 1 :

Nous remplaçons le résultat précédent par la deuxième équation obtenue à partir de Navier- Stokes. Celle-ci est ensuite intégrée sur la hauteur de l'échantillon. On constate qu'au fond de l'échantillon, la contrainte est égale au seuil d'écoulement du matériau (Eq. 13).

$$\left. \begin{array}{l} -\frac{\partial P}{\partial r} - \frac{\partial \tau_{zr}}{\partial z} = 0 \\ P = \rho g(hr - z) \end{array} \right\} -\frac{\partial(\rho g(hr-z))}{\partial r} - \frac{\partial \tau_{zr}}{\partial z} = 0$$

$$\int_0^{hr} \rho g \frac{\partial hr}{\partial r} dz = \int_{\tau_{zr}(0)}^0 \partial \tau_{zr}$$

A l'arrêt d'écoulement

$$hr \cdot \rho g \frac{\partial hr}{\partial r} = -\tau_{zr}(z = 0) = \tau_c \quad (13)$$

**2. 4. Profil d'étalement - 2 :**

L'intégration de l'équation précédente donne une relation entre la hauteur de l'échantillon, le rayon et la contrainte critique (Eq. 14).

- Pour  $R = r$ , nous avons  $h = 0$ , ce qui ne nous sert pas à grand-chose;
- Pour  $r = 0$ , nous avons une relation entre la contrainte critique et la hauteur.

Cependant, pour les grands étalements, la hauteur ne peut être mesurée avec précision. Nous devons donc trouver un autre moyen d'obtenir la contrainte critique à partir de l'essai d'étalement.

$$hr\rho g \frac{\partial h}{\partial r} = -\tau c$$

$$\int_{hr}^0 h\rho g dh = - \int_r^R \tau c dr$$

$$\frac{1}{2}\rho g(h^2) = \tau c (R - r)$$

$$h = \sqrt{\frac{2\tau c}{\rho g} (R - r)} \quad (14)$$

**2. 5. Profil d'étalement - 3 :**

L'autre méthode consiste à intégrer le profil d'équilibre pour obtenir le volume de l'échantillon, qui est connu. Cela conduit finalement à une équation à partir de laquelle, connaissant le volume de l'échantillon, il est possible de calculer la contrainte d'écoulement.

Le volume de l'échantillon  $V$  est

$$V = \int_0^{2\pi} \int_0^R h(r)r dr d\theta \quad (15)$$

En combinant les équations 14 et 15, on obtient l'équation 16:

$$V = 2\pi \sqrt{\frac{2\tau_c}{\rho g}} \int_0^R (R - r)^{1/2} r dr$$

$$V = 2\pi \sqrt{\frac{2\tau_c}{\rho g}} \left( -\frac{2}{5} (R - r)^{\frac{3}{2}} (2R + 3r) \right) \Big|_0^R$$

$$V = \frac{8\pi}{15} \sqrt{\frac{2\tau_c}{\rho g}} R^{5/2} \quad (16)$$

Enfin, pour le régime d'étalement, la contrainte critique est exprimée par l'équation 17, originellement obtenue par Roussel et Coussot [8].

$$\tau_c = \frac{225}{128\pi^2} \rho g \frac{V^2}{R^2} \quad (17)$$

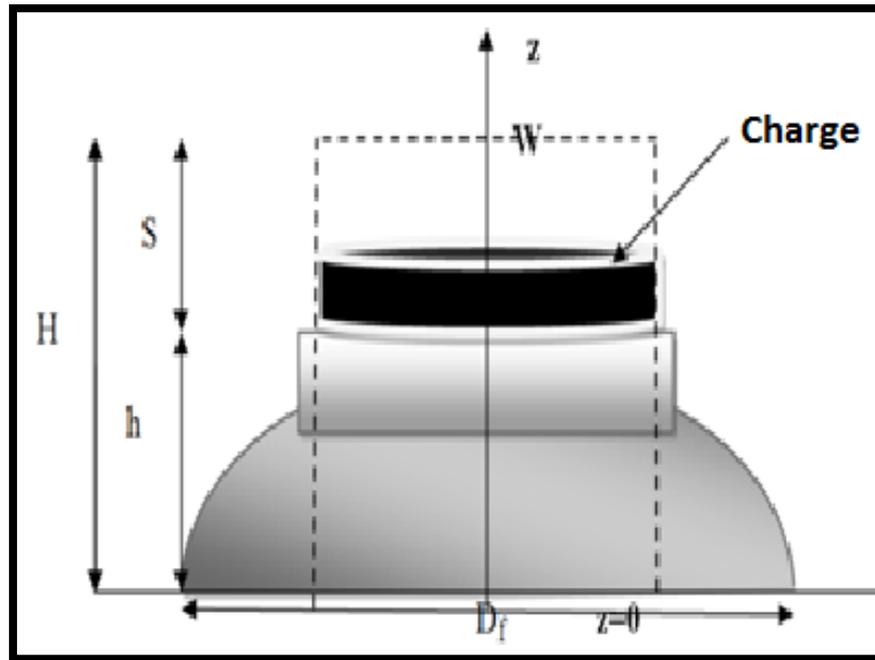
### 3. PROPOSITION D'UN NOUVEAU MODÈLE ANALYTIQUE

#### 3.1. Développement analytique

Comme détaillé à l'introduction et en utilisant le développement de Roussel et Coussot [181] dans le cas du régime d'affaissement lorsque ( $H > R$ ) avec notre observation expérimentale et notre objective comme le montre la Figure VI. 3, la direction de l'écoulement selon l'axe  $z$  seulement, et la contrainte dans les autres directions est égale à zéro (tangentielle et radiale).

A l'arrêt de l'écoulement et à n'importe quelle position de l'axe  $z$ , la contrainte résultante est le poids de l'échantillon de la pâte cimentaire et la contrainte de l'élément appliqué ( $W$ ) à l'entrée du moule cylindrique. La contrainte de l'élément appliqué peut être exprimée comme suit (Eq. 18) :

$$F = \frac{W}{S} \quad (18)$$



**Figure VI. 3.** Affaissement cylindrique à l'arrêt de l'écoulement sous l'influence de charge.

Par conséquent, la contrainte globale est égale à  $-g [\rho (h-z) + (M/s)]$ . Et que sa direction est opposée à l'axe  $z$ , ce qui explique le signe négatif qui la précède.

Dans laquelle  $\rho$  est la densité du matériau exprimée en  $\text{kg/m}^3$ ,  $g$  l'accélération due à la gravité,  $h$  la hauteur de l'échantillon à l'arrêt de l'écoulement en  $\text{m}$ ,  $M$  est la masse de l'élément appliqué en  $\text{kg}$  et  $s$  est la surface de la charge cylindrique en  $\text{m}^2$ . Par conséquent, le tenseur ( $T$ ) de la contrainte résultante à  $z=0$  est (Eq. 19):

$$T = \begin{bmatrix} -g [\rho (h-z) + (M/s)] & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (19)$$

Au-delà de la contrainte critique, l'équation constitutive peut également être présentée sous la forme générale (Eq. 20):

$$\mathbf{T} = -P\mathbf{I} + \mathbf{T}' \quad (20)$$

Où,  $\mathbf{I}$  est le tenseur d'identité.

La pression  $P$  à  $z = 0$  est donnée comme suit [181] par l'équation 21:

$$P = -\frac{1}{3} \text{tr} (\mathbf{T}) \quad (21)$$

En substituant l'équation 21 dans l'équation 20, **L'extra tenseur des contraintes** est (équation 22):

$$\mathbf{T}' = \mathbf{T} - \frac{1}{3} \text{tr} (\mathbf{T}) \mathbf{I} \quad (22)$$

En combinant les équations 19 et 22, on obtient (Eq. 23):

$$\mathbf{T} = \frac{g [\rho (h-z) + (M/s)]}{3} \begin{bmatrix} -2 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (23)$$

La formule pour calculer le deuxième invariant du l'extra tenseur des contraintes est (Eq. 24):

$$T_{II} = T_{zz}T_{rr} + T_{rr}T_{\theta\theta} + T_{zz}T_{\theta\theta} - T_{12}^2 - T_{23}^2 - T_{13}^2 \quad (24)$$

Donc, le deuxième invariant ( $T_{II}$ ) du l'extra tenseur des contraintes est calculé comme (Eq. 25):

$$T_{II} = - \frac{g[\rho h + \frac{M}{S}]^2}{3} \quad (25)$$

Enfin, à l'état d'étalement faible par rapport à l'état initial et à l'arrêt de l'écoulement, la contrainte critique de la pâte cimentaire dépend non seulement de la hauteur de l'échantillon à l'arrêt de l'écoulement mais aussi de l'élément appliqué à l'entrée du moule cylindrique. Par conséquent, la contrainte critique peut être calculée en utilisant l'équation empirique suivante (Eq. 26) :

$$\tau_c = \frac{g[\rho h + \frac{M}{S}]}{\sqrt{3}} \quad (26)$$

## 3. 2. Protocol expérimental

### 3. 2. 1. Matériaux

Différents essais ont été réalisés sur des échantillons composés de ciment Portland composé (CEM II 42.5), d'eau de robinet, une dose de superplastifiant MEDAFLOW 30 (1%) (NF EN 934-2) [134] avec un contenu solide de 30% et une densité de 1070 kg/m<sup>3</sup> et de poudre de pouzzolane comme un ajout minéral (addition invariable de 10%) avec une surface Blaine de 3517cm<sup>2</sup>/g obtenue par une machine à abrasion Los Angeles. Afin de préparer les échantillons étudiés, les pâtes cimentaires durables (PCD) sont préparées en utilisant différents rapports eau/liant E/L (0.24 à 0.40) en poids ; chaque échantillon a été malaxé dans un malaxeur automatique (Voir chapitre IV) conforme aux spécifications de la norme ASTM C 305 (ASTM 2014). Le protocole de malaxage des pâtes cimentaires est détaillé (Voir chapitre IV). En fin, Toutes les compositions des mélanges sont détaillées dans le tableau VI. 1.

