# Matériaux Cimentaires : De la Caractérisation à la Mise en OEuvre

Arnaud Perrot

▶ **To cite this version:**

Arnaud Perrot. Matériaux Cimentaires : De la Caractérisation à la Mise en OEuvre. Matériaux composites et construction. Université de Bretagne-Sud, 2014. tel-01112974

**HAL Id: tel-01112974**
**https://hal.science/tel-01112974**

Submitted on 4 Feb 2015

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

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

Public Domain

**HDR / UNIVERSITE DE BRETAGNE-SUD**
*sous le sceau de l'Université européenne de Bretagne*
pour obtenir le titre d'
**HABILITATION A DIRIGER LA RECHERCHE**
*Mention : Génie Civil*
**Ecole doctorale SICMA**

présentée par
ARNAUD PERROT

Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux
de Bretagne
EA 4250
Université de Bretagne-Sud

# Matériaux Cimentaires : De la Caractérisation à la Mise en Œuvre

**HDR soutenue le 17/12/2014**
devant le jury composé de :

Martin CYR, Professeur des Universités, Rapporteur
Jean-louis GALLIAS, Professeur des Universités, Rapporteur
Ahmed LOUKILI, Professeur des Universités, Rapporteur
Sofiane AMZIANE, Professeur des Universités, Examinateur
Christophe LANOS, Professeur des Universités, Examinateur
Noël CHALLAMEL, Professeur des Universités, Examinateur

# TABLE DES MATIERES


I. Introduction ..... 3
II. Rhéométrie des matériaux à base cimentaire ..... 5
II.1. Introduction ..... 5
II.2. Géométrie coaxiale ..... 6
II.2.1. Présentation ..... 6
II.2.2. Méthode d'analyse de données ..... 7
II.2.3. Application aux matériaux à seuil ..... 9
II.2.4. Domaine d'applicabilité et limitation ..... 10
II.3. Ecoulement confiné ..... 12
II.3.1. Back extrusion ..... 12
II.3.2. Extrusion axisymétrique ..... 20
II.3.3. Domaine d'applicabilité et limitation ..... 26
II.4. Tribométrie ..... 26
II.4.1. Adaptation des géométries classiques ..... 26
II.4.2. Tribométre rotatif ..... 27
II.5. Conclusions et perspectives ..... 28
III. Stabilité des matériaux à base cimentaire ..... 29
III.1. Introduction ..... 29
III.2. Stabilité des matériaux cimentaires – Analyse micromécanique ..... 30
III.2.1. Forces agissant sur les particules ..... 31
III.2.2. Rapport de forces entre interactions micro et conséquences macro ..... 33
III.3. Méthodes de détermination des paramètres hydromécaniques ..... 37
III.3.1. Loi de Darcy et théorie de la consolidation ..... 38
III.3.2. Méthode de filtration à gradient hydraulique constant ..... 40
III.3.3. Œdomètre adapté ..... 41
III.3.4. Comparaison des deux méthodes ..... 43
III.4. Effet des paramètres de formulation ..... 48
III.4.1. Effet des superplastifiants de type polycarboxylate ..... 48
III.4.2. Effet des granulats sur la perméabilité ..... 52
III.5. Conclusions et perspectives ..... 55
IV. Thixotropie et perte d'ouvrabilité ..... 56
IV.1. Introduction ..... 56
IV.2. Mesures de la vitesse de structuration ..... 57
IV.2.1. Rhéométrie classique ..... 57
IV.2.2. Essai à la plaque ..... 57
IV.3. Effet de paramètres de formulation ..... 62
IV.3.1. Effet de la fraction volumique de granulats ..... 62
IV.3.2. Effet de la fraction volumique de fibres ..... 64
IV.4. Pression exercée par les bétons autoplaçants sur les coffrages. ..... 65
IV.4.1. Introduction de la problématique ..... 65
IV.4.2. Prise en compte des armatures ..... 66
IV.4.3. Modélisation de la pression latérale pour des vitesses faibles de coulage ..... 71
IV.5. Conclusions ..... 73
V. Extrusion de composites cimentaires ..... 74
V.1. Introduction ..... 74
V.2. Modélisation de l'effort d'extrusion des matériaux frottant ..... 74

V.2.1. Evolution de la composition durant l'extrusion ..... 75
V.2.2. Rhéologie et tribologie des matériaux plastiques frottants ..... 76
V.2.3. Modélisation de l'extrudeuse ..... 77
V.2.4. Application du modèle à la pâte de kaolin ..... 79
V.3. Critères d'extrudabilité pour des matériaux cimentaires ..... 82
V.4. Formulation de sols stabilisés au ciment ..... 86
V.4.1. Matériaux étudiés et protocole de formulation ..... 87
V.4.2. Performances mécaniques des matériaux formulés ..... 88
V.4.3. Variation dimensionnelle et sensibilité au degré de saturation ..... 90
V.4.4. Effet du procédé de mise en forme et de l'ajout de fibres ..... 92
V.5. Conclusions ..... 93
VI. Conclusions et perspectives ..... 95
VII. ANNEXE : Curriculum Vitae ..... 102
VIII. REFERENCES ..... 109

# I. INTRODUCTION

Ce manuscrit présente mes travaux de recherche réalisés depuis septembre 2007 et mon arrivée comme Maître de Conférences à l'Université de Bretagne-Sud (UBS) où j'enseigne dans la filière Génie Civil (cycle Licence et Master) de l'UFR Sciences et Sciences pour l'Ingénieur. J'ai pris mes fonctions à l'Université de Bretagne-Sud après avoir eu un parcours universitaire fait en sa totalité et jusqu'à l'obtention du doctorat (soutenu fin 2006) au sein de l'INSA de Rennes. J'ai aussi pu bénéficier d'un poste d'ATER, toujours à l'INSA, pour faire la liaison entre la fin de mon doctorat et ma prise de poste à l'UBS.

J'ai réalisé ma thèse sur le sujet de l'extrusion des mortiers à base cimentaire sous la direction de Christophe Lanos. Ce sujet, fortement lié à la rhéologie et au matériau béton a orienté et inspiré mes travaux de recherche, réalisés au sein du Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux de Bretagne (LIMat B). Ainsi, en partant de ce problème de rhéologie des matériaux à base cimentaire, j'ai pu diversifier mes centres d'intérêt dans cette thématique. Mes travaux ont effet tous en commun le fait de porter sur les problèmes de mise en forme ou de mise en place des bétons et/ou plus largement des composites à base cimentaire.

Au gré des avancées, j'ai eu la chance de pouvoir collaborer avec des laboratoires français dont notamment le LGCGM de Rennes, l'IFSTTAR de Champs-sur-Marne et l'Institut Pascal de Clermont-Ferrand et avec des collègues étrangers dans le cadre d'un comité technique RILEM sur la prédiction de la pression exercée par les bétons autoplaçants sur les coffrages. J'ai aussi pu participer à l'encadrement de deux thèses dont une a été soutenue et six stages de Master Recherche dont certains ont abouti à des publications.

Ainsi, j'ai pu m'intéresser à la nécessité de caractériser le comportement rhéologique des pâtes à base cimentaire (Chapitre II), à des problèmes d'ouvrabilité et de coulage des matériaux cimentaires sur chantier et continuer à étudier les écoulements d'extrusion des matériaux à base cimentaire. J'ai également pu participer à la mise en place de procédures et de matériels permettant de décrire le comportement rhéologique et tribologique de suspensions concentrées présentant un comportement viscoplastique.

Au niveau des problèmes rencontrés pour la mise en œuvre des bétons, je me suis intéressé au problème de la stabilité de la pâte de ciment (notamment le phénomène de ressuage). Ces travaux, présentés au chapitre III ont permis de relier de manière originale le phénomène de ressuage aux interactions microscopiques entre les grains de ciment. Ces travaux ont aussi permis de mettre au point des essais de détermination des propriétés hydromécaniques des matériaux à base cimentaire comme la perméabilité ou le coefficient de consolidation.

Je me suis également intéressé aux problèmes de perte d'ouvrabilité et de thixotropie des bétons qui voient une application directe dans le dimensionnement des coffrages des bétons autoplaçants (chapitre IV).

Enfin, mes travaux sur l'extrusion réalisés dans le cadre de l'encadrement de deux thèses de doctorat s'intègrent parfaitement dans la continuité de mes travaux de thèse, spécialement dans la qualification et la modélisation de l'écoulement d'extrusion des matériaux à base

cimentaire qui peut présenter, comme expliqué au chapitre V, un comportement peut favorable à une mise en forme par extrusion.

Ces travaux de recherche, réalisés au sein du LIMat B, en collaboration avec les chercheurs de l'équipe CoMatH (comportement des matériaux hétérogènes) ont donc été réalisés sur une période de 7 ans en parallèle de mes activités d'enseignement (320 h eq. TD en moyenne sur cette période avec une pointe à 410h) et mes activités administratives avec la gestion de l'année de Master 1 et ses 40 étudiants en moyenne sur la période (gestion des emplois du temps, des jurys, des recrutements et des vacataires).

# II. RHEOMETRIE DES MATERIAUX A BASE CIMENTAIRE

## II.1. Introduction

Les matériaux à base cimentaire sont des suspensions concentrées qui présentent un comportement viscoplastique (Tattersall 1977; Roussel et al. 2010; Kovler and Roussel 2011; Roussel 2005; Banfill 1991; Tattersall and Banfill 1983). Les modèles de Bingham ou de Herschel-Bulkley (avec rhéo-fluidification ou rhéo-épaississement) sont traditionnellement utilisés pour permettre de décrire le comportement rhéologique des bétons. La détermination des caractéristiques rhéologiques des mélanges à base cimentaire constitue la première étape de l'étude de la rhéologie de ces matériaux.

Dès la première moitié du 20$^{ème}$ siècle, des méthodes de formulation telles que la méthode de Dreux-Gorisse tiennent compte de la rhéologie des bétons et permettent de viser des objectifs d'ouvrabilité minimale.

Dans ces méthodes, les caractéristiques d'écoulement sont évaluées par des essais comparatifs de chantier tels que le cône d'Abrams et sont normées au travers d'un paramètre global appelé consistance (206-1 2000).

Ce paramètre normé permet de classer les bétons suivant leur ouvrabilité (capacité à bien remplir un coffrage). Il a été démontré qu'il est directement lié au seuil de cisaillement des bétons (Wallevik 2006; Roussel et al. 2005; Saak et al. 2004; Pierre et al. 2013) car il décrit un arrêt d'écoulement à basse vitesse où les effets visqueux sont négligeables. Cependant, il ne permet pas de prédire le comportement du béton lors d'écoulement plus rapide et complexe comme le pompage, la projection, l'injection ou l'extrusion…

Depuis les années 1970-1980 et afin de pouvoir répondre à ce manque, de nombreux chercheurs ont cherché à développer des rhéomètres et des protocoles adaptés aux bétons (ou à un type de béton) permettant la description complète du comportement rhéologique du béton lors d'un écoulement établi. De nombreuses géométries ont été utilisées : la géométrie coaxiale (Tattersall and Bloomer 1983; Banfill 1987; Banfill and Saunders 1981; Wallevik and Gjorv 1990; Heirman et al. 2009; Flatt et al. 2006; Estellé and Lanos 2012), la géométrie plan-plan (Hu and de Larrard 1996; Hu et al. 1995; Hu et al. 1996), la rhéomètrie capillaire (Alfani and Guerrini 2005; Zhou and Li 2005a; Zhou et al. 2013), des écoulements de compression ou confinés (Toutou et al. 2005)…

Ces nombreuses configurations s'expliquent par la grande variabilité des possibles écoulements modélisables mais aussi pas la différence de consistance des matériaux à base cimentaire. Ainsi, il convient d'adapter la géométrie de l'écoulement rhéométrique à la consistance de la pâte étudiée. Par exemple, un béton capable de garder sa forme sous son propre poids (zero slump concrete) ne pourra être étudié par écoulement coaxial, car une fois la rupture par cisaillement obtenue, l'espace laissé par la fracture du matériau ne se comble

pas. Du coup, les mesures suivant la rupture donnent uniquement des informations sur le frottement au niveau de cette fracture. Pour ce type de béton, il faudra donc utiliser une géométrie confinée permettant de maintenir une continuité dans le matériau.

Les propriétés de frottement aux interfaces peuvent néanmoins être intéressantes lorsqu'elles décrivent les contraintes du béton sur des parois de coffrages ou le pourtour des conduites de pompage (Choi et al. 2013; Jacobsen et al. 2009; Feys et al. 2013a). Ces contraintes qui influencent grandement l'écoulement du béton sont décrites par le comportement tribologique du matériau. Ce comportement est étudié à l'aide de banc d'essai permettant de contrôler un déplacement relatif entre une paroi et un échantillon de matériau (Djelal 2001; Djelal et al. 2008; Melinge et al. 2013).

Dans ce chapitre seront développées mes contributions à la mise au point de méthode d'analyse de géométries d'études du comportement rhéologique des matériaux à base cimentaire. Dans un premier temps, je présenterai une méthode d'analyse de données utilisée pour les essais coaxiaux de type Vane ou Couette (Estellé et al. 2008a; Estellé et al. 2008b). Cette méthode est destinée aux bétons relativement fluides qui s'écoulent sous leur propre poids.

Dans un second temps, des écoulements confinés de type extrusion (Perrot et al. 2012b) ou back extrusion (Perrot et al. 2011) seront adaptés afin de permettre la description du comportement viscoplastique de bétons fermes.

Enfin, les méthodes développées pour la détermination des caractéristiques tribologiques seront présentées (Melinge et al. 2013).

## II.2. Géométrie coaxiale

### II.2.1. Présentation

La géométrie Couette est largement utilisée pour la caractérisation de la rhéologie des matériaux, notamment ceux à base cimentaire. Elle est constituée de deux cylindres coaxiaux, le cylindre interne étant rotatif, entre lesquels est placé le matériau étudié. Dans cette géométrie, la détermination de la contrainte de cisaillement en fonction du moment résistant exercé lors de la rotation sur le cylindre interne est directe. Cependant, la détermination du taux de cisaillement, non homogène dans l'entrefer n'est ni directe ni évident.

Depuis Mooney dans les années 1930 (Mooney 1931), de nombreux travaux ont proposé des évaluations du taux de déformation dans l'entrefer pour des matériaux visqueux (Krieger and Elrod 1953; Krieger 1968). Pour des matériaux présentant un seuil de cisaillement, il a été démontré, notamment par Nguyen et Boger (Nguyen and Boger 1987) que ces méthodes ne peuvent convenir car le matériau peut-être partiellement cisaillé dans l'entrefer (Darby 1985). Ce phénomène apparaît lorsque la contrainte de cisaillement diminue au fur et à mesure que l'on s'éloigne de l'entrefer. Dans ce cas, la contrainte de cisaillement peut devenir plus petite que le seuil de cisaillement et des zones mortes peuvent apparaître.

La prédiction du champ de taux de cisaillement au sein de l'entrefer a vu de nombreux développement se faire en utilisant plusieurs outils mathématiques comme la décomposition en vaguelettes (Ancey 2005) ou la régularisation de Thikhonov (Yeow et al. 2000).

La méthode développée consiste à approcher le comportement du matériau cisaillé par un comportement de Bingham et à calculer un taux de cisaillement moyen pour une vitesse de rotation du cylindre intérieur donnée indépendamment du fait que le matériau dans l'entrefer soit partiellement ou totalement cisaillé.

### II.2.2. Méthode d'analyse de données

On peut remarquer que les géométries Vane (scissomètre) et Couette génèrent le même type d'écoulement rotationnel et concentrique. Il est donc considéré que la méthode est applicable pour les deux géométries. Le rayon du cylindre intérieur (où du croisillon pour la géométrie Vane) est noté $R_b$ et celui du cylindre extérieur est noté $R_c$. Le fluide est considéré comme incompressible et les effets de bord et d'inertie sont négligés.

Dans l'écoulement cylindrique concentrique et indépendamment du comportement du matériau, les contraintes sur les deux cylindres $\tau_b$ et $\tau_c$ peuvent être facilement exprimées en fonction du moment résistant $M$ agissant sur l'outil ou le cylindre tournant de hauteur $h$.

$$\tau_b(M) = \frac{M}{2\pi h R_b^2} \qquad \text{(II.1)}$$

$$\tau_c(M) = \frac{M}{2\pi h R_c^2} \qquad \text{(II.2)}$$

Dans le cas présent, nous considérons que le matériau se comporte comme un matériau de Bingham pour une valeur fixe de la vitesse de rotation du cylindre intérieur. Dans le cas étudié, le repère choisi fait que le taux de cisaillement est toujours positif ou nul. Du coup, la loi de Bingham s'écrit :

$$\tau(\dot{\gamma}) = \tau_0 + \mu\dot{\gamma} \qquad \text{si } \tau > \tau_0 \qquad \text{(II.3)}$$

Avec $\dot{\gamma}$ le taux de cisaillement, $\mu$ la viscosité plastique et $\tau_0$ le seuil de cisaillement du matériau. Au sein de l'entrefer, deux types d'écoulement peuvent alors apparaître :

a) $\tau_c < \tau_0 < \tau_b$ : dans ce cas, une zone non cisaillée est présente du côté du cylindre extérieur
b) $\tau_c > \tau_0$ : dans ce cas, tout le matériau contenu dans l'entrefer est cisaillé

La vitesse angulaire de rotation $\Omega$ peut-être calculée de la façon suivante :

$$\Omega = \int_{R_b}^{R_c} \frac{\dot{\gamma}(r)}{r} dr = \int_{\tau_b}^{\tau_c} \frac{\dot{\gamma}(\tau)}{\tau} d\tau \qquad \text{(II.4)}$$

Le calcul de la vitesse angulaire est donc différent pour les cas a) et b). L'intégration présentée dans l'équation (4) donne :

$$\Omega = \frac{\tau_0}{2\mu}\left[ln(2\pi h\tau_0 R_b^{\,2}) - 1\right] + \frac{M}{4\pi h\mu R_b^{\,2}} - \frac{\tau_0}{2\mu} ln\, M \qquad \text{si } \tau_c < \tau_0 < \tau_b \qquad \text{(II.5)}$$

$$\Omega = \frac{M}{4\pi h\mu}\left[\frac{1}{R_b^{\,2}} - \frac{1}{R_c^{\,2}}\right] + \frac{\tau_0}{\mu} ln\left(\frac{R_b}{R_c}\right) \qquad \text{si } \tau_c > \tau_0 \qquad \text{(II.6)}$$

La dérivée des équations (5) et (6) par rapport au couple résistant *M* donne :

$$\frac{d\Omega}{dM} = \frac{1}{4\pi h\mu R_b^{\,2}} - \frac{\tau_0}{2\mu M} \qquad \text{si } \tau_c < \tau_0 < \tau_b \qquad \text{(II.7)}$$

$$\frac{d\Omega}{dM} = \frac{1}{4\pi h\mu}\left[\frac{1}{R_b^{\,2}} - \frac{1}{R_c^{\,2}}\right] \qquad \text{si } \tau_c > \tau_0 \qquad \text{(II.8)}$$

Le taux de cisaillement pour un matériau de Bingham peut-être écrit en fonction du couple, de la vitesse angulaire de rotation et du rayon des cylindres en combinant les équations (II.1), (II.2), (II.3), (II.7) et (II.8).

$$\dot{\gamma} = 2M\frac{d\Omega}{dM} \qquad \text{si } \tau_c < \tau_0 < \tau_b \qquad \text{(II.9)}$$

$$\dot{\gamma} = 2\frac{M\dfrac{d\Omega}{dM}}{\left(1 - \dfrac{R_b^{\,2}}{R_c^{\,2}}\right)} - \frac{\Omega - M\dfrac{d\Omega}{dM}}{ln\left(\dfrac{R_b}{R_c}\right)} \qquad \text{si } \tau_c > \tau_0 \qquad \text{(II.10)}$$

L'équation (9) est celle donnée par Nguyen et Boger (Nguyen and Boger 1987) dans le cas d'une géométrie Couette pour un matériau à seuil partiellement cisaillé. L'équation (II.10) donne la solution pour un matériau purement visqueux ou un matériau à seuil avec un entrefer complètement cisaillé. Selon Nguyen et Boger, deux champs admissibles de contraintes sont possibles, dépendants des conditions d'écoulement. Ces deux champs correspondent aux deux solutions du taux de cisaillement données en équations (II.9) et (II.10).

Dans cette méthode, on utilise le principe des puissances virtuelles (Germain and Muller 1979). Le champ de contrainte approprié est celui qui maximise la dissipation d'énergie dans l'échantillon en écoulement. Celui-ci est obtenu pour le taux de cisaillement le plus élevé, c'est-à-dire :

$$\dot{\gamma} = max\left(équation(9), équation(10)\right) \qquad \text{(II.11)}$$

Cette technique d'analyse permet de ne pas à avoir à déterminer ou à connaître a priori le seuil de cisaillement du matériau testé. De même, il n'est pas nécessaire de savoir si la totalité ou une partie du matériau dans l'entrefer est cisaillé.

Afin de faire coïncider cette analyse de données à une procédure expérimentale, il faut faire une série de mesure de couples $M_j$ à des vitesses de rotation successives $\Omega_j$ différentes. Les valeurs numériques des équations (II.7) et (II.8) sont alors calculées par l'approximation suivantes :

$$\frac{d\Omega}{dM} = \frac{\Omega_j - \Omega_{j-1}}{M_j - M_{j-1}} \qquad \text{(II.12)}$$

Le taux de cisaillement une fois déterminé avec l'équation (II.11), il convient de lui faire correspondre une contrainte $\tau$ qui est prise égale à la moyenne des contraintes sur le cylindre intérieur calculée au pas de mesures $j$ et au pas $j$-1 pour pouvoir finalement tracer un rhéogramme du fluide étudié.

Pour chaque pas de calcul, on considère un comportement de Bingham « moyen » dans l'entrefer. Cependant, le tracé de l'ensemble des points peut décrire des comportements viscoplastiques non linéaires tels que celui d'Herschel-Bulkley ou de Casson.

### II.2.3. Application aux matériaux à seuil

Cette solution d'analyse des données a été testée avec une géomètrie Vane sur du Carbopol 940 (pH =7, dosage massique 0,15%). En utilisant un rhéomètre Malvern Gemini 200 équipé avec plusieurs géométries (Couette, Vane et plan/plan) il a été possible de démontrer que la méthode proposée permet bien d'obtenir un rhéogramme équivalent à celui des autres méthodes (figure II.1). Pour cela, une rampe de montée et de descente de taux de cisaillement est appliquée entre 0 et 30 $s^{-1}$.

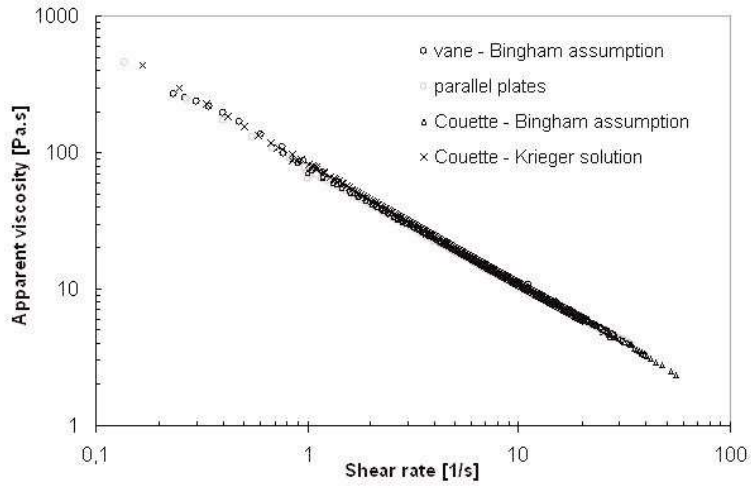



**Figure II.1.** Rhéogramme d'une même suspension de Carbopol 940 en utilisant plusieurs géométries : Couette (diamètre 25 mm, hauteur 37,6 mm, diamètre du pot 27 mm), Vane (diamètre 25 mm, hauteur 37,6 mm, diamètre du pot 44,3 mm), Plan/Plan (diamètre 40 mm, entrefer 1 mm). Toutes les surfaces sont striées pour éviter tout glissement. Pour le Couette, la solution de Krieger (Krieger 1968) et celle développée sont tracées.

Il apparaît que notre méthode est capable de donner le rhéogramme d'un matériau à seuil. Elle fournit la même réponse que la géométrie plan/plan. Dans ce cas, on note aussi que tout l'entrefer est cisaillé pour la géométrie Couette. La solution de Krieger est donc proche de celle obtenue avec la méthode développée. De même, comme démontré dans (Estellé et al. 2008b), la méthode est applicable pour les géométries Vane et Couette et elle permet de décrire des comportements viscoplastiques non-linéaires (légèrement rhéo-fluidifiant dans le cas du Carbopol 940). La méthode a aussi été validée sur du ketchup (figure II.2) et des suspensions de bentonite (Estellé et al. 2008a) et il a été prouvé qu'elle permettait d'améliorer la précision de l'analyse par rapport à des solutions classiques comme l'approximation Newtonienne (surtout dans le cas de large entrefer) et la solution de Boger (surtout dans le cas de d'entrefer mince).

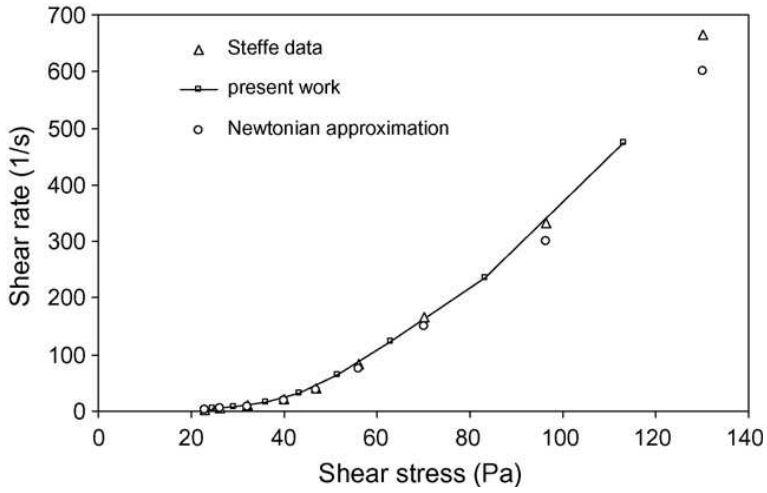



**Figure II.2.** Rhéogramme obtenu sur du ketchup tracé avec des données brutes de la littérature (Steffe 1996).

Cette méthode a été reprise dans plusieurs études afin de caractériser le comportement rhéologique de matériau viscoplastique comme les bétons, les boues de forage, les suspensions d'argile (Kumar and Guria 2013; Tan et al. 2013a, b; Illa et al. 2013; Jing et al. 2013; Feys et al. 2013b; Nosrati et al. 2012a, b; Nosrat et al. 2011; Leonardi et al. 2011; Wang et al. 2011; Nosrati et al. 2011; Wang and Pu 2011; Chatzimina et al. 2009; He et al. 2009; Nazari et al. 2013; Anderson and Meeten 2012; Lecompte et al. 2012; Roussel et al. 2012; Ovarlez et al. 2011; Boulekbache et al. 2010; Belkham et al. 2009; Santi et al. 2009; Estellé and Lanos 2012)…

### II.2.4. Domaine d'applicabilité et limitation

La géométrie à cylindres coaxiaux et par analogie celle de type Vane et la méthode développée semblent être des outils robustes pour décrire et caractériser le comportement rhéologique de matériaux viscoplastiques non linéaires. Seulement, il convient de bien maîtriser son domaine d'applicabilité et les limites de son utilisation.

Premièrement, la méthode ne semble applicable que pour des matériaux présentant un seuil suffisamment faible pour qu'ils s'écoulent sous leur propre poids. Dans le cas contraire, une désolidarisation du cylindre tournant et du reste du matériau peut se produire et induire une perte de la continuité du matériau et du contact entre le matériau et l'outil tournant. Ce

problème est illustré par la figure II.3 qui montre la remontée d'un outil vane accompagné d'un cylindre de béton « carroté » par cisaillement lors d'un essai sur un béton trop ferme. Dans ce cas, il faut prendre avec précaution les couples enregistrés après la rupture du cylindre tournant car ils ne correspondent pas à une évaluation de la composante visqueuse mais à la mesure d'un frottement entre le cylindre tournant et le matériau immobile.

Cependant, la géométrie Vane ou Couette (si la surface du cylindre intérieur est striée pour éviter un glissement) permet de décrire la rupture du matériau et donc permettre, si la vitesse de rotation est basse, d'évaluer le seuil de cisaillement du matériau. Dans ce cas, la procédure utilisée est celle du « stress growth », elle permet à vitesse lente (donc à effets visqueux négligeables) de relier le seuil de cisaillement au couple maximal enregistré. Cette méthode est largement utilisée lorsque l'on veut évaluer uniquement le seuil de mise en écoulement de suspensions concentrées (Lecompte et al. 2012; Perrot et al. 2013a; Mahaut et al. 2008b; Liddell and Boger 1996). Il convient néanmoins de connaître l'état de structuration de la pâte étudiée avant de réaliser l'essai (par exemple via un temps de repos connu ou une déstructuration totale de l'échantillon).

**Figure II.3.** Rupture pas cisaillement lors d'un essai au Vane test réalisé sur un béton ferme.

Une autre limitation concerne de possibles structurations du fluide viscoplastique durant l'écoulement et donc la formation de bandes de cisaillement (Coussot et al. 2009; Jarny et al. 2008; Jarny et al. 2005; Ovarlez et al. 2009). Dans ce cas, il convient d'adopter une modélisation qui rend compte de la thixotropie du matériau et de sa structuration au repos et à faible taux de cisaillement (Roussel 2006b, 2005; Wallevik 2009).

Aussi, un Benchmark organisé au début des années 2000 sur le béton au LCPC a mis en évidence que la réponse des essais sur rhéomètres (surtout de type coaxial) variait en fonction des géométries utilisées sur un même matériau (Ferraris and Brower 2001). Dans le cas des suspensions concentrées comme les bétons, ces différences sont attribuées à des effets d'échelles liés aux rapports entre la taille des plus gros grains (ou de tailles de clusters de grains) et la taille de l'entrefer (Fall et al. 2009; Fall et al. 2010; Goyon et al. 2010; Goyon et al. 2008; Ovarlez et al. 2013; Ovarlez et al. 2011; Picard et al. 2005). Ces effets non-locaux mis en évidence expérimentalement sur des émulsions (Goyon et al. 2008) disparaissent si la

taille de l'entrefer est environ cinquante fois plus grande que la taille des plus grosses particules (Ovarlez et al. 2013). Je travaille sur le développement de modélisation d'écoulement de matériaux viscoplastiques non-locaux dans des géométries d'écoulement simple (Picandet et al. 2014). Ces travaux se basent sur des méthodes de modélisations développées pour la mécanique des solides (Forest 2009; Aifantis 2011; Engelen et al. 2003; Eringen 2002).

## II.3. Ecoulement confiné

Pour caractériser le comportement visqueux d'un matériau à base cimentaire très ferme, il est nécessaire d'avoir recours à une géométrie confinée permettant de maintenir une continuité dans le matériau et d'éviter une rupture franche comme dans le cas des géométries à cylindres coaxiaux. J'ai donc pu participer à la mise au point et à l'adaptation de deux types de géométries qui permettent d'étudier à la fois la rhéologie et la tribologie de pâtes fermes. Il s'agit d'un écoulement de back extrusion et d'un écoulement d'extrusion à piston. Dans les deux cas, il s'agit de problème axisymétrique où la réalisation de plusieurs essais à différentes vitesses permet la reconstitution d'un rhéogramme et la détermination du comportement du matériau à l'interface.

### II.3.1. Back extrusion

*II.3.1.1. Présentation*

Le principe de l'essai de back extrusion, schématisé sur la figure II.4, s'inspire de l'essai pénétromètrique : Un fluide quelconque contenu dans un cylindre extérieur de diamètre intérieur 2*b* présente une surface libre. Il est sollicité au moyen d'un cylindre intérieur mobile, de diamètre 2*a*, en translation par rapport à l'axe du cylindre extérieur. Afin de générer un écoulement axisymétrique, il faut s'assurer de la coaxialité des cylindres. Le cylindre intérieur avance à vitesse constante (*U*) et induit un écoulement du fluide dans l'entrefer défini par les surfaces latérales des deux cylindres. Les propriétés de cet écoulement sont étudiées dans le cadre de ce travail. Lors des essais, on s'assure que la distance entre le bas du cylindre intérieur et le fond du cylindre extérieur est suffisante pour éviter toute variation de l'effet de fond. De façon pratique, au cours d'un essai, l'effort nécessaire à l'enfoncement et le déplacement du cylindre intérieur sont enregistrés.

La configuration de back extrusion est très utilisée dans les industries agro-alimentaires et pharmaceutiques et s'avère être un essai rapide et très peu coûteux pour la caractérisation du comportement des fluides complexes. Ce test sert traditionnellement à estimer qualitativement la capacité du fluide à s'écouler (Lee 1999; Brusewitz and Yu 1996). Toutefois dans ces références, seules des grandeurs non intrinsèques des matériaux sont comparées (pics de force, énergie nécessaire à l'écoulement) pour caractériser l'écoulement du fluide. D'autres auteurs ont modélisé l'écoulement d'un fluide à seuil, type Bingham ou Herschel-Bulkley, pour relier l'effort enregistré lors de l'essai aux paramètres caractéristiques intrinsèques du comportement du fluide.

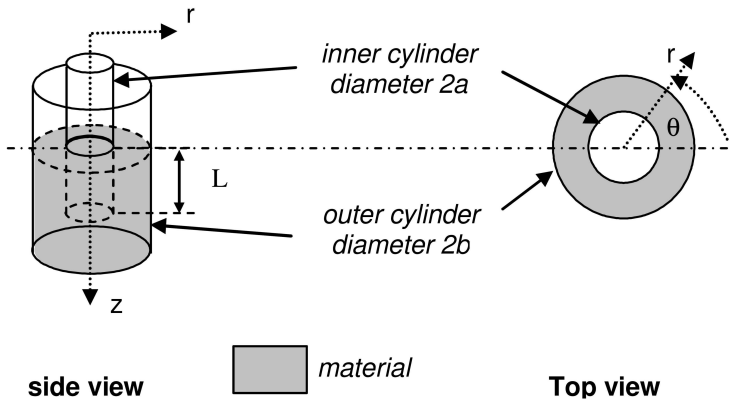



**Figure II.4**. Géométrie de l'essai de back extrusion et définition des paramètres géométriques

Ainsi, Osorio et Steffe (Osorio and Steffe Evaluating 1997) ont mis en œuvre un protocole pour déterminer les caractéristiques d'un fluide d'Herschel-Bulkley en écoulement adhérent aux parois. Cette méthode est reprise par (Gurjal and Sodhi 2002; Vieira and Ferrante 2005) pour examiner le comportement de bouillie de blé. Picart et son équipe (Picart et al. 2001; Faure and Picart 1999) ont, quant à eux, modélisé le comportement d'un fluide de Bingham en écoulement adhérent pour caractériser le comportement de matériaux granulaires explosifs. Dans ce dernier cas, l'identification des valeurs des paramètres de comportement rhéologique devient accessible. Cependant, dans ces études, les auteurs ne prennent pas en compte le possible glissement de la matière à la paroi qui peut arriver pour des suspensions concentrées ou des matériaux plastiques (Estellé et al. 2004; Roussel and Lanos 2003; Toutou et al. 2005; Saak et al. 2001; Estellé et al. 2006; Barnes 1995; Tang and Kalyon 2004; Meeten 2004).

Le travail effectué a permis de montrer la capacité de la géométrie back extrusion à estimer à la fois le comportement rhéologique et le comportement tribologique du matériau. Si la surface de la géométrie est striée, le matériau est cisaillé à la paroi et on peut supposer que le glissement est évité. Au contraire, si la surface de la géométrie est laissée lisse, du glissement peut se produire à la paroi. Dans ce cas, le matériau peut mettre être cisaillé ou s'écouler en bouchon comme dans le cas d'un écoulement de compression (Estellé et al. 2004). Un protocole d'essai ainsi qu'une méthode d'analyse des données a été développée pour construire des rhéogrammes et évaluer les contraintes de frottement en fonction de la vitesse de glissement. L'idée est la même que pour la méthode développée pour la géométrie Couette : on considère que le matériau se comporte comme un matériau de Bingham pour une vitesse d'essai, on évalue un taux de cisaillement représentatif et une contrainte de cisaillement pour cette vitesse de pénétration. La concaténation de tous les couples contrainte/taux de déformation permet de tracer un rhéogramme.