Code	E/L	Pouzzolane (%)	Superplastifiant (%)	Densité (kg/m <sup>3</sup> )
PCD1	0.40	10	1.00	2004.1
PCD 2	0.38	10	1.00	2004.2
PCD 3	0.36	10	1.00	2011.7
PCD 4	0.34	10	1.00	2013.2
PCD 5	0.32	10	1.00	2011.9
PCD 6	0.30	10	1.00	2013.2
PCD7	0.28	10	1.00	2014.0
PCD 8	0.26	10	1.00	2017.3
PCD 9	0.24	10	1.00	2020.5

**Tableau VI. 1.** Conception des mélanges des pâtes cimentaire

### 3. 2. 2. Mesures rhéométriques

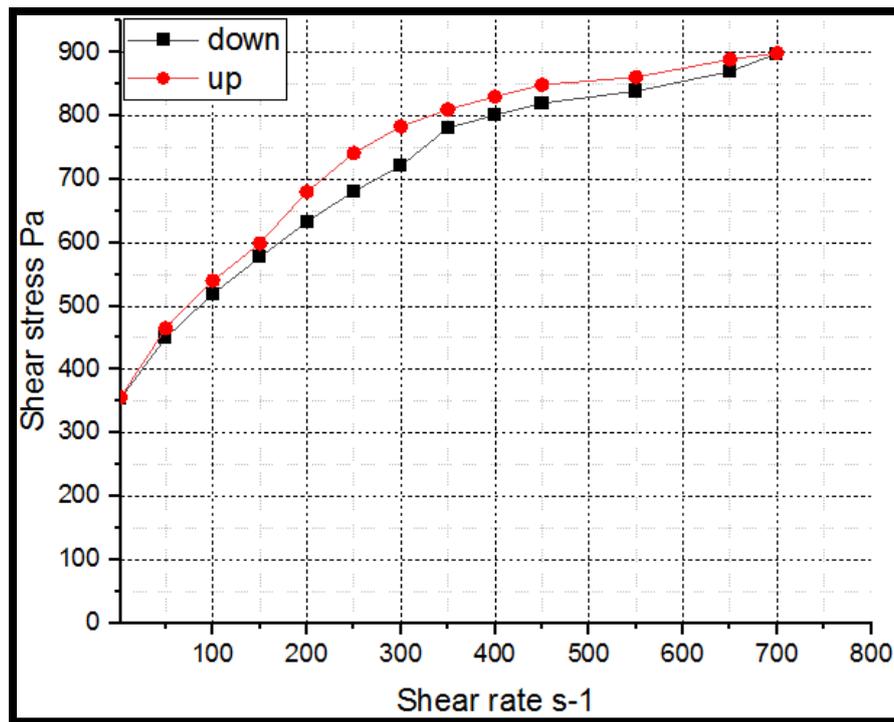
Tous les échantillons ont été réalisés à l'aide d'un rhéomètre AR 2000 (Voir chapitre IV) avec une géométrie plan-plan à contrainte contrôlée comme illustré dans la figure VI. 4 (diamètre 14 mm de la plaque supérieure et un entrefer constant de 1 mm). Après le malaxage, un échantillon de la quantité prédéterminée de la pâte cimentaire a été immédiatement placé dans le rhéomètre afin de prendre en sandwich le spécimen entre le plateau supérieur rotatif et le plateau inférieur fixe (diamètre = 40 mm).



**Figure VI. 4.** Géométrie de la plaque utilisée pour les mesures des seuils d'écoulement

### 3. 2. 3. Comportement sous cisaillement

La figure VI. 5 montre clairement le comportement sous cisaillement de la dispersion d'une pâte cimentaire durable avec un seuil d'écoulement élevée de 300,10 Pa. La dispersion de pâte de ciment durable est thixotrope [11] comme les courbes de montée (Up) et de descente (Down) sont superposées (Figure VI. 5) dans la gamme de taux de cisaillement étudiée. Sous un taux de cisaillement croissant, une transition vers un comportement liquide à partir d'un comportement solide élastique a également été enregistrée. En effet, il y a écoulement sauf lorsque la contrainte de cisaillement appliquée est supérieure à une valeur seuil (appelée seuil critique). Alors que des tendances similaires ont été enregistrées pour les autres suspensions indépendamment des rapports E/L. D'autre part, sur la base des valeurs obtenues de l'erreur standard (ES), il est constaté que le modèle de Herschel-Bulkley (HB) s'adapte mieux ( $2 < ES < 24,83$ ) aux données expérimentales (courbe descendante) pour la pâte cimentaire durable par rapport aux autres modèles. Ceci est largement prouvé dans la littérature [11,31].

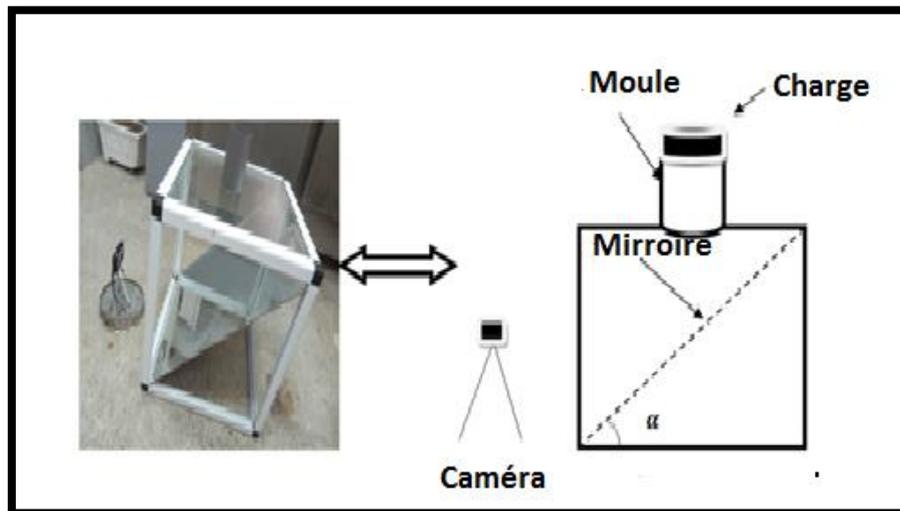


**Figure VI. 5.** Courbe d'écoulement sous cisaillement du PCD avec  $\tau_0=300.10$  Pa.

### 3. 2. 4. L'essai cylindrique

Les paramètres empiriques des pâtes cimentaires ont été mesurés à l'aide d'un moule cylindrique fabriqué à partir d'un tuyau en PVC de 3 mm d'épaisseur, 80 mm de diamètre interne et de hauteur, ouvert aux deux extrémités et reposant sur une surface horizontale de table en verre (50x50 cm) et relié à un miroir incliné d'un angle  $\alpha$  de  $45^\circ$ , ce miroir étant enregistré par une caméra vidéo pour suivre l'évolution du diamètre d'étalement en fonction des rapports E/L, comme le montre la figure VI. 6. Le moule est rempli de pâte de ciment, et soulevé verticalement, lentement et régulièrement, parce que la vitesse de soulèvement du moule a une influence significative sur l'étalement et l'affaissement lors de l'essai de mini-affaissement pour les pâtes à faible contrainte critique et de viscosité. Une vitesse de soulèvement plus élevée peut introduire des effets d'inertie plus forts, entraînant un étalement et un affaissement plus importants [200]. Après avoir retiré le moule rempli, la pâte cimentaire s'est écoulee par gravité sur la plaque, et finalement à l'arrêt de l'écoulement, la distance entre la position initiale et finale du centre de la surface supérieure de l'échantillon est mesurée. Cette distance est

appelée la hauteur d'affaissement ( $S$ ). Le diamètre de l'échantillon affaissé a été mesuré dans deux directions perpendiculaires et la valeur moyenne a été rapportée comme l'écart ( $D_f$ ).



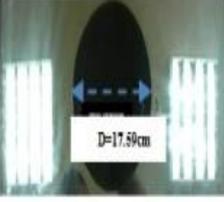
**Figure VI. 6.** Equipement pour l'essai cylindrique et schéma explicatif.

### 3.2.2. L'étalement vs. L'affaissement

En utilisant un moule cylindrique dont le rapport hauteur/diamètre est de 1, la figure VI. 7 illustre clairement quelques images des essais d'étalement en fonction des flux d'affaissement qui ont été réalisés en utilisant quatre des neuf échantillons différents de PCD. Au fur et à mesure que la contrainte critique du PCD augmente en fonction de la diminution du rapport eau/liant, le diamètre final ( $D_f$ ) diminue au même temps, de même que la hauteur du profil final ( $h$ ) à l'arrêt de l'écoulement.

D'autre part, la figure VI. 7 illustre fortement l'état d'étalement faible par rapport à l'état de façonnage élevé de l'échantillon PCD (zone non déformée) à l'arrêt de l'écoulement dans le cas d'un faible rapport eau/liant, ainsi que la création d'un bord surélevé, de pics et d'un creux irrégulier sur le bord supérieur de la pâte après le soulèvement du moule rempli, comme le montre la figure VI. 1. En fait, la mesure des paramètres empiriques du PCD tels que la limite d'élasticité et la hauteur peut être entravée par ces phénomènes, compte tenu de leur influence évidente dans le processus de comparaison entre la limite d'élasticité obtenue par les paramètres empiriques et les mesures rhéométriques. Par conséquent, une idée a été formée pour appliquer un

élément métallique à l'entrée du moule afin de pousser l'étalement de la pâte et d'éliminer ces phénomènes (voir Figure VI. 8).

$E/L = 0.40$	$E/L = 0.32$	$E/L = 0.26$	$E/L = 0.24$
			
			
$\tau_0 = 2.34 \text{ Pa}$	$\tau_0 = 14.20 \text{ Pa}$	$\tau_0 = 300.10 \text{ Pa}$	$\tau_0 = 371.13 \text{ Pa}$

**Figure VI. 7.** Des images de l'étalement en fonction de l'affaissement des échantillons à l'arrêt de l'écoulement.



**Figure VI. 8.** Pâte cimentaire à contrainte critique élevée, sans/sous charge.

### 3. 3. Validation du nouveau modèle

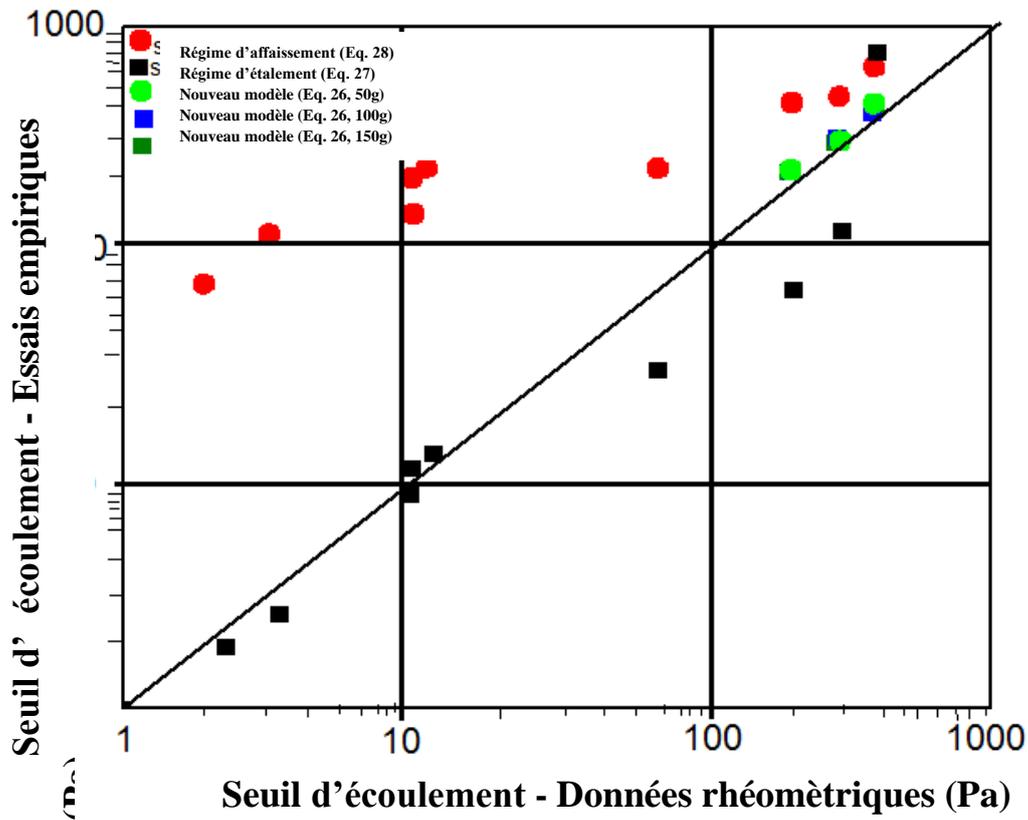
Selon Schlesinger, Buyan et al. [201], la validation est simplement un processus par lequel nous pouvons confirmer que le modèle conceptuel peut être appliqué ou utile lorsque nous démontrons une correspondance adéquate entre les résultats conceptuels du modèle et les données réelles si elles existent ou d'autres données théoriques. Par conséquent, en utilisant ce concept dans le processus de validation, l'applicabilité et la nouveauté de notre modèle proposé sont appliquées. Comme le montre la figure VI. 7 et comme mentionné ci-dessus, les données des seuils d'écoulements des échantillons obtenues à partir des mesures rhéométriques avec une géométrie plan-plan entre 2.34 et 300.10 Pa en fonction des rapports E/L des SCP. Ces données sont comparées aux valeurs empiriques des contraintes critiques obtenues à partir des mesures de l'affaissement cylindrique et calculées avec notre modèle développé (Eq. 26), comme indiqué dans la Figure VI. 9. Comparativement, la solution du modèle analytique d'étalement (Eq.27) et du modèle d'affaissement (Eq.28) est également rapportée dans cette figure (Figure VI. 9).

$$\tau_c = \frac{225g \cdot \rho \cdot V^2}{4\pi^2 \cdot Df^5} \quad (27)$$

$$\tau_c = \frac{\rho \cdot g \cdot H}{\sqrt{3}} \quad (28)$$

Pour des faibles valeurs des seuils d'écoulement allant de 2,34 à 14,20 Pa, nous enregistrons une prédiction plus élevée avec les contraintes critique selon le modèle de Roussel [181] (Eq. 27), ce qui permet un meilleur ajustement avec les valeurs des contraintes critiques rhéométriques estimées à partir des données de Herschel-Bulkley. Ainsi, au-delà de 61,15 Pa, on observe un faible étalement en fonction de l'affaissement, ce qui correspond au régime d'allongement [181] (Eq. 28). Ce modèle prouve sa limite en se référant à la prédiction inférieure avec les données de la courbe de cisaillement-écoulement prouvée par une déviation plus élevée de presque 150 Pa. En comparaison, le nouveau modèle (Eq. 26), qui prend en compte dans son équation mathématique l'élément métallique appliqué sur le bord supérieur de l'échantillon lors de l'arrêt de l'écoulement, a prouvé son applicabilité et sa nouveauté sur la base de la bonne adaptation et de la déviation plus faible avec les mesures par rapport à l'Eq. 28 et à ce qui est rapporté dans la littérature [198]. En outre, le modèle proposé a enregistré une

faible sensibilité avec la variation des poids de l'élément appliqué de 50, 100 et 150 g pour toutes les pâtes avec des rapports E/L de 0,24, 0,26 et 0,28. Comme le montre la figure VI. 9.



**Figure VI. 9.** Nouveau modèle empirique (Eq. 26), régimes de Roussel d'affaissement (Eq. 28) et d'étalement (Eq. 27) en fonction des valeurs des seuils critiques calculées à partir du rhéomètre AR 2000 avec le modèle Herschel-Bulkley.

#### 4. CONCLUSION

Sur la base des données rapportées dans ce chapitre concernant le nouveau modèle empirique dédié à la caractérisation des pâtes cimentaires à contraintes critiques élevées en utilisant l'essai de l'affaissement des mélanges avec des gammes de E/L de 0.24 à 0.40, les conclusions suivantes ont été tirées:

- À faible étalement par rapport à l'état d'affaissement et à l'arrêt de l'écoulement, n'est pas nécessairement de limiter le comportement d'écoulement dans un seul régime (régime d'affaissement), et peut conduire à un autre modèle.

- Par conséquent, le nouveau modèle proposé a été développé afin d'estimer correctement la contrainte critique de la pâte cimentaire en assurant un étalement correct lors de l'arrêt de l'écoulement. Pour ce faire, l'élément métallique a été appliqué pour pousser la zone non déformée, éliminer les pics, le bord relevé et le creux irrégulier sur le bord supérieur de la pâte après le soulèvement du moule rempli.
  
- La validité du modèle proposé a été évaluée en utilisant les données du rhéomètre AR-2000-TA instrument avec une géométrie plan-plan, ce nouveau modèle proposé démontre sa nouveauté et son applicabilité.

# CONCLUSION GENERALE

---

## CONCLUSION GENERALE

Notre travail de recherche a été effectué dans le cadre de ma thèse de doctorat en génie des matériaux, option génie des matériaux. Cette thèse a porté sur la Rhéologie des matériaux à seuil de cisaillement élevé, Expérimentation et modélisation.

Selon nos connaissances et comme détaillé dans la littérature, une grande divergence a été enregistrée entre les équations empiriques et les mesures rhéométriques dans le cas de matériaux à haute seuil d'écoulement. Néanmoins, recherches récentes créent un régime intermédiaire en plus des deux modèles classiques afin d'estimer correctement la contrainte critique des dispersions de Carbopol quel que soit le régime d'écoulement. Ce modèle a prouvé une meilleure corrélation avec les mesures rhéométriques pour des faibles valeurs de contrainte critique, mais à proximité de 100 Pa, l'équation a fourni un écart de près de 150 Pa par rapport aux mesures. En conséquence et en utilisant des pâtes cimentaires durables, on a proposé un nouveau modèle empirique pour les matériaux cimentaires à haute seuil d'écoulement afin de limiter cette déviation en appliquant des élément métallique à l'entrée du moule cylindrique afin de repousser la zone non déformée et d'éliminer les phénomènes de pics et de bords relevés des pâtes, en considérant que une petite erreur sur la lecture de la hauteur induira un changement significatif dans la contrainte critique évaluée.