*II.3.1.2. Modélisation de l'écoulement*

La géométrie de l'essai étant axisymétrique, le choix d'un repère en coordonnées cylindriques notées $(r,\theta,z)$ s'impose. Du fait de la géométrie et de l'axisymétrie, seule la composante axiale $V_z(r,z)$ est non nulle dans la zone annulaire située entre les cylindres intérieurs et extérieurs (elle est ensuite notée $V(z)$). Picart (Picart et al. 2001), se référant aux travaux de Bikerman (Bikerman 1948), définit le profil des contraintes $\tau(r)$ en écrivant l'équilibre des contraintes sur un élément toroïdal de matière. Contrairement à ces auteurs, l'effet du poids propre du

matériau est pris en compte. La géométrie de l'écoulement dans l'entrefer impose une pression indépendante de $r$ et une évolution linéaire du gradient de pression avec $z$. Le matériau a pour masse volumique $\rho$.

$$\frac{d(r\tau)}{dr} = -\psi r \quad \text{avec} \quad \psi = -\frac{dp}{dz} + \rho g \tag{II.13}$$

Où $p=p(z)$, $\tau=\tau(r)$, $\psi$ et $\rho$ sont respectivement la pression, la contrainte de cisaillement, une constante et la masse volumique du matériau. L'intégration le long de $r$ de l'équation (II.13) donne le profil des contraintes dans l'entrefer. L'équation (II.14), toujours licite, est indépendante de la loi de comportement du matériau, de la géométrie et de la vitesse du cylindre intérieur :

$$\tau(r) = -\frac{r}{2}\psi + \frac{C}{r} \quad , \qquad \text{C=constante} \tag{II.14}$$

L'analyse de l'effort, F, de pénétration du cylindre intérieur dans la matière doit permettre d'estimer les paramètres de modélisation du comportement du fluide. Picart (Picart et al. 2001) donne l'expression de l'effort de pénétration, F, en réalisant l'équilibre statique des efforts agissant sur le cylindre intérieur :

$$F = \frac{\Pi}{U} + (2\pi C)L \tag{II.15}$$

où $L$ est la hauteur immergée du cylindre et $\Pi$ la puissance dissipée dans le matériau sous le cylindre intérieur. Pour $L$, on ne prend pas en compte la déformation de la surface libre due au cisaillement car on considère que la déformation en surface induite par le cisaillement reste négligeable devant le déplacement du cylindre intérieur. $\Pi$ ne peut être explicitée que si l'on connaît le champ de vitesses sous le cylindre intérieur. Celui-ci étant complexe, nous ne cherchons pas à l'identifier. Cependant, l'hypothèse selon laquelle le champ de vitesses dans la zone annulaire étudiée reste constant durant l'essai et dépend uniquement de la géométrie d'essai permet de s'affranchir de ce paramètre. Pour cela, nous exploitons la dérivée de $F$:

$$\frac{\partial F}{\partial L} = 2\pi C \tag{II.16}$$

Une fois le régime permanent atteint, l'évolution de $F$ avec $L$ reste linéaire. Notons que, les effets de fond restent constants jusqu'à des hauteurs de matériaux restantes sous le cylindre intérieur de l'ordre du diamètre du cylindre intérieur (Picart et al. 2001). Le choix du modèle de comportement rhéologique associé au matériau s'est orienté vers un fluide viscoplastique de type Bingham. Ce modèle à deux paramètres, $\mu$ et $\tau_0$ respectivement la viscosité plastique et le seuil d'écoulement du matériau, est le plus simple pour modéliser un comportement viscoplastique. Ce type de comportement induit trois typologies d'écoulements possibles (figure II.3) :

- Cas (a) : le seuil d'écoulement n'est atteint en aucun point du fluide. Le fluide n'est pas cisaillé mais peut glisser aux parois. L'écoulement est alors défini comme « écoulement bouchon ».
- Cas (b) : le fluide est cisaillé au droit de la surface du cylindre intérieur uniquement.

- Cas (c) : le fluide est cisaillé aux deux parois (cylindre intérieur et cylindre extérieur).

Seul le cas (a) est ici présenté. Les autres cas sont développés dans (Perrot et al. 2011).

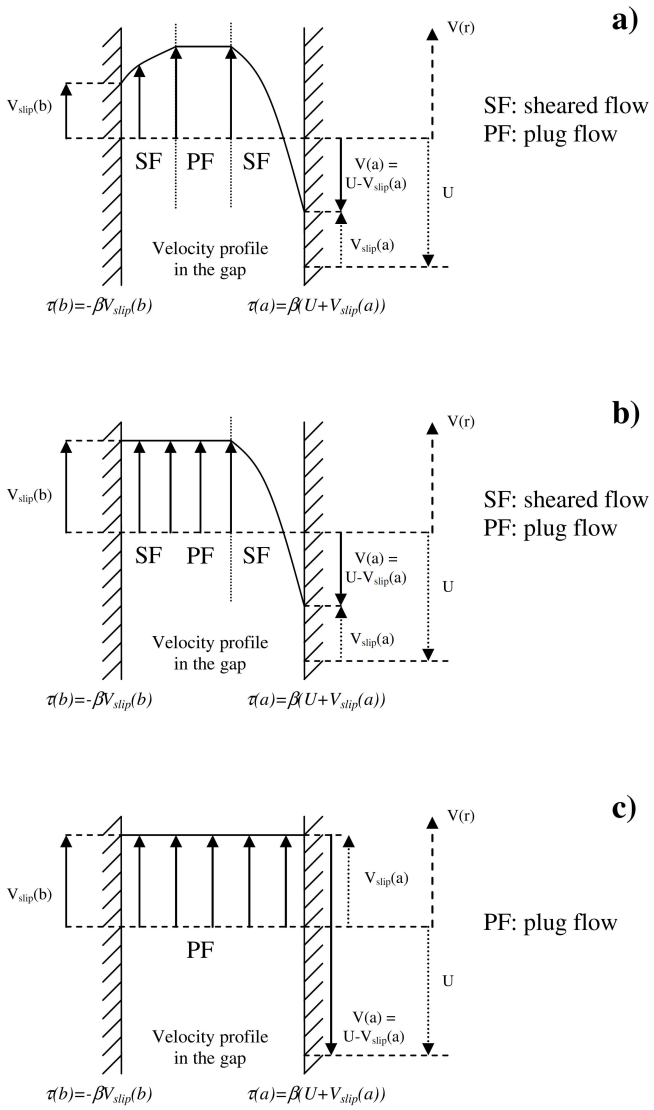



**Figure II.5.** Configurations possibles d'écoulement - Conditions aux parois – relation vitesse de glissement/contrainte de frottement

Il est maintenant nécessaire de prendre en compte des conditions réalistes aux parois. L'écoulement adhérent est une hypothèse pratique qui permet aux auteurs de modéliser simplement l'écoulement dans l'entrefer. Dans ce cas, il n'est pas nécessaire d'introduire de loi tribologique. En présence de suspensions concentrées, la propriété d'adhérence n'est pas toujours respectée et on peut être amené à utiliser des éléments de surface striée afin de résoudre le problème de glissement à la paroi. Ce procédé est couramment utilisé pour des tests de compression simple, notamment par Roussel et Lanos (Roussel and Lanos 2003). Dans une telle configuration, il est important de noter que le matériau subit un cisaillement interne à proximité de la paroi, ce qui est assimilé à une condition d'adhérence.

Dans le cas des parois lisses, pour modéliser le mouvement relatif entre le matériau et les parois, nous utilisons une loi simple de type Navier (Figure II.5). Ce modèle lie linéairement la vitesse de glissement $V_{slip}$ et la contrainte de frottement à la paroi $\tau_P$.

$$|\tau_P| = \beta.|V_{slip}| \qquad \text{(II.17)}$$

Le paramètre $\beta$, permet selon sa valeur, de prendre en compte plusieurs comportements tribologiques. Si $\beta$ est nul, le matériau glisse sans frottement. A l'inverse si $\beta$ tend vers l'infini, la condition d'adhérence est atteinte.

La détermination inverse du coefficient $\beta$ pour différents tests réalisés à différentes vitesses de pénétration du cylindre intérieur donne la possibilité de construire une courbe tribologique équivalente. « La philosophie » est la même que celle utilisée pour l'étude rhéologique. Les différentes valeurs de $\beta$ obtenues pour différentes valeurs de vitesses de pénétration du cylindre intérieur permettent l'identification d'une loi tribologique qui décrit mieux le comportement du fluide aux interfaces.

La combinaison du profil des contraintes donnée par l'équation (II.14) avec la loi de Bingham permet d'obtenir le profil des vitesses entre les deux cylindres en fonction de la vitesse de pénétration et du paramètre *C*. Dans le cas a), l'écoulement présente trois zones distinctes séparées par deux rayons critiques $r_1$ et $r_2$ ($r_1 < r_2$).

Zone SF 1 : Entre $r = a$ et $r = r_1$, le matériau est cisaillé. Dans cette zone, la vitesse du matériau est notée $v_1(r)$ et la contrainte de cisaillement $\tau_1(r)$. La loi de Bingham s'écrit :

$$\tau_1(r) = \tau_0 + \mu.\frac{\partial v_1(r)}{\partial r} \qquad \text{(II.18)}$$

Zone PF: Entre $r = r_1$ and $r = r_2$, le seuil de cisaillement n'est pas atteint et le matériau s'écoule en bouchon (plug flow), la vitesse est constante et égale à $v_2(r)$.

Zone SF 2 : Entre $r = r_2$ et $r$ = b, le matériau est cisaillé. Dans cette zone, la vitesse du matériau est notée $v_3(r)$ et la contrainte de cisaillement $\tau_3(r)$. La loi de Bingham s'écrit :

$$\tau_3(r) = -\tau_0 + \mu.\frac{\partial v_3(r)}{\partial r} \qquad \text{(II.19)}$$

La prise en compte des conditions de Navier et de l'équilibre en contrainte permet d'obtenir le profil de vitesses dans les trois zones :

$$v_1(r) = \frac{\psi(a^2 - r^2)}{4\mu} + \frac{C}{\mu}ln(\frac{r}{a}) + \frac{\tau_0(a-r)}{\mu} - U - \frac{\psi a}{2\beta} + \frac{C}{a\beta} \quad \text{si } r < r_1 \qquad \text{(II.20)}$$

$$v_2 = v_1(r_1) = v_3(r_2) \quad \text{si } r_1 < r < r_2 \qquad \text{(II.21)}$$

$$v_3(r) = \frac{\psi.(b^2 - r^2)}{4\mu} + \frac{C}{\mu}.ln(\frac{r}{b}) + \frac{\tau_0.(r-b)}{\mu} + \frac{\psi.b}{2.\beta} - \frac{C}{b.\beta} \quad \text{si } r > r_2 \qquad \text{(II.22)}$$

Les équations (II.20) à (II.22) contiennent 4 inconnues : $r_1$, $r_2$, $\psi$ et $C$. Pour les déterminer et ainsi avoir le profil de vitesse, il est nécessaire de définir quatre équations indépendantes. Ces quatre équations sont : le seuil de cisaillement atteint en $r_1$, le seuil de cisaillement atteint en $r_2$, la continuité du profil des vitesses et la conservation de la masse. La résolution numérique du système ainsi défini permet de définir le profil des vitesses.

*II.3.1.3. Procédure d'analyse des données*

Pour une vitesse de pénétration donnée, l'essai s'effectue en deux phases : des essais réalisés avec des cylindres aux surfaces striées pour éviter tout glissement suivi d'essais réalisés avec des surfaces lisses où le glissement est possible. La première série d'essais permet de tracer un rhéogramme tandis que la seconde série, une fois le comportement rhéologique connu, permet de déterminer le comportement à la paroi.

Pour les essais réalisés avec des parois striées, afin d'alléger le processus d'analyse des données de l'essai, le seuil de cisaillement du matériau est déterminé pour chaque essai « cisaillé » (cas (b) et (c)), en utilisant les propriétés de relaxation des matériaux viscoplastiques.

Le cylindre intérieur est stoppé en fin de course, sans autre sollicitation externe, la composante visqueuse de l'effort de pénétration se relaxe (Figure II.6). Après cette phase de relaxation, un palier d'effort est atteint dont l'expression est indépendante de tous les termes cinétiques :

$$F = 2\pi aL\tau_0 + \pi a^2 \rho gL \qquad \text{(II.23)}$$

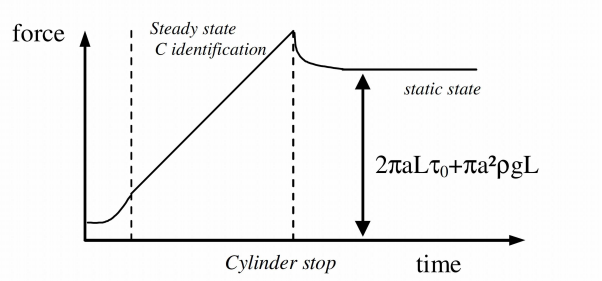



**Figure II.6.** Principe de la détermination du seuil de cisaillement par la méthode de la relaxation

Ce principe a été repris ou est utilisé dans plusieurs études sur des essais de pénétration ou de Back extrusion (Faure and Picart 1999; Tikmani et al. 2013; David et al. 2013; Boujlel and Coussot 2012; Picart et al. 2001; Osorio and Steffe Evaluating 1997).

Pour une vitesse de pénétration donnée, la viscosité plastique $\mu$ est déterminée par méthode inverse, l'écoulement d'un matériau de Bingham est modélisé dans l'entrefer et l'effort de pénétration peut être déterminé pour toutes valeurs de $\tau_0$ et de $\mu$. Finalement, $\mu$ est identifié en ajustant les réponses du modèle sur les courbes expérimentales. Concrètement, il s'agit de trouver la valeur de viscosité qui permet d'obtenir la pente $C$ de la courbe de pénétration définie par l'équation (II.16).

Afin de pouvoir ensuite placer un point dans le rhéogramme, un taux de cisaillement moyen dans l'entrefer est calculé. Le calcul de $\dot{\gamma}$ est réalisé en utilisant l'équation de conservation de l'énergie :

$$D_e = F.U - \int_S V_g.\tau_p dS \qquad \text{(II.24)}$$

Pour un matériau dont le comportement est de type Bingham, l'équation peut s'écrire comme suit, en égalisant l'énergie globale dissipée et l'énergie de dissipation interne du matériau :

$$2(2\mu.\dot{\gamma}^2 + \tau_0.\dot{\gamma}).V = F.U - \int_S V_g.\tau_p dS \qquad \text{(II.25)}$$

Où $V$ est le volume cisaillé du matériau testé et $S$ est l'aire de la surface de contact entre le matériau testé et l'appareillage. Une fois le taux de cisaillement moyen calculé, il est alors possible de placer un point sur le rhéogramme.

Les essais sont réalisés sur parois rectifiées. La courbe d'écoulement a été préalablement étudiée à l'aide des essais sur parois striées (écoulement adhérent) et les valeurs de $\tau_0$ et $\mu$ sont connues pour toutes valeurs de taux de cisaillement moyen. $\tau_0$ et $\mu$ sont introduits pour la détermination de $\beta$.

La détermination inverse de $\beta$ est réalisée, de la même manière que la viscosité $\mu$, en ajustant sa valeur pour que le modèle s'approche au mieux des courbes expérimentales. Un ajustement avec la méthode des moindres carrés est ainsi effectué. Les différentes valeurs de $\beta$ obtenues dans différentes conditions d'essais permettent d'identifier point par point une forme de loi tribologique qui décrit mieux le comportement du fluide aux interfaces.

*II.3.1.4. Validation de la méthode*

Les essais sont réalisés sur une suspension d'huile et de sucre avec deux géométries présentant différentes rugosités de surface : une rectifiée et une striée avec des pas de vis de 1 mm de profondeur. Les diamètres interne et externe utilisés sont respectivement 35 et 55 mm. Les résultats obtenus sont comparés à ceux obtenus sur une géométrie Couette (procédure et méthode d'analyse présentée dans le paragraphe précédent).

La suspension testée présente une concentration en sucre de 50% en masse. Quatre vitesses de pénétration sont utilisées. La figure II.7 montre les courbes de pénétration obtenues pour les deux conditions de rugosité. Comme attendu, les courbes ne sont pas superposées car la force nécessaire à la pénétration pour une surface rectifiée est inférieure à celle nécessaire pour des surfaces rugueuses. Ceci montre bien que les conditions de paroi influent grandement sur la réponse des essais rhéologiques et que donc, le glissement peut représenter un artefact expérimental important.

La figure II.8 montre quant à elle que la méthode de back extrusion proposée permet d'étudier des matériaux viscoplastiques présentant un comportement non linéaire. En effet le rhéogramme obtenu diffère peu de celui obtenu avec une géométrie coaxiale (différence inférieure à 15%).

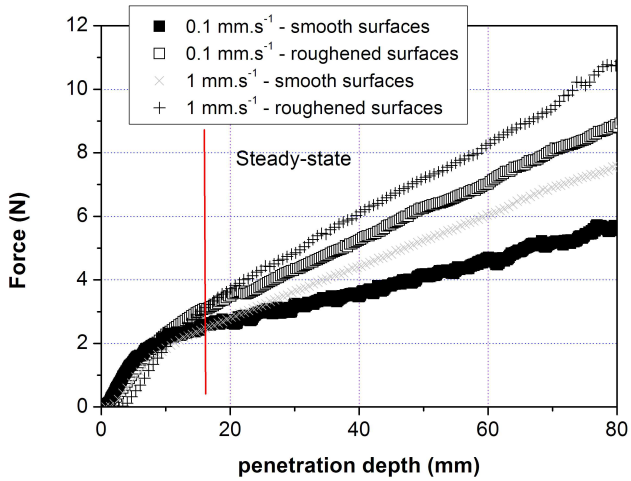



**Figure II.7.** Courbes de pénétration obtenues pour deux vitesses de pénétration avec deux conditions de rugosité de surface : rectifiée (smooth), striée (roughened)

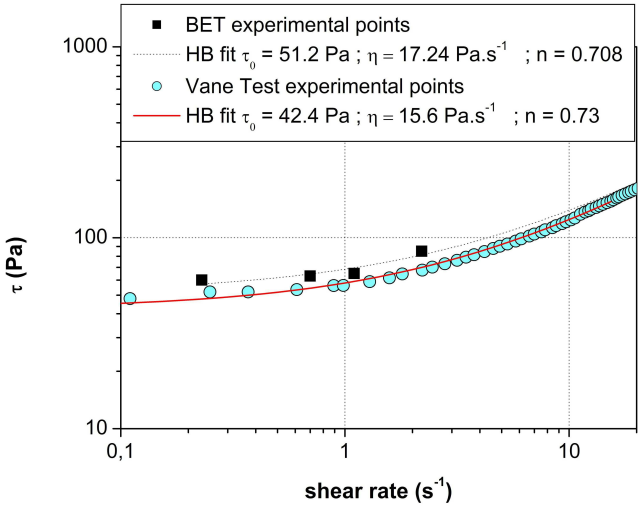



**Figure II.8.** Courbes d'écoulement obtenues avec la back extrusion (parois rugueuses) et avec la géométrie coaxiale (procédure de mesure issue de (Estellé et al. 2008a; Estellé et al. 2008b))

Le comportement tribologique de la suspension peut aussi être étudié. Les paramètres rhéologiques obtenus avec des surfaces rugueuses sont introduits dans l'analyse des données des essais effectués avec des surfaces lisses. Il est ainsi possible de tracer une courbe qui relie la vitesse de glissement à la contrainte de cisaillement (figure II.9). Le résultat montre une augmentation de la contrainte de cisaillement avec la vitesse de glissement. Comme le matériau est cisaillé près de la paroi, nous notons que la contrainte pariétale calculée $\tau_P$ est supérieure à la limite d'élasticité du matériau. Cela signifie que, pour la rugosité utilisée, le frottement de la paroi est suffisant pour cisailler le matériau.

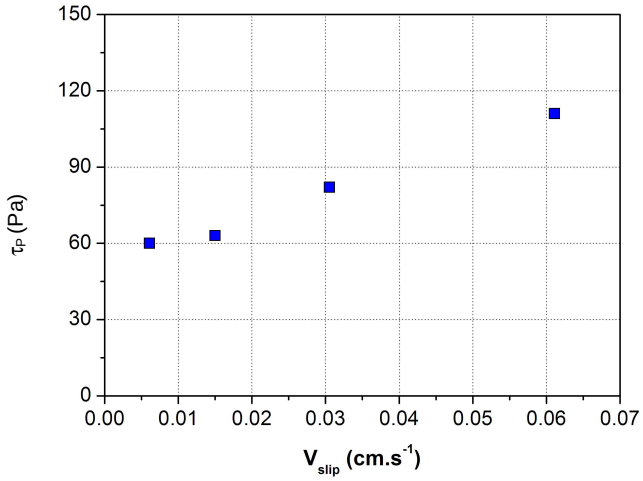



**Figure II.9.** Evolution de la contrainte à la paroi en fonction de la vitesse de glissement obtenue avec la géométrie back extrusion

## II.3.2. Extrusion axisymétrique

*II.3.2.1. Validation de la méthode*

Cette étude porte sur l'utilisation d'une extrudeuse à piston dédiée à l'étude du comportement rhéologique et tribologique d'un matériau viscoplastique présentant un seuil de cisaillement élevé comme les matériaux de construction (argiles, matériaux à base cimentaire…). L'utilisation d'un tel appareillage en rhéomètrie a déjà été l'objet de nombreuses études. Dans une première approche, Benbow et Bridgwater ou Hill ont utilisé cette géométrie pour obtenir des paramètres comparatifs directement liés à la pression de mise en forme au niveau de la filière (Benbow and Bridgwater 1993; Hill 1950). Ces études sont en fait une adaptation de l'équation du travail idéal utilisée pour la déformation des matériaux plastiques. Ces méthodes sont les plus utilisées pour l'analyse des données d'écoulement d'extrusion à piston et servent de référence dans de nombreuses études sur l'extrudabilité des matériaux à base cimentaire.

Des études plus récentes ont développé des extrudeuses et/ou des analyses théoriques nécessaires pour obtenir des paramètres rhéologiques intrinsèques comme le seuil de cisaillement, la viscosité ou la consistance et l'indice d'écoulement à partir des données d'extrusion (Basterfield et al. 2005; Horrobin 1999; Toplak et al. 2007; Zhou et al. 2013). L'extrusion est aussi largement influencée par la tribologie du matériau : des frottements peuvent être générés sur la paroi de l'extrudeuse et contribuent donc à l'effort requis pour l'extrusion. Aussi, l'effort total d'extrusion peut se décomposer en deux contributions : l'effort de mise en forme plastique nécessaire à réduire le diamètre du matériau dans la zone de mise en forme et l'effort nécessaire pour dépasser le frottement pariétal en amont de cette zone. Dans cette étude, nous présentons le développement d'une extrudeuse à piston permettant de séparer les contributions des efforts de mise en forme et de frottement et donc d'étudier séparément la rhéologie et la tribologie des matériaux étudiés. Cet appareil est ensuite testé sur trois matériaux différents : une pâte de kaolin, un mortier extrudable et une pâte à modeler commerciale. Le développement d'une méthode d'analyse permet de calculer la contrainte de frottement agissant sur le corps de l'extrudeuse. De plus, dans la zone de mise en forme, l'adaptation du modèle de Basterfield permet, en prenant en compte le frottement sur la zone statique se formant autour de la filière, de calculer les paramètres de modélisation

du comportement rhéologique du matériau testé. Les résultats sont ensuite comparés avec succès aux tests de rhéométrie traditionnels.

*II.3.2.2. Cadre théorique*

Le modèle de Herschel-Buckley permet de modéliser le possible comportement rhéo-épaississant ou rhéo-fluidifiant du matériau :

$$\tau = \tau_0 + k_s \dot{\gamma}^{n_S} \quad \text{(II.26)}$$

Avec $\dot{\gamma}$, $k_s$ et $n_S$ respectivement le taux de cisaillement, la consistance et le facteur d'écoulement du matériau. Pour le comportement tribologique, il a été montré que des matériaux à fort taux de cisaillement présentent un seuil de friction noté $K_{w0}$ (Perrot et al. 2011; Roussel and Lanos 2003; Sherwood and Durban 1996, 1998; Toutou et al. 2005). Cette hypothèse repose sur l'idée que les matériaux plastiques frottent contre les parois avec une contrainte égale à une fraction du seuil de cisaillement (Meeten 2004; Melinge et al. 2013; Roussel and Lanos 2003; Sherwood and Durban 1996, 1998). Un modèle de type Herschel-Buckley est donc utilisé pour modéliser la dépendance de la contrainte de frottement à la vitesse :

$$K_w = K_{w0} + k_{fr}.V^{n_{fr}} \quad \text{(II.27)}$$

Où $V$ est la vitesse, $k_{fr}$ et $n_{fr}$ des paramètres permettant l'identificaion du modèle.

Pour développer un instrument efficace pour étudier le comportement du matériau, il est primordial de connaître les propriétés de l'écoulement d'un matériau à seuil de cisaillement élevé dans une extrudeuse axisymétrique à piston. Les propriétés de l'écoulement ont été étudiées en utilisant des techniques variées : IRM (Götz et al. 2003; Rabideau et al. 2010), des observations (Perrot et al. 2007; Hill 1950) ou des simulations numériques (Horrobin 1999; Horrobin and Nedderman 1998; Jay et al. 2002; Zienkiewicz et al. 1978). A partir de ces observations à taux de cisaillement faibles, on peut décomposer l'écoulement en trois parties distinctes :

- Un écoulement bouchon localisé dans le corps de l'extrudeuse où la pâte semble glisser sur la paroi. Ce glissement induit un frottement qui doit être dépassé pour assurer l'écoulement.
- Une zone conique statique où le matériau reste bloqué autour de la sortie de la filière. Cette zone est appelée zone morte. Elle agit comme un rétrécissement progressif conique.
- Une zone de mise en forme localisée dans le cône de zone morte où le diamètre du matériau diminue.

Donc, il apparaît assez naturel de décomposer l'effort d'extrusion en fonction du découpage de ces zones où l'écoulement se produit :

- L'effort de mise en forme qui a déjà été l'objet de plusieurs études (Basterfield et al. 2005; Benbow and Bridgwater 1993; Benbow et al. 1991; Gibson 1988; Kobayashi and Thomsen 1965). Cet effort est noté $F_{pl}$.

- L'effort de friction $F_{fr}$, développé à la surface du corps de l'extrudeuse. Cet effort est à relié à la contrainte de frottement $K_w$.

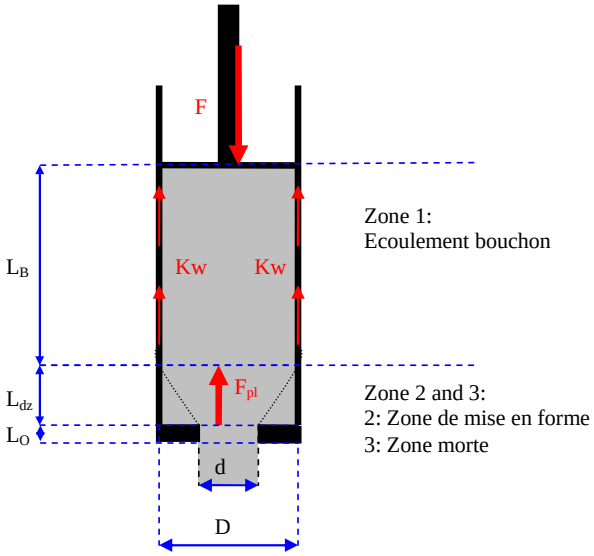



**Figure II.10.** Répartition des forces pour une extrusion axisymétrique à piston. *D* est le diamètre du piston et *d* le diamètre de la filière.

Comme décrit sur la figure II.10, la longueur de la zone morte est notée $L_{dz}$. Cette longueur dépend du diamètre du corps de l'extrudeuse et de la filière. Il est largement considéré que le demi-angle d'ouverture du cône décrit par la zone morte est de 45°. Dans son étude, Basterfield a montré que la variation de cet angle entre 30 et 60° n'avait qu'une influence très limitée sur l'effort d'extrusion. A partir de là, nous prendrons la modélisation classique de la longueur de la zone morte donnée dans (Basterfield et al. 2005; Mascia et al. 2006), c'est-à-dire $L_{dz} = 0{,}5.(D\text{-}d)$. Cette hypothèse est en accord avec les études citées au début du paragraphe.

*II.3.2.3. Moyens expérimentaux et analyse des données*

L'extrudeuse développée doit être capable de mesurer simultanément les deux contributions : l'effort de mise en forme et celui de frottement sur le corps de l'extrudeuse. Le corps de l'extrudeuse est un cylindre d'acier de 300 mm de long et de 43.3 mm de diamètre D placé verticalement sous une presse contrôlée en vitesse. La rugosité moyenne de sa surface est de 3 µm. Un piston en nylon est utilisé pour pousser le matériau et éviter les fuites vers le haut. Ce piston est équipé d'un capteur de force de 20 kN avec une précision de 1 N pour mesurer l'effort d'extrusion total F nécessaire à assurer l'écoulement. Le corps de l'extrudeuse est placé sur un nouveau système de filière qui est fixé sur la presse. Ce système permet de mesure l'effort de frottement agissant sur la surface du corps de l'extrudeuse (figure II.11). Le bas du corps de l'extrudeuse et le haut de la filière sont munis d'un épaulement circulaire extérieur percé de trois trous (de diamètre 6 mm). Entre ces deux épaulements, trois capteurs de forces de 2 kN plats perforés (diamètre 20 mm, diamètre du trou 20 mm et épaisseur 3 mm) d'une précision de 1 N sont intercalés. Ces trois capteurs sont précontraints par une vis et un écrou. Pendant l'extrusion, le matériau induit des contraintes de frottement sur les parois du cylindre qui tendent à comprimer les trois capteurs de force. La somme des trois forces mesurées est égale à la force de frottement agissant sur les parois du corps de l'extrudeuse $F_{fr}$.

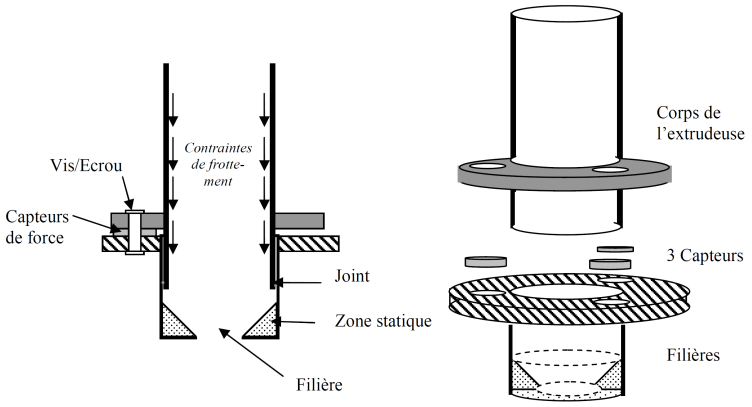



**Figure II.11.** Description de la filière développée – Vue 3D « explosée ».

La longueur de l'orifice de sortie de la filière $L_0$ est de 8 mm. Les forces de frottement sur cet orifice doivent être soustraites de la force d'extrusion mesurée au piston pour pouvoir s'intéresser au travail de déformation plastique liée à la mise en forme. Cette procédure sera présentée dans le paragraphe sur l'analyse de l'effort de mise en forme. Une extrudeuse de diamètre 55,3 mm avec des filières à rétrécissement brutal est aussi utilisée pour vérifier que notre analyse n'est pas dépendante de la géométrie. Les extrusions sont réalisées pour des vitesses d'avance du piston allant de 0,1 $mm.s^{-1}$ à 8,33 $mm.s^{-1}$. La hauteur initiale du matériau varie entre 120 et 200 mm en fonction du test. Les deux corps d'extrudeuse peuvent être utilisés avec trois rapports de réduction de diamètre différents : 0,18 ; 0,34 et 0,45. Le matériau est placé dans l'extrudeuse par couches de 10 mm.

Au début de l'essai, la hauteur de matériau est maximale. Quand l'extrusion commence, le matériau est comprimé élastiquement jusqu'à ce que l'effort atteigne un maximum. Ensuite, l'effort d'extrusion décroît linéairement avec l'avance du piston. Cette diminution de l'effort est corrélée avec la diminution de la surface de frottement entre le matériau et le corps de l'extrudeuse. Cette corrélation permet d'écrire la contrainte de frottement à partir du bilan des forces agissant sur un cylindre d'épaisseur $dL_B$ :

$$K_w = \frac{1}{\pi.D}\frac{dF}{dL_B} \qquad \text{(II.28)}$$

Avec $F$ l'effort d'extrusion et $L_B$ la longueur de matériau restant dans l'extrudeuse. Dans tous les cas l'extrusion est stoppée pour une longueur restante de 5 mm afin d'éviter une augmentation importante de l'effort d'extrusion liée à la compression de la zone morte. Comme le montrent des essais réalisés sur de la pâte à modeler (figure II.12), la différence entre l'effort total d'extrusion $F$ et l'effort de frottement $F_{fr}$ est égale à une valeur constante qui est considérée comme la valeur de l'effort de mise en forme $F_{pl}$ nécessaire à l'écoulement et à la diminution de diamètre dans la zone de mise en forme. Le but est d'exprimer cet effort en fonction des paramètres du comportement rhéologique du matériau.

Cet effort $F_{pl}$ requis pour assurer l'écoulement dans la zone de mise en forme est la somme de plusieurs contributions : les forces requises pour dépasser les frottements aux interfaces (le long de l'orifice de sortie et de la zone morte) et la force de déformation interne (Benbow and Bridgwater 1993; Benbow et al. 1991). Dans notre cas, la force de mise en forme obtenue est exactement la somme de trois contributions :

- L'effort de déformation interne $F_{pl,1}$. Il correspond à l'énergie plastique nécessaire à la réduction du diamètre du matériau.
- L'effort de frottement sur la zone morte conique $F_{pl,2}$.
- La force de frottement sur l'orifice de sortie $F_{pl,3}$.

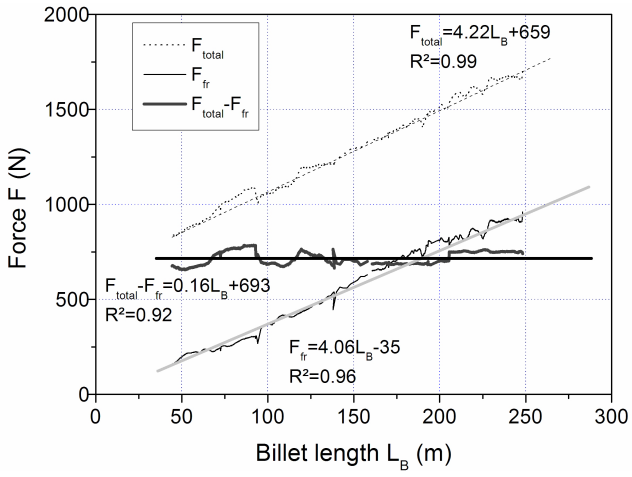



**Figure II.12.** Evolution typique de l'effort d'extrusion et de l'effort de frottement en fonction de la longueur de matériau restant dans l'extrudeuse.

L'analyse de la force nécessaire à la déformation plastique et donc à la réduction du diamètre a été le sujet de nombreux travaux ($F_{pl,1}$). Basterfield et al. (Basterfield et al. 2005) modélisent l'influence de la vitesse en adaptant aux matériaux à seuil le modèle de Gibson (Gibson 1988) utilisé pour les matériaux visqueux. En assumant un écoulement élongationnel sphérique convergent dans un cône de demi-ouverture $\theta = 45°$ et en négligeant les effets de cisaillement, les auteurs proposent la modélisation suivante utilisée dans notre étude :

$$F_{pl,1} = \frac{\pi D^2}{2}.\left[\sqrt{3}\tau_0 \ln\left(\frac{D}{d}\right) + \frac{k_s\sqrt{3}^{n_S+1}}{3n_S.2^{n_S}}\left(\frac{2V.D^2}{d^3}\right)^{n_S} \sin\theta(1+\cos\theta)^{n_S}(1-(d/D))^{3n_S}\right] \qquad \text{(II.29)}$$

Ensuite, nous devons modéliser la force nécessaire pour vaincre le frottement sur la zone morte conique. Nous utilisons ici le travail de Benbow et de ses co-auteurs (Benbow and Bridgwater 1993) pour calculer cet effort de frottement. Il est crucial de noter que la contrainte agissant sur la zone morte n'est pas la même que celle agissant sur le corps de l'extrudeuse car la rugosité est différente et correspond ici à une interface matériau/matériau. Nous définissons alors, en accord avec la littérature sur les écoulements de compression simple, un rapport de frottement m égal au rapport entre la contrainte de frottement sur une interface de métal (rugosité 3 µm) sur la contrainte de frottement à l'interface matériau/matériau.

$$m = \frac{K_w(\text{steel surface})}{K_w(\text{dead zonesurface})} = \frac{K_{w0}}{\tau_0} \qquad \text{(II.30)}$$

Ainsi, la contrainte seuil de frottement à l'interface matériau/matériau est ici considérée comme égale à la contrainte de cisaillement (ce frottement est en fait considéré comme un

cisaillement localisé dans une bande très fine). Ce coefficient nous permet d'écrire l'effort de frottement sur la zone morte en fonction de la loi de frottement préalablement déterminée avec le modèle de Benbow et al. (Benbow and Bridgwater 1993; Benbow et al. 1991) :

$$F_{Pl,2} = \frac{1}{m}\frac{\pi D^2}{4}\left[K_{w0}\cot\theta \ln\frac{d}{D} + k_{fr}V^{n_{fr}}\frac{D^{2n_{fr}}}{d^{2n_{fr}}}\left(1-\left(\frac{d}{D}\right)^{2n_{fr}}\right)\right] \quad \text{(II.31)}$$

La troisième contribution correspond au frottement sur l'orifice de sortie et peut s'écrire simplement en faisant un équilibre des forces sur cette surface :

$$F_{Pl,3} = \pi d L_O\left[K_{w0} + k_{fr}V^{n_{fr}}\frac{D^{2n_{fr}}}{d^{2n_{fr}}}\right] \quad \text{(II.32)}$$

*II.3.2.4. Validation expérimentale*

Trois matériaux sont étudiés pour valider le modèle (Perrot et al. 2012b). Le premier est une pâte à modeler commerciale qui est connue pour avoir un comportement viscoplastique (part élastique négligeable) (Estellé et al. 2006). Le deuxième matériau est un mélange de kaolin, issu des carrières IMERYS de Ploemeur (Powdered polwhite BB), et d'eau (rapport massique eau/kaolin égal à 38%). Le plus gros grain a un diamètre proche de 40 µm et le diamètre moyen est de 9 µm. Le troisième matériau est une pâte cimentaire contenant 70 % de cendre volante en substitution du ciment. Du methylcellulose (4 % par rapport à la masse de ciment) est introduit pour prévenir un drainage éventuel.