D'autre part, toute réduction de la teneur en ciment peut avoir un impact significatif sur la réduction des émissions mondiales de CO<sub>2</sub>. En termes de concept de durabilité, les matériaux cimentaires supplémentaires sont l'une des solutions les plus courantes étant donné leurs grands avantages techniques pour les bétons modernes, tels que l'ajustement des paramètres rhéologiques, le gain de résistance et la durabilité, en plus de l'énergie réduite et des faibles impacts environnementaux. En effet, la bibliographie a révélé que peu d'études ont été publiées sur les effets de la bentonite calcinée et de la diatomite calcinée sur les propriétés mécaniques et micro-structurelles du béton, mais l'incorporation de ces ajouts cimentaires pour comprendre le comportement d'épaississement par cisaillement et les autres paramètres rhéologiques de la pâte cimentaire n'a été abordée dans aucun travail. Par conséquent, les objectifs de cette recherche étaient d'étudier expérimentalement les effets de DC, BC et FS sur la contrainte critique, la viscosité, la thixotropie et l'indice de fluidité des pâtes cimentaires durables, en tenant compte des rapports E/L et de la nature du SP. D'autre part, nous avons proposé des

## CONCLUSION GENERALE

---

paramètres à juger et à comparer, principalement dans le but de comparer et d'évaluer l'indice d'écoulement de la pâte cimentaire en fonction des rôles de ces nouvelles sources d'ajouts cimentaires sur les comportements rhéologiques, y compris la viscosité, la contrainte critique, le phénomène de thixotropie et surtout le comportement d'épaississement par cisaillement de la pâte cimentaire durable, et de fournir des informations utiles pour la conception, la préparation et les applications du béton durable.

Sous la lumière des résultats des essais rhéométriques et empiriques réalisés sur un ensemble des pâtes cimentaires différentes il a été trouvé que:

- Nous avons choisi d'utiliser le rhéomètre AR2000-TA-Instruments comportant un mobile à ailettes (vane) préférentiellement au système à cylindres coaxiaux, pour plusieurs raisons, notamment la suppression de l'effet de paroi ;
- Le niveau de saturation des deux types de SP est clairement plus élevé pour tous les PCD sans MCS ce fait peut être expliqué par des phénomènes d'adsorption-dispersion ;
- Tous les mélanges de PCD sous substitution invariable de DC, BC et FS ont montré une bonne résistance à la décantation et une faible sédimentation ;
- On a enregistrées Des valeurs faibles, moyennes et élevées de viscosité, de seuil d'écoulement et de thixotropie. Parallèlement, une diminution de la pompabilité, une ségrégation contrôlée et une réduction de la pression exercée sur les coffrages, respectivement. En effet, il s'agit d'un gain technique en parallèle avec les conceptions et les applications du béton moderne.
- Sous certains paramètres physiques des différents MCS utilisés, y compris la taille des particules, la surface spécifique et la densité, on a constaté un comportement rhéoépaississant des pâtes cimentaires à base de CD avec une concentration élevée de particules (rapports E/L de 0.3 et 0.4), sauf pour ceux substitués par de la fumée de silice et pour le rapport E/L de 0.5.
- À des faibles rapports E/L (0.3 et 0.4), les pâtes de ciment durable avec des particules de forme circulaire à base de DC et contenant du PCE ou du PNS,

## CONCLUSION GENERALE

---

ont montré une plus grande intensité d'épaississement par cisaillement par rapport aux mélanges avec des formes de grains à base de BC, cependant, plus de 0.4 de rapport E/L a montré un comportement rhéofluidifiant par cisaillement. Le même phénomène est également apparu avec des particules sphériques de FS dans les mêmes conditions.

- Les mélanges PCE-SP ont des effets plus prononcés sur la réponse d'épaississement par cisaillement que le type PNS-SP, en raison d'une adsorption accrue du polymère sur les surfaces des particules, due aux interactions polaires entre les chaînes polymères plus longues et les fonctionnalités chimiques des particules.
- On a apporté trois contributions principales : (i) Sur la base du concept gagnant-gagnant, une faible évolution de l'épaississement par cisaillement ( $n=1.31$  max) des pâtes de ciment durables basées sur de nouvelles sources d'ajouts cimentaires (DC et BC) a été enregistrée par rapport aux recherches précédentes dans les mêmes conditions, avec en plus l'impact environnemental incluant la réduction de l'empreinte carbonique sans oublier la moindre énergie associée à la production des ajouts cimentaires proposés ; (ii) la possibilité de corréler les paramètres physiques des ajouts cimentaires et du type de SP avec l'intensité de l'épaississement par cisaillement ; (iii) des informations et des données significatives pour une conception optimale du béton et leur application.

Concernant le nouveau modèle empirique dédié à la caractérisation des pâtes cimentaires à contraintes critiques élevées en utilisant l'essai de l'affaissement des mélanges avec des gammes de E/L de 0.24 à 0.40, les conclusions suivantes ont été tirées:

- Pour un faible étalement par rapport à l'état d'affaissement et à l'arrêt de l'écoulement, n'est pas nécessairement de limiter le comportement d'écoulement dans un seul régime (régime d'affaissement), et peut conduire à un autre modèle.
- Par conséquent, le nouveau modèle proposé a été développé afin d'estimer correctement la contrainte critique de la pâte cimentaire en assurant un étalement correct lors de l'arrêt de l'écoulement. Pour ce faire, l'élément métallique a été

## CONCLUSION GENERALE

---

appliqué pour pousser la zone non déformée, éliminer les pics, le bord relevé et le creux irrégulier sur le bord supérieur de la pâte après le soulèvement du moule rempli.

- La validité du modèle proposé a été évaluée en utilisant les données du rhéomètre AR-2000-TA instrument avec une géométrie plan-plan, ce nouveau modèle proposé démontre sa nouveauté et son applicabilité.

## PERSPECTIVES

Les tests qui ont été effectués dans la partie expérimentale ont permis d'apporter quelques éléments de réponses aux préoccupations posées, mais ils ont soulevé aussi quelques points intéressants à explorer à l'avenir, à savoir :

- Etudier l'influence des paramètres physiques des BC, DC et FS sur les autres paramètres rhéologiques.
- Étudier l'efficacité du modèle proposé avec d'autres matériaux ayant un comportement non-newtonien.

### **Bibliographie**

- [1] C.F. Ferraris, Measurement of the rheological properties of high performance concrete: state of the art report, *Journal of research of the national institute of standards and technology* 104(5) (1999) 461.
- [2] D. Jiao, C. Shi, Q. Yuan, X. An, Y. Liu, H. Li, Effect of constituents on rheological properties of fresh concrete-A review, *Cement and concrete composites* 83 (2017) 146-159.
- [3] G.H. Tattersall, *Workability and quality control of concrete*, CRC Press 1991.
- [4] J. Chappuis, P. Banfill, *Rheology of Fresh Cement and Concrete*, by PFG Banfill) University Press, Cambridge 3 (1991).
- [5] N. Roussel, A thixotropy model for fresh fluid concretes: theory, validation and applications, *Cement and concrete research* 36(10) (2006) 1797-1806.
- [6] N. Roussel, Rheology of fresh concrete: from measurements to predictions of casting processes, *Materials and Structures* 40(10) (2007) 1001-1012.
- [7] A. Perrot, A. Pierre, S. Vitaloni, V. Picandet, Prediction of lateral form pressure exerted by concrete at low casting rates, *Materials and Structures* 48(7) (2015) 2315-2322.
- [8] M. Safiuddin, M. Gonzalez, J. Cao, S.L. Tighe, State-of-the-art report on use of nano-materials in concrete, *International Journal of Pavement Engineering* 15(10) (2014) 940-949. [9] L. Skinner, S. Chae, C. Benmore, H. Wenk, P. Monteiro, Nanostructure of calcium silicate hydrates in cements, *Physical review letters* 104(19) (2010) 195502.
- [10] G. COARRAZE, J. GROSSIORD, Méthodes expérimentales d'études des propriétés rhéologiques des émulsions. Rhéomètres à régime permanent, Galenica, 1983.
- [11] H. Kemer, R. Bouras, N. Mesboua, M. Sonebi, O. Kinnane, Shear-thickening behavior of sustainable cement paste—Controlling physical parameters of new sources of supplementary cementitious materials, *Construction and Building Materials* 310 (2021) 125277.
- [12] J.E. Wallevik, Rheology of particle suspensions: fresh concrete, mortar and cement paste with various types of lignosulfonates, *Fakultet for ingeniørvitenskap og teknologi* 2003.
- [13] M. Landry, I. Frigaard, D. Martinez, Stability and instability of

## Références Bibliographiques

---

Taylor–Couette flows of a Bingham fluid, *Journal of Fluid Mechanics* 560 (2006) 321-353.

[14] R.L. Hoffman, Explanations for the cause of shear thickening in concentrated colloidal suspensions, *Journal of Rheology* 42(1) (1998) 111-123.

[15] R. Seto, R. Mari, J.F. Morris, M.M. Denn, Discontinuous shear thickening of frictional hard-sphere suspensions, *Physical review letters* 111(21) (2013) 218301.