Le premier objectif est ici d'obtenir la loi décrivant l'évolution de la contrainte de frottement avec la vitesse à l'interface, comme proposé par l'équation (II.27). La valeur de la contrainte de frottement est obtenue à partir de l'équation (II.28). La figure II.13 présente les contraintes de frottement obtenues en fonction de la vitesse du piston pour les trois matériaux étudiés. Les meilleurs ajustements de la loi de frottement sont donnés pour les trois matériaux.

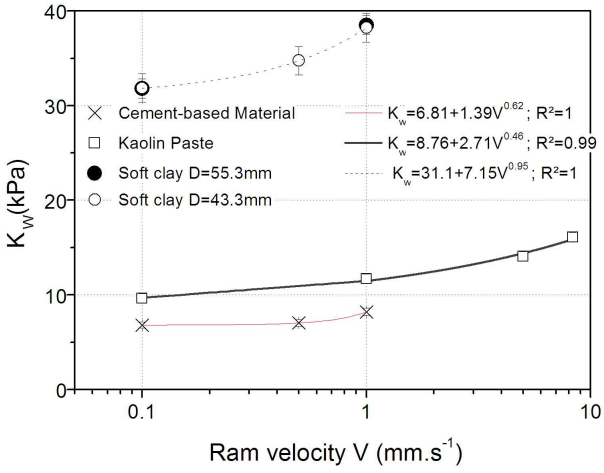



**Figure II.13.** Evolution typique de l'effort d'extrusion et de l'effort de frottement en fonction de la longueur de matériau restant dans l'extrudeuse.

L'équation semble compatible avec le comportement des matériaux ($R^2$=0,99). Il apparaît aussi que les résultats sur la pâte à modeler n'ont pas été influencés par la géométrie de l'extrudeuse, ce qui prouve la robustesse de la méthode. Les valeurs de seuil de frottement obtenues sont proches de celles obtenues par l'essai avec les cylindres et la back extrusion. Pour la pâte à modeler, on obtient 31 kPa (différence de 3% avec les cylindres et 15% avec la back extrusion) et pour le kaolin, on obtient 8,7 kPa (9% de différence).

Pour les trois matériaux testés, il est alors possible de trouver les paramètres rhéologiques (II.e. $\tau_0$, $k_s$ and $n_s$) qui donnent le meilleur ajustement entre les valeurs modélisées de l'effort de mise en forme et les valeurs mesurées expérimentalement. La figure II.14 montre les meilleurs ajustements obtenus et prouve une très bonne corrélation entre la modélisation et l'expérience ($R^2$=0.99). Il apparaît donc que le modèle de Basterfield appliqué aux particularités de notre géométrie est adapté à l'étude des matériaux testés.

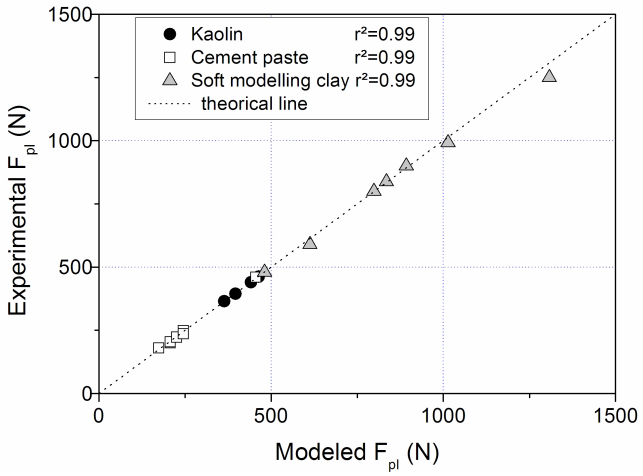



**Figure II.14.** Evolution typique de l'effort d'extrusion et de l'effort de frottement en fonction de la longueur de matériau restant dans l'extrudeuse.

### II.3.3. Domaine d'applicabilité et limitation

Le plus gros problème de ces géométries vient du confinement qui crée un gradient de contraintes le long de l'écoulement, capable de générer une consolidation du matériau dans le cas de suspensions concentrées (Burbidge et al. 1995; Martin et al. 2006; Toutou et al. 2005; Perrot et al. 2009c; Perrot et al. 2006; Perrot et al. 2007). Dans ce cas, il convient de bien vérifier que le matériau reste homogène durant l'essai. Dans le cas contraire, la mesure est erronée car le matériau testé change de composition au cours de l'essai.

## II.4. Tribométrie

### II.4.1. Adaptation des géométries classiques

Comme vu précédemment pour l'extrusion et la back extrusion, certaines géométries classiques peuvent être utilisées pour mesurer les contraintes de frottement exercées sur une

surface métallique par le glissement d'un matériau. Ainsi des mesures de contrainte de frottement ont pu être effectuées avec une géométrie Couette à large entrefer. L'utilisation d'une surface rectifiée permet de ne pas cisailler le matériau. Aussi, un tracé sur la surface libre de l'échantillon permet de vérifier que celui-ci n'est pas cisaillé. Des mesures ont été effectuées avec cette géométrie dans plusieurs études publiées (Perrot et al. 2011; Perrot et al. 2012b).

### II.4.2. Tribométre rotatif

J'ai pu participer à la mise au point d'un tribomètre rotatif piloté en vitesse et dédié à l'étude des suspensions concentrées (figure II.15) (Melinge et al. 2013). Cet appareillage permet de charger une cellule porte échantillon dont la base est en contact avec un disque tournant de rugosité calibrée. Les disques sont interchangeables afin de faire varier la rugosité de surface.

Le principe de cet appareil est de pouvoir mesurer la contrainte de frottement créée par le mouvement relatif d'une paroi par rapport à un matériau viscoplastique en faisant varier des paramètres comme la rugosité de la paroi et le chargement normal à la paroi.

Les essais conduits sur un mortier extrudable ont démontré que le frottement d'un tel matériau peut-être modélisé par une loi de Coulomb et que le coefficient de frottement (pente des courbes contraintes de cisaillement en fonction de la pression normale) augmente avec la rugosité de la surface (figure II.16). Il est intéressant de noter que pour une rugosité équivalente à la taille des grains, le coefficient de frottement tend vers la tangente de l'angle de frottement interne du matériau (Melinge et al. 2013). Ce résultat intéressant permet d'établir une certaine continuité entre le comportement rhéologique et le comportement tribologique des matériaux lors d'écoulement confiné.

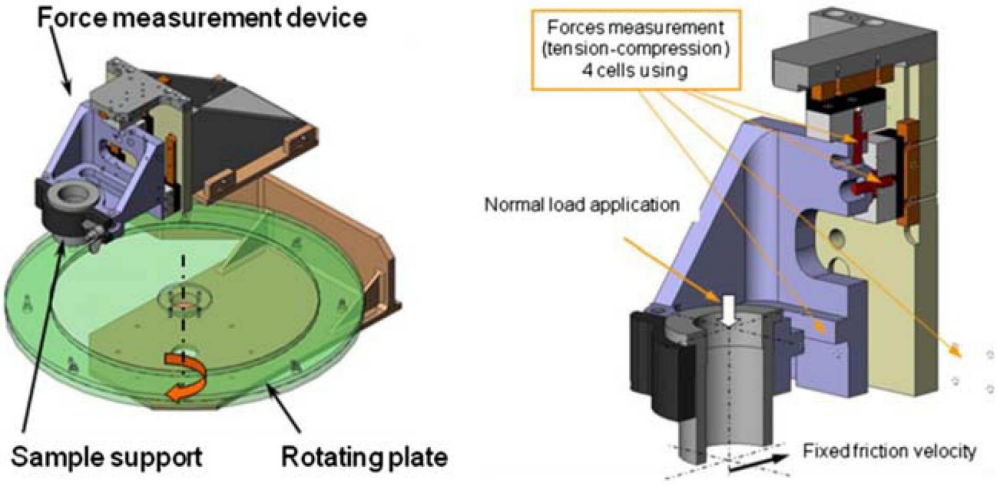



**Figure II.15.** Principe du tribomètre rotatif et de son porte échantillon.

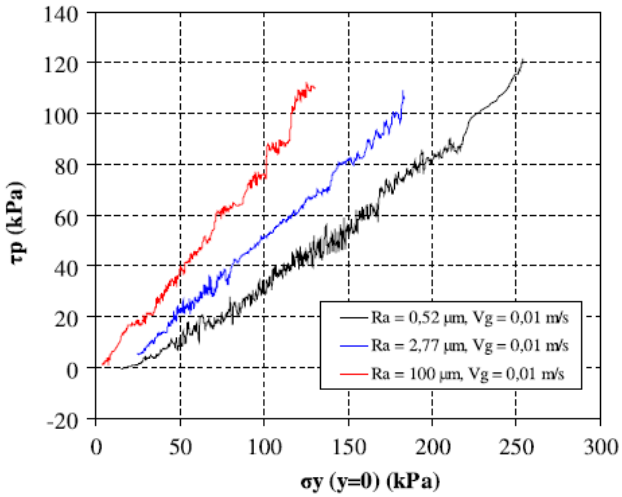



**Figure II.16.** Courbes de frottement obtenues pour un mortier extrudable. Les contraintes de frottement sont mesurées à vitesse de rotation constante (0,01 $m.s^{-1}$) pour 3 niveaux de rugosités différentes du plateau rotatif.

## II.5. Conclusions et perspectives

Dans cette partie sont présentées les méthodes de caractérisations rhéologique et tribologique développées au cours de mes années de recherche. Ces méthodes sont dédiées à des matériaux viscoplastiques et permettent de décrire des comportements non linéaires.

Les géométries sont adaptées au niveau de contrainte seuil des matériaux :

- si le matériau s'écoule sous son propre poids, la géométrie coaxiale s'avère adaptée,
- si le matériau ne s'écoule pas sous son propre poids, les géométries confinées comme l'extrusion et la back extrusion sont préférables.

La mise en place de critères de choix de la méthode de caractérisation en fonction du seuil estimé du matériau pourrait être une des perspectives à explorer.

Aussi, la caractérisation et la modélisation des hétérogénéités induites par l'écoulement et des effets d'échelles sont à améliorer et à mieux prendre en compte pour que la réponse macroscopique mesurée soit reliée au comportement microscopique local du matériau. Des travaux sur la consolidation pendant l'extrusion (Khelifi et al. 2013b) et sur la modélisation non-locale d'un écoulement cisaillé ont été initiés (Picandet et al. 2014).

# III. STABILITE DES MATERIAUX A BASE CIMENTAIRE

## III.1. Introduction

Les matériaux à base cimentaire, à l'état frais, sont des suspensions de grains dans un fluide porteur. Cependant, elles sont généralement considérées comme des matériaux viscoplastiques, homogènes avec des propriétés de structuration au repos (Kovler and Roussel 2011; Roussel 2005, 2006b; Roussel et al. 2010; Wallevik and Wallevik 2011). Cette hypothèse pratique permet de prévoir le comportement rhéologique du matériau pour assurer une bonne mise en place pour la plupart des applications de coulage et de pré-fabrication.

Pourtant, la phase liquide et la phase solide sont impliquées et sollicitées dans les écoulements et peuvent être considérées séparément. Par exemple, le ressuage dépend des forces d'interactions entre grains de ciment, de l'assemblage de ces grains mais aussi de la viscosité du fluide interstitiel (Perrot et al. 2012a). A l'échelle des bétons, le processus de ségrégation dépend à la fois de la taille et de la densité des granulats mais aussi des propriétés rhéologiques de la pâte de ciment (Roussel 2006a). Ce phénomène de ségrégation peut se produire lorsque le béton est au repos et est accentué lorsque le matériau est cisaillé (Spangenberg et al. 2012b; Spangenberg et al. 2012a)

De plus, des problématiques liées à l'après coulage sont directement reliées aux interactions entre la phase liquide et les grains. La conductivité hydraulique (communément appelée perméabilité) de la matrice de grains contrôle la cinétique de la migration du fluide interstitiel durant les premières heures après le coulage. Aussi, la conductivité hydraulique affecte l'augmentation de la pression interstitielle lorsque le matériau est cisaillé dans le coffrage (Lecompte et al. 2012). Pendant la prise, la perméabilité joue sur le taux d'augmentation de la pression capillaire et par voie de conséquence sur le retrait plastique (Bakhshi and Mobasher 2011; Gawin et al. 2006; Lecompte et al. 2012; Slowik et al. 2008). La perméabilité joue aussi sur la cinétique de séchage de l'échantillon après le coulage (Bentz et al. 2001). Donc, l'efficacité d'un mortier utilisé comme colle à maçonner est donc directement reliée à sa perméabilité et à sa cinétique de désaturation (Cano-Barrita et al. 2004; Hendrickx et al. 2010; Ince et al. 2011). La perméabilité des bétons est aussi le paramètre le plus influant sur le mécanisme de perte de résistance pour les bétons coulés dans l'eau (Assaad and Issa 2013).

En considérant les matériaux à base cimentaire comme un matériau bi-phasique contenant des grains colloïdaux, il est possible d'utiliser des concepts de mécanique des sols pour obtenir une base théorique afin de comprendre plus en détail le comportement hydro-mécanique du matériau. Avant la prise (donc durant la période dormante), les matériaux à base cimentaire peuvent être considérés comme des matériaux granulaires saturés (Gawin et al. 2006; Perrot et al. 2006). Par exemple, la théorie de la consolidation a été appliquée avec succès pour la mise en place de critère d'extrudabilité ou de pompabilité de matériau à base cimentaire (Perrot et al. 2009c; Browne and Bamforth 1977). Cette théorie a aussi été appliquée pour prédire la quantité d'eau de ressuage et le tassement des bétons après coulage (Clear and Bonner 1988;

Josserand et al. 2006; Josserand and de Larrard 2004; Morris and Dux 2010; Rosquet et al. 2003; Tan et al. 1987).

Dans ce cas, la perméabilité du squelette granulaire $k$ et sa compressibilité décrite par le coefficient $\lambda$ sont requises pour prédire le tassement et rendre possible le calcul d'un coefficient de consolidation $C_v$ décrivant le processus de consolidation d'un mélange granulaire saturé (Terzaghi 1943). Il est à noter que le processus de consolidation est à l'origine du ressuage des bétons et induit une hétérogénéité verticale du matériau dans le coffrage (Giaccio and Giovambattista 1986). Cette hétérogénéité peut avoir des conséquences non négligeables sur la résistance à la compression du béton. Il a par ailleurs été démontré que la théorie de la consolidation peut être utilisée pour décrire le procédé d'extraction de l'eau par pompe à vide dans le béton (Hatanaka et al. 2011) ou le développement de la pression agissant sur les coffrages dans le cas de béton classique (Gardner 1985; King and Raffle 1976; Raffle 1976) .

A l'échelle micrométrique, il a été possible d'établir un lien entre les efforts entre grains (qui ont pour conséquence un seuil d'écoulement à l'échelle macro) et la possibilité d'occurrence du ressuage (Perrot et al. 2012a; Perrot et al. 2013b). Ces études présentées dans la première partie de ce chapitre permettent de fournir un cadre théorique qui facilitera l'explication du rôle de chaque constituant du mélange cimentaire sur le phénomène de ressuage. Ensuite, il apparaît donc que la détermination des paramètres du comportement hydro-mécanique comme la compressibilité du squelette, le coefficient de consolidation ou la perméabilité revêtent une importance particulière pour prédire et comprendre les problèmes de mise en forme des bétons cités plus haut. La détermination de ces paramètres a déjà fait l'objet de plusieurs études utilisant des tests d'imbibition, de perméamétrie, de séchage ou encore d'œdométrie (Appleby and Wilson 1996; Assaad and Harb 2011; Marliere et al. 2012). Cependant ces méthodes ne permettent pas d'obtenir des résultats précis et directs. De plus, les temps d'essais mis en jeux dans ces études amènent à interférer avec la prise du ciment.

Une autre partie de mes travaux sur la stabilité des matériaux à base cimentaire a donc été de mettre en place et de calibrer des procédures de mesures de ces paramètres de comportement (Picandet et al. 2011; Rangeard et al. 2014). Ces procédures ont la particularité de permettre des mesures assez rapides et précises par rapport aux méthodes couramment utilisées en mécanique des sols où la problématique de la prise n'apparaît pas. Ces méthodes seront présentées dans un deuxième temps.

Enfin, l'effet de paramètres de formulation comme le volume de granulats et la quantité de plastifiant sur le comportement hydro-mécanique des matériaux à base cimentaire sera discuté (Perrot et al. 2013b; Perrot et al. 2014d).

## III.2. Stabilité des matériaux cimentaires – Analyse micromécanique

Les matériaux à base cimentaire, à l'état frais, sont des suspensions de grains dans un fluide porteur. Pour prédire la stabilité des grains de ciment en suspensions dans l'eau, il est nécessaire de présenter l'ensemble des phénomènes physiques agissant simultanément : l'agitation Brownienne, les interactions colloïdales et la gravité (Neubauer et al. 1998; Roussel et al. 2010). En fonction du phénomène prédominant, les pâtes de ciment vont

présenter ou non un seuil de cisaillement et être stable ou instable. L'apparition du seuil de cisaillement est liée à la compétition entre le mouvement Brownien des particules et les interactions colloïdales alors que le ressuage (ou l'instabilité de la pâte) dépend lui du rapport de force entre interactions colloïdales et intensité des forces de gravité (Perrot et al. 2012a).

## III.2.1. Forces agissant sur les particules

*III.2.1.1. Mouvement Brownien*

A cause de l'agitation thermique des molécules de la phase fluide, les grains de ciment subissent un mouvement Brownien aléatoire donnant lieu à leur diffusion dans le liquide. Le niveau d'énergie associé à cette agitation Brownienne est de l'ordre de $kT$ où $k$ est la constante de Boltzamm et $T$ la température en Kelvin. Roussel et al. ont montré que pour les pâtes cimentaires courantes, le mouvement Brownien est empêché par l'intensité des interactions colloïdales entre grains (Roussel et al. 2010). Cependant, dans le cas limite de mélanges extrêmement dilués ou dans le cas de suspensions où les interactions colloïdales sont largement réduites par l'emploi de plastifiants, le mouvement Brownien peut avoir un impact non-négligable.

*III.2.1.2. Interactions colloïdales : la cause microscopique du seuil de cisaillement*

Différents types d'interactions sans contact apparaissent dans les suspensions cimentaires (Roussel et al. 2010). A courte distance, les interactions attractives de type Van der Waals sont largement prédominantes (Flatt 2004a). Aussi, des forces électrostatiques peuvent résultées de la présence d'ions adsorbés à la surface des particules (Flatt and Bowen 2003). Les molécules de superplastifiants fixées sur les grains de ciment sont aussi responsables de forces de répulsions stériques qui prédominent devant les forces de répulsions électrostatiques (Banfill 1979; Yoshioka et al. 1997).

La magnitude de ces forces dépend essentiellement de la distance de séparation entre deux particules. Les interactions non retardées de Van der Waals dominent les autres types d'interactions dans les pâtes cimentaires et donc imposent la distance interparticulaire (Neubauer et al. 1998; Yoshioka et al. 1997). L'intensité des forces interparticulaires est donnée par la relation suivante :

$$F \cong \frac{A_0 a^*}{12H^2} \qquad \text{(III.1)}$$

ou $a^*$ est le rayon de courbure au point "de contact" entre grains de ciment, $H$ est la distance de séparation au point de contact et $A_0$ est la constante d'Hamaker non retardée (Roussel et al. 2010). Cette équation n'est valable sue si la distance de séparation au point de contact reste inférieure à quelques nm. Pour des distances plus grandes, la constante d'Hamaker décroît à cause des effets de retard. Flatt a proposé une relation permettant de retracer cette diminution de la constante de Hamaker $A_h$ avec la distance de séparation au point de contact $h$ en fonction de la valeur de la constante non retardée $A_0$ (Flatt 2004a) :

$$\frac{A_h}{A_0} = \left(m_1 h^2 + m_2 h + m_3\right)\exp\left(-m_4 h\right) + m_5 \exp\left(-m_6 h\right) \qquad \text{(III.2)}$$

où $m_1$=0.00017429, $m_2$=-0.011626, $m_3$=0.92551, $m_4$=0.032368, $m_5$=0.087425 et $m_6$=0.0027014.

Quand il n'y a pas de polymères dans les pâtes de ciment, la distance de séparation au point de contact $H$ est estimée à 2 ou 3 nm (Flatt 2004b). Quand les molécules de polymères viennent se fixer sur la surface des grains de ciment, la distance de séparation au point de contact $H$ est dictée par la conformation des polymères adsorbés à la surface des grains de ciment (Flatt et al. 2009). Les ordres de grandeur de cette distance de séparation sont d'environ 5 nm (Kjeldsen et al. 2006).

Les interactions colloïdales attractives permettent aux particules de ciment de former un réseau interne permettant de supporter un niveau de contraintes sans s'écouler. Dans des cas extrêmes très dilués, les particules trop éloignées ne sont pas capables de créer ce réseau car les interactions colloïdales deviennent négligeables. Dans ce cas, la suspension se comporte comme un fluide Newtonien (Struble and Sun 1995). Donc, la fraction volumique à laquelle, le réseau d'interactions colloïdales apparaît est aussi celle au dessous de laquelle la suspension ne présente aucun seuil de cisaillement. Cette fraction volumique dite de percolation $\phi_p$ dépend de la nature du ciment ainsi que de la nature et de la quantité des adjuvants utilisés. Des valeurs de 20 à 40% sont rapportées dans la littérature (Flatt and Bowen 2006; Mansoutre et al. 1999; Toutou and Roussel 2006).

Des progrès récents dans la prédiction du seuil de cisaillement de suspensions de particules colloïdales ont permis de prédire le seuil de cisaillement de suspensions d'oxydes métalliques en fonction de la taille des particules, de fraction volumique solide et de pH (Flatt and Bowen 2006; Zhou et al. 2001; Zhou et al. 1999). Le Yodel Model de Flatt et Bowen permet de quantifier le seuil de cisaillement de telles suspensions. Il s'écrit de la manière suivante :

$$\tau_0 \cong m\frac{A_0 a^*}{d^2 H^2}\frac{\phi^2\left(\phi-\phi_p\right)}{\phi_m\left(\phi_m-\phi\right)} \qquad \text{(III.3)}$$

où m est une constante dépendant de la distribution granulométrique des particules et $\phi_m$ est la fraction volumique solide maximale de grains. Cette relation retranscrit bien le fait que le seuil de cisaillement varie avec la quantité de polymère adsorbée à la surface des grains. Ce modèle peut être étendu à des suspensions polydisperses (Flatt and Bowen 2007).

*III.2.1.3. Gravité : le moteur du ressuage*

Les deux forces principales agissant sur les grains de ciment sont d'un coté les interactions de Van der Waals qui tendent à « connecter » les grains et former un réseau stable et de l'autre coté, la gravité qui tend à déformer le réseau et à densifier la suspension. Comme vu précédemment, les interactions de Van der Waals sont données par l'équation (III.1) et la force associée à la gravité vaut $\Delta\rho\pi d^3/6$ ($\Delta\rho$ représente la différence de masse volumique entre les grains et la phase fluide).

En dessous d'une fraction volumique critique notée $\phi_{RLP}$ (RLP pour random loose packing), il n'y a pas assez de grains pour que le réseau d'interactions colloïdales supporte la gravité. On peut aussi noter que l'effort associé au mouvement Brownien est incapable de maintenir

l'homogénéité de la suspension (de l'ordre de grandeur de $10^{-15}$ N) car le diamètre des particules de ciment est trop grand (ordre de grandeur moyen de 10 µm donnant lieu à des forces associées à la gravité de l'ordre de $10^{-11}$ N). Seules les particules de ciment les plus fines sont sujettes à l'agitation Brownienne (diamètre inférieur à 500 nm) car dans ce cas, les ordres de grandeur des forces associées à l'agitation Brownienne et à la gravité deviennent proches.

Un critère de stabilité simple basé sur la comparaison entre les interactions colloïdales et les forces de gravité permettrait de prédire a priori la possibilité ou non de la stabilité du mélange. Toutefois, ce critère basé sur une analyse micromécanique à un instant *t* ne prend pas en compte plusieurs possibilités de réduire les incidences du ressuage. Ainsi, la vitesse de ressuage peut être largement diminuée par l'utilisation d'agent viscosant (Khayat 1998). Cette diminution de la vitesse de ressuage permet de rendre négligeable le phénomène. Aussi, la structuration des matériaux cimentaires laissés au repos joue un rôle important sur la stabilisation des mélanges (Khayat 1998; Nachbaur et al. 2001; Rosquet et al. 2003; Roussel 2006b, a; Roussel et al. 2012).

### III.2.2. Rapport de forces entre interactions micro et conséquences macro

Comme évoqué précédemment, les rapports de force entre les différents types d'interactions microscopiques entre les grains de ciment dictent des caractéristiques importantes de la pâte de ciment à l'échelle macroscopique. Ainsi, si les effets de la gravité surpassent les interactions colloïdales entre grains, la suspension va être sujette au ressuage. De la même manière, si les effets du mouvement Brownien surpassent les interactions colloïdales, la pâte ne présentera pas de seuil de cisaillement.

En utilisant les travaux de Dong et al. (Dong et al. 2006), il est possible de prévoir théoriquement à partir de quelle fraction volumique il est possible de former un système stable lorsque les grains sont soumis à deux forces d'interaction présentant des effets opposés (une force d'attraction entre grains poussant à la création d'un réseau dense $F_i$ et une autre force poussant à la destruction de ce même réseau $F_j$). Dong et al. proposent une relation permettant de calculer une fraction volumique solide critique minimale à partir de laquelle un système exposé à ces deux forces est stable :

$$\phi_c = \phi_m\left(1 - exp\left(-2.457\chi^{-0.212}\right)\right) \qquad \text{(III.4)}$$

où $\phi_m$ est la fraction volumique de packing des grains de ciment et $\chi = F_i/F_j$ est le rapport des forces agissant sur les particules. Il est possible d'utiliser (III.4) pour déterminer la fraction volumique critique liée au ressuage, donc $\phi_{RLP}$, en affectant $F_i$ aux interactions colloïdales et $F_j$ aux forces de gravité. De la même façon, il est aussi possible de déterminer la fraction volumique critique liée au seuil de cisaillement, donc $\phi_p$ en affectant $F_i$ aux interactions colloïdales et $F_j$ aux forces liées mouvements browniens. Pour les déterminations de ces fractions critiques, il est nécessaire de pouvoir calculer l'intensité des interactions colloïdales et donc de connaître la valeur de la distance au point de contact entre grains de ciment. Pour cela, une analyse inverse à partir de l'utilisation du modèle YODEL a été effectuée (Flatt and Bowen 2006). En effet, ce modèle donné en équation (III.3) permet de modéliser une conséquence macroscopique de ces interactions microscopiques et fait intervenir la distance au point de contact.

Pour un ciment CEM I et un plastifiant de type polycarboxylate, des mesures de seuil de cisaillement ont été réalisées en utilisant un rhéomètre de type Vane pour différentes fractions volumiques solides et différents dosages de plastifiant. Le plastifiant utilisé présente un dosage de saturation de 2,5% par rapport à la masse de ciment (Perrot et al. 2012a). La fraction volumique de packing a été évaluée à 0,59 en utilisant le logiciel RENE LCPC (De Larrard 1999). Le rayon de courbure au point de contact est pris en accord avec des données de la littérature à 300 nm et la constante d'Hamaker non retardée vaut $1{,}6.10^{-20}$ J pour des $C_3S$ (Roussel et al. 2010). De plus, nous considérons pour des raisons de simplicité que le diamètre des grains est égal au $d_{50}$ des grains et donc 10 µm dans le cas testé.

Il reste donc deux paramètres à déterminer à partir du calage du YODEL sur les mesures expérimentales : la fraction volumique de percolation et la distance interparticulaire au point de contact. Ces deux valeurs dépendent du dosage en plastifiant qui influe sur l'assemblage des grains. Pour un dosage en plastifiant donné, elles peuvent être déterminées indépendamment car la fraction de percolation joue sur le début de la courbe d'évolution du seuil en fonction de la fraction volumique solide et donc sur l'annulation du seuil de cisaillement tandis que la valeur de la distance interparticulaire joue sur la vitesse d'augmentation du seuil de cisaillement lorsque celui-ci approche la fraction volumique de packing où le seuil diverge.

En considérant que la distance interparticulaire au point de contact est de 5 nm lorsque la saturation en plastifiant est obtenue (pour le dosage de 2,5%), il est possible de déterminer la constant *m* du modèle YODEL (40 dans notre cas) en considérant les valeurs suivantes. A partir de la détermination de *m*, il est possible de déterminer toutes les distances interparticulaires et les fractions volumiques de percolation en ajustant au mieux leurs valeurs sur les données expérimentales (figure III.1).

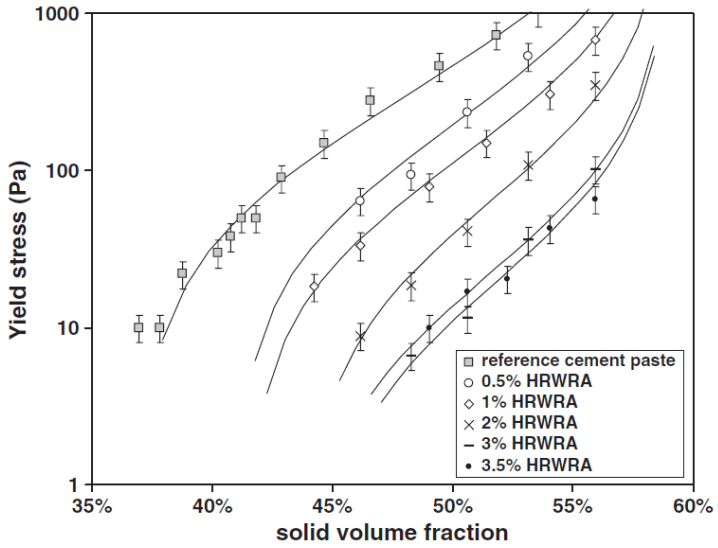



**Figure III.1**. Evolution du seuil de cisaillement en fonction de la fraction volumique solide pour différents dosages en polycarboxylate. Ajustement du modèle YODEL.

Les valeurs de distance interparticulaires calculées sont tracées sur la figure III.2 et sont en accord avec les valeurs reportées dans les autres études sur le sujet. Par ailleurs, elles permettent de déterminer des valeurs de fraction de surface recouverte $\theta$ par le plastifiant en utilisant les travaux de Flatt (Flatt and Schober 2012a). Ainsi, la valeur moyenne de la

distance de séparation aux points de contact peut s'écrire en fonction de la fraction de surface recouverte qui dicte la distribution statistique des interactions :

$$\frac{1}{H^2} = \frac{\theta^2}{H_p^{\,2}} + \frac{8\theta(1-\theta)}{(H_p + H_0)^2} + \frac{(1-\theta)^2}{H_0^{\,2}} \qquad \text{(III.5)}$$

où $H_p$ est la distance interparticulaire à un dosage de saturation et $H_0$ la distance interparticulaire minimale (sans plastifiant). Ces valeurs sont comparées à des mesures réalisées sur un analyseur « TOC » (Total Organic Carbon) sur la figure III.3 (pour plus de détails sur les procédures, voir (Perrot et al. 2012a)). Le très bon accord entre les valeurs de surface recouverte marque la robustesse du modèle YODEL pour traduire les phénomènes microscopiques à l'origine du seuil de cisaillement macroscopique.

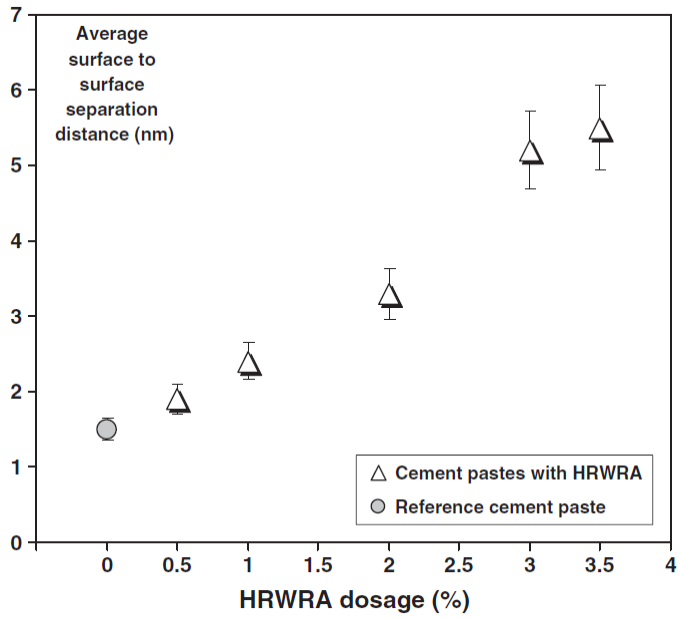



**Figure III.2.** Distances interparticulaires au point de contact estimées par ajustement du modèle YODEL sur les mesures de seuil de cisaillement.

Les distances interparticulaires étant maintenant connues, il est possible d'estimer les fractions volumiques critiques liées au seuil de cisaillement et au ressuage à partir de l'équation (III.4). La fraction volumique critique liée au ressuage, $\phi_{RLP}$, est comparée à des observations d'occurrence du ressuage sur des colonnes de pâtes de ciment fraîches présentant une hauteur de 30 cm maintenues au repos pendant 2 heures après malaxage. Celle liée au seuil de cisaillement, $\phi_p$, est comparée aux valeurs obtenues grâce à l'ajustement du modèle YODEL. Les valeurs obtenues analytiquement par l'équation (III.4) et expérimentalement montrent une très bonne corrélation (figure III.4).

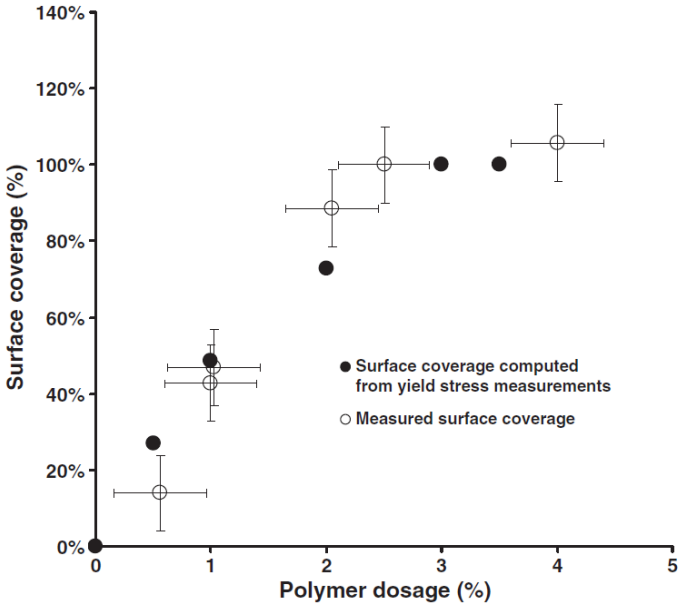



**Figure III.3.** Fraction de surface recouverte par le plastifiant en fonction de son dosage. Les valeurs sont déterminées à partir de mesures réalisées avec un analyseur TOC et par analyse inverse en utilisant le modèle YODEL sur des mesures de seuil de cisaillement.

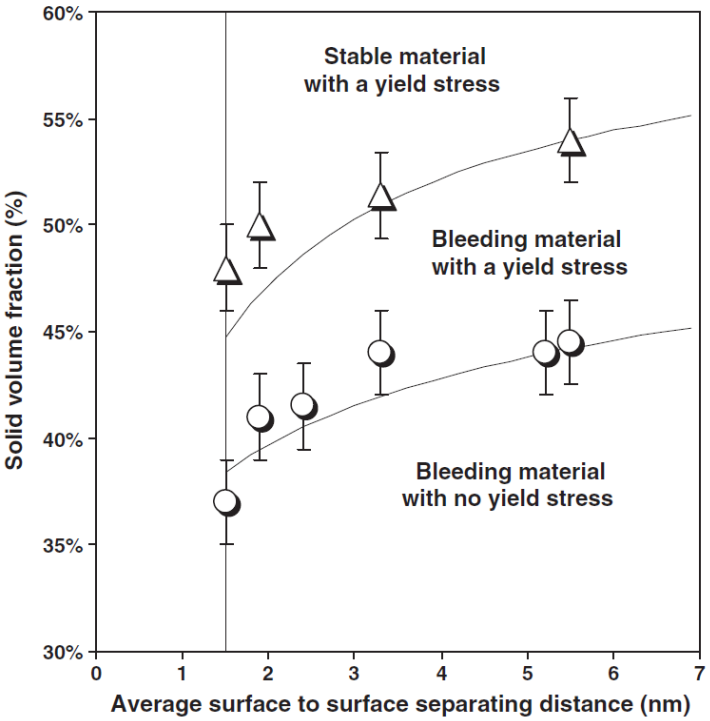



**Figure III.4.** Fractions volumiques solides critiques liées au ressuage et à l'apparition d'un seuil de cisaillement en fonction de la distance interparticulaire aux points de contact. Comparaison entre les valeurs calculées avec l'équation (III.4) et des valeurs liées à des mesures de seuil de cisaillement.

Par ailleurs, pour les matériaux testés, il a été démontré dans (Perrot et al. 2012a) que les formulations de pâtes pouvant donner lieu à des bétons autoplaçants se trouvent toujours en deçà de la limite de stabilité et sont donc soumises au ressuage. Cela va dans le sens de

l'emploi d'agents viscosants ou de fines minérales permettant, même si le mélange est instable, de contrôler ou de rendre négligeables les effets du ressuage. Dans ce cas, il convient de pouvoir estimer la cinétique de ressuage afin d'optimiser le dosage en adjuvants. La première étape permettant cette estimation est la mise en place de moyens de mesure de la perméabilité, paramètre qui régit la vitesse de migration du fluide à travers les grains (Perrot et al. 2013b; Picandet et al. 2011), et du coefficient de consolidation indiquant la quantité d'eau ressuée (Hendrickx et al. 2010; Josserand et al. 2006; Rangeard et al. 2010; Rangeard et al. 2014; Morris and Dux 2010).

## III.3. Méthodes de détermination des paramètres hydromécaniques

Cette partie traite de l'adaptation de dispositifs dédiés à la mécanique des sols pour la détermination des caractéristiques hydromécaniques (c'est-à-dire d'écoulement de la phase fluide sous une action mécanique) des matériaux à base cimentaire. Ces caractéristiques sont la perméabilité (ou conductivité hydraulique) $k$, le coefficient de compressibilité $\lambda$ et le coefficient de consolidation $C_v$.

La mesure de la perméabilité des matériaux à base cimentaire à l'état frais est rendue délicate par le fait que la structure de la pâte évolue rapidement avec la prise mais aussi avec le phénomène de structuration au repos (Roussel et al. 2012). Ainsi, il est nécessaire de mettre au point des méthodes rapides et fiables pour arriver à bien estimer ce paramètre.

Des techniques de mesure de perméabilité ont été développées en grande partie pour l'étude du comportement mécanique des sols et peuvent être classées en deux principales catégories :

- Méthodes directes basées sur la loi de Darcy et exprimant la vitesse de percolation du fluide entre deux points de l'échantillon en fonction de la différence de charge hydraulique imposée. Cette méthode consiste à appliquer une charge hydraulique constante sur un échantillon de composition et de mise en place contrôlée.

- Méthodes indirectes basées sur la théorie de consolidation ou de la filtration et correspondant le plus souvent aux conditions d'un essai de consolidation à l'œdomètre.

Les travaux auxquels j'ai pu participer ont abouti à l'adaptation de deux méthodes basées sur chacune des catégories pour la détermination de la perméabilité des pâtes de ciment à l'état frais (Picandet et al. 2011).

La première méthode consiste à effectuer un essai de consolidation sur des cylindres de pâtes de ciment (hauteur proche du diamètre) sous une charge hydraulique constante. Pour cela, une cellule œdomètrique spécifique a été développée au laboratoire afin de permettre la réalisation d'essais de consolidation sur des échantillons de pâtes de ciment drainée sur une seule face (Bolton and McKinley 1997). La cinétique de consolidation est étudiée via l'évolution du débit fluide à travers l'échantillon. Un calcul de la perméabilité moyenne de l'échantillon est ensuite proposé. Cette méthode peut être qualifiée de classique et utilise un matériel couramment utilisé en mécanique des sols.

La seconde méthode consiste à faire percoler de l'eau à travers une couche de pâte de ciment dont la composition instantanée est maîtrisée. Le perméamètre ainsi réalisé est monté sur une presse permettant le contrôle du volume de l'échantillon.

L'analyse de ces deux essais permet de mettre en évidence les conditions d'une mesure valide de perméabilité de matériau cimentaire (gradient hydraulique, temps de l'essai, géométrie de l'échantillon). Après avoir rappelé rapidement les théories d'écoulement liquide dans le sol (loi de Darcy) et la théorie de la consolidation de Terzaghi, les deux protocoles développés seront présentés.

### III.3.1. Loi de Darcy et théorie de la consolidation

La loi de Darcy permet de modéliser le débit volumique d'un fluide à travers une couche de matériau. Elle peut s'écrire de la manière suivante :

$$Q = k\frac{\Delta h}{H}S \qquad \text{(III.6)}$$

avec $k$ la perméabilité ($m.s^{-1}$), $Q$ le débit volumique ($m^3.s^{-1}$), $\Delta h$ la différence de charge hydraulique (m), $H$ l'épaisseur de la couche et $S$ sa section. Cette relation permet de traduire la vitesse d'écoulement du fluide.

L'hypothèse de Terzaghi consiste à émettre l'hypothèse que la contrainte totale $\sigma_v$ agissant sur une couche de sol se décompose en une composante reprise par le squelette granulaire, la contrainte effective $\sigma'_v$, et une composante reprise par la phase fluide, la pression interstitielle $u$. Lors de l'application d'un chargement, la totalité de la charge est reprise instantanément par la phase fluide qui se met en surpression. Cette surpression se dissipe progressivement induisant un écoulement du fluide qui conduit à la consolidation du squelette granulaire (qui reprend la charge progressivement).

La théorie de la consolidation unidimensionnelle de Terzaghi permet de modéliser le tassement d'une colonne de sol soumis à une sollicitation verticale en fonction de l'espace et du temps. Elle conduit à la formulation suivante (Terzaghi 1943) :

$$\frac{\partial u}{\partial t} = C_V\frac{\partial^2 u}{\partial^2 z} \quad \text{ou} \quad \frac{\partial e}{\partial t} = C_V\frac{\partial^2 e}{\partial^2 z} \qquad \text{(III.7)}$$

avec $C_V$ le coefficient de consolidation, $u$ la pression interstitielle et $e$ l'indice des vides. L'indice des vides est le paramètre le plus couramment utilisé en mécanique des sols pour représenter la porosité d'un squelette granulaire. $e$ représente le rapport entre le volume des vides (air + eau) et le volume solide. Si l'on considère qu'une pâte de ciment est saturée, on peut relier l'indice des vides au rapport massique eau sur ciment E/C et à la masse volumique de l'eau et du ciment $\rho_e$ et $\rho_c$ :

$$e = \frac{E}{C}\frac{\rho_c}{\rho_e} \qquad \text{(III.8)}$$

Le coefficient $C_v$ s'exprime suivant l'expression (III.9) en fonction du coefficient de compressibilité volumique $m_v$ et du coefficient de perméabilité $k$.

$$C_V = \frac{k}{\gamma_w m_V} \qquad \text{(III.9)}$$

avec $\gamma_w$ le poids volumique du fluide. Le coefficient de compressibilité volumique, $m_v$, est défini par l'expression (III.10) ci-dessous :

$$m_V = \frac{\partial \varepsilon_v}{\partial \sigma'_v} \qquad \text{(III.10)}$$

Il est relié au coefficnet de compressibilité $\lambda = \mathrm{d}e/\mathrm{d}(\log(\sigma'_v))$ (dans le cas où le matériau est normalement consolidé) par l'expression suivante :

$$m_V = \frac{\lambda}{(1+e)\sigma'_v} \qquad \text{(III.11)}$$

Cette formulation correspond au cas particulier de la consolidation unidimensionnelle d'une couche de sol mince soumise à un chargement uniforme $\sigma_v$. Ainsi, l'obtention de cette formulation repose sur de nombreuses hypothèses :

- Les déformations de la couche de matériau sont unidimensionnelles
- Le matériau est saturé, ce que l'on considère pour des matériaux cimentaires où la quantité d'air occlus reste limité.
- Le fluide saturant et les grains solides sont incompressibles
- L'écoulement suit la loi de Darcy
- La perméabilité $k$ et module de compressibilité volumique $m_v$ sont constants

En considérant ces hypothèses, l'évolution de la pression interstitielle peut être directement reliée à l'évolution de la déformation volumique du squelette granulaire, et ainsi au tassement de la couche considérée. Cependant la dernière hypothèse n'est pas vérifiée dans le cas des suspensions, la perméabilité du squelette granulaire variant avec l'indice des vides comme le prévoit la loi de Kozeny-Carman (Carman 1939) ou de Taylor (Taylor 1948). Ainsi, l'utilisation de la théorie de Terzaghi reste valide seulement pour des variations limitées de l'indice des vides où l'on peut considérer que la perméabilité du matériau reste constante (Rangeard et al. 2014).

Le modèle de Taylor (Taylor 1948) est une équation empirique, utilisée pour les sols fins qui nécessitent deux paramètres d'ajustement et qui prédit une relation linéaire entre l'indice des vides $e$ et le logarithme de la perméabilité :

$$log_{10}\, k = \frac{e}{C_k} + log_{10}\, k_{e=0} \qquad \text{(III.12)}$$

avec $1/C_k$ la pente de la droite et $k_{e=0}$ une constante définie par l'interception de la droite avec l'axe des ordonnées.

Le modèle le plus utilisé pour prévoir la perméabilité d'un milieu granulaire est celui de Kozeny-Carman (Carman 1939). En s'inspirant de la résolution de l'écoulement de Poiseuille,

les auteurs ont prédit la perméabilité en fonction de l'indice des vides, de la surface spécifique des grains $S_{sp}$, de la masse volumique des particules $\rho_s$ et de l'eau et d'une constante $C$ :

$$k = C \frac{g}{\mu_w \rho_w} \frac{1}{S_{SP}^2 (\rho_s/\rho_e)^2} \frac{e^3}{1+e} \qquad \text{(III.13)}$$

C est égal à 0,2 pour des particules sphériques non colloïdales. Cette valeur n'est donc pas applicable à des pâtes de ciment car elle ne tient pas compte des interactions microscopiques entre la phase fluide et les grains (Chapuis and Aubertin 2003).

### III.3.2. Méthode de filtration à gradient hydraulique constant

Cette première méthode consiste à faire subir un gradient hydraulique constant à un échantillon contenu dans une cellule à bord rigide. L'échantillon subit à la fois une consolidation et une percolation du fluide en son sein. Cette méthode est effectuée très simplement. Le volume du matériau testé est d'environ 600 $cm^3$ ce qui permet d'inclure des granulats pour tester des mortiers et des bétons. Les résultats présentés se limitent aux pâtes de ciment.

Une cellule de 102 mm de diamètre en acier traditionnellement employée pour les mesures de perméabilité des sols est utilisée. Une charge hydraulique constante est appliquée en haut de l'échantillon comme décrit sur la figure III.5. Une plaque perforée et deux papiers filtres sont placés aux extrémités basse et haute de l'échantillon. Le poids de l'échantillon est contrôlé lors de la mise en place de la pâte dans la cellule pour contrôler le volume introduit. La hauteur initiale de l'échantillon est mesurée ainsi que le tassement final induit par la hauteur d'eau induite par l'écoulement. L'embase de la cellule et le tuyau de sortie du fluide sont remplis d'eau afin de suivre le débit d'eau sortant dés le début de l'essai (II.e. dés que la vanne d'entrée est ouverte). Le poids de l'eau filtrée est suivi et enregistré dans le temps pendant toute la durée de l'essai.

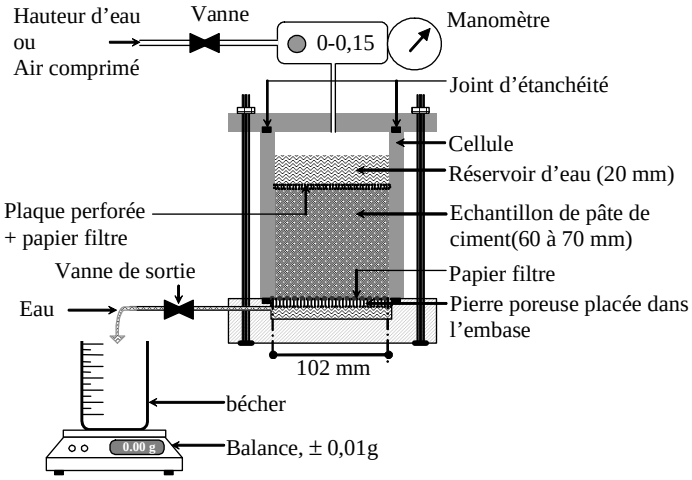



**Figure III.5.** *Principe de l'essai de filtration à charge constante*

La cellule est couverte par un chapeau incluant une entrée d'air comprimé. L'entrée d'air comprimé peut être utilisée pour des pressions allant jusqu'à 100 kPa (avec une précision d'1

kPa). Un réservoir d'eau de 180 g est placé au dessus du cylindre testé. Le paramètre mesuré est l'évolution du volume d'eau filtrée. La masse est mesurée avec une précision de ± 0.1 g et est enregistrée en utilisant un système d'acquisition prenant une valeur toutes les 2 à 10 s.

Les équations de Terzaghi sont utilisées pour déterminer par analyse inverse la perméabilité et le coefficient de consolidation $C_v$ des pâtes testées (Terzaghi 1943). Pour un essai donné, on émet l'hypothèse de la théorie de la consolidation, c'est-à-dire $k$ et $C_v$ constants au cours de l'essai malgré la modification du réseau poreux. Un schéma de Cranck-Nicholson est utilisé pour effectuer la résolution en différences finies. La modélisation permet notamment de tracer la dissipation des pressions interstitielles dans l'échantillon et l'évolution du volume fluide percolé au cours du temps.

### III.3.3. Œdomètre adapté

Cette seconde méthode consiste à induire une filtration d'eau à travers un échantillon de pâte de ciment d'une hauteur initiale de 20 mm (approximativement 40 $cm^3$ en volume). Cette méthode nécessite une machine de compression contrôlée en déplacement et un capteur de pression interstitielle. Elle permet de mesurer avec plus de précision la perméabilité (par une meilleure maîtrise de la hauteur) et d'estimer ce paramètre pour plusieurs teneurs en eau à partir du même échantillon initial.

Le système de mesure (figure III.6) est un œdomètre placé dans une presse de compression. La cellule œdométrique est d'un diamètre de 50 mm et d'une hauteur de 20 mm. L'échantillon est drainé sur une seule face avec mesure de la pression interstitielle en bas de l'échantillon. Des pierres poreuses sont placées de part et d'autre de l'échantillon. Deux papiers filtres sont placés entre la pâte et les pierres poreuses pour s'assurer que seule la phase fluide puisse s'échapper du système de filtration. Un piston perforé est placé en haut de l'échantillon et est mis en contact avec d'une part une presse de compression instrumentée et d'autre part un capteur de déplacement pour mesurer simultanément l'effort de compression et le tassement de l'échantillon avec une précision de 0,01 mm. Durant tous les essais, la cellule est totalement immergée. De cette façon une pression d'eau constante est maintenue sur le haut de l'échantillon. Deux types d'étapes sont réalisés : des étapes de chargement et des étapes de mesure de la perméabilité.

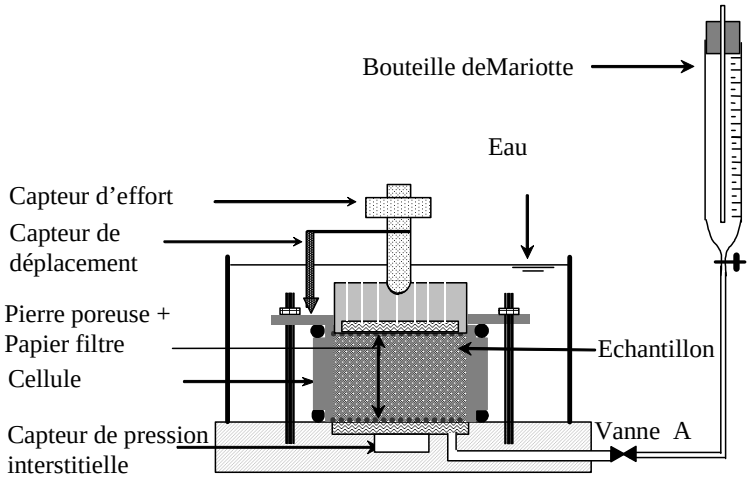



**Figure III.6.** Oedomètre adapté pour la mesure de la perméabilité

Les phases de chargement correspondent à un essai de compression uni-axiale classique. Une variation de hauteur est appliquée sur l'échantillon pendant que l'effort appliqué sur l'échantillon est mesuré. La face inférieure (gardée imperméable – vanne A fermée) de l'échantillon est équipée d'un capteur de pression interstitielle et permet de suivre l'évolution de la consolidation.

Les étapes de mesure de la perméabilité sont effectuées à hauteur donnée de l'échantillon une fois que la pression interstitielle mesurée est stabilisée. La configuration de l'essai est proche de l'essai de perméamétrie à parois rigides. Les essais sont réalisés avec un écoulement de bas en haut et un gradient hydraulique constant appliqué au moyen d'une bouteille de Mariotte (Vanne A ouvertre). La perméabilité *k* est calculée à partir de l'équation de Darcy en utilisant le débit de l'eau entrante. Des tests préliminaires ont permis de montrer que la perméabilité trouvée est indépendante du gradient hydraulique et que l'hydratation n'intervient pas si les mesures sont effectuées avant 3600 secondes (Perrot et al. 2013b; Picandet et al. 2011). Finalement, les tests sont réalisés avec trois à cinq phases de mesure de la perméabilité sur un même échantillon.

Un premier chargement est effectué jusqu'à ce que le contact entre le piston et la presse soit détecté (en mesurant l'effort de compression). Le déplacement est arrêté et la hauteur de l'échantillon est gardée constante jusqu'à ce que la pression interstitielle mesurée en bas de la cellule soit stabilisée (fin de la consolidation primaire). La faible hauteur de l'échantillon permet d'avoir un temps de consolidation rapide et donc une dissipation assez rapide des surpressions interstitielles. Ensuite, la mesure de la perméabilité est effectuée en ouvrant la vanne reliant l'échantillon à la bouteille de Mariotte. Quand le volume entré dans le matériau est égal au volume de la cellule, la mesure de la perméabilité s'arrête et une nouvelle étape de chargement peut commencer (qui amènera à une nouvelle mesure de la perméabilité pour un indice des vides plus faible). La figure III.7 montre l'évolution de la pression interstitielle et de la hauteur de l'échantillon pendant ces différentes phases de l'essai.

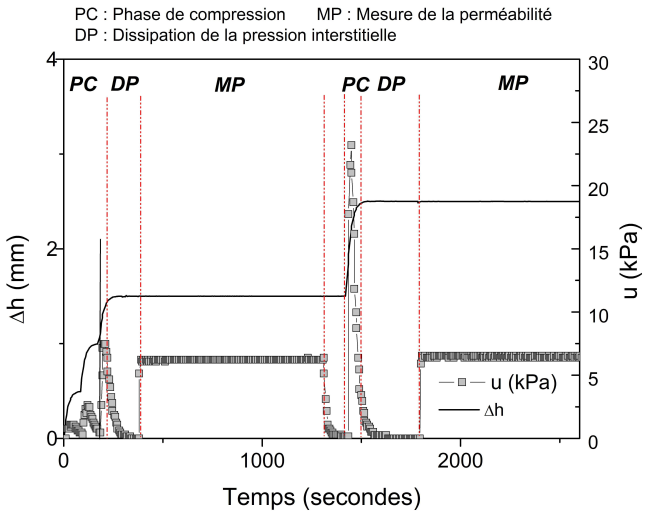



**Figure III.7**. Evolution de la hauteur de l'échantillon et de la pression interstitielle pendant les différentes phases de l'essai

## III.3.4. Comparaison des deux méthodes

*III.3.4.1. Mesures de perméabilité*

Des résultats obtenus sur un même matériau (ciment CEM 52,5N) permettent de comparer la précision et l'aspect pratique des deux méthodes (Picandet et al. 2011). Les essais sont réalisés avec des gradients hydrauliques compris entre 10 et 50 pour les deux méthodes qui permettent d'obtenir un débit suffisant pour obtenir une mesure fiable sans déstructurer l'échantillon (Chapuis and Aubertin 2003; Picandet et al. 2011).

Afin de comparer les méthodes et de relier les résultats obtenus à ceux de la littérature, nous avons utilisé les modélisations courantes de Kozeny-Carman (Carman 1939) et de Taylor (Taylor 1948) pour estimer l'évolution de la perméabilité en fonction de l'indice des vides.

Dans ce qui suit, les méthodes présentées respectivement dans les sections III.3.2 et III.3.3 seront nommées A et B. Les figures III.8 et III.9 présentent l'évolution de la perméabilité en fonction de l'indice des vides pour ces deux méthodes. Les modèles de Kozeny-Carman et de Taylor sont ajustés sur les données expérimentales par la méthode des moindres carrés. Les paramètres $C$, $C_k$ obtenus ainsi que le coefficient de régression apparaissent sur ces deux figures. La méthode B permet un bon ajustement des modèles sur les données expérimentales avec des coefficients $R^2$ supérieurs à 0,944. La méthode A quant à elle, présente un meilleur accord avec Taylor qu'avec Kozeny-Carman. Il apparaît aussi que le coefficient $C_k$ est significativement différent pour les deux méthodes alors que les valeurs du coefficient $C$ restent proches. La différence entre ces valeurs de perméabilités reste cependant faible pour de telles mesures. Pour un même indice des vides, la différence de perméabilité entre les deux valeurs est toujours inférieure à 30% ce qui est assez précis selon la littérature portant sur les mesures de perméabilités de sols (Chapuis and Aubertin 2003; Picandet et al. 2011). Cette différence entre les résultats peut être en partie expliquée par le phénomène de consolidation et les hétérogénéités au sein de l'échantillon.

Pour la méthode A, la hauteur de l'échantillon est de 70 mm ce qui est important pour la mesure de perméabilité. Cela accentue l'influence de l'hétérogénéité de l'échantillon liée à la consolidation. Ces hétérogénéités ne sont pas totalement prises en compte car la perméabilité est considérée comme constante dans tout l'échantillon. Une amélioration du processus d'analyse qui prendrait en compte une modification de la perméabilité lors de la consolidation permettrait d'améliorer la précision.

Pour la méthode B, le matériau d'élancement moindre est d'abord soumis à un effort de compression (déplacement à un indice des vides donné – au moins 20 kPa) avant la mesure de la perméabilité (hauteur d'eau équivalente à 6 kPa). Donc, lors de la phase de mesure de la perméabilité, le matériau est surconsolidé et n'est pas soumis à la consolidation. Ce procédé permet de connaître exactement la hauteur et la composition du matériau (si on considère que la pâte de ciment est saturée) ce qui permet d'avoir une meilleure précision. Cependant, la faible hauteur de la cellule ne permet pas d'étudier des bétons, ce que pourrait permettre la méthode A. La figure III.10 résume l'ensemble des données expérimentales (méthodes A+B). Pour le modèle de Kozeny-Carman, la valeur de $C$ donnant le meilleur ajustement est de 0,028. La différence entre l'expérimental et le modèle est toujours inférieure à 50% pour un indice des vides donné ce qui est considéré comme un bon ajustement d'après la littérature. La méthode B de l'œdomètre adapté fournit des résultats plus précis et plus rapidement (on peut obtenir 3 à 5 mesures pour différents rapports E/C sur un même échantillon) car la

hauteur de l'échantillon est mieux contrôlée (utilisation de la presse) mais aussi car le matériau ne subit pas de consolidation durant l'écoulement. Seulement, cette méthode nécessite l'emploi d'une presse et ne peut être adapté pour des bétons.

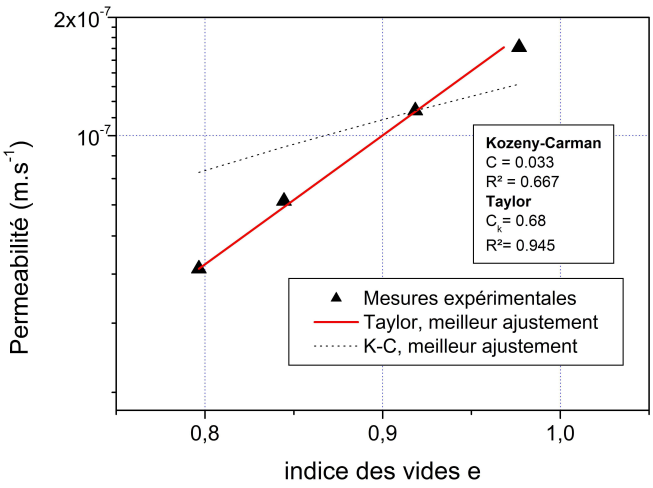



**Figure III.8.** Résultats obtenus pour la méthodes A.

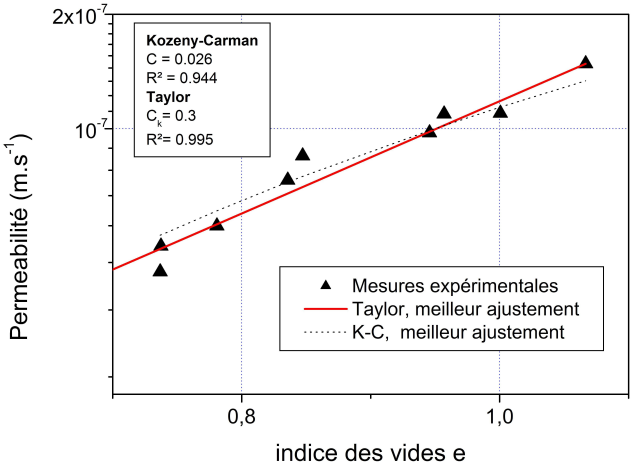



**Figure III.9.** Résultats obtenus pour la méthodes B.

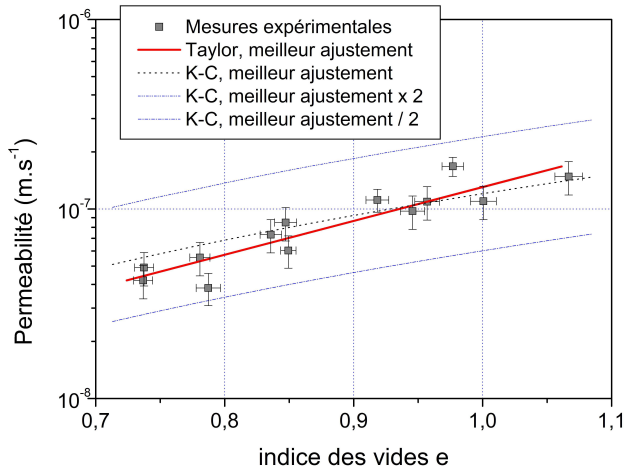



**Figure III.10.** Compilation des résultats obtenus pour les méthodes A et B

*III.3.4.2.Estimations du coefficient de consolidation*

Les caractéristiques de compressibilité et de consolidation d'un matériau sont généralement déterminées dans un test de compression unidimensionnelle (œdométrie standard : ASTM 2004 , XP CEN ISO / TS 17892-5 2005). Durant ces essais normés, la variation de hauteur induite par la compression axiale de l'échantillon est mesurée pour différents paliers de chargement.

La courbe de compressibilité est donnée par l'évolution de la contrainte effective verticale appliquée par rapport à l'indice des vides final obtenu en fin de consolidation (Lerouil 1988, 1996). Pour chaque palier de chargement, une courbe de consolidation est obtenue à partir de l'évolution du tassement en fonction du temps (Nova 2005; Taylor 1948; Terzaghi 1943; Das 2008).

Il est à noter que la théorie et les hypothèses de Terzaghi ne décrivent pas toujours avec précision le comportement du sol, surtout lorsque le sol est partiellement saturé. Dans ce cas, la théorie de la poroélasticité développée par Biot pour les milieux poreux est plus pertinente (Biot 1941). De plus, de nombreuses études ont montré que le coefficient de consolidation et la perméabilité mesurée dépendent de l'indice des vides initial de la pâte. Toutefois, lorsque le matériau est saturé et que le tassement reste faible, la théorie Terzaghi est adaptée à la modélisation de la consolidation. En outre, cette théorie est la plus largement utilisée dans les normes nationales et dans les applications d'ingénierie.

Le coefficient de consolidation est généralement déterminé à partir de la courbe de consolidation obtenue par le test œdométrique standard (évolution du tassement lors d'un palier de chargement constant). Les principales méthodes d'évaluation sont basées sur l'utilisation du facteur de temps ($T_v$), du degré moyen de consolidation ($U$) et de la relation proposée par Terzaghi donnée par l'équation (III.7).

Cependant, ces méthodes ne donnent qu'une valeur approximative du coefficient de consolidation (Nova 2005). En effet, lors d'un palier de chargement, la courbe de tassement ne tend pas vers une asymptote horizontale, comme prédit par la théorie de la consolidation. Des hypothèses fortes sont souvent émises pour définir l'état initial de la pâte (saturation par exemple) et le jeu mécanique ainsi que l'élasticité du montage de l'œdomètre ne sont pas estimées avec précision. En outre, le $C_v$ obtenu pour une étape de chargement reste une valeur moyenne et peut varier d'un pas à l'autre.

Une erreur d'estimation du jeu mécanique du montage dans le tassement initial de l'échantillon sera très préjudiciable dans le cas de matériau peu compressible comme les bétons courants qui présentent une consolidation limitée durant un palier de chargement. Il convient donc d'essayer de trouver des procédures adaptées aux matériaux à base cimentaire en utilisant les méthodes A et B.

Pour les deux méthodes A et B, les stratégies d'évaluation du coefficient de consolidation diffèrent. Pour la méthode A, la consolidation se déroule lors de la mise en écoulement du fluide percolant. Sous l'effet de la charge hydraulique, l'échantillon se tasse dans le temps. Le suivi de la masse d'eau quittant la cellule permet de remonter à la hauteur de tassement (cette hauteur est contrôlée après essai). La précision de mesure est de 1 mm. Ensuite, comme évoqué dans le paragraphe III.3.2, la diminution progressive de surpression interstitielle imposée par la pression d'eau (et donc le tassement progressif) est simulée en différence finie

et le coefficient $C_v$ est le coefficient qui permet d'obtenir le meilleur ajustement entre le débit d'eau modélisé et le débit d'eau réel (figure III.11).

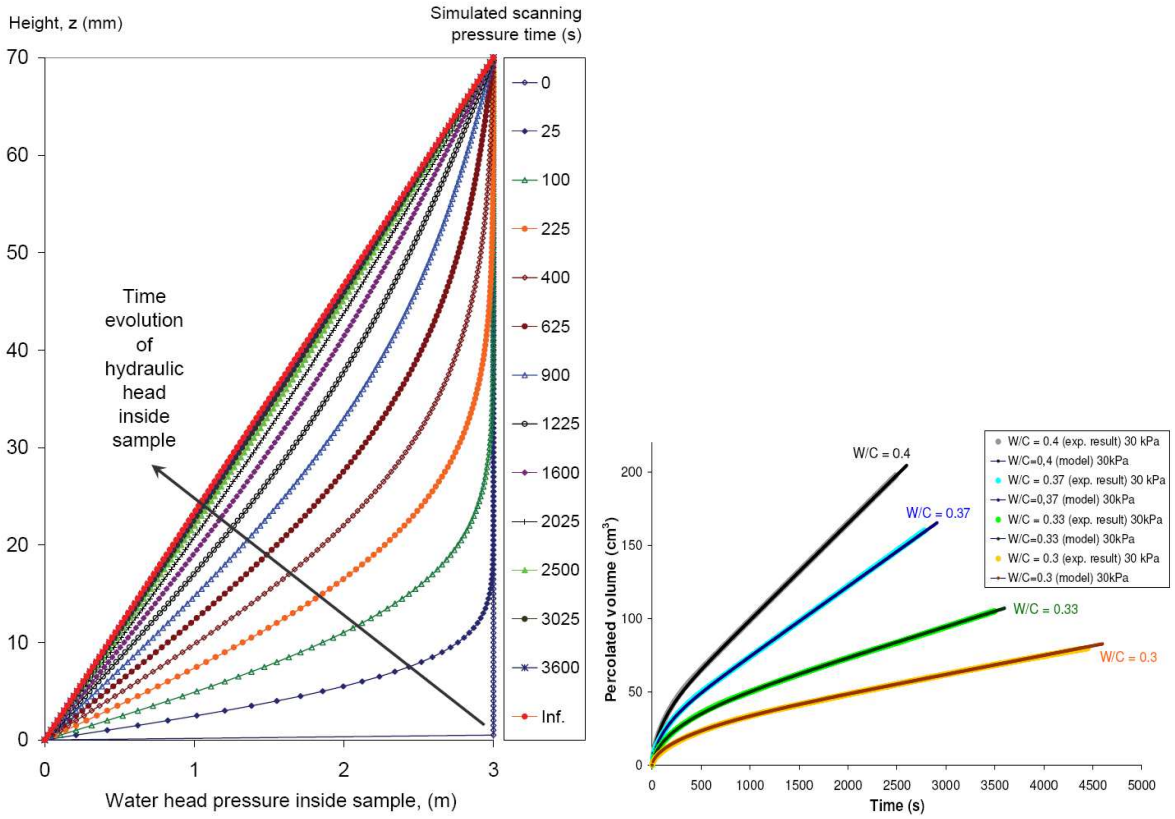



**Figure III.11.** Simulation en différences finies de la dissipation des surpressions interstitielles et du volume fluide écoulé en fonction du temps.

Cette méthode de détermination se rapproche de la philosophie des essais normés (application directe de la théorie de Terzaghi), avec comme différence majeure, la différence dans le profil final des pressions interstitielles. La limite de cette méthode réside dans l'hypothèse d'une perméabilité constante du matériau malgré son changement progressif et hétérogène d'indice des vides au cours de l'essai. Une amélioration de l'algorithme de résolution pourrait permettre de prendre en compte l'hétérogénéité et l'évolution de la perméabilité au cours de l'essai.

Pour des matériaux cimentaires à l'état frais, la durée d'étude est limitée par la prise. La méthode B s'inspire de procédures plus rapides basées sur l'application d'une vitesse de déformation constante (Atkinson and Davison 1990; Smith and Wahls 1969). Une vitesse de déformation constante est appliquée à l'échantillon tout en enregistrant simultanément la contrainte totale appliquée $\sigma_v$ et la pression interstitielle $\Delta u$ (en maintenant, le robinet A fermé – figure III.6). La contrainte effective $\sigma_v$' peut alors être déduite en appliquant le postulat de Terzaghi. Le fait d'utiliser une géométrie « plate » permet de considérer la consolidation comme uni-axiale et donc permet d'utiliser la théorie de consolidation de Terzaghi.

Il est intéressant de noter qu'un tel protocole peut être effectué entre deux mesures de la perméabilité, dont le protocole est décrit au paragraphe précédent. Aussi, la vitesse de déformation peut être adaptée pour réduire le temps de l'essai. Le coefficient de

compressibilité est directement obtenu sur la courbe de compressibilité qui relie l'indice des vides au logarithme de la contrainte verticale effective. Pour un matériau normalement consolidé décrit l'expression suivante :

$$e = -\lambda \ln \sigma_v' + N_\lambda \qquad \text{(III.14)}$$

avec $N_\lambda$, la valeur de $e$ pour $\sigma_v$'= 1 kPa.

Une courbe compressibilité obtenue sur un CEM I avec un rapport E/C initial de 0,5 est montrée sur la figure III.12. On distingue très clairement trois zones, une diminution très rapide de l'indice des vides (AB) suivi d'une zone où l'indice des vides diminue plus lentement avec le logarithme de la contrainte (BC) et une troisième zone qui correspond au déchargement (CD). Il apparaît donc clairement que le comportement des matériaux cimentaires est marqué par un changement pour une valeur critique de l'indice des vides. La courbe de compressibilité des matériaux cimentaires doit donc être modélisée par deux segments de droites de pente différente. Ce comportement sera décrit plus précisément dans le paragraphe suivant portant sur l'effet des superplastifiants. Il est important de noter que sur la partie AB de la figure III.12, la précision du capteur n'est pas suffisante pour déterminer précisément une valeur de $\lambda$.

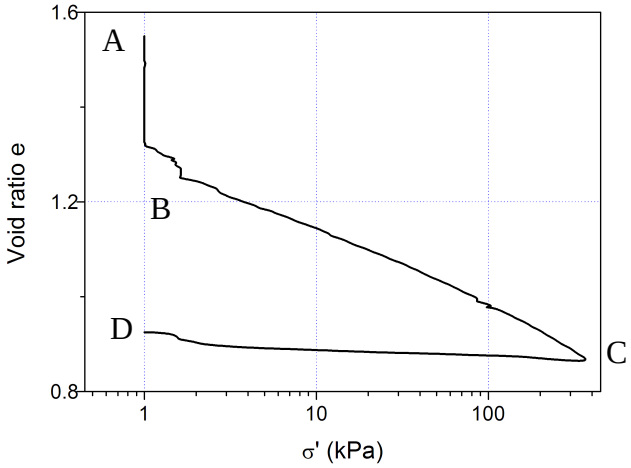



**Figure III.12.** Courbe de compressibilité d'une pâte de ciment présentant un E/C initial de 0,5.

Sur une des pentes de la courbe de compressibilité, avec un coefficient de compressibilité constant, il est possible de calculer le coefficient de consolidation. En utilisant les équations de Taylor (III.12), de la compressibilité (III.14) ainsi que la définition de $C_v$ et de $m_v$, il est possible d'obtenir une relation entre $C_v$ et l'indice des vides :

$$C_v = k_{e=0}.10^{e/C_k}\frac{(1+e)}{\lambda\gamma_w}.exp\left(\frac{N_\lambda - e}{\lambda}\right) \qquad \text{(III.15)}$$

L'évolution du coefficient de consolidation en fonction de l'indice des vides déduite de l'équation (III.15) est tracée sur la figure III.13 et confrontée à des valeurs de $C_v$ obtenues par des essais normés (ASTM).