[16] R. Mari, R. Seto, J.F. Morris, M.M. Denn, Shear thickening, frictionless and frictional rheologies in non-Brownian suspensions, *Journal of Rheology* 58(6) (2014) 1693-1724.

[17] M. Wyart, M.E. Cates, Discontinuous shear thickening without inertia in dense non-Brownian suspensions, *Physical review letters* 112(9) (2014) 098302.

[18] N.Y. Lin, B.M. Guy, M. Hermes, C. Ness, J. Sun, W.C. Poon, I. Cohen, Hydrodynamic and contact contributions to continuous shear thickening in colloidal suspensions, *Physical review letters* 115(22) (2015) 228304.

[19] J.R. Melrose, R.C. Ball, Continuous shear thickening transitions in model concentrated colloids—The role of interparticle forces, *Journal of Rheology* 48(5) (2004) 937-960.

[20] J.R. Melrose, R.C. Ball, “Contact networks” in continuously shear thickening colloids, *Journal of Rheology* 48(5) (2004) 961-978.

[21] I.R. Peters, S. Majumdar, H.M. Jaeger, Direct observation of dynamic shear jamming in dense suspensions, *Nature* 532(7598) (2016) 214-217.

[22] S.E. Taylor, Rheology and structure of cornstarch suspensions in water-poly (propylene glycol) mixtures, *Journal of dispersion science and technology* 34(7) (2013) 887-897.

[23] F. Pinto, M. Meo, Design and manufacturing of a novel shear thickening fluid composite (STFC) with enhanced out-of-plane properties and damage suppression, *Applied Composite Materials* 24(3) (2017) 643-660.

[24] F.J. Galindo-Rosales, F.J. Rubio-Hernández, J.F. Velázquez-Navarro, Shear-thickening behavior of Aerosil® R816 nanoparticles suspensions in polar organic liquids, *Rheologica Acta* 48(6) (2009) 699-708.

[25] E. Koehler, S. Amziane, V. Bui, Y. Deshpande, R. Ferron, J. Hu, Z. Li, M. Nehdi, R. Pileggi, J. Tanesi, ACI 238.2 T-14 TechNote Concrete Thixotropy, American Concrete Institute Technote ACI 238.

## Références Bibliographiques

---

- [26] N. Roussel, G. Ovarlez, S. Garrault, C. Brumaud, The origins of thixotropy of fresh cement pastes, *Cement and concrete research* 42(1) (2012) 148-157.
- [27] B. Panda, G.B. Singh, C. Unluer, M.J. Tan, Synthesis and characterization of one-part geopolymers for extrusion based 3D concrete printing, *Journal of cleaner production* 220 (2019) 610-619.
- [28] B. Panda, S.C. Paul, L.J. Hui, Y.W.D. Tay, M.J. Tan, Additive manufacturing of geopolymer for sustainable built environment, *Journal of cleaner production* 167 (2017) 281-288.
- [29] L. Reiter, T. Wangler, N. Roussel, R.J. Flatt, The role of early age structural build-up in digital fabrication with concrete, *Cement and concrete research* 112 (2018) 86-95.
- [30] A. Perrot, D. Rangeard, A. Pierre, Structural built-up of cement-based materials used for 3D-printing extrusion techniques, *Materials and Structures* 49(4) (2016) 1213-1220.
- [31] R. BOURAS, Rhéologie des bétons autoplaçants, Université de Tizi Ouzou-Mouloud Mammeri.
- [32] S.K.U. Rehman, Z. Ibrahim, M. Jameel, S.A. Memon, M.F. Javed, M. Aslam, K. Mehmood, S. Nazar, Assessment of rheological and piezoresistive properties of graphene based cement composites, *International Journal of Concrete Structures and Materials* 12(1) (2018) 1-23.
- [33] A. Yahia, K. Khayat, Analytical models for estimating yield stress of high-performance pseudoplastic grout, *Cement and concrete research* 31(5) (2001) 731-738.
- [34] A. Yahia, K. Khayat, Applicability of rheological models to high-performance grouts containing supplementary cementitious materials and viscosity enhancing admixture, *Materials and Structures* 36(6) (2003) 402-412.
- [35] D. Feys, R. Verhoeven, G. De Schutter, Fresh self compacting concrete, a shear thickening material, *Cement and concrete research* 38(7) (2008) 920-929.
- [36] O.H. Wallevik, J.E. Wallevik, Rheology as a tool in concrete science: The use of rheographs and workability boxes, *Cement and concrete research* 41(12) (2011) 1279-1288.
- [37] D. Feys, R. Verhoeven, G. De Schutter, Evaluation of time independent rheological models applicable to fresh self-compacting concrete, *Applied rheology* 17(5) (2007) 56244-1-56244-10.

## Références Bibliographiques

---

- [38] D. Feys, J.E. Wallevik, A. Yahia, K.H. Khayat, O.H. Wallevik, Extension of the Reiner–Riwlin equation to determine modified Bingham parameters measured in coaxial cylinders rheometers, *Materials and Structures* 46(1) (2013) 289-311.
- [39] M. Nehdi, M.-A. Rahman, Estimating rheological properties of cement pastes using various rheological models for different test geometry, gap and surface friction, *Cement and concrete research* 34(11) (2004) 1993-2007.
- [40] A. Papo, Rheological models for cement pastes, *Materials and Structures* 21(1) (1988) 41-46.
- [41] D. Marchon, S. Kawashima, H. Bessaies-Bey, S. Mantellato, S. Ng, Hydration and rheology control of concrete for digital fabrication: Potential admixtures and cement chemistry, *Cement and concrete research* 112 (2018) 96-110.
- [42] F. Ridi, E. Fratini, P. Baglioni, Cement: A two thousand year old nano-colloid, *Journal of colloid and interface science* 357(2) (2011) 255-264.
- [43] W. Corstanje, H. Stein, J. Stevels, Hydration reactions in pastes  $C_3S + C_3A + CaSO_4 \cdot 2aq + H_2O$  at 25° C, *Cement and concrete research* 3(6) (1973) 791-806.
- [44] K. Kondepudi, K.V. Subramaniam, Rheological characterization of low-calcium fly ash suspensions in alkaline silicate colloidal solutions for geopolymer concrete production, *Journal of cleaner production* 234 (2019) 690-701.
- [45] B. Hope, K. Rose, Statistical analysis of the influence of different cements on the water demand for constant slump. Properties of fresh concrete, *Proc of the Coll, RILEM*, Chapman and Hall, 1990, p. 179e186.
- [46] J. Havard, O.E. Gjorv, Effect of gypsum-hemihydrate ratio in cement on rheological properties of fresh concrete, *Materials Journal* 94(2) (1997) 142-146.
- [47] J. Dils, V. Boel, G. De Schutter, Influence of cement type and mixing pressure on air content, rheology and mechanical properties of UHPC, *Construction and Building Materials* 41 (2013) 455-463.
- [48] D. Wu, M. Fall, S. Cai, Coupling temperature, cement hydration and rheological behaviour of fresh cemented paste backfill, *Minerals Engineering* 42 (2013) 76-87.
- [49] J.-Y. Petit, E. Wirquin, K.H. Khayat, Effect of temperature on the rheology of flowable mortars, *Cement and concrete composites* 32(1) (2010) 43-53.
- [50] H. Huang, T. Huang, Q. Yuan, D. Zhou, D. Deng, L. Zhang, Temperature dependence of structural build-up and its relation with hydration kinetics of cement paste, *Construction and Building Materials* 201 (2019) 553-562.

## Références Bibliographies

---

- [51] W.-J. Long, J.-L. Tao, C. Lin, Y.-c. Gu, L. Mei, H.-B. Duan, F. Xing, Rheology and buildability of sustainable cement-based composites containing micro-crystalline cellulose for 3D-printing, *Journal of cleaner production* 239 (2019) 118054.
- [52] W. Vom Berg, Influence of specific surface and concentration of solids upon the flow behaviour of cement pastes, *Magazine of concrete research* 31(109) (1979) 211-216.
- [53] S.H. Lee, H.J. Kim, E. Sakai, M. Daimon, Effect of particle size distribution of fly ash–cement system on the fluidity of cement pastes, *Cement and concrete research* 33(5) (2003) 763-768.
- [54] D.P. Bentz, C.F. Ferraris, M.A. Galler, A.S. Hansen, J.M. Guynn, Influence of particle size distributions on yield stress and viscosity of cement–fly ash pastes, *Cement and concrete research* 42(2) (2012) 404-409.
- [55] J. Chen, A. Kwan, Superfine cement for improving packing density, rheology and strength of cement paste, *Cement and concrete composites* 34(1) (2012) 1-10.
- [56] H.W. Reinhardt, T. Wüstholtz, About the influence of the content and composition of the aggregates on the rheological behaviour of self-compacting concrete, *Materials and Structures* 39(7) (2006) 683-693.
- [57] D.M. Roy, K. Asaga, Rheological properties of cement mixes: V. The effects of time on viscometric properties of mixes containing superplasticizers; conclusions, *Cement and concrete research* 10(3) (1980) 387-394.
- [58] M. Yang, H. Jennings, Influences of mixing methods on the microstructure and rheological behavior of cement paste, *Advanced cement based materials* 2(2) (1995) 70-78.
- [59] D.A. Williams, A.W. Saak, H.M. Jennings, The influence of mixing on the rheology of fresh cement paste, *Cement and concrete research* 29(9) (1999) 1491-1496.
- [60] J. Liu, Q. Li, S. Xu, Influence of nanoparticles on fluidity and mechanical properties of cement mortar, *Construction and Building Materials* 101 (2015) 892-901.
- [61] Z. Li, T.-a. Ohkubo, Y. Tanigawa, Theoretical analysis of time-dependence and thixotropy of fluidity for high fluidity concrete, *Journal of materials in civil engineering* 16(3) (2004) 247-256.

## Références Bibliographiques

---

- [62] M. Nehdi, S. Al-Martini, Coupled effects of high temperature, prolonged mixing time, and chemical admixtures on rheology of fresh concrete, *ACI materials Journal* 106(3) (2009) 231.
- [63] I. Mehdipour, M.S. Razzaghi, K. Amini, M. Shekarchi, Effect of mineral admixtures on fluidity and stability of self-consolidating mortar subjected to prolonged mixing time, *Construction and Building Materials* 40 (2013) 1029-1037.
- [64] G. Tattersall, P. Baker, The effect of vibration on the rheological properties of fresh concrete, *Magazine of concrete research* 40(143) (1988) 79-89.
- [65] C. Hu, F. de Larrard, The rheology of fresh high-performance concrete, *Cement and concrete research* 26(2) (1996) 283-294.
- [66] P. Krstulović, S. Juradin, Modeling of fresh concrete behaviour under vibration, *International Journal for Engineering Modelling* 12(1-4) (1999) 43-51.
- [67] J.H. Kim, S.H. Kwon, S. Kawashima, H.J. Yim, Rheology of cement paste under high pressure, *Cement and concrete composites* 77 (2017) 60-67.
- [68] K.P. Jang, S.H. Kwon, M.S. Choi, Y.J. Kim, C.K. Park, S.P. Shah, Experimental observation on variation of rheological properties during concrete pumping, *International Journal of Concrete Structures and Materials* 12(1) (2018) 1-15.
- [69] D. Feys, G. De Schutter, K.H. Khayat, R. Verhoeven, Changes in rheology of self-consolidating concrete induced by pumping, *Materials and Structures* 49(11) (2016) 4657-4677.
- [70] E. Secrieru, D. Cotardo, V. Mechtcherine, L. Lohaus, C. Schröfl, C. Begemann, Changes in concrete properties during pumping and formation of lubricating material under pressure, *Cement and concrete research* 108 (2018) 129-139.
- [71] L.J. Struble, Q. Jiang, Effects of air entrainment on rheology, *Materials Journal* 101(6) (2004) 448-456.
- [72] A. Rust, M. Manga, Effects of bubble deformation on the viscosity of dilute suspensions, *Journal of non-newtonian fluid mechanics* 104(1) (2002) 53-63.
- [73] F. Sanchez, K. Sobolev, Nanotechnology in concrete—a review, *Construction and Building Materials* 24(11) (2010) 2060-2071.
- [74] S.C. Paul, A.S. Van Rooyen, G.P. van Zijl, L.F. Petrik, Properties of cement-based composites using nanoparticles: A comprehensive review, *Construction and Building Materials* 189 (2018) 1019-1034.

## Références Bibliographiques

---

- [75] Y. Reches, Nanoparticles as concrete additives: Review and perspectives, *Construction and Building Materials* 175 (2018) 483-495.
- [76] M. Balapour, A. Joshaghani, F. Althoey, Nano-SiO<sub>2</sub> contribution to mechanical, durability, fresh and microstructural characteristics of concrete: A review, *Construction and Building Materials* 181 (2018) 27-41.
- [77] S. Nazar, J. Yang, B.S. Thomas, I. Azim, S.K.U. Rehman, Rheological properties of cementitious composites with and without nano-materials: A comprehensive review, *Journal of cleaner production* 272 (2020) 122701.
- [78] L. Senff, J.A. Labrincha, V.M. Ferreira, D. Hotza, W.L. Repette, Effect of nano-silica on rheology and fresh properties of cement pastes and mortars, *Construction and Building Materials* 23(7) (2009) 2487-2491.
- [79] L. Senff, D. Hotza, S. Lucas, V. Ferreira, J.A. Labrincha, Effect of nano-SiO<sub>2</sub> and nano-TiO<sub>2</sub> addition on the rheological behavior and the hardened properties of cement mortars, *Materials Science and Engineering: A* 532 (2012) 354-361.
- [80] A. Pourjavadi, S.M. Fakoopoor, A. Khaloo, P. Hosseini, Improving the performance of cement-based composites containing superabsorbent polymers by utilization of nano-SiO<sub>2</sub> particles, *Materials & Design* 42 (2012) 94-101.
- [81] B. Safi, H. Aknouche, H. Mechakra, D. Aboutaleb, K. Bouali, Incorporation mode effect of Nano-silica on the rheological and mechanical properties of cementitious pastes and cement mortars, *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, IOP Publishing, 2018, p. 012015.
- [82] X. Wang, K. Wang, J. Tanesi, A. Ardani, Effects of nanomaterials on the hydration kinetics and rheology of Portland cement pastes, *Advances in Civil Engineering Materials* 3(2) (2014) 142-159.
- [83] M. Nehdi, Clay in cement-based materials: Critical overview of state-of-the-art, *Construction and Building Materials* 51 (2014) 372-382.
- [84] Z. Quanji, G.R. Lomboy, K. Wang, Influence of nano-sized highly purified magnesium alumino silicate clay on thixotropic behavior of fresh cement pastes, *Construction and Building Materials* 69 (2014) 295-300.
- [85] T. Voigt, J.-J. Mbele, K. Wang, S.P. Shah, Using fly ash, clay, and fibers for simultaneous improvement of concrete green strength and consolidatability for slip-form pavement, *Journal of materials in civil engineering* 22(2) (2010) 196-206.

## Références Bibliographiques

---

- [86] N. Tregger, M. Pakula, S.P. Shah, Influence of micro-and nanoclays on fresh state of concrete, *Transportation research record* 2141(1) (2010) 68-74.
- [87] Y. Liu, J. Han, M. Li, P. Yan, Effect of a nanoscale viscosity modifier on rheological properties of cement pastes and mechanical properties of mortars, *Construction and Building Materials* 190 (2018) 255-264.
- [88] Y. Qian, S. Kawashima, Use of creep recovery protocol to measure static yield stress and structural rebuilding of fresh cement pastes, *Cement and concrete research* 90 (2016) 73-79.
- [89] Y. Qian, G. De Schutter, Enhancing thixotropy of fresh cement pastes with nanoclay in presence of polycarboxylate ether superplasticizer (PCE), *Cement and concrete research* 111 (2018) 15-22.
- [90] A. Kazemian, X. Yuan, E. Cochran, B. Khoshnevis, Cementitious materials for construction-scale 3D printing: Laboratory testing of fresh printing mixture, *Construction and Building Materials* 145 (2017) 639-647.
- [91] M. Rubio, M. Sonebi, S. Amziane, 3D printing of fibre cement-based materials: fresh and rheological performances, *Academic Journal of Civil Engineering* 35(2) (2017) 480-488.
- [92] B. Panda, S. Ruan, C. Unluer, M.J. Tan, Improving the 3D printability of high volume fly ash mixtures via the use of nano attapulgite clay, *Composites Part B: Engineering* 165 (2019) 75-83.
- [93] Y. Zhang, Y. Zhang, W. She, L. Yang, G. Liu, Y. Yang, Rheological and harden properties of the high-thixotropy 3D printing concrete, *Construction and Building Materials* 201 (2019) 278-285.
- [94] C. Jayasree, R. Gettu, Experimental study of the flow behaviour of superplasticized cement paste, *Materials and Structures* 41(9) (2008) 1581-1593.
- [95] C. Jolicoeur, M.-A. Simard, Chemical admixture-cement interactions: phenomenology and physico-chemical concepts, *Cement and concrete composites* 20(2-3) (1998) 87-101.
- [96] P.K. Mehta, P.J. Monteiro, *Concrete: microstructure, properties, and materials*, McGraw-Hill Education 2014.
- [97] H.F. Taylor, *Cement chemistry*, Thomas Telford London 1997.
- [98] V.S. Ramachandran, V. Malhotra, C. Jolicoeur, N. Spiratos, *Superplasticizers: properties and applications in concrete*, (1998).