Bien que la méthode développée et la norme ASTM fournissent des valeurs comparables, il apparaît que la méthode B permet d'obtenir une évolution continue alors que la procédure de la norme fournit des valeurs dispersées.

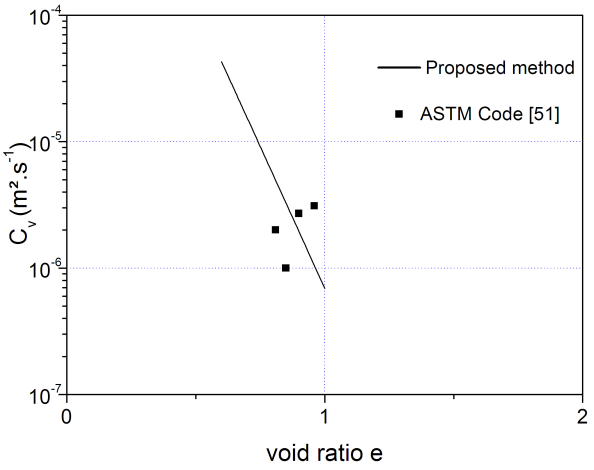



**Figure III.13.** Valeurs du coefficient de compressibilité en fonction de l'indice des vides obtenues avec la méthode B et la norme

L'étude de Rangeard et al. montre que la méthode B est particulièrement adaptée au matériau peu compressible comme les bétons courants (Rangeard et al. 2014). Au contraire, pour des matériaux compressibles comme les argiles, la norme et la méthode B donnent des résultats équivalents.

Il est aussi important de noter que la compressibilité chute lors de la structuration et la prise du ciment. Dans des prochaines études, il serait nécessaire d'étudier l'évolution de la compressibilité au cours du temps.

Maintenant que les méthodes d'analyse développées ont été présentées, les travaux étudiant l'influence des paramètres de formulation sur le comportement hydro-mécanique peuvent être présentée.

## III.4. Effet des paramètres de formulation

### III.4.1. Effet des superplastifiants de type polycarboxylate

*III.4.1.1. Effet des plastifiants de type polycarboxylate sur la perméabilité*

L'addition d'adjuvants de type polycarboxylate réduit la perméabilité des pâtes cimentaires à l'état frais, comme le montre la figure III.14.

Pour expliquer ce phénomène, deux hypothèses ont été émises. La première est que la viscosité du fluide interstitiel a été modifiée et la seconde consiste en une modification de la structure du réseau de grains, les effets des deux phénomènes pouvant se combiner.

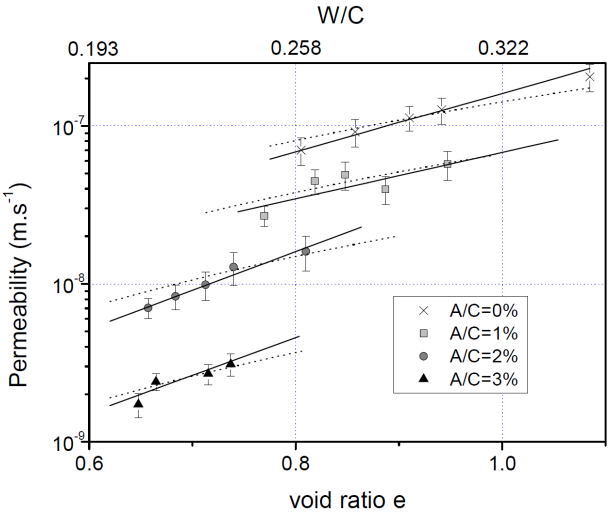



**Figure III.14.** Evolution de la perméabilité de pâtes de ciment en fonction du dosage massique (A/C) en polymère de type polycarbxylate pour plusieurs rapports E/C

La présence dans le fluide interstitielle de molécules de polymères non adsorbées sur les grains de ciment pourrait conduire à une augmentation de la viscosité du fluide interstitiel qui participerait à une diminution de la conductivité hydraulique mesurée (Hot 2013). Pour évaluer l'amplitude de l'effet de la présence de ces molécules, nous avons mesuré la viscosité du fluide interstitiel de la pâte présentant un rapport E/C de 0,3 et un dosage en plastifiant A/C de 2% avant mélange avec les grains de ciment et après percolation induite par l'essai de perméabilité. La mesure de la viscosité s'effectue avec une géométrie cône/plan (diamètre 60 mm, inclinaison 1%) en suivant la procédure décrite par Halelfadl et ses co-auteurs (Halelfadl et al. 2013). Les résultats montrent que la viscosité initiale à 20°C avant mélange est de 1,34 mPa.s et celle mesurée après percolation est de 1,08 mPa.s et sont à comparer avec la celle de l'eau utilisée 1,04 mPa.s. Il apparaît donc que pour l'adjuvant testé, l'augmentation de la viscosité interstitielle n'est pas à même d'expliquer la réduction de la perméabilité observée. En effet, la diminution de la perméabilité est de presque une décade en ajoutant 2% de plastifiant par rapport à la masse de ciment, alors que la variation de la viscosité interstitielle ne semble pas dépasser 5%.

En conséquence, l'effet de l'addition du plastifiant sur la perméabilité s'explique par un changement dans l'agencement du réseau des grains de ciment et donc par les propriétés défloculantes des polycarboxylates. Ces molécules induisent un effet de répulsion stérique permettant de séparer les grains de ciment (Ferrari et al. 2011; Flatt and Bowen 2003; Flatt and Schober 2012b; Kjeldsen et al. 2006; Perrot et al. 2012a; Roussel et al. 2010). Ainsi, pour les matériaux étudiés, la distance moyenne interparticulaire aux points de contact est multipliée par quatre quand la saturation en plastifiant est atteinte (Perrot et al. 2012a). L'ajoute de polycarboxylate transforme progressivement le réseau floculé en améliorant la dispersion des grains (Flatt and Bowen 2006; Kjeldsen et al. 2006). Sans plastifiant, un réseau de grains floculés présente des pores plus larges qui facilitent la percolation de l'eau à travers la pâte (Chougnet et al. 2008; Lootens 2006). Au contraire, quand les grains sont mieux dispersés, la taille des pores est plus homogène et leur dimension maximale est réduite. Une analyse cryo-microscopique effectuée par Zingg et al. étudiant l'effet des polycarboxylate sur la dispersion des grains de ciment montre que sans plastifiant les particules fines sont collées ensemble alors qu'avec l'addition à saturation de polycarboxylate, elles se retrouvent uniformément réparties dans l'espace (Zingg et al. 2008).

La figure 4 montre que la perméabilité est divisée par 16 en ajoutant un dosage à saturation de plastifiant pour un rapport E/C de 0,25. Cette forte réduction semble indiquer une forte amélioration de la stabilité d'un béton avec l'addition de plastifiant. Toutefois, la perméabilité de la pâte cimentaire, comme le montre l'analyse des forces interparticulaires, n'est pas le seul paramètre influençant la stabilité des bétons et l'addition d'adjuvants en diminuant les forces d'attraction entre grains peut induire du ressuage. D'un autre côté, l'idée reçue que l'addition de plastifiant diminue automatiquement la stabilité d'un matériau cimentaire est aussi fausse.

La figure III.15 présente le concept général de l'action des plastifiants sur le ressuage des matériaux à base cimentaire. Cette figure fait apparaître les isovaleurs de perméabilité en fonction du dosage en plastifiant et du rapport E/C. En plus de cela, la limite définie par Perrot et al. (Perrot et al. 2012a) entre un mélange stable et instable est tracée. Il est important de noter que la valeur de la perméabilité n'indique pas la quantité de ressuage mais sa vitesse initiale. Pour les mélanges instables, la quantité d'eau à évacuer avant d'atteindre un mélange stable est indiquée par la distance entre la valeur de E/C et la frontière des deux domaines.

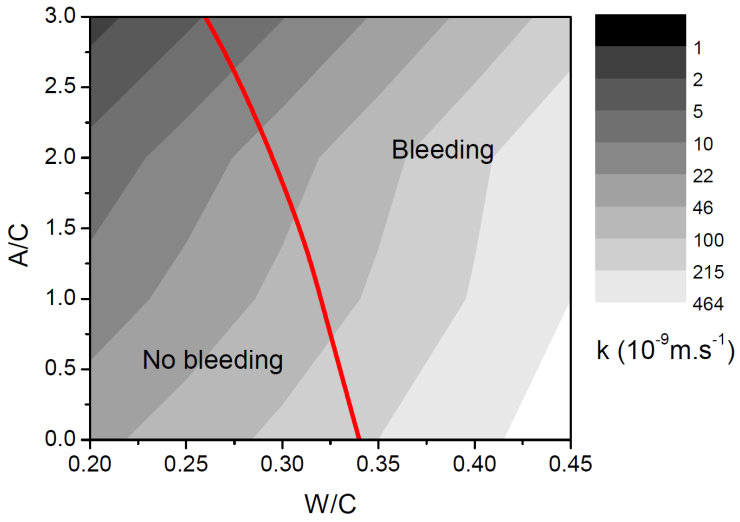



**Figure III.15.** Carte des valeurs de perméabilité pour des mélanges présentant des dosages en polycarboxylate variant de 0 à 3% et des valeurs de E/C compris entre 0,2 et 0,45. La ligne montre la frontière entre des formulations stables et des formulations sensibles au ressuage (critère donné par Perrot et al. (Perrot et al. 2012a))

Sur la ligne frontière, les effets de la gravité sont contrecarrés par les interactions colloïdales entre grains. Au dessus de cette ligne, le mélange est instable : les grains doivent se rapprocher pour trouver un équilibre mécanique.

Par exemple, une pâte de rapport E/C 0,32 sans plastifiant ne montre pas de ressuage. Avec l'addition de 2% du plastifiant utilisé, le rapport E/C se retrouve au dessus du rapport critique au-delà duquel la pâte n'est pas stable. Une addition supplémentaire de plastifiant provoque par contre une diminution de la perméabilité qui va réduire la vitesse de ressuage.

Pour une pâte plus raide (en dessous d'un rapport E/C de 0,26), l'addition du polycarboxylate testé n'a pas d'influence sur le ressuage car la pâte est toujours stable mécaniquement.

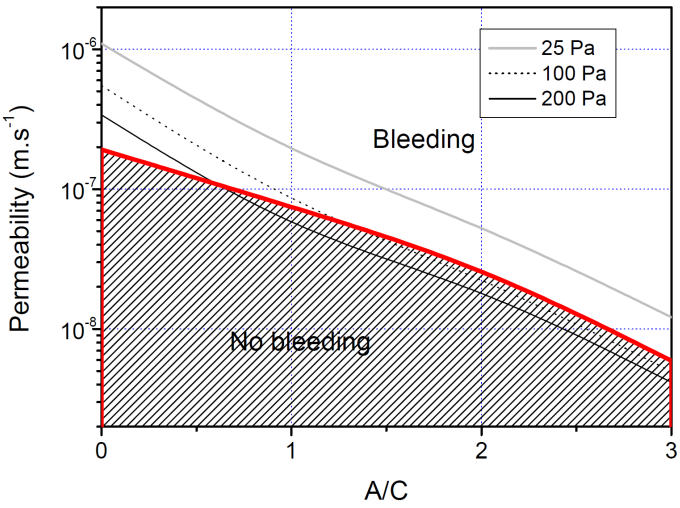



**Figure III.16.** Carte des valeurs de perméabilité pour des mélanges présentant des dosages en polycarboxylate variant de 0 à 3% et des valeurs de E/C compris entre 0,2 et 0,45. La ligne montre la frontière entre des formulations stables et des formulations sensibles au ressuage (critère donné par Perrot et al. (Perrot et al. 2012a))

Au contraire, les pâtes les plus fluides (par exemple pour un seuil de cisaillement de 25 Pa) se trouvent toutes dans le domaine instable (figure III.7). On note que pour cette pâte, la perméabilité est divisée par presque deux décades avec l'ajout à saturation du plastifiant. Celui-ci permet donc de réduire nettement la vitesse de ressuage et participe donc à maintenir la stabilité de la pâte et à réduire, par exemple, le recours à l'emploi d'agent viscosant ou à des fines minérales.

*III.4.1.2.Effet des plastifiants de type polycarboxylate sur la compressibilité*

Le phénomène de ressuage n'est pas seulement gouverné par la perméabilité du squelette granulaire, qui régit sa vitesse, mais aussi par la quantité d'eau à évacuer pour atteindre l'équilibre mécanique. Ainsi, sous chargement (par exemple le poids du béton dans un coffrage), l'équilibre mécanique sera obtenu après une consolidation plus ou moins marquée. D'après l'équation (III.14), l'amplitude de la consolidation est régie par le coefficient de compressibilité $\lambda$, comme le montre les modélisations de la littérature (Josserand et al. 2006; King and Raffle 1976; Morris and Dux 2010). La méthode B présentée au paragraphe précédent est ici utilisée.

La courbe reliant l'indice des vides en fonction du logarithme de la contrainte effective est tracée pour des pâtes présentant un rapport E/C élevé (0,55) pour des dosages en plastifiant différents (figure III.17). Indépendamment du dosage en plastifiant, le même comportement est observé avec l'obtention d'une courbe trilinéaire :

- Si l'indice des vides est supérieur à 1,2 (c'est-à-dire si la fraction volumique solide est supérieure à 0,46), la fraction de solide est inférieure à la fraction de packing aléatoire qui se situe autour de $0{,}8\phi_m$ ($\phi_m$ = 0,59 pour le ciment testé) (Lecompte et al. 2012; Mansoutre et al. 1999; Roussel et al. 2010; Van Damme et al. 2002; Yammine et al. 2008). Dans ce cas, la compressibilité est gouvernée par des contributions hydro-dynamiques et l'équilibre est atteint grâce aux interactions colloïdales. Hélas, dans

cette partie, la sensibilité des capteurs n'est pas suffisante pour obtenir des valeurs de $\lambda$ et pour différencier les comportements en fonction du dosage en plastifiant.

- Si l'indice des vides est supérieur à 1,2 (c'est-à-dire si la fraction volumique solide est au-delà de la fraction volumique de packing) un réseau rigide de contact existe et le comportement à la compression est gouverné par les fractions intergranulaires. Dans ce cas, la valeur de $\lambda$ est de 0,06 et elle ne dépend pas du dosage en plastifiant.

- La troisième partie de la courbe correspond au retour élastique obtenu lors du déchargement.

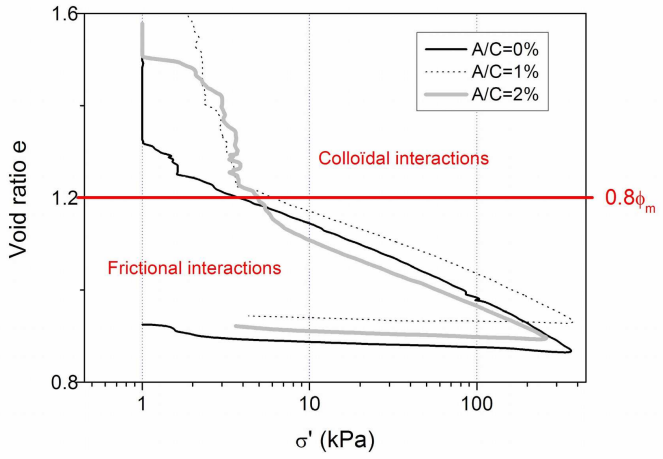



**Figure III.17.** Courbe de compressibilité pour différents dosages en polycarboxylate.

### III.4.2. Effet des granulats sur la perméabilité

La durée des mesures de perméabilité dépend de l'épaisseur de l'échantillon. Comme vu précédemment pour les méthodes A et B développées, des mesures précises demandent plusieurs dizaines de minutes pour des pâtes de ciment (Picandet et al. 2011; Perrot et al. 2013b). Le passage de ces techniques à des bétons nécessiterait d'augmenter la taille des échantillons et donc d'avoir des durées qui interféraient avec la prise du liant.

La modélisation apparaît donc comme la voie la plus prometteuse pour prévoir la perméabilité du béton. La stratégie proposée est la même que celle utilisée pour le seuil de cisaillement des mortiers et des bétons : prédire une caractéristique d'une pâte porteuse comportant une fraction volumique donnée d'inclusions rigides (Perrot et al. 2013a; Chateau et al. 2008; Toutou and Roussel 2006). Les granulats sont considérés comme des particules sphériques imperméables ne présentant pas d'interactions colloïdales. Une modification de la loi de Darcy permet de prendre en compte l'augmentation de la longueur du chemin de percolation due à la présence des inclusions dans la pâte de ciment. Au niveau d'une suspension, la loi de Darcy peut être écrite à l'aide de l'équation (III.6) en fonction d'une pression équivalente à une hauteur d'eau constante *Dh*. La modélisation proposée se base sur l'écoulement au sein de la pâte porteuse. A l'échelle de la pâte de ciment, le modèle considère que les granulats sont des inclusions rigides et imperméables qui augmente la longueur du chemin d'écoulement et qui diminue la section de l'écoulement. A cette échelle, la loi de Darcy peut s'écrire :

$$Q = k_{SP} \frac{\Delta h}{L_{SP}} S_{SP} \quad \text{(III.16)}$$

Avec $k_{SP}$, $L_{SP}$ and $S_{SP}$ respectivement, la perméabilité, la longueur du chemin de percolation et la surface de l'échantillon traversée par l'écoulement. Pour les équations (III.6) et (III.16), les débits volumiques sont égaux si on considère le même écoulement. En conséquence, la perméabilité du matériau peut s'écrire :

$$k = k_{SP} \frac{L}{L_{SP}} \frac{S_{SP}}{S} \quad \text{(III.17)}$$

Le rapport de surface moyenne couverte par la pâte de ciment sur celle couverte par tout le matériau peut s'écrire simplement en fonction de la fraction volumique d'inclusion φ, en faisant l'hypothèse d'une distribution homogène :

$$\frac{S_{SP}}{S} = (1-\varphi)^{2/3} \quad \text{(III.18)}$$

Le rapport $L_{SP}/L$ représente le coefficient de tortuosité, noté $\tau$, qui traduit la déviation du chemin d'écoulement amenée par la présence des inclusions par rapport à une ligne droite (Shen and Chen 2007). Ce coefficient est le même que celui utilisé pour corriger le coefficient de diffusion lors de la propagation d'espèce chimique dans une suspension d'eau et de particules (Neale and Nader 1973; Akanni and Evans 1987). En utilisant la définition de la tortuosité, il est possible d'écrire la perméabilité du matériau de la manière suivante :

$$k = k_{SP} \frac{(1-\varphi)^{2/3}}{\tau} \quad \text{(III.19)}$$

Plusieurs auteurs ont proposé des relations empiriques ou théoriques permettant de relier la tortuosité à la fraction volumique solide d'inclusion (Shen and Chen 2007). Parmi ces modèles, Neale et Nader ont proposé une relation géométrique de la tortuosité pour une assemblée isotrope de particules sphériques. Cette expression s'écrit :

$$\tau = \left( \frac{3-\varphi}{2} \right)^{1/2} \quad \text{(III.20)}$$

Il est aussi possible d'obtenir une estimation de la tortuosité en moyennant sur un volume représentatif les chemins les plus courts que le fluide doit prendre pour contourner la particule. Ce calcul donne l'expression suivante :

$$\tau = \pi \left( \frac{4\pi}{3\varphi} \right)^{-1} \left( \frac{4(1-\varphi)}{3\varphi} + \frac{\pi}{2} \right) \quad \text{(III.21)}$$

Ces deux expressions fournissent des valeurs de perméabilité très proches. Il est important de noter qu'avec ce modèle, la perméabilité ne dépend pas de la taille des inclusions mais uniquement de leur quantité. La même caractéristique apparaît pour la modélisation du seuil de cisaillement des mortiers à partir de celui de la pâte de ciment (Mahaut et al. 2008b).

Les résultats obtenus avec des billes de verre de diamètres différents sont tracés sur la figure III.18. La figure montre que le modèle prédit extrêmement bien la perméabilité de la suspension d'inclusions imperméables. Ainsi, comme prévu par le modèle, la perméabilité ne dépend ni du fluide porteur, ni du diamètre des particules.

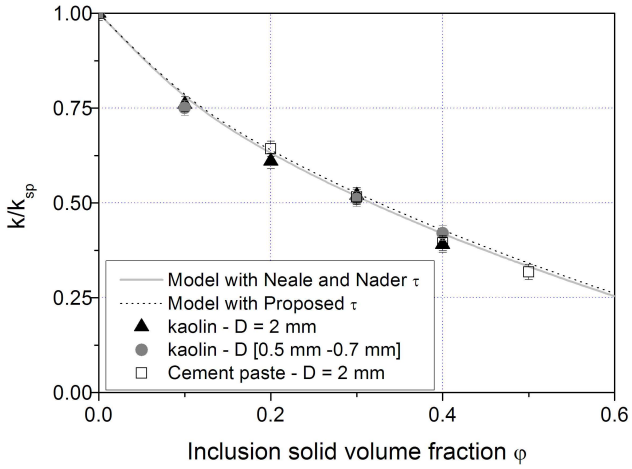



**Figure III.18.** Comparison between the proposed model and experimental observations performed on kaolin and cement pastes containing different quantities of glass beads of diameter D.

Il est extrêmement important de vérifier si le modèle est aussi capable de prédire la perméabilité pour des matériaux réels et pas seulement pour des inclusions modèles. Ainsi, un sable présentant une distribution de taille des grains ainsi qu'une rugosité de surface est testé. La figure III.19 montre que le modèle est capable de prédire assez fidèlement la perméabilité d'une suspension de sable dans une pâte de ciment en considérant ce type d'inclusions comme des sphères ayant un diamètre correspondant au diamètre moyen des particules de sable. Ce modèle est donc facilement transposable aux matériaux réels.

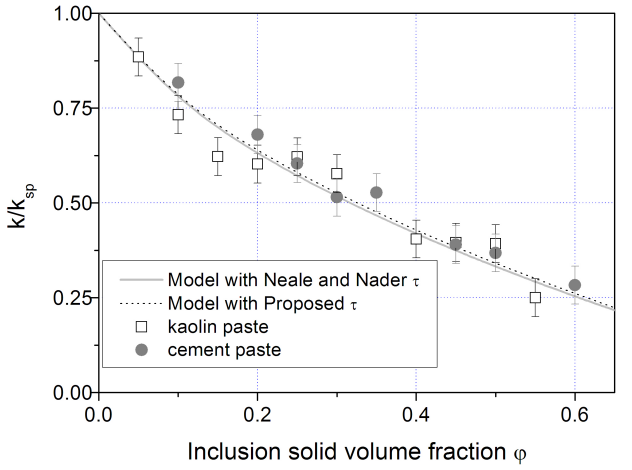



**Figure III.19.** Comparison between the proposed model and experimental observations performed on kaolin and cement pastes containing different quantities of glass beads of diameter D.

Il est aussi possible de passer à l'échelle du béton en considérant le mortier comme pâte porteuse et les graviers comme inclusions. Cette modélisation apparaît d'autant plus acceptable que les granulométries du gravier et du sable sont séparées.

## III.5. Conclusions et perspectives

Cette partie présente les concepts et les outils que j'ai pu développer au cours de mes travaux de recherche pour comprendre et étudier la stabilité des matériaux à base cimentaire à l'état frais. Des avancés originales ont été faites sur le développement de moyens de caractérisation (perméamètre, œdomètre) (Picandet et al. 2011; Rangeard et al. 2014) et sur la compréhension des mécanismes liées au ressuage, notamment à partir de l'analyse microscopique des forces agissant à l'échelle des grains (Perrot et al. 2012a; Perrot et al. 2013b). Aussi, le changement d'échelle pour prédire la perméabilité des bétons à partir de celle des pâtes de ciment a été traité.

Certains aspects méritent toutefois d'être approfondis ou étudiés. Ainsi la compréhension du comportement de compression des pâtes de ciment adjuvantées pour des E/C assez importants (où le comportement n'est pas dicté par des contacts grains/grains) permettrait d'avoir des informations sur la structure du réseau de grains et de détecter une fraction volumique de percolation. Aussi, l'évolution du coefficient de compressibilité avec le temps de repos permettrait de mettre en place des modélisations précises de la consolidation en coffrage et des hétérogénéités qui en découle.

Un dernier aspect intéressant serait de relier les paramètres du comportement hydro-mécanique comme la perméabilité aux essais normalisés (essai de stabilité au tamis des bétons autoplaçants, par exemple). Cela permettrait de faire un lien de causalité entre formulation, comportement et classement normatif.

# IV. THIXOTROPIE ET PERTE D'OUVRABILITE

## IV.1. Introduction

Le comportement des matériaux à base cimentaire est thixotrope (Lapasin et al. 1979; Roussel 2005, 2006b; Wallevik 2009; Jarny et al. 2008; Jarny et al. 2005). Au repos et sous faible vitesse de cisaillement, des connexions entre les grains de ciment se créent. Cette structuration augmente alors la viscosité apparente de ces matériaux. Au contraire, sous fort cisaillement, les liens entre les grains sont rompus et ne peuvent plus se reformer ce qui a pour conséquence de fluidifier le matériau.

Roussel et al. ont montré que la structuration des grains était le résultat de deux phénomènes physico-chimiques distincts se produisant sur des échelles de temps différentes (Roussel et al. 2012). Le premier phénomène, assez rapide (quelques minutes) correspond à la floculation des grains de ciment. Le second, s'étalant pendant toute la période dormante (c'est-à-dire avant la prise), correspond à un phénomène de nucléation des grains par la formation d'hydrates de silicate de calcium (CSH) dans les zones de contact entre grains.

A l'échelle macroscopique, cette structuration du réseau de grains de ciment induit une augmentation linéaire du seuil de cisaillement du matériau laissé au repos (Roussel 2005, 2006b). Ainsi, il est possible de définir une vitesse de structuration $A_{thix}$ exprimée en $Pa.s^{-1}$ représentant donc le taux d'accroissement du seuil de cisaillement du matériau au repos. Cette vitesse est égale à la pente de la droite décrivant l'évolution du seuil de cisaillement avec la durée de repos qu'a connue le matériau.

La structuration des matériaux cimentaires à l'état frais permet d'expliquer plusieurs phénomènes rencontrés lors du coulage de béton fluide comme la diminution de la pression agissant sur les coffrages (Tchamba et al. 2008; Perrot et al. 2009a; Ovarlez and Roussel 2006) ou le problème du coulage multicouches (Roussel 2007; Roussel and Cussigh 2008). Dans le premier cas, la structuration de la pâte joue un rôle positif, la pression agissant sur le coffrage pouvant être régulée en jouant sur le rapport entre les vitesses de coulage et de structuration. Dans le second cas, en revanche, une vitesse de structuration trop grande provoque des discontinuités entre coulages successifs de couches de béton. D'une manière générale, la vitesse de structuration traduit une perte d'ouvrabilité et une rigidification de la pâte qui, bien contrôlée et utilisée intelligemment, peut amener à l'amélioration des procédés de mise en œuvre sur chantier. D'un autre coté, si la structuration n'est pas prise en compte, des difficultés de mise en œuvre peuvent apparaître. Cette propriété des matériaux cimentaires a donc été largement étudiée ces dernières années.

Dans cette partie, je présenterai dans un premier temps les moyens expérimentaux développés pour évaluer la vitesse de structuration et donc le coefficient $A_{thix}$. Ensuite, je présenterai les travaux relatifs à l'étude de l'influence des paramètres de formulation sur la vitesse de structuration. Enfin, je terminerai par présenter mes travaux sur l'utilisation de la vitesse de structuration pour prédire la poussée sur les coffrages remplis de bétons fluides.

## IV.2. Mesures de la vitesse de structuration

### IV.2.1. Rhéométrie classique

Pour déterminer la vitesse de structuration, il est possible d'utiliser les outils rhéométriques classiques. Dans ce cas, il convient de laisser le matériau se structurer pendant une durée de repos fixé avant d'effectuer un essai. La géométrie Vane est particulièrement utilisée dans ce cas (Lecompte et al. 2012; Ovarlez and Roussel 2006; Roussel 2006b; Tchamba et al. 2008). Ainsi, la réalisation d'essais de cisaillement sur des échantillons présentant plusieurs durées de repos permet de déterminer la vitesse de structuration. Khayat et al. (Khayat et al. 2012) listent plusieurs types d'essais reposant sur ces principes et utilisables sur chantier capables de prédire cette vitesse. Ces essais sont relativement simples mais ils ont l'inconvénient d'être destructifs.

Une autre méthode utilise la rhéométrie oscillatoire pour déterminer à quelle vitesse se structure la pâte. Dans ce cas, la mesure se déroule en régime élastique et la déformation reste inférieure à la déformation critique de rupture du matériau. Ainsi, les liens entre les grains ne sont pas rompus et le matériau continue de se structurer (Roussel et al. 2012; Lootens et al. 2009). Avec cette méthode, c'est l'évolution du module d'élasticité qui est suivie en fonction du temps. Roussel et al. relie ce module à la contrainte de cisaillement en utilisant le fait que la déformation critique, qui est celle des hydrates de CSH reste constante au cours du temps (Lootens et al. 2009; Roussel et al. 2012). De ce fait, la multiplication du module de cisaillement par la déformation critique permet d'obtenir la valeur du seuil de cisaillement. A l'inverse des essais destructifs, ces essais ont l'avantage de préserver l'échantillon pendant toute la durée de la structuration. Cependant, ils sont difficilement transposables sur chantier car ils utilisent des rhéomètres assez sophistiqués et ne sont applicables que sur les pâtes de ciment (c'est-à-dire sans ajout de granulats) à cause de la taille des entrefers disponibles dans de tels appareils.

### IV.2.2. Essai à la plaque

#### *IV.2.2.1. Principe de l'essai*

Le principe du test développé s'inspire du travail de Kee et al. (De Kee et al. 1980; Zhang et al. 2010) qui consiste en la mesure de la contrainte générée par le mouvement d'une plaque immergée dans une pâte. La différence principale est qu'aucun mouvement n'est imposé à la plaque pour l'essai développé. Le cisaillement est obtenu grâce au mouvement du matériau cimentaire sous l'effet de la gravité.

L'essai à la plaque a donc été développé dans le but de mettre au point un essai simple pour suivre la vitesse de structuration des matériaux à base cimentaire laissés au repos (Tchamba et al. 2008). C'est un essai simple, non destructif qui fournit de manière continue la variation du seuil de cisaillement en fonction du temps. Les conditions de réussites de l'essai et sa justification physique sont données dans des études ultérieures (Sleiman et al. 2010; Amziane et al. 2008). Il est ainsi utile pour déterminer le coefficient $A_{thix}$ pendant la période dormante et peut aussi donner des informations sur les instants de début et de fin de prise (Sleiman et al. 2010).

La méthode consiste à mesurer le poids apparent d'une plaque fine (Amziane et al. 2008) ou d'un cylindre immergé dans un matériau à base cimentaire (Perrot et al. 2009a; Sleiman et al. 2010). La surface de la plaque doit être rugueuse pour éviter tout glissement du matériau sur la plaque. Comme le montre la figure IV.1, l'essai peut-être réalisé en mesurant le poids apparent de la plaque ou en mesurant le poids du récipient portant le matériau. Il a été démontré que les variations de masse enregistrées sont égales dans les deux cas (Amziane et al., 2008). Cette variation de masse est reliée à une augmentation de la contrainte de cisaillement à l'interface entre le matériau et la plaque due à la structuration du matériau à base cimentaire.

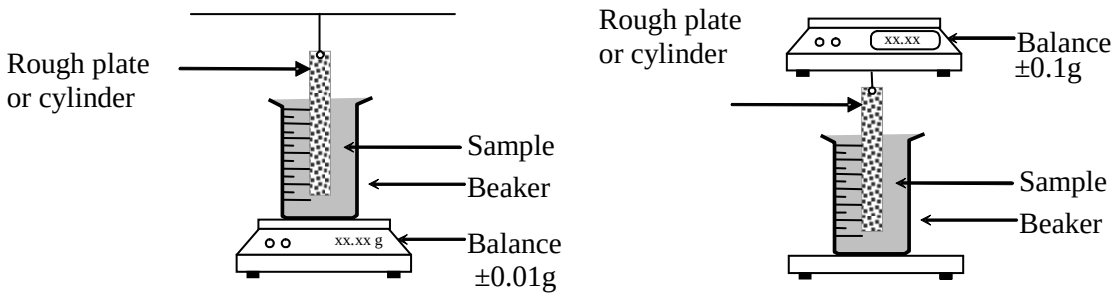



**Figure IV.1.** Différentes configurations de suivi de masse dans le cas de l'essai de plaque.

Laissés au repos, les grains de ciment et le fluide interstitiel se réorganisent sous l'effet de la gravité. Cette réorganisation induit une consolidation verticale de la pâte qui conduit à un tassement responsable d'un mouvement relatif plaque/matériau dirigé vers le bas. Pour assurer le fait que la contrainte mesurée soit égale à la contrainte seuil, il est nécessaire que ce tassement soit suffisant afin que la déformation critique soit atteinte à l'interface plaque/matériau (Roussel et al. 2010; Roussel et al. 2012). Ce tassement, noté $\Delta H(z)$ est maximal à la surface du matériau et augmente avec la hauteur de l'échantillon. Il est donc nécessaire que sa valeur soit supérieure à une valeur critique notée $\Delta H_c$ sur toute la hauteur de la plaque. L'augmentation de la hauteur de l'échantillon doit permettre de s'assurer que cette valeur critique soit atteinte et permette d'obtenir un cisaillement à l'interface plaque/matériau (figure IV.2). L'utilisation de la mécanique des sols et de la théorie de la consolidation présentées au chapitre précédent pourrait aider à prévoir la hauteur de l'échantillon.

Il est à noter que la procédure d'immersion est aussi décisive dans la réussite de l'essai. En effet, lorsque la plaque est enfoncée dans le matériau cimentaire, les forces de frottement agissant sur la plaque sont dirigées vers le haut et caractérisent la résistance à l'enfoncement exercée par le matériau. La consolidation va ensuite induire un mouvement du matériau vers le bas qui va inverser le sens de frottement pour cisailler le matériau. Cependant, ce phénomène peut être assez long et il est conseillé de remonter légèrement la plaque pour que la direction initiale du frottement soit la même que celle induite par la consolidation du matériau.

L'analyse des données se base sur l'équation d'équilibre des forces sur une plaque statique (figure IV.2). Trois forces agissent simultanément sur elle : la gravité, la poussée d'Archimède et le frottement sur sa surface. La masse de la plaque est notée $M_0$ et ne varie pas avec le temps.

$$M_0(t)\times\vec{g}=\overrightarrow{F_{gravity}} \qquad \text{(IV.1)}$$

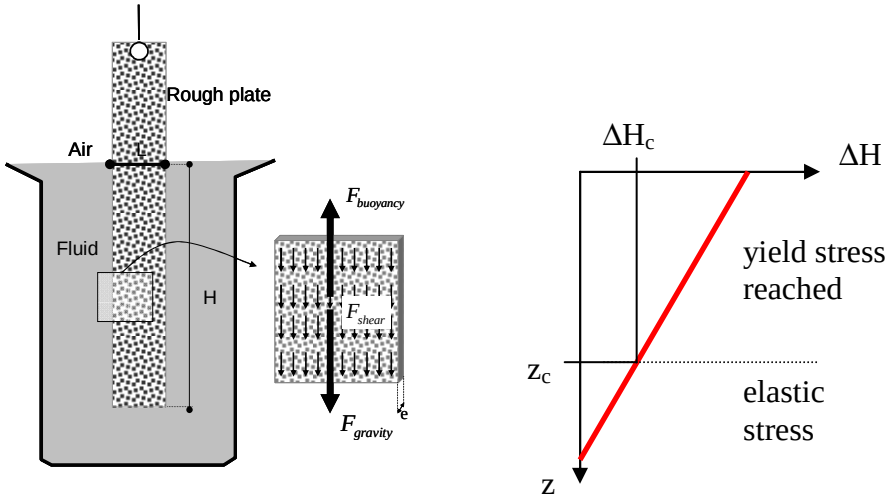



**Figure IV.2.** Explication physique du cisaillement à l'interface matériau/plaque.

Après immersion, la masse apparente mesurée $M(t)$ dépend également des forces induites par le matériau dans lequel la plaque est immergée :

$$M(t)\times\vec{g}=\overrightarrow{F_{gravity}}+\overrightarrow{F_{buoyancy}}+\overrightarrow{F_{shear}} \qquad \text{(IV.2)}$$

Avec $F_{gravity}$ le poids de la plaque, $F_{buoyancy}$ la poussée d'Archimède et $F_{shear}$ la force liée au frottement à l'interface entre le matériau et la plaque. On suppose qu'il n'y a pas d'effet de pointe sous la plaque car la plaque choisie est très fine. Cette hypothèse est renforcée dans le cas où on imprime à la plaque un léger mouvement vers le haut après son immersion. En conséquence, la variation de masse induite par l'introduction de la plaque s'écrit de la manière suivante :

$$\Delta M(t)=M(t)-M_0(t)=\frac{1}{g}(-F_{buoyancy}(t)+F_{shear}(t)) \qquad \text{(IV.3)}$$

Si on considère que le matériau est homogène et donc que la masse volumique $\rho$ du matériau testée reste constante, la contrainte de frottement $\tau(t)$ à l'interface agissant sur la surface $S$ de la plaque peut s'écrire :

$$\tau(t)=\frac{g}{2}\left[\frac{\Delta M(t)-\rho V}{S}\right] \qquad \text{(IV.4)}$$

Avec $V$ est le volume de la plaque immergée. Lorsque le tassement du matériau est suffisant, le matériau est cisaillé à la paroi. Dans ce cas, la contrainte à la surface est égale au seuil de cisaillement et l'équation (IV.4) peut s'écrire :

$$\tau_0(t)=\frac{g}{2}\left[\frac{\Delta M(t)-\rho V}{S}\right] \qquad \text{(IV.5)}$$

*IV.2.2.2. Validation expérimentale de l'essai de plaque*

Comme mentionné dans l'introduction de ce chapitre, le seuil de cisaillement des matériaux à base cimentaire laissés au repos augmente linéairement avec la durée. En principe, le test à la plaque doit être capable de mesurer le coefficient $A_{thix}$ qui reflète la structuration du matériau au repos. Pour vérifier cette hypothèse, une pâte de ciment est testée. La pâte de ciment utilisée présente un rapport massique eau/ciment de 0,4 ($E/C$ = 0,4). A la fin de la période de malaxage, le test à la plaque est effectué après avoir coulé le matériau dans un récipient cylindrique de 30 cm de haut. Dans le même temps, le seuil de cisaillement est déterminé en réalisant des mesures du seuil de cisaillement au Vane test sur des échantillons ayant été soumis à différents temps de repos après malaxage (5 min, 15 min, 30 min et 40 min). La figure IV.3 montre une bonne corrélation entre les contraintes obtenues avec le Vane test et la plaque.