## Références Bibliographiques

---

- [99] H. Van Damme, Colloidal chemo-mechanics of cement hydrates and smectite clays: cohesion vs. swelling, *Encyclopedia of Surface and Colloid Science*, Second Edition, Taylor & Francis 2006, pp. 1411-1426.
- [100] R.J.-M. Pellenq, H. Van Damme, Why does concrete set: The nature of cohesion forces in hardened cement-based materials, *Mrs Bulletin* 29(5) (2004) 319-323.
- [101] R.J. Flatt, N. Martys, L. Bergstrom, *La Rheologie des Materiaux Cimentaires. [The Rheology of Cementitious Materials]*, (2004).
- [102] H. Uchikawa, Effect of blending components on hydration and structure formation, Invited Paper, 8th International Congress on the Chemistry of Cement, Rio de Janeiro, 1986, pp. 249-280.
- [103] H. Li, H.-g. Xiao, J. Yuan, J. Ou, Microstructure of cement mortar with nanoparticles, *Composites Part B: Engineering* 35(2) (2004) 185-189.
- [104] R. Rixom, N. Mailvaganam, *Chemical admixtures for concrete*, E & FN SPON, Ltd, London, 1999.
- [105] R. BOUDIA, *Etude comparative de l'élimination de colorants textiles par deux adsorbants: naturel et activé*, 2021.
- [106] Leyama M., (2001). "Etude de l'écoulement des suspensions de bentonite", Thèse de doctorat de l'université Louis Pasteur, Strasbourg.
- [107] Jarny S., (2001). "Caractérisation rhéologique des boues de forages industrielles. Influence de diverses pollutions", Rapport de master recherche. Université de Poitiers, 85p.
- [108] Paumier S., (2007). "Facteur déterminant l'organisation et la rhéologie du système argile-eau pour des suspensions de smectite". Thèse de doctorat de l'université de Poitiers, 205p.
- [109] Drapier J., (2004). "Plateau de contrainte et bande de cisaillement dans les fluides complexes", thèse de doctorat, Université Paris 7.
- [110] Barnes H.A, (1995). "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 Fluids Mechanics* 56, 221- 251.
- [111] Quemada D., (1978). "Rheology of concentrated disperse systems, III. General features of the proposed non newtonian model. Comparison with experimental data" *Rheologica. Acta* 17, 643-653.
- [112] Van Olphen H., (1977). "An introduction to clay colloid chemistry", John Wiley and Sons, Inc New York.

## Références Bibliographiques

---

- [113] Agemura C.K., Kauten R.J. et Mc Carthy K.L., (1995). "Flow fields in straight and tapered screw extruders using magnetic resonance imaging", *Journal of Food Engineering*, 25, 55-72.
- [114] Baravian C., (2006). "Effets inertiels en rhéométrie instationnaire", *Rhéologie*, Vol. 9, 11-21.
- [115] Krieger I., (1990). "The role of instrument inertia in controlled-stress rheometers", *Journal of Rheology*, 34, 471-483.
- [116] H. Okamura, M. Ouchi, Self-compacting concrete. Development, present use and future, *Self-Compacting Concrete: Proceedings of the First International RILEM Symposium*, Rilem Publications Cachan Cedex, France, 1999, pp. 3-14.
- [117] A. Kaci, R. Bouras, M. Chaouche, P.-A. Andreani, H. Brossas, Adhesive and rheological properties of mortar joints, *Applied rheology* 19(5) (2009) 51970-1-51970-9.
- [118] N. Roussel, Steady and transient flow behaviour of fresh cement pastes, *Cement and concrete research* 35(9) (2005) 1656-1664.
- [119] S. Amziane, C.F. Ferraris, E.P. Koehler, Measurement of workability of fresh concrete using a mixing truck, *Journal of research of the National Institute of Standards and Technology* 110(1) (2005) 55.
- [120] N. Roussel, A thixotropy model for fresh fluid concretes: theory, validation and applications, *Cement and concrete research* 36(10) (2006) 1797-1806.
- [121] A.F.D. Normalisation, *Methods of Testing Cement—Part 1: Determination of Strength*, AFNOR, La Plaine Saint Denis France, 2006.
- [122] M. Sarıdemir, S. Çelikten, A. Yıldırım, Mechanical and microstructural properties of calcined diatomite powder modified high strength mortars at ambient and high temperatures, *Advanced Powder Technology* 31(7) (2020) 3004-3017.
- [123] Z.E.-A. Laidani, B. Benabed, R. Abousnina, M.K. Gueddouda, E.-H. Kadri, Experimental investigation on effects of calcined bentonite on fresh, strength and durability properties of sustainable self-compacting concrete, *Construction and Building Materials* 230 (2020) 117062.
- [124] S. Hollanders, R. Adriaens, J. Skibsted, Ö. Cizer, J. Elsen, Pozzolanic reactivity of pure calcined clays, *Applied Clay Science* 132 (2016) 552-560.
- [125] A. Standard, C618-08a: standard specification for coal fly ash and raw or calcined natural pozzolan for use in concrete, annual book of astm standards, ASTM

## Références Bibliographies

---

International, West Conshohocken (2008).

[126] C. ASTM, Standard practice for mechanical mixing of hydraulic cement pastes and mortars of plastic consistency, ASTM West Conshohocken, PA (2014).

[127] P. Gomes, L. Agullo, C.J.E.o.o.h.s.s.c.c. Bernard, Proceedings of second international symposium on SCC, Kochi Japan, 2001, pp. 377-386.

[128] O. Tan, A.S. Zaimoglu, S. Hınıslioglu, S.J.T. Altun, u.s. technology, Taguchi approach for optimization of the bleeding on cement-based grouts, 20(2) (2005) 167-173.

[129] M. Kobayashi, E. Nakakuro, K. Kodama, S. Negami, Frost resistance of superplasticized concrete, Special Publication 68 (1981) 269-282.

[130] S. Nazar, J. Yang, B.S. Thomas, I. Azim, S.K.U. Rehman, Rheological properties of cementitious composites with and without nano-materials: A comprehensive review, Journal of Cleaner Production (2020) 122701.

[131] L. Poudyal, K. Adhikari, Environmental sustainability in cement industry: An integrated approach for green and economical cement production, Resources, Environment and Sustainability (2021) 100024.

[132] U. Environment, K.L. Scrivener, V.M. John, E.M. Gartner, Eco-efficient cements: Potential economically viable solutions for a low-CO<sub>2</sub> cement-based materials industry, Cement and Concrete Research 114 (2018) 2-26.

[133] C. He, B. Osbaeck, E. Makovicky, Pozzolanic reactions of six principal clay minerals: activation, reactivity assessments and technological effects, Cement and concrete research 25(8) (1995) 1691-1702.

[134] A. Chakchouk, B. Samet, T. Mnif, Study on the potential use of Tunisian clays as pozzolanic material, Applied clay science 33(2) (2006) 79-88.

[134] N. Mesboua, K. Benyounes, A. Benmounah, Study of the impact of bentonite on the physico-mechanical and flow properties of cement grout, Cogent Engineering 5(1) (2018) 1446252.

[135] M. Regueiro, J. Calvo, E. Elizaga, V. Calderon, SPANISH DIATOMITE. GEOLOGY AND ECONOMICS, Industrial Minerals (306) (1993) 57-67.

[136] R. Fernandez, F. Martirena, K.L. Scrivener, The origin of the pozzolanic activity of calcined clay minerals: A comparison between kaolinite, illite and montmorillonite, Cement and concrete research 41(1) (2011) 113-122.

## Références Bibliographiques

---

- [137] M. Regueiro, J. Calvo, E. Elizaga, V. Calderon, SPANISH DIATOMITE. GEOLOGY AND ECONOMICS, *Industrial Minerals* (306) (1993) 57-67.
- [138] L. Davis, Diatomite, *American Ceramic Society bulletin* 70(5) (1991) 860-861.
- [139] B. Yılmaz, N. Ediz, The use of raw and calcined diatomite in cement production, *Cement and Concrete Composites* 30(3) (2008) 202-211.
- [140] M. Sonebi, M.T. Bassuoni, J. Kwasny, A.K. Amanuddin, Effect of nanosilica on rheology, fresh properties, and strength of cement-based grouts, *Journal of materials in Civil Engineering* 27(4) (2015) 04014145.
- [141] R.J. Flatt, N. Martys, L. Bergström, The rheology of cementitious materials, *MRS bulletin* 29(5) (2004) 314-318.
- [142] B. Felekoğlu, Rheological behaviour of self-compacting micro-concrete, *Sadhana* 39(6) (2014) 1471-1495.
- [143] H. Barnes, Shear-thickening (“Dilatancy”) in suspensions of nonaggregating solid particles dispersed in Newtonian liquids, *Journal of Rheology* 33(2) (1989) 329-366.
- [144] M. Cyr, C. Legrand, 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) (2000) 1477-1483.
- [145] H.H. Wong, A.K. Kwan, Packing density of cementitious materials: part 1—measurement using a wet packing method, *Materials and structures* 41(4) (2008) 689-701.
- [146] K. Ma, J. Feng, G. Long, Y. Xie, Effects of mineral admixtures on shear thickening of cement paste, *Construction and Building Materials* 126 (2016) 609-616.
- [147] J. Maybury, J. Ho, S. Binhowimal, Fillers to lessen shear thickening of cement powder paste, *Construction and Building Materials* 142 (2017) 268-279.
- [148] M. Sarıdemir, S. Çelikten, A. Yıldırım, Mechanical and microstructural properties of calcined diatomite powder modified high strength mortars at ambient and high temperatures, *Advanced Powder Technology* 31(7) (2020) 3004-3017.
- [149] A. Trümer, H.-M. Ludwig, M. Schellhorn, R. Diedel, Effect of a calcined Westerwald bentonite as supplementary cementitious material on the long-term performance of concrete, *Applied Clay Science* 168 (2019) 36-42.
- [150] S.A. Memon, R. Arsalan, S. Khan, T.Y. Lo, Utilization of Pakistani bentonite as

## Références Bibliographiques

---

partial replacement of cement in concrete, *Construction and building materials* 30 (2012) 237-242.

[151] G. Chen, J. Lei, Y. Du, X. Du, X.J.A.j.o.c. Chen, A polycarboxylate as a superplasticizer for montmorillonite clay in cement: Adsorption and tolerance studies, *11(6)* (2018) 747-755.

[152] C. Schröfl, M. Gruber, J.J.C. Plank, C. Research, Preferential adsorption of polycarboxylate superplasticizers on cement and silica fume in ultra-high performance concrete (UHPC), *42(11)* (2012) 1401-1408.

[153] W.-H.J.C. Huang, c. research, Improving the properties of cement–fly ash grout using fiber and superplasticizer, *31(7)* (2001) 1033-1041.

[154] L. Senff, J.A. Labrincha, V.M. Ferreira, D. Hotza, W.L.J.C. Repette, B. Materials, Effect of nano-silica on rheology and fresh properties of cement pastes and mortars, *23(7)* (2009) 2487-2491.

[155] M. Collepari, The rheological behaviour of cement pastes, *Ii Cemento* 68(1971) (1971) 99-106.

[156] R. Shaughnessy III, P.E. Clark, The rheological behavior of fresh cement pastes, *Cement and Concrete Research* 18(3) (1988) 327-341.

[157] F. Škvára, K. Kolář, J. Novotný, Z. Zadak, Cement pastes and mortars with low water-to-cement ratio I, *Cement and Concrete Research* 10(2) (1980) 253-262.

[158] A. Khaloo, M.H. Mobini, P.J.C. Hosseini, B. Materials, Influence of different types of nano-SiO<sub>2</sub> particles on properties of high-performance concrete, *113* (2016) 188-201.

[159] C.F. Ferraris, P. Billberg, R. Ferron, D. Feys, J. Hu, S. Kawashima, J. Tanesi, N. Tregger, Role of rheology in achieving successful concrete performance, (2017).

[160] P.F.G.J.C. Banfill, B. materials, Rheological methods for assessing the flow properties of mortar and related materials, *8(1)* (1994) 43-50.

[161] Y. Ren, S. Yang, K.H. Andersen, Q. Yang, Y.J.E.G. Wang, Thixotropy of soft clay: A review, (2021) 106097.

[162] M. Abdou, H.E.-S.J.P.s. Ahmed, technology, A study on the thixotropy of Egyptian bentonite suspensions, *31(19)* (2013) 1980-1991.

[163] X. Zhang, L. Kong, A. Yang, H.J.S. Sayem, Foundations, Thixotropic mechanism of clay: A microstructural investigation, *57(1)* (2017) 23-35.

## Références Bibliographiques

---

- [164] R.A. Buswell, W.L. De Silva, S.Z. Jones, J.J.C. Dirrenberger, C. Research, 3D printing using concrete extrusion: A roadmap for research, 112 (2018) 37-49.
- [165] E.D. Wetzel, Y. Lee, R. Egres, K. Kirkwood, J. Kirkwood, N. Wagner, The effect of rheological parameters on the ballistic properties of shear thickening fluid(STF)-kevlar composites, AIP conference proceedings, American Institute of Physics, 2004, pp. 288-293.
- [166] G. Bossis, J. Brady, The rheology of Brownian suspensions, The Journal of chemical physics 91(3) (1989) 1866-1874.
- [167] Z. Tan, H. Ma, H. Zhou, X. Han, C. Cho, The influence of graphene on the dynamic mechanical behaviour of shear thickening fluids, Advanced Powder Technology 30(10) (2019) 2416-2421.
- [168] K. Khayat, A. Yahia, M. Sayed, Effect of supplementary cementitious materials on rheological properties, bleeding, and strength of structural grout, ACI Materials Journal 105(6) (2008) 585.
- [169] A. Yahia, Effect of solid concentration and shear rate on shear-thickening response of high-performance cement suspensions, Construction and Building Materials 53 (2014) 517-521.
- [170] B.J. Maranzano, N.J. Wagner, The effects of particle size on reversible shear thickening of concentrated colloidal dispersions, The Journal of chemical physics 114(23) (2001) 10514-10527.
- [171] N. Roussel, A. Lemaître, R.J. Flatt, P.J.C. Coussot, C. Research, Steady state flow of cement suspensions: A micromechanical state of the art, 40(1) (2010) 77-84.
- [172] S.S. Shenoy, N.J. Wagner, Influence of medium viscosity and adsorbed polymer on the reversible shear thickening transition in concentrated colloidal dispersions, Rheologica acta 44(4) (2005) 360-371.
- [173] H.R. Baharvandi, M. Alebooyeh, M. Alizadeh, M.S. Heydari, N. Kordani, P. Khaksari, The influences of particle–particle interaction and viscosity of carrier fluid on characteristics of silica and calcium carbonate suspensions-coated Twaron® composite, Journal of Experimental Nanoscience 11(7) (2016) 550-563.
- [174] Brummer R: Rheology Essentials of Cosmetic and Food Emulsions, Springer, Berlin (2005).
- [175] Estelle P, Lanos C: High torque vane rheometer for concrete: principle and validation from rheological measurements, Appl. Rheol. 22 (2012) 12881.

## Références Bibliographiques

---

- [176] Nguyen TLH, Roussel N, Coussot P: Correlation between L-box test and rheological parameters of a homogeneous yield stress fluid, *Cem. Conc. Res.* 36 (2006) 1789 - 1796.
- [177] Perrot A, Lecompte T, Khelifi H, Brumaud C, Hot J, Roussel N: Yield stress and bleeding of fresh cement pastes, *Cem. Conc. Res.* 42 (2012) 937 – 944.
- [178] Coussot P: *Rheometry of pastes, suspensions, and granular materials*, Wiley (2005).
- [179] Nguyen QD, Akroyd TJ, De Kee DC, Zhu LX: Yield stress measurements in suspensions: an interlaboratory study, *Korea-Australia Rheol. J.* 18 (2006) 15–4.
- [180] Perrot A, Melinge Y, Estelle P, Rangeard D, Lanos C: The back extrusion test as a technique for determining the rheological and tribological behaviour of yield stress fluids at low shear rates, *Appl. Rheol.* 21 (2011) 53642.
- [181] Roussel N, Coussot P: “Fifty cent rheometer” for yield stress measurements: From slump to spreading flow, *J. Rheol.* 49:3 (2005) 705–718.
- [182] Bartos PJM, Sonebi M, Tamimi AK: *Workability and Rheology of Fresh Concrete: Compendium of Tests*, Report of RILEM TC 145-WSM (2002).
- [183] Chapman CM: *Method and Apparatus for Determining Consistency*, ASTM V13 Part II, Philadelphia (1913) 1045–1052.
- [184] Wallevik JE: Relationship between the Bingham parameters and slump, *Cem. Conc. Res.* 36 (2006) 1214–1221.
- [185] ASTM Designation C143-90: *Standard Test Method for Slump of Hydraulic Cement Concrete*, Annual Book of ASTM Standards (1896) 85–87.
- [186] Kandro DL: Influence of Water-Reducing Admixtures on Properties of Cement Paste – A Miniature Slump Test, *Cem. Conc. Agg.* 2 (1980) 85–102.
- [187] Roussel N, Stefani C, Leroy R: From mini-cone test to Abrams cone test: measurement of cement based materials yield stress using slump tests, *Cem. Conc. Res.* 35 (2005) 817–822.
- [188] Bouvet A, Ghorbel E, Bennacer R: The mini-conical slump flow test: Analysis and numerical study, *Cem. Conc. Res.* 40 (2010) 1517–1523.
- [189] Clayton S, Grice TG, Boger DV: Analysis of the slump test for on-site yield stress measurement of mineral suspensions, *Int. J. Miner. Process.* 70 (2003) 3–21.
- [190] Murata J: Flow and deformation of fresh concrete, *Mat. Struct.* 98 (1984) 117–129.
- [191] Christensen G: *Modelling the flow of fresh concrete: the slump test*, PhD Thesis, Princeton University (1991).

## Références Bibliographiques

---

- [192] Rajani. B, Morgenstern. N: On the yield stress of geotechnical materials from the slump test, *Canadian Geotech. J.* 28 (1991) 457–462.
- [193] Schowalter W.R, Christensen G: Toward a rationalization of the slump test for fresh concrete: comparisons of calculations and experiments, *J. Rheol.* 42 (1998) 865–870.
- [194] Chandler J.L: The stacking and solar drying process for disposal of bauxite tailings in Jamaica, *Proceedings of the International Conference on Bauxite Tailings* (1986) 101–105.
- [195] Pashias N, Boger DV, Summers J, Glenister DJ: A fifty cent rheometer for yield stress measurement, *J.Rheol* 40 (1996) 1176–1189.
- [196] Nguyen QD, Boger DV: Direct yield stress measurement with the vane method, *J. Rheol* 29 (1985) 335–347.
- [197] Flatt RJ, Larosa D, Roussel N: Linking yield stress measurements: Spread test versus Viskomat, *Cem. Conc. Res.* 36 (2006) 99–109.
- [198] A. Pierre, C. Lanos, P. Estelle, Extension of spread-slump formulae for yield stress evaluation, *Applied Rheology* 23(6) (2013).
- [199] Irgens F: *Continuum Mechanics*, Springer (2008).
- [200] J. Gao, A. Fourie, Using the flume test for yield stress measurement of thickened tailings, *Minerals Engineering* 81 (2015) 116-127.
- [201] S. Schlesinger, J. Buyan, E. Callender, W. Clarkson, F. Perkins, Developing standard procedures for simulation validation and verification (autopilot, atmosphere and transportation models), *Summer Computer Simulation Conference*, Houston, Tex, 1974, pp. 927-933.

## Références Bibliographiques

---