L'utilisation de l'équation (IV.5) permet de retrouver le même seuil de cisaillement que celui mesuré avec le Vane test à un instant *t*. La pâte de ciment transfère donc une partie de son poids en s'accrochant sur la plaque.

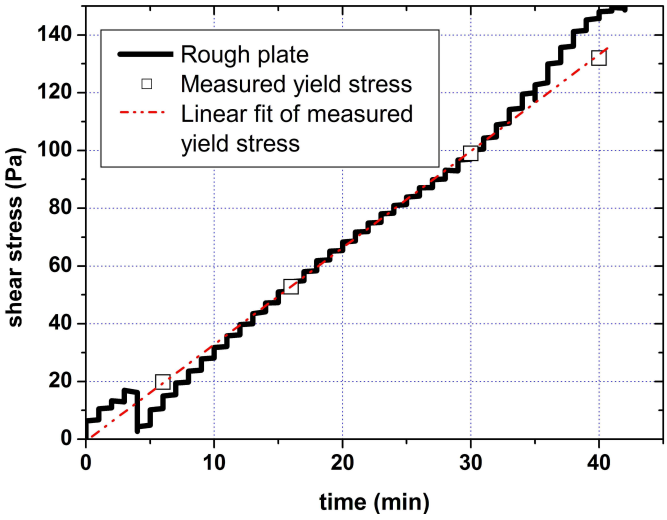



**Figure IV.3.** Evolution de la contrainte seuil de la pâte de ciment mesurée par l'essai de plaque et le vane test.

Cette méthode permet aussi d'avoir des informations sur les durées de prise des matériaux à seuil. La figure IV.4 présente, la comparaison des résultats obtenus avec différentes méthodes : l'essai de plaque, l'aiguille de Vicat et des mesures de seuil réalisées au Vane test. Sur cette figure, le point B définit le début de la prise qui se situe à 2h45. Deux autres points A et C sont définis sur la figure IV.4 pour définir deux sections spécifiques de la courbe :

- Section AB : une augmentation modérée du seuil de cisaillement en fonction du temps.
- Section BC : une augmentation rapide du seuil de cisaillement indiquant la transformation du matériau d'un fluide à un solide.

L'essai à la plaque permet donc de donner des indications sur la cinétique de prise du ciment car le changement de pente dans l'augmentation du seuil se produit simultanément avec le début de prise « Vicat ». Dans tous les cas, il est nécessaire de s'assurer que la contrainte

mesurée est bien le seuil de cisaillement. Pour cela, il faut s'assurer que la déformation est suffisante ou qu'il n'y a pas de glissement à la surface de la plaque ou de l'outil immergé. Des exemples de résultats erronés sont donnés sur la figure IV.5.

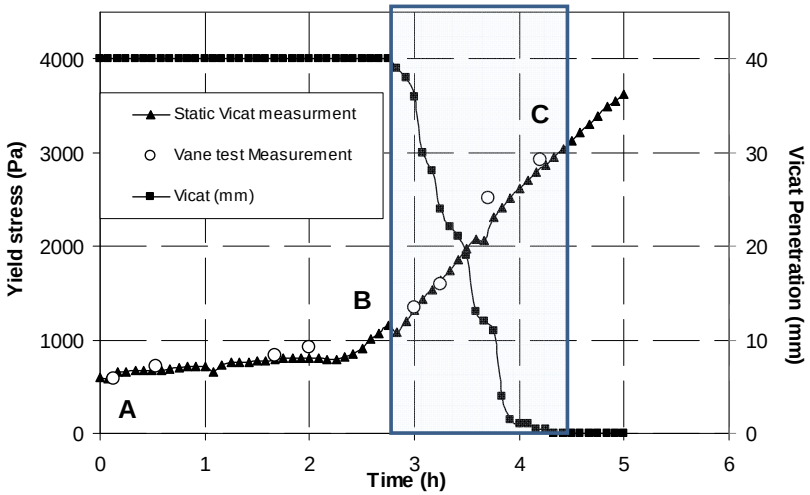



**Figure IV.4.** Confrontation de l'essai de prise Vicat (pénétration de l'aiguille en mm) avec des seuils de cisaillement mesurés avec l'essai de plaque (immersion d'une aiguille Vicat striée – static Vicat measurement), avec une géométrie Vane.

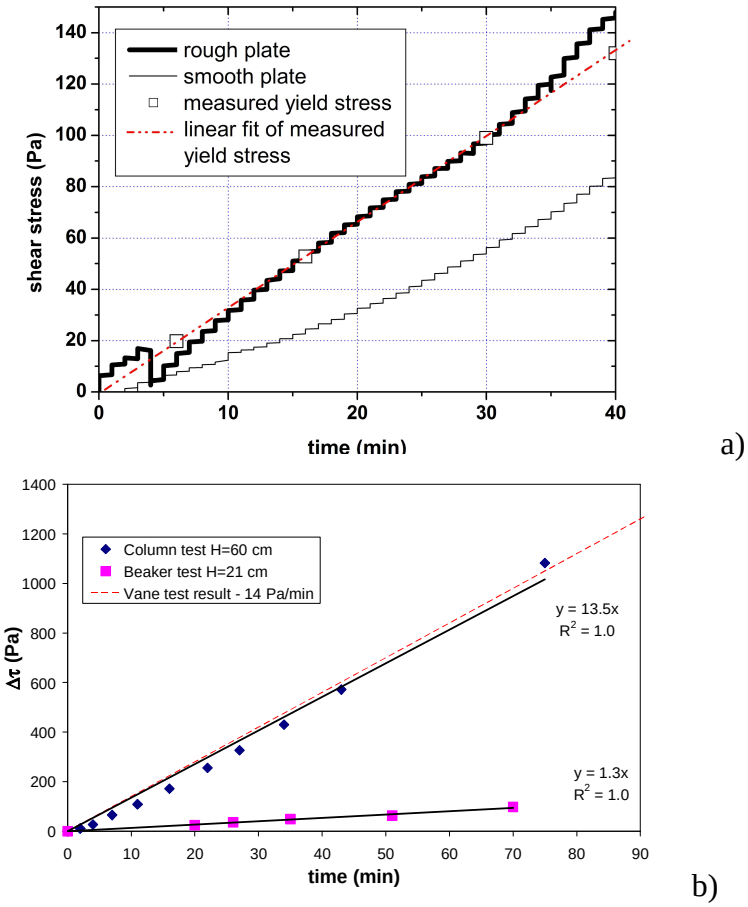



**Figure IV.5.** Exemples de mauvais protocoles pour essais à la plaque – comparaison avec des mesures adéquats. a) plaques non rugueuses – b) tassement du matériau insuffisant (donc hauteur de l'échantillon inadaptée).

## IV.3. Effet de paramètres de formulation

### IV.3.1. Effet de la fraction volumique de granulats

La concentration en granulats d'un béton influe directement sur son comportement rhéologique (Mahaut et al. 2008a; Mahaut et al. 2008b; Yammine et al. 2008). Ainsi, l'ouvrabilité d'un béton diminue lorsque l'on ajoute des grains de sable ou de gravier.

Le modèle de Chateau (Chateau et al. 2008), à partir d'une méthode d'homogénéisation sur un matériau isotrope, donne une relation entre le seuil de cisaillement d'une suspension de grains dans un fluide à seuil et la fraction volumique d'inclusions sphériques. Mahaut et al. ont prouvé que ce modèle s'applique parfaitement à des suspensions de grains dans des pâtes de ciment (Mahaut et al. 2008a; Mahaut et al. 2008b). Les auteurs généralisent même la relation du seuil de cisaillement au coefficient $A_{thix}$ :

$$\frac{A_{thix}(\phi_s)}{A_{thix}^{CP}} = \frac{\tau_0(\phi_s)}{\tau_0^{CP}} = \sqrt{\frac{1-\phi_s}{(1-\phi_s/\phi_{RLP})^{2.5\phi_{RLP}}}} \qquad \text{(IV.6)}$$

où $\phi_s$ est la fraction volumique de granulats, $\phi_{RLP}$ la fraction volumique de packing aléatoire des granulats, $A_{thix}^{CP}$ et $\tau_0^{CP}$ respectivement le coefficient de structuration et le seuil de cisaillement de la pâte de ciment.

Cette relation est valable si les interactions entre grains ne sont que de nature hydrodynamique. C'est-à-dire qu'il faut que la fraction volumique de granulats soit comprise entre 0 et $\phi_{RLP}$. Au-delà de cette valeur, les contacts entre granulats jouent un rôle important sur la rhéologie du matériau et peuvent même devenir prépondérants dans le phénomène de résistance à l'écoulement (Yammine et al. 2008). Ce passage est typique de la transition entre un béton fluide et un béton classique.

Les travaux réalisés au laboratoire (Lecompte et al. 2012) ont montré que cette transition de régime d'écoulement avait un impact sur la vitesse de structuration (figure IV.6). Ainsi, jusqu'à $\phi_{RLP}$ (qui est proche de $0{,}8\phi_m$ avec $\phi_m$ la fraction volumique maximale ou la fraction d'empilement compact traditionnellement appelé packing dense), le coefficient de structuration augmente avec une forme proche de celle prédite par le modèle de Chateau. Ensuite, le coefficient de structuration diminue avec l'augmentation de $\phi_s$ et donc avec le nombre de contacts entre grains.

Ce changement dans le sens d'évolution du coefficient de structuration montre bien la transition de comportement entre un écoulement régi par des interactions hydrodynamiques et un écoulement régi par des contacts directs entre granulats. Dans le premier cas, c'est la pâte de ciment qui contrôle le comportement et les interactions hydrodynamiques liées à la présence de granulats ne font qu'amplifier la dissipation d'énergie dans la pâte de ciment. Au contraire dans le second cas, ce sont les contacts entre granulats qui contrôlent l'écoulement car ils créent un réseau solide dont la résistance à l'écoulement est plus forte que celle de la pâte de ciment.

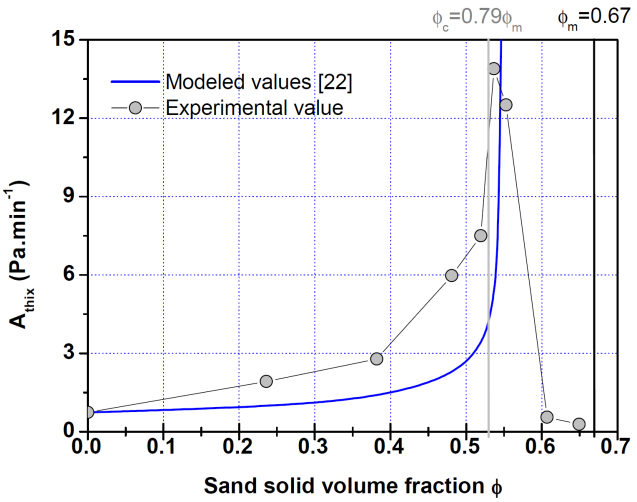



Fig. 1

**Figure IV.6.** Evolution du coefficient de structuration $A_{thix}$ avec la fraction volumique de sable.

Les résultats de la figure IV.6 sont obtenus à partir de la mesure du seuil de cisaillement d'un mortier en utilisant un rhéomètre de type Vane Test dont la cuve est équipée d'un capteur de pression interstitielle (figure IV.7).

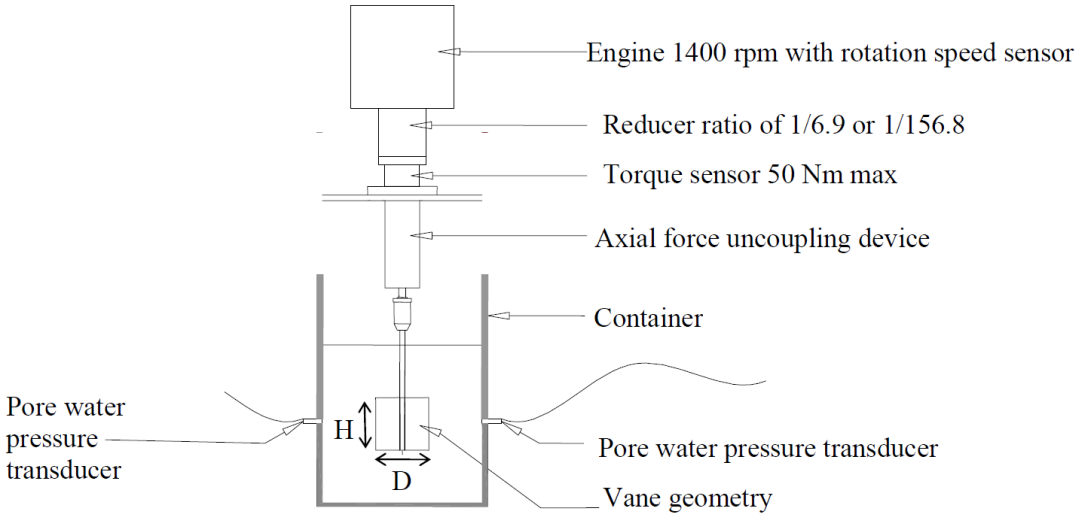



**Figure IV.7.** Rhéomètre, équipé d'une mesure de la pression interstitielle et utilisé pour la mesure du coefficient de structuration.

Les mesures de pression interstitielle apportent des preuves supplémentaires du changement de régime d'écoulement apporté par l'augmentation de fraction volumique de granulats au-delà de la fraction volumique de packing. La figure IV.8 montre clairement que pour les fractions volumiques de granulats inférieures à la fraction volumique de packing, le cisaillement provoque une légère surpression du fluide interstitiel alors que pour des fractions volumiques supérieures à la fraction volumique de packing, une forte dépression du fluide interstitiel apparaît. Cette dépression est typique d'un comportement dilatant où les contacts intergranulaires sont prédominants.

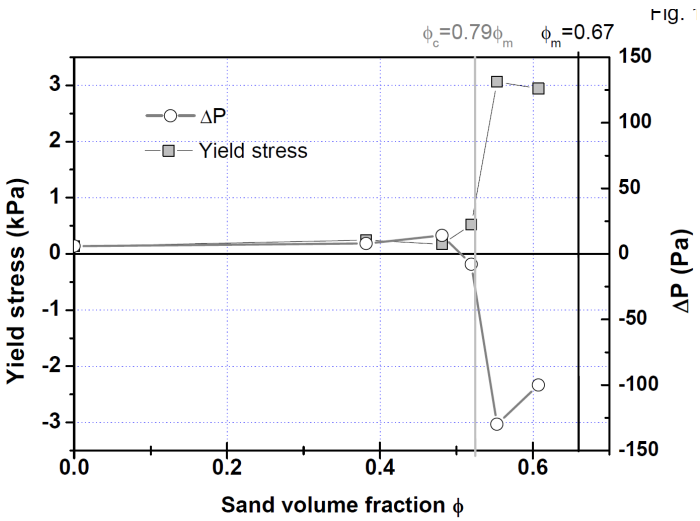



**Figure IV.8.** Evolution du seuil du cisaillement d'un mortier et de la pression interstitielle enregistrée lors du cisaillement avec la fraction volumique de sable.

### IV.3.2. Effet de la fraction volumique de fibres

A la manière des travaux de Martinie et al. sur le seuil de cisaillement des bétons fibrés, il est possible de faire une analogie entre l'action des granulats et des fibres pour le coefficient de structuration (Martinie et al. 2010). Ainsi, ces auteurs proposent un encombrement relatif des fibres et des grains qui est défini comme la somme des rapports entre fraction volumique et fraction volumique maximale des grains et des fibres :

$$P_f = \phi_f \cdot \frac{r}{4} + \frac{\phi_s}{\phi_m} \qquad \text{(IV.7)}$$

Avec $r$ le rapport d'aspect des fibres et $\phi_f$ la fraction volumique de fibres. Le rapport $4/r$ représente la fraction volumique maximale de fibres. Cependant, cette combinaison linéaire des effets dissociés de chaque type d'inclusions sous-estime sans doute l'encombrement relatif car les effets de parois et les interactions entre chaque famille de charges ne sont pas pris en compte.

L'intégration de l'équation (IV.7) dans le modèle de Chateau permet de modéliser le seuil de cisaillement ou la vitesse de structuration (pour des suspensions où la distribution de fibres est homogène et isotrope) en substituant l'encombrement relatif des granulats (et en remarquant que $\phi_{RLP} = 0{,}8\phi_m$) par $P_f$ :

$$\frac{\tau_0(\phi_s,\phi_f)}{\tau_0^{CP}} = \frac{A_{thix}(\phi_s,\phi_f)}{A_{thix}^{CP}} = \sqrt{\frac{1-\phi_m P_f}{(1-P_f/0.8)^{2.5.\phi_m/0.8}}} \qquad \text{(IV.8)}$$

Des résultats expérimentaux de mesures du seuil de cisaillement et du coefficient de structuration sont comparés à ce modèle (Perrot et al. 2013a). Comme attendu, modélisation et essais donnent des résultats similaires pour des encombrements relatifs compris entre 0 et 80% (figure IV.9).

.

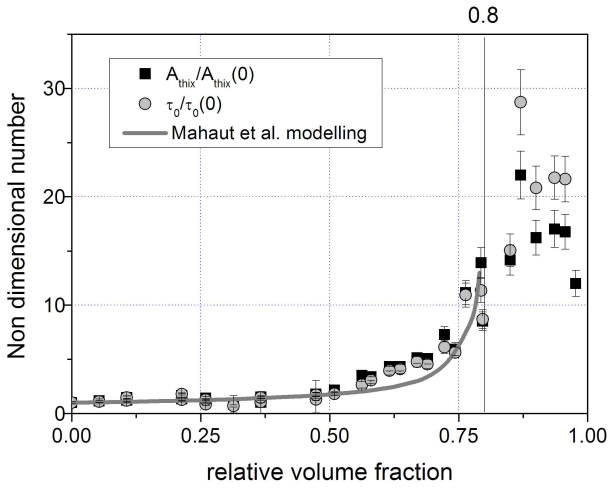



**Figure IV.9.** Evolution du seuil du cisaillement et du coefficient de structuration adimensionnés en fonction de l'encombrement relatif.

Au delà d'un encombrement relatif supérieur à 80%, le seuil de cisaillement et le coefficient de structuration n'évoluent plus de la même façon. Ce changement est dû, comme dans le cas des suspensions de granulats sans fibres, à un changement de régime d'écoulement d'abord relié aux interactions hydrodynamiques puis dirigé par les contacts directs entre charges.

## IV.4. Pression exercée par les bétons autoplaçants sur les coffrages.

### IV.4.1. Introduction de la problématique

La prédiction de la pression latérale exercée par les bétons autoplaçants sur les coffrages est un enjeu important pour le coulage en place des bétons. Comme le rapporte une étude internationale sur la pression exercée par les bétons autoplaçants (Billberg et al. 2014), la pression supposée importante exercée par les bétons autoplaçants peut empêcher leur démocratisation à cause d'une grande incertitude sur le dimensionnement des coffrages.

Globalement, les normes et les recommandations nationales et internationales ne sont pas adaptées pour des bétons très fluides ou autoplaçants. Ces normes se basent prudemment sur le calcul de la pression hydrostatique et ne prennent pas en compte la structuration interne du béton laissé au repos pour le dimensionnement des coffrages ou la spécification de la hauteur maximale de coulage. Cette problématique concerne aussi le dimensionnement des pièces de connexions dans les systèmes de prémurs ou dans le calcul de leur vitesse maximale de remplissage.

De nombreuses études et tentatives de modélisation ont porté sur la modélisation de la pression exercée par les bétons autoplaçants sur les coffrages (Beitzel 2010; Gardner et al. 2012; Gardner 1985; Graubner et al. 2012; Lange et al. 2008; Ovarlez and Roussel 2006; Perrot et al. 2009a; Perrot et al. 2014b; Khayat et al. 2012). Ces études sont basées sur des analyses statistiques, des relations empiriques ou encore sur la physique sous-jacente et

prennent toutes en compte des paramètres de prise ou de structuration au repos. Il est ainsi unanimement reconnu que le comportement thixotrope des bétons fluides est à l'origine de la décroissance de la pression latérale exercée sur les coffrages par les matériaux laissés au repos (Assaad and Khayat 2003; Billberg 2005; Billberg 2003). Pour les bétons autoplaçants, l'influence de la structuration au repos est telle que le seuil de cisaillement du matériau peut doubler en seulement quelques minutes, ce qui n'est pas le cas, comme nous venons de le voir dans le paragraphe précédent (Lecompte et al. 2012), pour les bétons classiques.

Ovarlez et Roussel ont proposé une modélisation de la pression exercée sur le coffrage basée sur des principes physiques liant l'évolution du seuil de cisaillement du béton à la pression latérale pendant et après le coulage (Ovarlez and Roussel 2006). Pour cela, une distribution de contraintes de Janssen est utilisée dans le coffrage avec un coefficient de transmission latérale égal à 1. Ils considèrent également que la contrainte seuil de cisaillement est atteinte à la surface du coffrage. Pour modéliser l'augmentation du seuil de cisaillement avec le temps, les auteurs utilisent la modélisation linéaire de Roussel et donc le coefficient $A_{thix}$ (Roussel 2005, 2006b). La modélisation de Ovarlez et Roussel a été validée pour des coffrages non féraillés lors de coulages relativement rapides où la modélisation linéaire du seuil de cisaillement est encore valable.

Mes travaux ont porté sur la généralisation du modèle de Ovarlez et Roussel pour :

- des coffrages ferraillés
- des coulages assez longs avec des durées non compatibles avec l'augmentation linéaire du seuil de cisaillement du béton laissé au repos.

### IV.4.2. Prise en compte des armatures

Pour un coffrage sans armature, Ovarlez et Roussel (Ovarlez and Roussel 2006) prédisent que, durant le coulage, la pression adimensionnée (rapportée à la pression hydrostatique) agissant en bas du coffrage est fonction du rapport entre la vitesse de structuration et celle de coulage :

$$\sigma' = 1 - \frac{HA_{thix}}{\rho g e R} \qquad \text{(IV.9)}$$

De même, après la fin du coulage, la diminution temporelle de la pression en bas de coffrage s'écrit :

$$\Delta\sigma' = -\frac{2A_{thix}H}{e}t \qquad \text{(IV.10)}$$

où $H$ est la hauteur de béton dans le coffrage, $R$ la vitesse de coulage en m/s, $e$ la largeur du coffrage et $\rho$ la masse volumique du béton. Il est à noter que dans leur étude, les auteurs ont négligé le seuil de cisaillement initial de la pâte. En effet, il est considéré comme négligeable devant l'augmentation liée à la structuration du béton $A_{thix}.t$ définie par Roussel dans la relation suivante (Roussel 2005, 2006b) :

$$\tau_0(t) = \tau_{0,0} + A_{thix}t \qquad \text{(IV.11)}$$

avec *t*, le durée de repos, et $\tau_{0,0}$ le seuil de cisaillement initial du béton.

La présence d'armatures introduit de nouvelles surfaces de frottement sur lesquelles le béton peut s'accrocher. Ainsi, il est possible d'étendre la modélisation d'Ovarlez et Roussel en intégrant ces nouvelles surfaces au calcul de la pression agissant sur le coffrage (Perrot et al. 2009a). La démarche suivie comporte deux étapes. En premier lieu, un coffrage cylindrique contenant une armature verticale a été étudié. La modélisation de la décroissance de la pression après un coulage rapide a ensuite été validée expérimentalement pour démontrer l'influence des armatures sur la pression. Dans un second temps, une généralisation de la méthode pour tout type de coffrage a été développée.

Pour la première partie, un repère cylindrique ($r$, $\theta$, z) est utilisé. Dans notre système z est orienté vers le bas (figure IV.10) et représente la profondeur dans le béton. La surface libre se situe alors à $z$ =0 et le rayon du coffrage à $r = D/2$. A la fin du coulage, le bas du coffrage se situe en $z = H$, avec $H$ la hauteur finale de béton. Le rayon de l'armature est noté $r_b$. Comme dans le modèle d'Ovarlez et Roussel, il est considéré que la contrainte de cisaillement à la paroi est égale au seuil de cisaillement. L'équilibre d'une tranche élémentaire de béton dans le coffrage permet d'obtenir l'évolution de la contrainte verticale $\sigma_{zz}$ avec la profondeur :

$$\frac{\partial \sigma_{zz}}{\partial z} = -\rho g + \frac{2\tau_0}{(D/2 - r_b)} \qquad \text{(IV.12)}$$

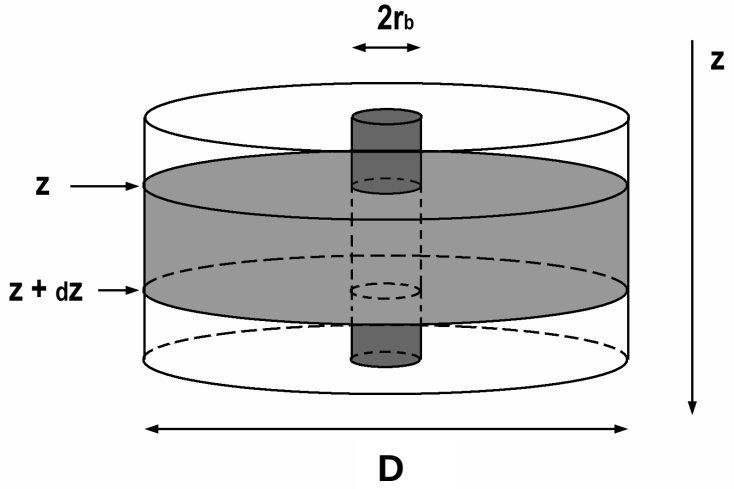



**Figure IV.10.** Système de coffrage cylindrique étudié. Visualisation de la couche élémentaire considérée pour l'équilibre en contraintes.

Cette dernière équation s'intègre facilement :

$$\sigma_{zz}(z) = \left( \rho g - \frac{2\tau_0}{D/2 - r_b} \right) z \qquad \text{(IV.13)}$$

Il est intéressant de noter que la relation (IV.13) peut physiquement fournir des valeurs négatives. Toutefois, pour des bétons fluides et des géométries traditionnelles de coffrage (pas trop confinées), l'effet de la gravité est toujours plus grand que le seuil de cisaillement (au moins, lors de son coulage). Dans ces conditions, des valeurs positives de contraintes verticales sont toujours données par le calcul. L'étude de Ovarlez et Roussel a pu en outre montré que la valeur de la contrainte verticale était homogène sur une section horizontale et

en particulier sur la paroi du coffrage. La théorie de Janssen permet ensuite de calculer la contrainte radiale, communément appelée pression, qui agit sur le coffrage. Cette théorie prévoit une proportionnalité entre la contrainte horizontale et verticale via un coefficient de transmission noté $K$ :

$$\sigma_H(z) = K\sigma_{zz}(z) \qquad \text{(IV.14)}$$

Pour des matériaux cimentaires, ce coefficient est proche de 1 (Ovarlez and Roussel 2006), ce qui en combinant l'équation (IV.13) et (IV.14) permet d'obtenir la pression maximale agissant sur le coffrage :

$$\sigma_H(H) = \left(\rho g - \frac{2\tau_0}{D/2 - r_b}\right)H \qquad \text{(IV.15)}$$

On peut remarquer sur l'équation (IV.15) que la présence d'une armature induit bien une diminution de la pression. Une part du poids du matériau est alors transférée à l'armature via le cisaillement du béton à sa surface.

La combinaison de l'équation (IV.15) avec le modèle de Roussel décrivant l'accroissement linéaire du seuil de cisaillement en fonction de la durée de repos permet d'obtenir la décroissance temporelle de la pression agissant sur le coffrage après un coulage considéré comme instantané (rapport $A_{thix}/R$ faible) :

$$\sigma_H(z,t) = \left(\rho g - \frac{2(\tau_{0,0} + A_{thix}t)}{R - r_b}\right)z \qquad \text{(IV.16)}$$

Ce qui donne, en bas de coffrage, en négligeant le seuil de cisaillement initial et en écrivant l'équation sous forme adimensionnelle :

$$\sigma'(t) = 1 - \frac{2A_{thix}t}{\rho g(R - r_b)} \qquad \text{(IV.17)}$$

Pour vérifier expérimentalement cette dernière équation, deux colonnes identiques, équipées d'un capteur de pression interstitielle, de 100 mm de diamètre et de 1.30 m de hauteur ont été remplies simultanément de béton provenant de la même gâchée (figure IV.11).
Une armature d'acier de 25 mm de diamètre a été introduite dans l'une des colonnes. Il est important de noter que la surface des cylindres a été revêtue de papier de verre pour s'assurer que le matériau est bien cisaillé à la paroi.

A la fin du remplissage, les deux colonnes sont vibrées pour s'assurer que le béton est bien déstructuré et pour s'approcher au plus près de la pression hydrostatique. Cette vibration simule un remplissage rapide du coffrage qui ne laisse pas le temps au béton de se structurer.

Les pressions adimensionnées mesurées sont tracées sur la figure IV.12. L'instant $t$=0 correspond à la fin de la vibration. On remarque qu'à ce moment précis, la vibration permet d'atteindre la pression hydrostatique. La pression diminue ensuite, comme prédit par l'équation (IV.17). Cette décroissance est plus marquée dans le cas de la colonne contenant l'armature. Celle-ci introduit une interface frottante supplémentaire (+ 25% par rapport à l'essai sans armature) qui permet de réduire plus vite le poids apparent du béton et donc la

pression à la paroi. Par exemple, après 30 minutes de repos, la pression est diminuée de 8 kPa pour la colonne avec l'armature et seulement de 5 kPa sans armature.

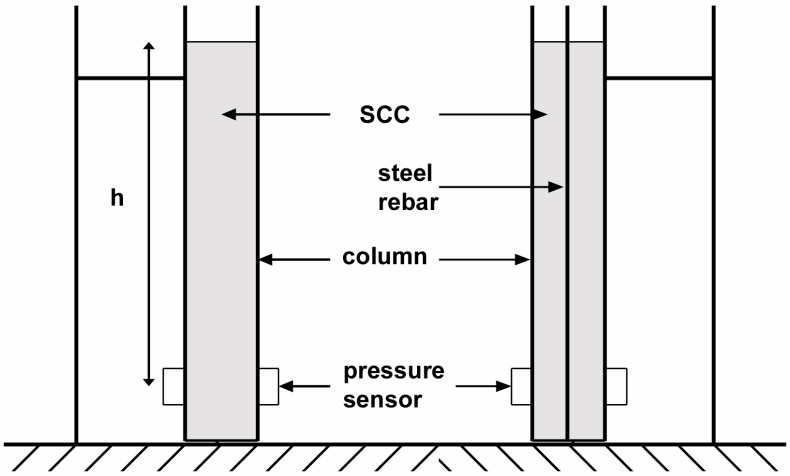



**Figure IV.11**. Schématisation des colonnes utilisées pour prouver l'influence des armatures verticales sur la pression agissant sur les coffrages.

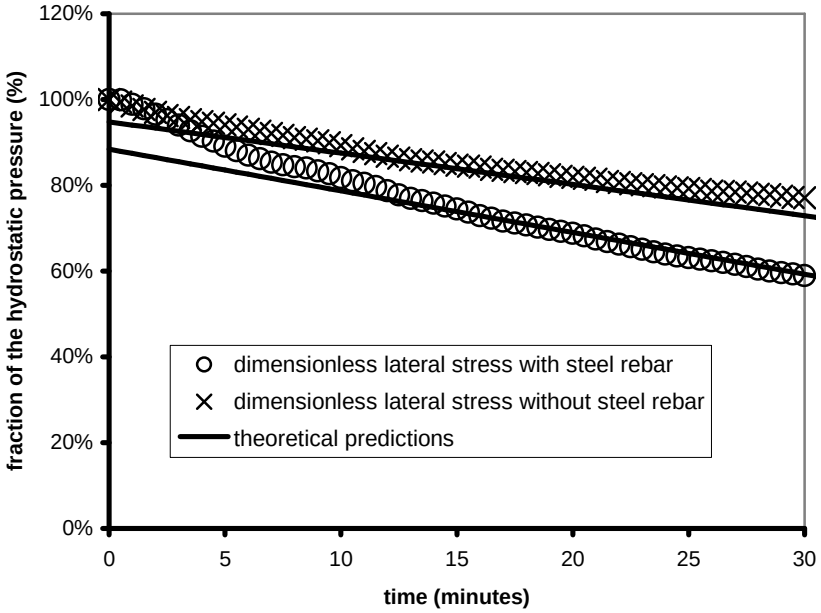



**Figure IV.12.** Evolution de la pression adimensionnée en fonction du temps de repos après le coulage. Comparaison entre la modélisation proposée et les valeurs expérimentales.

Aussi, la figure IV.12 montre que les prédictions données par l'équation (IV.17) confirment les données expérimentales. Ainsi, la décroissance de la pression peut être simplement modélisée par une loi linéaire dépendant du facteur géométrique $2/(D/2\text{-}r_b)$. On peut toutefois noter que juste après la vibration, les valeurs de pression enregistrées ne suivent pas exactement le modèle proposé. Ce désaccord vient du fait que le modèle ne prend pas en compte le temps nécessaire pour que le béton soit réellement cisaillé à la paroi (cinétique de consolidation).

Il est possible de généraliser ce modèle à des coffrages classiques contenant plusieurs armatures verticales. Pour cela, on introduit une densité surfacique d'acier $S_b$ (aire moyenne d'acier par mètre linéaire de coffrage) ainsi qu'une section d'acier $\phi_b$. Les mêmes développements qui utilisent un équilibre des tranches ainsi qu'une distribution de contraintes de type Janssen permettent d'obtenir la relation suivante donnant la pression relative agissant pour un coffrage rectangulaire d'épaisseur e :

$$\sigma' = 1 - \left( \frac{\phi_b + 2S_b}{(e - S_b)\phi_b} \right) \frac{A_{thix} H}{\rho g R} \qquad \text{(IV.18)}$$

Cette relation (Perrot et al. 2009a) peut être comparée au modèle de Ovarlez et Roussel (équation IV.10). Par exemple, l'équation (IV.18) montre que l'utilisation d'une densité de 0,5% d'armatures de 10 mm de diamètre permet de doubler la réduction de la pression latérale liée à la structuration du béton. Cela montre que la présence d'armatures devrait être prise en compte dans les normes sur le dimensionnement des coffrages de bétons autoplaçants.

La validation expérimentale de ce modèle a été effectuée lors d'un benchmark experimental international organisé à Stockholm par la RILEM en 2012. Le coulage en conditions réelles de 8 murs en béton armé a permis de valider des modèles de prédiction de la pression exercée par les bétons autoplaçants sur les coffrages (Billberg et al. 2014). Les résultats obtenus pour les modèles de Ovarlez et Roussel ainsi que pour le modèle amélioré tenant compte de la présence d'armatures sont tracés sur la figure IV.13.

On note que le fait de prendre en compte la présence des armatures permet d'améliorer le pouvoir de prédiction du modèle. Toutefois, la différence entre les deux modèles reste faible car lors du banc d'essais, les coffrages étaient peu ou pas du tout ferraillés.

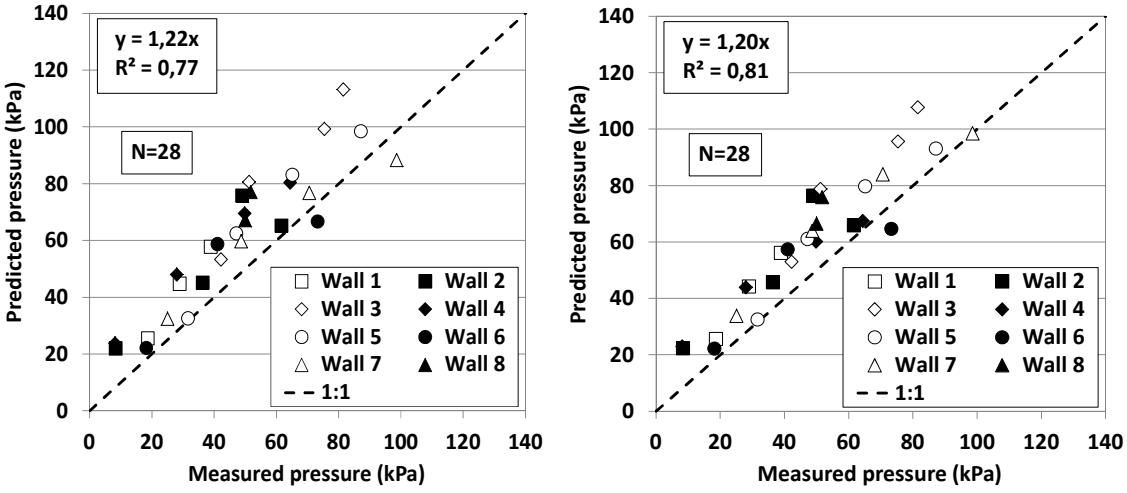



**Fig. IV.13.** Confrontation entre les mesures de pressions sur les coffrages et leurs prédictions par le modèle de Ovarlez et Roussel à gauche et celui de Perrot et al. à droite.

### IV.4.3. Modélisation de la pression latérale pour des vitesses faibles de coulage

La modélisation linéaire de l'augmentation du seuil de cisaillement avec la durée de repos du béton proposée par Roussel (Roussel 2005, 2006b) reste valable pour des durées de repos inférieures à une heure. Après cette durée, cette modélisation n'est plus valable et l'augmentation du seuil de cisaillement s'accélère (et ce même avant la prise) (Lootens et al. 2009; Sleiman et al. 2010). Cette perte de linéarité est attribuée à une augmentation de la fraction volumique de solide qui devient non négligeable avec le temps et qui est liée au phénomène de précipitation anticipée de CSH dans les zones de contact entre grains de ciment (phénomène de nucléation) (Subramaniam and Wang 2010). Ainsi, l'utilisation du modèle de Roussel pour la modélisation de la pression lors de coulages de longues durées (plus d'une heure) peut conduire à une surestimation de la contrainte horizontale agissant sur le coffrage.

Donc, il est possible d'améliorer le modèle d'Ovarlez et Roussel à des coulages utilisant des vitesses de remplissage lentes et durant plus d'une heure (Perrot et al. 2014b). Pour cela, une modification de la loi d'augmentation du seuil de cisaillement avec la durée de repos est nécessaire. En se basant sur des mesures de seuil de cisaillement sur des bétons fluides laissés au repos pendant plus d'une heure, il a été possible de proposer une loi d'évolution qui tend asymptotiquement vers le modèle de Roussel lorsque les durées de temps de repos sont inférieures à une heure.

Afin de faire tendre notre modélisation vers le modèle de Roussel pour des durées inférieures à une heure, on utilise le fait que le développement en série de la fonction exponentielle $e^t$ tend vers $1+t$ lorsque $t$ tend vers 0. La forme de ce développement est proche du modèle de Roussel. Ainsi, après identification avec la modélisation linéaire, il est possible de proposer une forme exponentielle qui décrit l'évolution du seuil de cisaillement du béton avec le temps de repos et qui se rapproche du modèle de Roussel pour les temps courts ($t << t_c$) :

$$\tau_0^*(t) = \frac{A_{thix}}{\tau_{0,0}} t_c \left( exp\left(t / t_c\right) - 1 \right) + 1 \qquad \text{(IV.19)}$$

avec $t_c$ une constante de temps qui permet d'ajuster le modèle sur les valeurs expérimentales. La figure IV.14 présente le calage de ce modèle sur des mesures expérimentales du seuil de cisaillement pour trois bétons différents. La modélisation proposée est donc capable de décrire l'évolution du seuil de cisaillement avec la durée de repos et permet donc d'étendre le domaine de validité du modèle de Roussel.

L'intégration de ce nouveau modèle dans les équations d'équilibre permettant d'obtenir la distribution de contraintes verticales dans le coffrage (équations similaires à l'équation (IV.12)), permet d'obtenir des nouvelles relations prédisant la pression latérale exercée par le béton sur un coffrage. Pour un coffrage rectangulaire d'épaisseur $e$, la relation s'écrit :

$$\sigma'(z) = 1 - \frac{2R}{\rho g H e} \left[ A_{thix} t_c \left( t_c \left( exp\left( \frac{H-e}{R t_c} \right) - 1 \right) - \frac{H-e}{R} \right) \right] \qquad \text{(IV.20)}$$

Et pour un coffrage cylindrique de diamètre D, le modèle donne :

$$\sigma'(z) = 1 - \frac{4R}{\rho g H D}\left[ A_{thix} t_c \left( t_c \left( exp\left( \frac{H - D/2}{R t_c} \right) - 1 \right) - \frac{H - D/2}{R} \right) \right] \qquad \text{(IV.21)}$$

Des essais conduits sur des coffrages cylindriques de 18 cm de diamètre intérieur et de 2 m de haut avec des bétons autoplaçants permettent de valider le nouveau modèle (figure IV.15). Les résultats montrent, comme attendu, que le nouveau modèle améliore sensiblement la prédiction de la pression latérale pour des coulages durant plus d'une heure. Au contraire, pour des coulages rapides, le nouveau modèle conduit aux mêmes résultats que le modèle d'Ovarlez et Roussel.

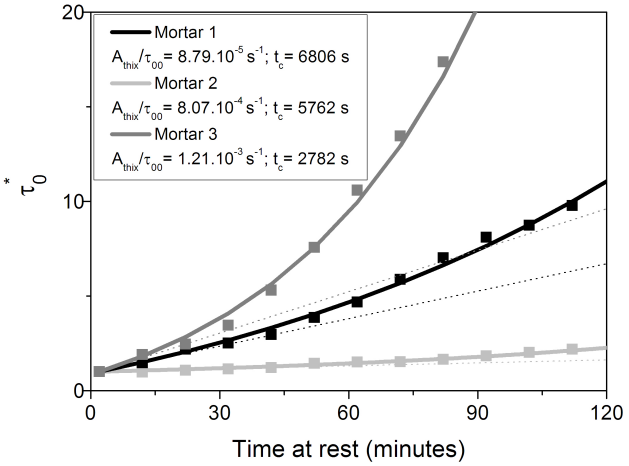



**Figure IV.14.** Calage du modèle non linéaire d'évolution du seuil de cisaillement en fonction du temps de repos du béton.

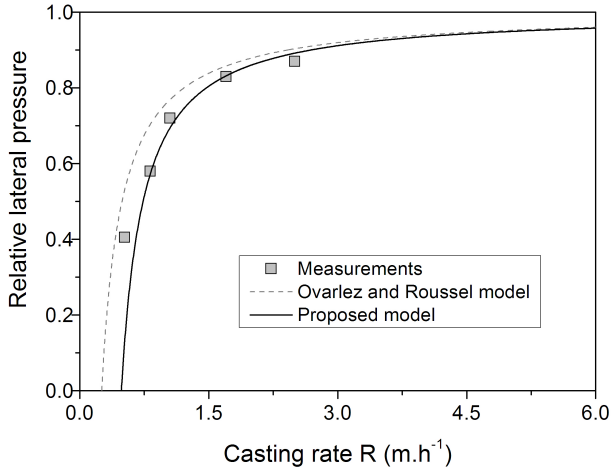



**Figure IV.15.** Comparaison du nouveau modèle de prédiction de la pression latérale avec le modèle d'Ovarlez et Roussel et les mesures de pression obtenue lors du coulage d'un béton autoplaçant dans une colonne d'une hauteur de 2 m.

## IV.5. Conclusions

Ce chapitre illustre les travaux effectués dans le domaine de la détermination et de l'utilisation de la cinétique de structuration au repos des matériaux à base cimentaire.

La mise en place d'un essai non destructif à la plaque permet notamment de suivre en continu l'augmentation du seuil de cisaillement des matériaux à base cimentaire.

Aussi, il a été possible de montrer l'impact de la fraction volumique de charges (granulats et/ou fibres) sur la vitesse de structuration $A_{thix}$ des matériaux à base cimentaire. Ainsi, jusqu'à la fraction volumique de packing aléatoire, le coefficient $A_{thix}$ augmente de la même manière que le seuil de cisaillement. La modélisation de Chateau est capable de prédire cette évolution. Au-delà de cette fraction volumique de packing, la vitesse de structuration liée à un raidissement de la pâte diminue à cause d'un changement du régime d'écoulement. En effet au-delà de la fraction de packing, le comportement est dicté par les contacts directs entre charges qui induisent une résistance à l'écoulement bien plus grande que les interactions hydrodynamiques, liées au comportement de la pâte de ciment et donc sensibles à sa vitesse de structuration. Il est important de noter que pour les bétons ordinaires, on cherche à avoir une fraction volumique de charges proches de la fraction volumique maximale. Ainsi, la fraction de charges est plus grande que la fraction volumique de packing aléatoire et le matériau est assez peu thixotrope. Au contraire, pour les bétons fluides ou autoplaçants, la fraction volumique des charges est inférieure à la fraction volumique de packing aléatoire et donc leur comportement est régi par la pâte de ciment et donc plus sensible à sa structuration au repos.

Cette structuration des bétons fluides, responsable de l'augmentation du seuil de cisaillement au repos, explique la diminution de la pression latérale agissant sur les coffrages par rapport à la pression hydrostatique durant et après le coulage. Le modèle d'Ovarlez et Roussel (Ovarlez and Roussel 2006) propose une prédiction de la pression latérale en tenant compte d'une augmentation linéaire du seuil de cisaillement avec le temps de repos dans le coffrage. Mes travaux ont porté sur l'amélioration de ce modèle pour prendre en compte la présence d'armatures et pour des durées de coulage relativement longues où l'augmentation du seuil de cisaillement avec le temps ne peut plus être considérée comme linéaire.

# V. EXTRUSION DE COMPOSITES CIMENTAIRES

## V.1. Introduction

Dans la continuité de mes travaux de thèse, la mise en forme par extrusion des composites à base cimentaire a toujours représenté un axe important de mes sujets de recherche. Ainsi, le développement d'une modélisation adaptée aux matériaux cimentaires de l'effort d'extrusion et des hétérogénéités induites par l'écoulement (Khelifi et al. 2013b), l'établissement de critères permettant de prévoir a priori le scénario d'extrusion (Perrot 2013; Perrot et al. 2009c) (écoulement drainé ou non, viscosité négligeable ou non…) et la mise au point de formulations d'argiles stabilisées au ciment (Khelifi et al. 2013a; Lumingkewas et al. 2013a) ont été mes directions de travail dans cette thématique.

Même si l'extrusion des matériaux à base cimentaire a déjà été le sujet de plusieurs études (Mu et al. 1999; Perrot et al. 2009b; Qian et al. 2003; Zhou and Li 2005b), son utilisation demeure marginale comparée à celle d'autres suspensions concentrées proches comme la terre cuite et la terre crue. Cette différence d'utilisation est liée à une plus grande facilité de mise en forme par extrusion pour les matériaux à base d'argile. En effet, alors que ces deux types de matériaux présentent des apparences et des comportements rhéologiques très proches à l'état frais, leur comportement durant l'extrusion diffère, les pâtes cimentaires ayant une forte tendance à subir un drainage de leur phase fluide (Perrot et al. 2007; Toutou et al. 2005; Perrot et al. 2006). L'analyse des comportements hydromécaniques de ses deux types de matériaux doit permettre de comprendre les mécanismes donnant lieu à ce drainage extrêmement pénalisant. Les rôles de la consolidation mais aussi du frottement intergranulaire dans cette filtration doivent être expliqués. La compréhension de ces phénomènes physiques doit permettre de donner des voies d'optimisation du procédé d'extrusion, aussi bien sur la composition du matériau à base cimentaire (agent viscosant, ajout d'argile, fraction volumique de granulats…) que des paramètres d'écoulement (vitesses d'avance du matériau, réduction de section…).

Dans un premier temps, une modélisation de l'écoulement d'extrusion pour des matériaux plastiques frottants (comme les matériaux à base cimentaire) est présentés. Ensuite, des critères permettant de prévoir le type de comportement d'un matériau cimentaire dans des conditions d'extrusion sont présentés avant de terminer par la formulation de composites cimentaires à base d'argile stabilisée au ciment et renforcée de fibres végétales.

## V.2. Modélisation de l'effort d'extrusion des matériaux frottant

L'extrusion des géosuspensions s'applique à des matériaux pouvant être qualifiés de fluides fermes ou de pâtes. Ces pâtes sont généralement des mélanges biphasiques : des inclusions solides portées par une phase liquide. L'extrusion de ces matériaux se caractérise par une grande sensibilité à la filtration du liquide interstitiel à travers le squelette granulaire. La notion de filtration exposée ici est commune avec la mécanique des sols. Le mécanisme est en

effet bien connu : sous l'effet du gradient de pression dans l'extrudeuse, le fluide a tendance à s'écouler à travers le squelette, donc à avancer plus vite que celui-ci. Dans de telles conditions des travaux récents indiquent que le caractère évolutif du matériau et le comportement plastique frottant qui en découle compliquent la mise en forme et rendent les modélisations pour les matériaux viscoplastiques homogènes complètement inadaptées.

La problématique d'un écoulement séparé a été l'objet de nombreuses études pour les matériaux cimentaires (Perrot et al. 2007; Perrot et al. 2009c; Perrot et al. 2006) mais aussi pour les matériaux céramiques (Rabideau et al. 2012; Bardesley and Bridgwater 2012; Martin et al. 2006; Mascia et al. 2006; Roussel et al. 2003; Wilson and Rough 2012; Götz et al. 2002; Götz et al. 2003). Certaines de ces études ont simplement observé ce phénomène pour essayer de le quantifier et d'autres proposent une modélisation de la filtration basée sur la mécanique des sols et/ou des poudres. Cependant, aucun de ces travaux présentent une modélisation complète de l'effort d'extrusion et du développement des hétérogénéités durant l'écoulement.

En se plaçant dans le cas le plus simple, c'est-à-dire un écoulement d'extrusion à piston axisymétrique, on propose une modélisation capable de prédire la transition entre l'écoulement initial d'extrusion d'une pâte homogène à la vidange forcée d'un mélange granulaire en prenant en compte la variation locale de la composition du matériau (et de la surpression interstitielle locale). Des lois d'évolution du seuil de cisaillement et de l'angle de frottement interne seront alors utilisées pour prédire l'évolution de l'effort d'extrusion. Un tel modèle comblerait donc un manque et serait très utile pour prédire les conditions d'extrusion optimales en fonction du comportement hydromécanique du matériau (données rhéologiques et de consolidation).

### V.2.1. Evolution de la composition durant l'extrusion

Tout d'abord, un paramètre d'état, ici l'indice des vides, est défini. Il permet de décrire spatialement et temporellement l'évolution des paramètres de modélisation du comportement hydromécanique du matériau (perméabilité, rhéologie, tribologie). En mécanique des sols, la théorie de la consolidation montre que la variation de l'indice des vides d'équilibre (fin de consolidation) est reliée à la variation du logarithme de la contrainte appliquée via un coefficient de compressibilité $C_c$ :

$$e = e_0 - C_c \log \sigma_z \qquad \text{(V.1)}$$

Cette relation est valable tant que la compacité maximale, correspondant à l'indice des vides minimal "$e_{min}$" n'est pas atteinte (fraction volumique dense "$\phi_m$"). Ainsi l'indice des vides "$e_\sigma$" d'équilibre peut être exprimé comme suit :

$$e_\sigma = max(e_0 - C_c \log \sigma_z ; e_{min}) \qquad \text{(V.2)}$$

La réécriture de la loi de Darcy en fonction de l'indice des vides (équation V.3) permet de mettre en relation la variation instantanée de l'indice des vides et le Laplacien de la pression interstitielle. Elle permet également d'estimer la consolidation en fonction de la distribution de la pression interstitielle au sein de l'extrudeuse.

$$\frac{de}{dt} = \frac{(1+e)\cdot K(e)}{\rho_f g}\frac{d^2u}{dz^2} \qquad \text{(V.3)}$$

où $K$ est ici la perméabilité du squelette granulaire, dépendante de l'indice des vides. La modélisation la plus simple consiste à écrire que l'évolution de la perméabilité "$K$" est gouvernée par une loi logarithmique (Taylor 1948).

$$log\, K - log\, K_0 = (e - e_0)/C_k \qquad \text{(V.4)}$$

où $K_0$ est la perméabilité initiale et $C_k$ une constante d'ajustement. Une telle loi peut être déterminée avec les procédures définies au chapitre IV. Selon la théorie de la consolidation de Terzaghi, le degré de consolidation peut être exprimé par la relation suivante :

$$U(z) = \frac{\sigma_z'}{\sigma_z} = 1 - \frac{u}{\sigma_z} \qquad \text{(V.5)}$$

Ainsi, la variation de la pression interstitielle peut être déduite.

$$u(z) = \sigma(z)\left[1 - \frac{e_0 - e(z)}{e_0 - e_\sigma}\right] \qquad \text{(V.6)}$$

### V.2.2. Rhéologie et tribologie des matériaux plastiques frottants

La résistance au cisaillement instantanée des matériaux plastiques frottants est la combinaison de deux mécanismes : le frottement intergranulaire et la cohésion non drainée (Lecompte et al. 2012). Dans ce cas, la contrainte de cisaillement peut s'écrire :

$$\tau = \tau_0(e) + tan\varphi(e)\cdot\sigma_N \qquad \text{(V.7)}$$

Où $\tau_0$ est la cohésion du matériau qui est similaire au seuil de cisaillement mesuré par des essais rhéométriques de type Vane et $\varphi$ est l'angle de frottement interne. L'évolution du seuil de cisaillement (cohésion) est supposée suivre une loi puissance entre deux valeurs extrêmes (initiale et maximale) :

$$\tau_0(e) = a\cdot e^b \qquad \text{(V.8)}$$

où $a$ et $b$ sont des constantes obtenues en résolvant ce système de deux équations :

$$\begin{cases} \tau_0(e_{min}) = \tau_{0\,max} \\ \tau_0(e_0) = \tau_{0ini} \end{cases} \qquad \text{(V.9)}$$

Il est intéressant de noter que l'équation (V.8) est ici uniquement basée sur des résultats expérimentaux. Pour certains matériaux, l'utilisation d'une loi plus physique telle que le YODEL est tout à fait possible mais nécessite d'avoir des informations sur la microstructure du matériau (Flatt and Bowen 2006; Flatt and Bowen 2007).

D’après la littérature récente sur les suspensions concentrées, les contributions frictionnelles liées aux contacts directs entre les grains deviennent majoritaires si la concentration volumique solide devient supérieure à 80% de la concentration volumique de packing dense $\phi_m$ (Coussot and Ancey 1999; Lecompte et al. 2012; Roussel et al. 2010; Yammine et al. 2008). De plus, la contribution frictionnelle augmente avec la fraction volumique solide et donc avec le nombre de coordinations. Macroscopiquement, l’angle de frottement $\varphi$ augmente. Aucune donnée bibliographique n’est disponible sur cette augmentation. Alors, une augmentation linéaire est proposée pour relier l’indice des vides à l’angle de frottement :

$$\begin{cases} \varphi = 0 \ \ if \ e < e_{perc} \\ \varphi = \varphi_{max} \cdot \dfrac{e_{min} - e}{e_{min} - e_{perc}} \ \ si \ e_{min} > e > e_{perc} \\ \varphi = \varphi_{max} \ \ si \ e \ > e_{min} \end{cases} \qquad \text{(V.10)}$$

Avec $e_{perc}$, l’indice des vides correspondant à $0.8\phi_m$.

Comme vu dans le premier chapitre sur l’étude rhéologique et tribologique des matériaux, il est possible de considérer que la contrainte de frottement à la paroi, qui dépend de la rugosité de la surface, est égale à une fraction de la contrainte de cisaillement interne (Khelifi et al. 2013b; Melinge et al. 2013; Perrot et al. 2012b; Sherwood and Durban 1996, 1998). Ainsi, la contrainte de frottement peut s’écrire de la manière suivante :

$$\tau_w(e) = \tau(e).m \qquad \text{(V.11)}$$

Où *m* est un coefficient qui, pour le kaolin et l’extrudeuse utilisée, est égale à 0,65 (Perrot et al. 2012b).

### V.2.3. Modélisation de l’extrudeuse

En se basant sur les études typologiques de l’écoulement d’extrusion des matériaux plastiques frottants menés par (Perrot et al. 2007; Rabideau et al. 2012; Rabideau et al. 2010), on propose une série d'hypothèses simplificatrices afin d’établir notre modélisation (figure V.1) :

- L'effort d'extrusion est considéré comme l'addition d'un effort de mise en forme plastique " $F_{pl}$" et d'un effort de frottement à la paroi "$F_{fr}$".
- Durant l'extrusion, le matériau est considéré comme saturé.
- Le mouvement fluide ne se fait que dans la direction définie par l’axe de l’extrudeuse. Le modèle est donc unidimensionnel.
- L’écoulement d’extrusion se décompose en trois parties distinctes :

    1. Un écoulement bouchon localisé dans le corps de l’extrudeuse où la pâte semble glisser par frottement sur la paroi.
    2. Une zone conique statique appelée zone morte agissant comme un rétrécissement progressif conique. Il est largement considéré que le demi-angle d’ouverture du cône décrit par la zone morte est de 45°. Ainsi, sa longueur $L_{dz}$ est modélisée comme suit : $L_{dz}$ = 0,5.(*D*-*d*) (Mascia et al. 2006; Perrot et al. 2012b) avec *D* le diamètre de l’extrudeuse et *d* celui de la filière.

3. Une zone de mise en forme localisée dans le cône de zone morte où le diamètre du matériau diminue.

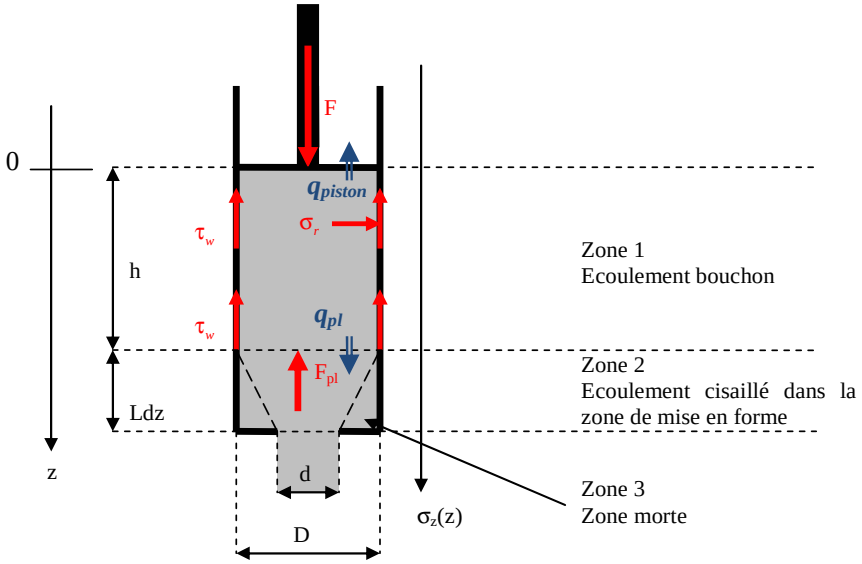



**Figure V.1.** Schématisation de l'extrudeuse à piston utilisée avec localisation des efforts et contraintes.

Afin de lier les paramètres décrivant le comportement du matériau dans l'extrudeuse à la contrainte axiale, on utilise une distribution de contraintes dans le matériau de type Janssen. Le modèle de Janssen suppose qu'à une altitude donnée, la contrainte normale à la surface $\sigma_r(z)$ est proportionnelle à la contrainte axiale $\sigma_z(z)$ :

$$\sigma_r(z) = k \cdot \sigma_z(z) \qquad \text{(V.12)}$$

Selon Jacky [JAC 44], le coefficient de proportionnalité $k$ dépend de l'angle de frottement interne "$\varphi$" du matériau :

$$\sigma_r(z) = [1 - \sin\varphi(e)] \cdot \sigma_z(z) \qquad \text{(V.13)}$$

A partir des conditions d'équilibre d'une couche cylindrique élémentaire de matériau en écoulement bouchon, située entre $z$ et $z + dz$, on obtient :

$$\sigma_{z+dz}(z) = \sigma_z(z) + \frac{4}{D} \cdot \tau_w(z) \cdot dz \qquad \text{(V.14)}$$

En combinant les équations (V.14), (V.13), (V.11) et (V.8), on obtient :

$$\frac{d\sigma_z}{dz} = \frac{4}{m.D}\left[\tau_0(e) + \tan\varphi(e) \cdot \left(1 - \sin\varphi(e)\right) \cdot \sigma_z(z)\right] \qquad \text{(V.15)}$$

Cette relation permet d'obtenir l'évolution du profil instantané de contraintes axiales agissant dans la zone en écoulement bouchon, et ce pour toutes les positions du piston, en fonction des caractéristiques intrinsèques du matériau, qui évoluent avec l'avance du piston. Des conditions aux limites sont établies sur l'interface matériau/extrudeuse et à l'interface

écoulement bouchon/écoulement de mise en forme pour effectuer le calcul du profil de contraintes. La contrainte au niveau de l'interface entre la zone de mise en forme et l'écoulement bouchon ($z = 0$) est égale à (Basterfield et al. 2005; Perrot et al. 2012b) :

$$\sigma_z(0) = \frac{4F_{pl}}{\pi D^2} \qquad \text{(V.16)}$$

À l'image de certaines études bibliographiques l'effort de mise en forme plastique est la somme de trois composantes :

- L'effort de déformation plastique et l'effort de frottement à la sortie de l'orifice modélisés par le modèle de Benbow et al. (Benbow and Bridgwater 1993; Benbow et al. 1991).
- L'effort de frottement sur la zone morte conique modélisé par le modèle de Deng et Liu (Deng and Liu 1997).

Au niveau du piston ($z = h$), la contrainte totale d'extrusion est calculée en additionnant la force de friction à la paroi "$F_{fr}$" générée le long de la paroi de l'extrudeuse à l'effort de mise en forme plastique " $F_{pl}$" :

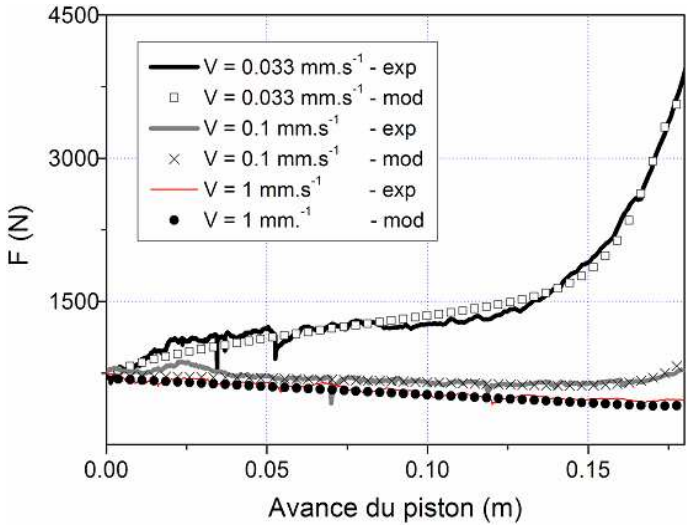
$$F = \frac{\pi D^2}{4}\sigma_z(L_B) = F_{pl} + F_w \qquad \text{(V.17)}$$

La filtration de la phase liquide de la couche adjacente au piston et celle adjacente à la zone de mise en forme plastique sont délicates à calculer ou à modéliser en raison des barrières partiellement étanches formées par ces sections. Les quantités d'eau traversant ces zones sont prises en compte par des paramètres de fuite $q_{piston}$ et $q_{pl}$. Ces deux paramètres de fuite seront les paramètres ajustés pour permettre la meilleure adéquation entre les données expérimentales et le modèle.

### V.2.4. Application du modèle à la pâte de kaolin

L'extrudeuse à piston utilisée est de forme cylindrique de 43,3 mm de diamètre intérieur et équipée d'une filière de type contraction brutale. Le rapport d'extrusion utilisé $d/D$, rapport du diamètre d'entrée de l'extrudeuse au diamètre de sortie de la filière est de 0,36. Les tests sont réalisés, à différentes vitesses (de 0,033 à 1 mm/s), sur une pâte de kaolin dont les propriétés rhéologiques, tribologiques et de consolidation sont connues (tableau V.1).

Le modèle développé est résolu par la méthode des différences finies. Il présente de bonnes capacités de prédiction de l'évolution de l'effort d'extrusion en fonction du déplacement du piston et prend en compte l'effet de la vitesse d'extrusion sur l'effort et le comportement (figure V.2). La vitesse d'extrusion la plus élevée limite le phénomène de drainage, durant l'extrusion, le matériau demeure homogène et se comporte comme un matériau plastique pur. Au fur et à mesure de la diminution de la vitesse d'extrusion, le phénomène de filtration de la phase liquide s'accentue, des hétérogénéités apparaissent et le matériau se comporte comme un matériau plastique frottant.




| Paramètres ajustés (indépendants de la vitesse, liés au matériau et aux caractéristiques de la paroi de l'extrudeuse) | |
|---|---|
| $q_{piston}$ | $3{,}02.10^{-2}$ |
| $q_{pl}$ | $3{,}6.10^{-2}$ |

**Figure V.2.** Comparaison entre courbes modélisées et courbes expérimentales.

| Paramètres mesurés | | | | | | | Paramètres issus de la littérature | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| $e_0$ | $e_{min}$ | $K_0$ [m/s] | $C_k$ | $\tau_{0i}$ [kPa] | $\tau_{max}$ [kPa] | $\varphi_{max}$ [°] | $C_c$ (Rangeard et al. 2014) | $m$ (Perrot et al. 2012b) |
| 1,15 | 0,31 | $3{,}2.10^{-9}$ | 1,2 | 20 | 520 | 22 | 0,34 | 0,65 |

**Tableau V.1.** Synthèse des paramètres utilisés dans le modèle.

Il est aussi intéressant de voir que le modèle fournit des valeurs instantanées de contraintes et de composition. Les profils obtenus par la modélisation d'indice des vides et de contraintes verticales sont tracés sur la figure V.3 pour trois avances de piston différentes (1 ; 0,1 et 0,033 $mm.s^{-1}$).

A la vitesse d'avance la plus rapide (1 $mm.s^{-1}$), la modélisation confirme que le phénomène de drainage peut être négligé. Le matériau localisé à proximité de la zone de mise en forme montre une légère diminution de l'indice des vides qui semble augmenter durant l'extrusion mais n'affecte pas le profil de contraintes. A part cette légère modification, le reste du matériau reste homogène durant l'extrusion. Donc, on peut considérer que le matériau présente un comportement plastique. Ceci explique la diminution de l'effort d'extrusion avec l'avance d'un piston visible sur la figure V.2 et typique d'un écoulement non drainé.

Avec la réduction de la vitesse d'avance du piston, les phénomènes de drainage et de consolidation deviennent de plus en plus présents et les hétérogénéités au sein du matériau apparaissent plus prononcées. La variation de l'indice des vides est initialement concentrée dans une zone proche du piston qui s'étend progressivement à toute l'extrudeuse. L'ensemble du matériau contenu dans l'extrudeuse présente un indice des vides plus petit que l'initial pour une avance de piston 9 cm à la vitesse de 0,033 $mm.s^{-1}$ et 15 cm de 0,1 $mm.s^{-1}$. L'amplitude de la filtration de la phase fluide est donc plus importante quand la vitesse décroît. La confrontation des profils d'indice des vides avec les profils de contraintes montre

aussi que la consolidation rend le matériau plastique frottant et est responsable de l'augmentation de l'effort d'extrusion.

Ainsi, la modélisation proposée, avec ses hypothèses, est capable de prédire l'effort d'extrusion et permet de rendre compte de la transition entre un matériau plastique pur et un matériau plastique frottant.

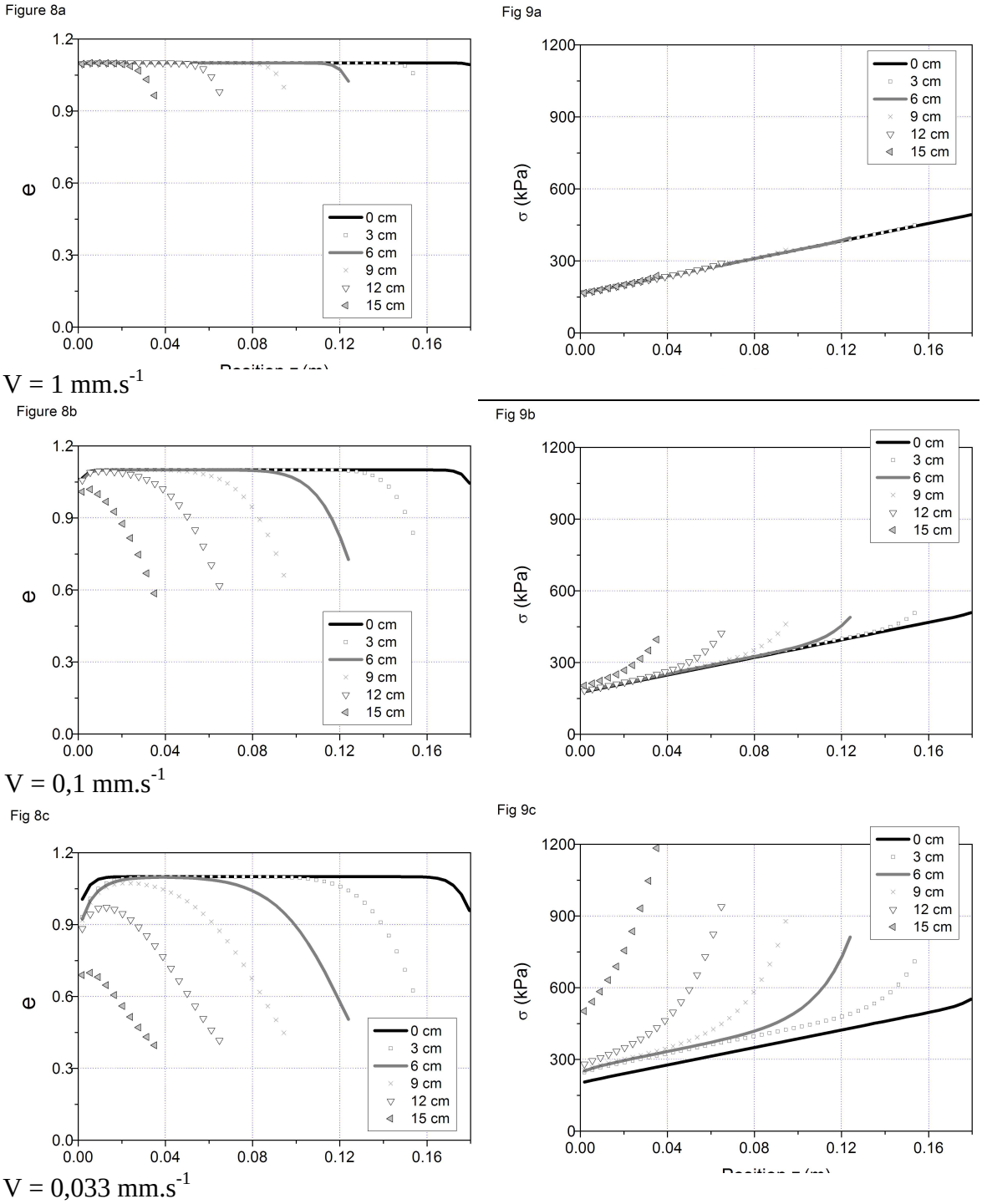



**Figure IV3.** Profil d'indice des vides et de contraintes verticales à différentes avances de piston pour 3 différentes vitesses d'avance du piston.

## V.3. Critères d'extrudabilité pour des matériaux cimentaires

La modélisation présentée dans le paragraphe précédent montre bien que la réussite de l'extrusion (dépendant de la capacité du matériau à rester homogène) dépend de la compétition entre la vitesse du procédé et la vitesse de la consolidation du matériau. Comme le montre la figure V.4, les matériaux à base cimentaire peuvent présenter plusieurs types de comportement en fonction des conditions d'extrusion : plastique, plastique frottant, viscoplastique ou encore viscoplastique frottant (même si ce type de comportement n'a pas été rapporté dans la littérature). La recherche de critères permettant de prévoir comment va se comporter le matériau lors de son extrusion apparaît donc comme nécessaire.

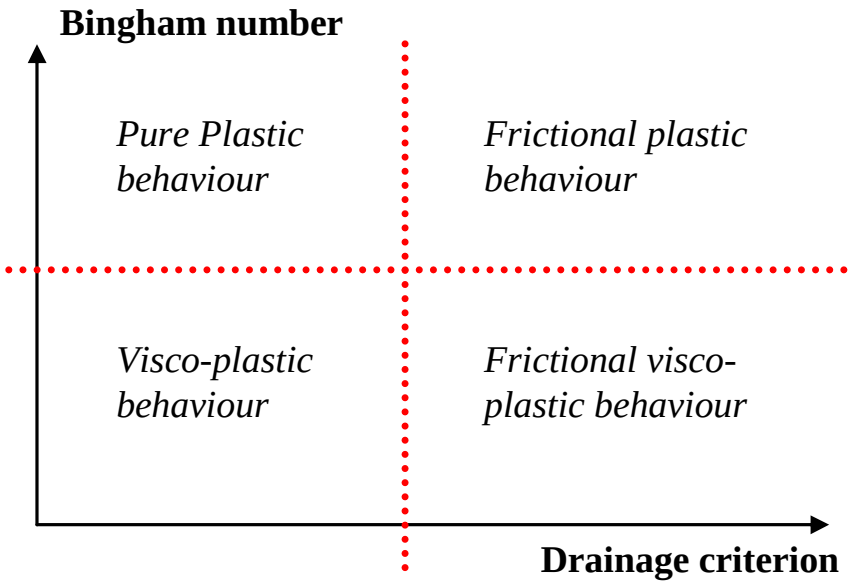



**Figure V.4.** Différents scénarios d'extrusion avec des comportements différents qu'un même matériau peut présenter en fonction de la vitesse et de la géométrie de l'extrusion.

La figure V.2 montre différents types de courbes représentant l'effort d'extrusion en fonction de l'avance piston. Si l'écoulement est non drainé, l'effort d'extrusion décroît linéairement avec l'avance du piston et donc avec la diminution de la surface de frottement. Sur la figure V.5, c'est le cas pour la pâte de kaolin. Pour des vitesses d'extrusion importantes, des effets visqueux peuvent devenir prédominants et ainsi augmenter l'effort d'extrusion (cas des extrusions présentées dans le chapitre II). Dans le cas d'écoulement drainé, l'augmentation de l'effort d'extrusion est liée à une densification et donc une rigidification du matériau à extruder. Il est alors possible de définir des conditions d'extrusion où l'effort d'extrusion est minimal, correspondant à une minimisation des effets visqueux et des effets de drainage.

Deux critères doivent être choisis pour savoir quel sera le comportement de la suspension concentrée durant l'extrusion. Le premier critère doit être capable de prédire si les effets visqueux peuvent être négligés. Pour des matériaux viscoplastiques, le nombre de Bingham est le rapport du seuil de cisaillement sur la composante de la contrainte de cisaillement liée aux effets visqueux. Pour un fluide de Bingham, ce nombre s'écrit :

$$Bi = \tau_0 / \mu_p \dot{\gamma} \qquad \text{(V.18)}$$

Une valeur du nombre de Bingham de 100 est ici considérée comme suffisante pour négliger les effets visqueux. Une telle valeur est atteinte pour des vitesses d'extrusion faibles. Donc pour des écoulements donnant des nombres de Bingham plus grands que 100, le fluide est considéré comme plastique. Autrement, le matériau doit être modélisé comme viscoplastique. L'écoulement d'extrusion est surtout élongationnel dans la zone de mise en forme donc une description plus précise du nombre de Bingham dans ce contexte s'écrit :

$$Bi_e = \sigma_0 / \mu_e \dot{\varepsilon} \qquad \text{(V.19)}$$

Où $\sigma_0$ est le seuil de cisaillement élongationnel et $\mu_e$ est la vicosité élongationnelle. Selon les travaux de Basterfield et al., il y a un rapport de $\sqrt{3}$ entre les propriétés de cisaillement et les propriétés élongationnelles (Adams et al. 1997; Basterfield et al. 2005). Il est important de noter que la généralisation du nombre de Bingham aux fluides de Herschel-Bulckley est tout à fait possible.

Avant l'extrusion, le matériau est homogène et viscoplastique, cependant la filtration peut induire de la friction interne entre les grains et donc changer la rhéologie du matériau. Pour vérifier si ces effets frictionnels peuvent être négligés, nous devons vérifier si le matériau reste homogène ou non et les effets de la filtration sur la composition et la rhéologie du matériau doivent être évalués en utilisant un deuxième critère. Différents critères basés sur le mouvement relatif entre les phases liquides et solides sont rapportés dans la littérature.

La première idée est d'utiliser la perméabilité qui gouverne la cinétique de ce mouvement relatif sous un gradient de pression donné. Cependant, comme le montre la figure V.5, deux pâtes de même rhéologie ($\tau_0$ = 20 kPa et $\mu_p$ = 3200 kPa.s pour le mortier et 6800 kPa.s pour le kaolin) et de même perméabilité ($K$= $3.10^{-9}$ m.s$^{-1}$) présentent des courbes d'extrusion extrêmement différentes. Ainsi, l'augmentation de l'effort d'extrusion dans le cas du mortier montre qu'il est plus sensible que le kaolin à une variation de sa composition. Aussi, la perméabilité décrit la cinétique de filtration mais n'a pas de rapport avec la quantité d'eau de lubrification disponible. Ces deux paramètres sont par contre pris en compte par le coefficient de consolidation $C_v$ défini par Terzaghi.

Le coefficient de consolidation $C_v$ peut-être facilement mesuré en utilisant un œdomètre comme décrit dans le chapitre III (Rangeard et al. 2014) et peut être testé comme critère de filtration. Le coefficient $C_v$ gouverne la durée du phénomène de consolidation et dépend de la compressibilité de la pâte (représentant le volume d'eau pouvant filtrer) et la perméabilité du squelette granulaire (représentant la vitesse de filtration). Ainsi, les coefficients de consolidation du mortier et du kaolin diffèrent ($3.10^{-6}$ m².s$^{-1}$ pour le mortier et $2.10^{-7}$ m².s$^{-1}$ pour le kaolin). Cette différence indique le fait que le mortier possède initialement une structure plus proche de l'équilibre et donc de la fin de la consolidation alors que la pâte de kaolin possède un réservoir fluide de lubrification plus important. Le paramètre « coefficient de consolidation » est donc plus riche que le seul paramètre perméabilité. Un critère est d'ailleurs présenté par Wroth and Houlsby et utilisé par Martin et al. (Martin et al. 2006) pour jauger l'effet de la filtration durant l'extrusion. Ce critère s'écrit :

$$\frac{t}{H^2 / C_V} < 0.1 \qquad \text{(V.20)}$$

avec $t$ la durée de l'extrusion et $H$ le chemin de filtration le plus grand (la longueur de matériau dans l'extrudeuse si le piston est étanche). D'après la théorie de Terzaghi, $H^2/C_v$ représente le temps de filtration caractéristique. Donc, la philosophie du critère de Wroth et Houlsby est basée sur le principe que le temps de consolidation doit être une décade plus faible que la durée de l'extrusion. Cependant, ce critère qui s'applique bien comme critère comparatif pour un seul matériau, ne peut être généralisé à plusieurs, comme le montre la figure V.5. Cette figure montre bien que pour des valeurs similaires du coefficient de consolidation, le mortier et le kaolin ne présentent pas les mêmes courbes d'effort d'extrusion en fonction de l'avance du piston.

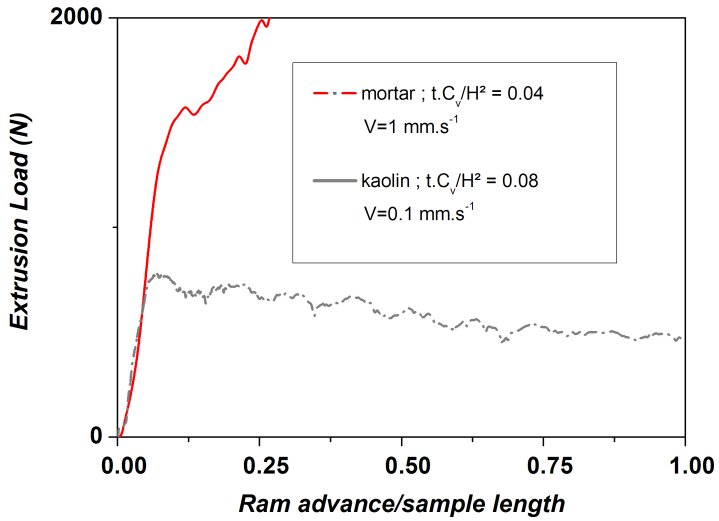



**Figure V.5.** Comparaison des courbes d'évolution de l'effort d'extrusion en fonction de l'effort du piston pour deux matériaux différents ayant des valeurs du critère de Wroth et Houlsby proche.

Cette différence de comportement est attribuée au fait que le critère de Wroth et Houlsby ne prend pas en compte l'effet du drainage sur le comportement rhéologique de la pâte. Une première définition d'un critère prenant en compte cet effet sur la rhéologie a reposé sur le calcul d'un temps nécessaire pour doubler le seuil de cisaillement de la pâte localisée dans une couche d'un centimètre au niveau du piston en utilisant la théorie de la consolidation unidirectionnelle (Perrot et al. 2009c). Ce premier essai n'est cependant pas optimal car il nécessite la résolution d'une équation différentielle et aussi il ne prend pas en compte le frottement intergranulaire.

Le développement d'un tel nouveau critère doit donc essayer de garder la simplicité du critère de Wroth and Houlsby tout en prenant en compte la variation de la rhéologie du matériau avec sa consolidation. En effet, la consolidation et la rigidification de la pâte sont des phénomènes qui se nourrissent l'un et l'autre. Quand le matériau devient plus résistant au cisaillement, le gradient de contrainte augmente ce qui accélère la consolidation en contribuant ainsi à rigidifier la pâte de manière plus rapide. La sensibilité de la rhéologie du matériau à la consolidation est donc très importante. Donc, l'équation (V.20) peut être multipliée par le taux initial d'augmentation de la contrainte de cisaillement en fonction de la diminution d'indice des vides liée à la consolidation près du piston. Le nouveau critère ainsi défini s'écrit de la manière suivante :

$$Dc = \frac{1}{\tau_{ini}} \left( \frac{d\tau}{de} \right)_{ini} \frac{t}{H^2 / C_V} \qquad \text{(V.21)}$$

L'utilisation des lois de comportement définies dans le paragraphe précédent et donnés par les équations (V.8) à (V.11) permet de calculer le terme $d\tau/de$.

Nous pouvons alors essayer de prédire quel sera le comportement des pâtes en calculant ce nouveau critère et le nombre de Bingham pour le kaolin et le mortier dont les caractéristiques sont présentées dans le tableau V.2.

| | Mortar | Clay |
|---|---|---|
| $e_0$ | 0.39 | 1 |
| $K$ (m.s$^{-1}$) | 3.2x10$^{-9}$ | 3.20x10$^{-9}$ |
| $C_v$ (m$^2$.s$^{-1}$) | 3.00 x10$^{-6}$ | 2.00 x10$^{-7}$ |
| $e_{min}$ | 0.3 | 0.3 |
| $a$ (kPa) | 0.0027 | 22 |
| $B$ | -9.32 | -2.64 |
| $\varphi_{max}$ (°) | 35 | 22 |

**Tableau V.2.** Paramètres du comportement hydromécanique du mortier et de la pâte de ciment.

Ainsi, en considérant que la distribution initiale de contraintes dans l'extrudeuse n'est pas affectée par la consolidation, le taux initial d'augmentation de la contrainte de cisaillement peut-être écrite de la manière suivante :

$$\left( \frac{d\tau}{de} \right)_{ini} = abe^b + \sigma_{ram} \cdot \frac{\varphi_{max}}{e_{min} - e_{0.8\phi m}} \qquad \text{(V.22)}$$

où $\sigma_{ram}$ est la contrainte radiale au niveau du piston calculée en utilisant une distribution de contraintes de Janssen avec un coefficient de transmission égal à 1. Les valeurs des nombres de Bingham ainsi que du nouveau critère de filtration sont données dans le tableau V.3.

| | | Consolidation Criterion | | | | | Viscous criterion | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | Velocity (mm/s) | Cv (m²/s) | t (s) | H (m) | Cv.t/H² | Dc | $\tau_0$ (kPa) | μ (kPa/s) | Bi | Material Behaviour |
| Mortar | 0.1 | 3x10$^{-6}$ | 1500 | 0.15 | 0.80 | 5110 | 20 | 3200 | 6380 | Frictional |
| | 1 | 3x10$^{-6}$ | 150 | 0.15 | 0.080 | 511 | 20 | 3200 | 638 | Frictional |
| | 8.3 | 3x10$^{-6}$ | 18 | 0.15 | 0.0096 | 62 | 20 | 3200 | 77 | Frictional |
| Kaolin | 0.033 | 2x10$^{-7}$ | 6061 | 0.20 | 0.12 | 77 | 20 | 6800 | 9100 | Frictional |
| | 0.1 | 2x10$^{-7}$ | 2000 | 0.20 | 0.040 | 25 | 20 | 6800 | 3000 | Frictional |
| | 1 | 2x10$^{-7}$ | 200 | 0.20 | 0.0040 | 2.5 | 20 | 6800 | 300 | Plastic |
| | 8.3 | 2x10$^{-7}$ | 24 | 0.20 | 0.00048 | 0.3 | 20 | 6800 | 36 | Viscoplastic |

**Tableau V.3.** Calcul des valeurs des différents critères utilisés et choix d'un type de comportement.

En regardant la figure V.6 et le tableau V.3, différentes conclusions peuvent être données. La première confirme les limites du critère de Wroth et Houlsby. Si on compare les essais réalisés pour le mortier à 1 mm.s$^{-1}$ et à 0,033 mm.s$^{-1}$ pour le kaolin, nous pouvons voir que la valeur du critère est plus grande pour le kaolin alors que l'augmentation de l'effort

d’extrusion est plus forte dans le cas du mortier. Aussi, le nouveau critère prenant en compte la variation initiale de la contrainte de cisaillement semble mieux retranscrire le comportement de la pâte lors de l’extrusion comme le montre la confrontation des valeurs calculées et les courbes d’évolution de l’effort d’extrusion (figure V.6). Ainsi, comme le montre le tableau V.3, l’utilisation conjointe du nombre de Bingham et du nouveau critère permet de prédire le comportement du matériau durant l’extrusion.

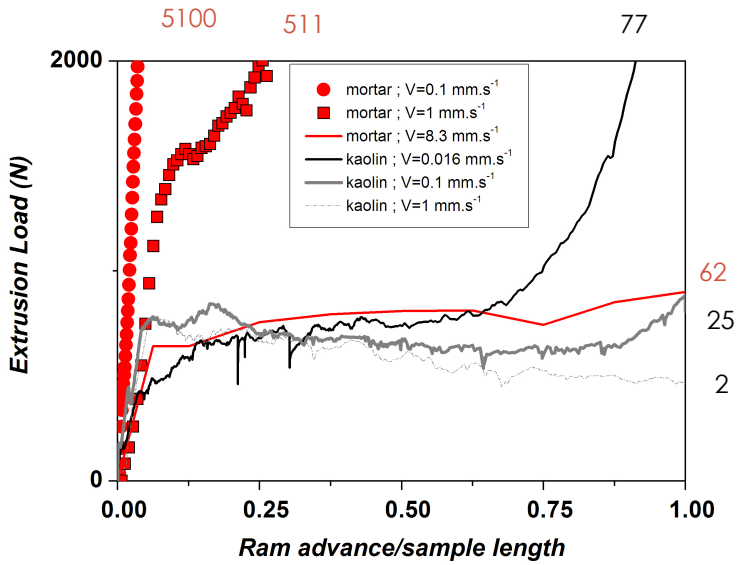



**Figure V.6.** Comparaison des courbes d’évolution de l’effort d’extrusion en fonction de l’avance du piston pour le mortier et le kaolin, confrontation avec les valeurs de *Dc* calculées.

## V.4. Formulation de sols stabilisés au ciment

La valorisation de produits locaux et de déchets inexploités devient aujourd’hui une nécessité. Dans le domaine de la construction, l’utilisation de la terre comme matière première était il y a encore un siècle largement répandue. Le terme terre fait ici référence au sol plus au moins argileux qui est largement présent à la surface du globe et constitue le matériau local par excellence. Cette matière première, « la terre », n’a pas de composition standard. Par conséquent, chaque type de sol nécessite un traitement spécifique afin d’obtenir un matériau répondant à tous les critères d'utilisation dans une construction. La « qualité » d'un sol dépend, d'une part, de la nature minéralogique des particules qui constituent le squelette du sol et, d'autre part, de son état (porosité, teneur en eau). Les matériaux argileux, très présents dans la composition des sols, sont très réactifs à l’eau d’où la nécessité d’un traitement pour améliorer leur résistance et réduire leur sensibilité à l’eau et leur variation volumique. La stabilisation à froid des matériaux argileux par du ciment mis en forme par extrusion est un procédé qui permettrait de valoriser ces produits locaux et de réduire le coût et l’énergie de production. Sous certaines conditions, il est possible, en utilisant ce procédé, de fabriquer des matériaux de construction de qualités comparables à celles des briques de terre cuite (Khelifi et al. 2013a). Dans ce cas, les caractéristiques minéralogiques de l’argile sont primordiales vis-à-vis des propriétés du produit final ; la kaolinite est la plus apte à être valorisée dans cette voie (Amor et al. 1997; Temimi et al. 1992; Molard et al. 1987; Temimi et al. 1995). Pour se rapprocher du cas d’un sol, des mélanges de ciment, de kaolin et de sable sont étudiés.

L'ensemble sable + kaolin peut être considéré comme un matériau naturel modèle traduisant le cas d'un matériau naturel "sol". L'objectif est d'étudier la valorisation de sol riche en kaolinite dans l'industrie du bâtiment. Après la présentation des matériaux utilisés et du protocole expérimental, la quantité d'eau permettant de formuler le matériau répondant aux critères d'extrudabilité établis par Toutou (Toutou et al. 2005) est déterminée sur l'ensemble des mélanges ternaires choisis. Ensuite, les résistances mécaniques (résistances à la compression et à la flexion) sont mesurées afin de distinguer les formulations développant des résistances adéquates. L'effet des fibres sur l'amélioration des résistances mécaniques est aussi étudié.

### V.4.1. Matériaux étudiés et protocole de formulation

Le ciment utilisé est le CEM I 52,5 N PM ES, il présente une masse volumique de 3150 kg/m3 et une surface spécifique de 3390 cm2/g. Le kaolin provient de la carrière "IMERYS" situé à Ploemeur (56). Il présente une masse volumique de 2600 kg/m3 et des grains d'une taille comprise entre 5 et 50 µm. Le sable utilisé est un sable de Loire 0/2, sable roulé dont la masse volumique est de 2600 kg/m$^3$. Un superplastifiant (HRWRA) à base de polycarboxylate est utilisé avec un dosage de 1,5 % (PL/C=1,5).

Les combinaisons étudiées se composent d'un mélange ternaire de ciment, de sable et de kaolin (noté *C, S,* et *K* pour respectivement le ciment, le sable et le kaolin). Les proportions des constituants sont exprimées en pourcentage massique par rapport à la masse solide (ciment + sable + kaolin). Les combinaisons suivantes sont intentionnellement écartées :

- Combinaisons à forte fraction massique de sable (> 60%). Ces combinaisons se caractérisent par une faible cohésion et ne remplissent pas les critères d'extrudabilité.
- Combinaisons à forte fraction massique de kaolin (> 80%). Ces combinaisons présentent des caractéristiques mécaniques très médiocres (faible résistance) et des fortes variations dimensionnelles.
- Combinaisons principalement constituées de ciment (> 60%), ces formulations ne sont pas pertinentes du point de vue économique et environnemental.

L'objectif n'est pas de tester toutes les combinaisons possibles mais d'en choisir certaines (en tout 23) fournissant une vision globale permettant la prédiction, d'une manière quantitative, des performances d'un mélange en fonction de ses constituants.

Pour un mélange ternaire, il faut dans un premier temps ajuster la quantité d'eau permettant l'obtention, à la fin du malaxage, de matériaux répondant aux critères rhéologiques d'extrudabilité. La quantité d'eau ajoutée est incrémentée, à partir d'un mélange ternaire sec, jusqu'à ce que ces critères soient remplis. Un matériau extrudable doit être simultanément assez souple pour qu'il puisse s'écouler et assez ferme afin d'assurer une bonne tenue de forme à la sortie de la filière. Ces deux conditions, dans le cas des matériaux cimentaires, sont satisfaites par un seuil d'écoulement de 20 kPa (Toutou et al. 2005). À la fin du malaxage, le seuil de cisaillement est mesuré au moyen d'un rhéomètre RheolabQC (Anton Paar). Le matériau est placé dans un récipient parallélépipédique et subit un test scissométrique qui permet d'obtenir le seuil de cisaillement en suivant le protocole dit de « stress growth » (Mahaut et al. 2008a). La teneur en eau permettant d'obtenir un seuil d'écoulement de 20 kPa varie en fonction de la combinaison testée. La comparaison des résultats avec et sans plastifiant montre que l'adjuvant est efficace sur le ciment même en présence de kaolin. Notre

hypothèse a été que la quantité d'eau à ajouter à la pâte (moins l'eau absorbée par le sable) est la moyenne pondérée par les fractions massiques des quantités d'eau à ajouter pour obtenir un seuil de 20 kPa pour du ciment et du kaolin pur. Donc dans ce cas, la teneur en eau, pour un seuil d'écoulement de 20 kPa, pourrait être exprimée comme suit :

$$W = w_c\, C + w_s\, S + w_k\, K \qquad \text{(V.23)}$$

où $w_c$ et $w_k$ sont les teneurs en eau respectives permettant d'obtenir un seuil d'écoulement de 20 kPa pour le ciment et le kaolin, $w_s$ est le coefficient d'absorption d'eau du sable et $C$, $S$ et $K$ sont les fractions massiques respectives de ciment, de sable et de kaolin. Cette hypothèse est confirmée par la figure V.7 qui représente l'évolution de "W-$w_c$ C-$w_s$ S" en fonction de la fraction massique de kaolin des formulations avec et sans adjuvant. Les résultats forment une ligne quasi droite passant par l'origine, et à laquelle la méthode des moindres carrés attribue une pente de 0,42 ($R^2$=0,98) qui correspond à la quantité d'eau nécessaire pour que le kaolin pur présente un seuil de cisaillement de 20 kPa.

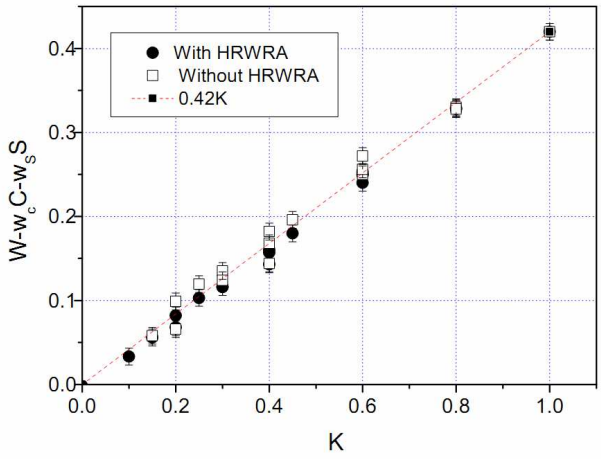



**Figure V.7.** Demande en eau du kaolin pour obtenir un seuil de cisaillement de 20 kPa déduite par les mesures expérimentales et l'équation (V.23) et comparaison avec une demande en eau constante égale à 0,42*K*.

## V.4.2. Performances mécaniques des matériaux formulés

La résistance à la compression notée $f_{c28}$ est mesurée conformément à la norme EN 216-1sur des éprouvettes prismatiques 40x40x160 $mm^3$ pour les formulations avec et sans adjuvant. La résistance mécanique des matériaux cimentaires est acquise grâce à l'hydratation du ciment. De ce fait, la résistance à la compression diminue avec le rapport massique *E/C*. Ainsi, les formulations adjuvantées, présentant une plus faible teneur en eau, développent de meilleures résistances (+ 5 à 20%). La figure V.8 présente les résistances à la compression des formulations testées. Malgré l'utilisation de kaolin, l'allure de la courbe de résistance à la compression en fonction du rapport eau /ciment (*E/C*) est typique d'un mortier ou d'un béton classique. Dans ces conditions de conservation (bain thermique à 20±1°C), le kaolin agit comme un granulat à forte demande en eau et n'interagit pas avec le ciment. Des modèles prédictifs classiques peuvent alors être testés pour prédire la résistance à la compression comme la relation de Bolomey ou la méthode de Féret. Le modèle de Féret utilisé dans notre étude, prédit la résistance à la compression à 28 jours en fonction du rapport *E*/*C* comme suit (en négligeant l'air occlus) :

$$f_{c28} = K_F . \sigma_{C28} \left[ \frac{1}{(1+E/C)(\rho_c / \rho_w)} \right]^2 \qquad \text{(V.24)}$$

où $k_f$ est un coefficient dépendant de la qualité des granulats, $\sigma_{c28}$ est la résistance normale du ciment à 28 jours et $\rho_c$ et $\rho_e$ sont les masses volumiques respectives du ciment et de l'eau. Le meilleur ajustement est obtenu avec le modèle de Féret pour un coefficient $k_f$ = 5,312 correspondant à un granulat de bonne qualité. La figure V.8 présente l'ensemble des résultats expérimentaux (avec et sans adjuvant) et la courbe du modèle de Féret est obtenue par la méthode des moindres carrés avec un coefficient $R^2$ égal à 0,975. Ainsi, le mélange de sable et de kaolin peut être considéré comme un granulat équivalent. Le rapport des fractions massiques sable/kaolin est le principal facteur régissant la quantité d'eau nécessaire à assurer une rhéologie adéquate et, par conséquent, la résistance à la compression. En combinant les équations V.1 et V.2, on peut établir une relation prédictive de la résistance à la compression des mortiers à forte fraction de kaolin :

$$f_{c28} = K_F . \sigma_{C28} \left[ \frac{1}{\left(1 + w_c + w_s \frac{S}{C} + w_k \frac{K}{C}\right) \frac{\rho_c}{\rho_w}} \right]^2 \qquad \text{(V.25)}$$

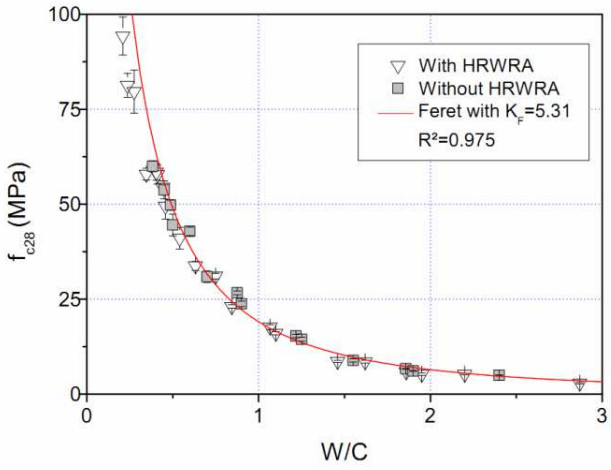



**Figure V.8.** Evolution de la résistance à la compression à 28 jours en fonction de E/C. Comparaison entre le modèle de Féret et les résultats expérimentaux.

Conformément aux prescriptions de la norme EN 216-1, la résistance à la flexion à 28 jours est déterminée par des essais deflexion trois points sur des éprouvettes prismatiques 4 x 4 x 16 $cm^3$ conservées dans un bain thermique à 20 C°. La figure V.9 montre que la résistance à la flexion est directement liée au rapport *E/C* et s'étend de 1,5 MPa à 21 MPa L'évolution est similaire à celle de la résistance à la compression. Le rapport des résistances à la flexion sur les résistances à la compression s'échelonne linéairement entre 0,2, pour les mortiers et la pâte de ciment (sans kaolin) et 0,8 pour les formulations à forte fraction de kaolin (80 %). Les rapports de résistances flexion/compression des mortiers sans kaolin sont proches de celui prédit par l'Eurocode 2 et ceux de bétons obtenus dans des récents travaux (Achour et al. 2008). La structure feuilletée du kaolin explique sa plasticité et sa capacité, relativement à sa

résistance à la compression, à développer une bonne résistance à la traction ou à la flexion (Al Rim et al. 1999; Vasseur et al. 1995; Djeran-Maigre et al. 1998).

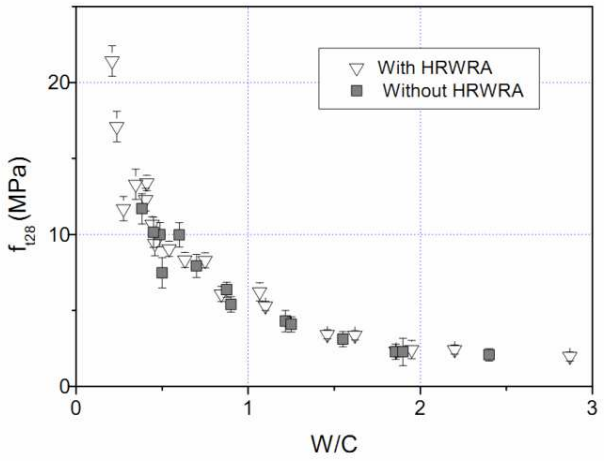



**Figure V.9.** Evolution de la résistance à la flexion de l'ensemble des formulations testées en fonction de E/C.

### V.4.3. Variation dimensionnelle et sensibilité au degré de saturation

Le retrait est évalué jusqu'à la stabilisation, conformément aux prescriptions de la norme (NF P 15-433), sur des éprouvettes prismatiques 4 x 4 x16 $cm^3$, munies à leurs deux extrémités de plots et conservées après démoulage dans une chambre climatique sous une température de 20° ± 1°C et une humidité relative de 50 ± 5%. La figure V.10 montre l'évolution du retrait à la stabilisation en fonction de la fraction volumique de kaolin. Le retrait à la stabilisation, dans la gamme de notre étude, évolue linéairement avec la fraction volumique de kaolin. Cette augmentation s'explique par la forte demande en eau du kaolin et ses répercussions durant le séchage. Les valeurs de retrait s'étendent de 0,2 %, correspondant aux formulations ne contenant pas de kaolin, à 0,75 % pour les formations à forte fraction de kaolin. Ces résultats sont en parfaite corrélation avec d'autres travaux, tout en demeurant inférieurs au retrait du kaolin pur (Arosio et al. 2007; Bahar et al. 2004; Walker 1995).

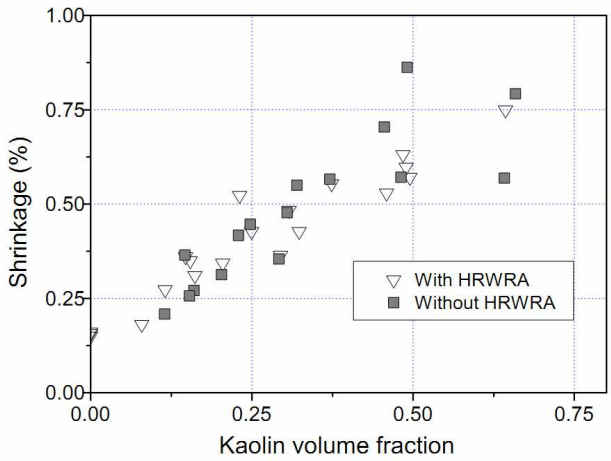



**Figure V.10.** Evolution du retrait du séchage à la stabilisation de l'ensemble des formulations testées en fonction de la fraction volumique de kaolin.

Le comportement des briques d'argile stabilisées par du ciment sont très sensibles à leur degré de saturation. Par conséquent, la résistance à la compression dépend de leur mode de conservation. Pour des éprouvettes conservées à l'air, l'évaporation de l'eau et la désaturation de la matrice argileuse crée un effet de succion qui a tendance à précontraindre la matrice granulaire et à augmenter la cohésion des grains et des hydrates (Ibarra et al. 2005; Panayiotopoulos 1996). Au contraire, l'immersion des éprouvettes dans l'eau provoque un développement de la pression interstitielle et la dissolution d'hydrates solubles dans les matériaux stabilisés, induisant une diminution des résistances mécaniques (Arosio et al. 2007; Bahar et al. 2004). Les éprouvettes conservées à l'air présentent donc de meilleures résistances à la compression et à la flexion que celles immergées dans l'eau. Le rapport des résistances à la compression des éprouvettes conservées à l'air à celles des éprouvettes immergées augmente avec la fraction volumique de kaolin (Dexter et al. 1988). La perte de résistance mécanique par immersion est presque complètement récupérée après le séchage (Dexter et al. 1988). Ceci est confirmé par les tests mécaniques réalisés sur des éprouvettes conservées dans deux environnements différents (Figure V.11). Le rapport des résistances des éprouvettes conservées à l'air à celles conservées immergées s'échelonne entre 1 et 3 en fonction du rapport kaolin/ciment. On note que la durée d'immersion, entre 7 et 28 jours, n'a pas eu d'influence sur la résistance à la compression. Le rapport de résistance tend vers 1 lorsque la fraction volumique de ciment est supérieure à celle de kaolin. Pour de telles formulations, l'immersion n'a quasiment aucun effet et le comportement est similaire à celui d'un mortier ou d'un béton classique. Le rapport des résistances des éprouvettes conservées à l'air par rapport à celles immergées augmente avec le rapport *K/C*.

Dans le but d'éviter l'effet néfaste de l'immersion sur les bloques d'argile stabilisées par du ciment, deux stratégies peuvent être adoptées. La première consiste, afin de s'affranchir de la perte de résistance, à ne prendre en considération que les résistances mécaniques obtenues sur des matériaux immergées dans l'eau (Walker 1995). La deuxième stratégie, consiste à protéger les surfaces de ces matériaux pour empêcher toute exposition à l'eau (Bahar et al. 2004). La deuxième solution nous permettra d'opter pour la formulation à 10, 60 et 30 % de fraction massique respectives de ciment, de sable et de kaolin, dont le dosage en ciment est équivalent à celui des blocs constructifs de type parpaing. Elle présente une résistance à la compression de 8 et 17 MPa respectivement après immersion et après séchage à l'air.

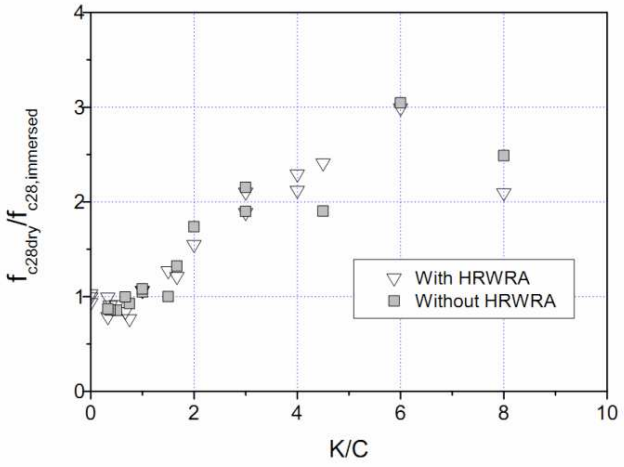



**Figure V.11.** *Rapport de la résistance à la compression des éprouvettes conservées à l'air à celles conservées immergées de l'ensemble des formulations testées en fonction du rapport des fractions massiques "kaolin/ciment".*

### V.4.4. Effet du procédé de mise en forme et de l'ajout de fibres

L'extrusion permet d'éliminer l'air occlus et donc d'augmenter la résistance à la compression et à la flexion des composites cimentaires (Perrot et al. 2009b). Pour des matériaux renforcés de fibres, l'intérêt de l'extrusion est aussi d'améliorer l'interface entre la matrice et les fibres et d'orienter celles-ci (Khelifi 2012). Ainsi, la résistance à la traction est améliorée par l'extrusion pour des kaolins stabilisés au ciment et renforcés de fibres de lin. Comme le montrent les essais de fendage présentés sur la figure V.12, la résistance et la ductilité du matériau sont améliorées par le procédé d'extrusion.

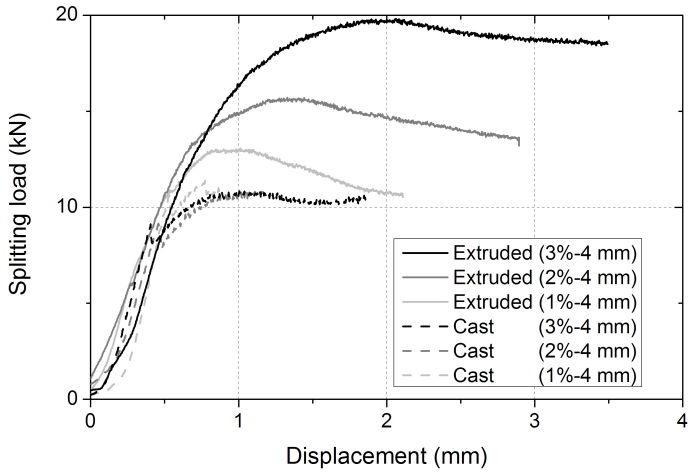



**Figure V.12.** *Résultats d'essais de fendage pour des éprouvettes de kaolin stabilisé au ciment moulés et extrudés contenant différentes fractions volumiques de fibres.*

Cette figure montre aussi que contrairement aux produits extrudés, les produits moulés ne montrent pas des propriétés améliorées lorsque des fibres sont ajoutées aux mélanges. Ainsi la figure V.13 montre que la résistance à la flexion est améliorée par l'ajout de fibres jusqu'à un certain pourcentage. Au delà de ce pourcentage, les fibres en se déformant à la sortie de la filière créent des défauts de surface qui agissent comme des initiateurs de fissure.

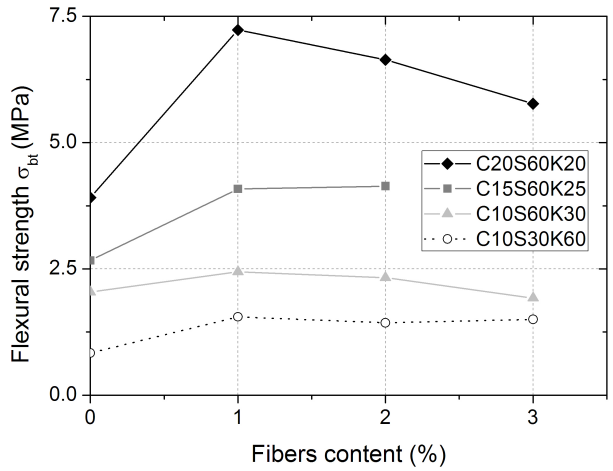



**Figure V.12.** *Résultats d'essais de flexion trois points pour des éprouvettes de kaolin stabilisé au ciment moulés et extrudés contenant différentes fractions volumiques de fibres.*

L'orientation des fibres induit une anisotropie du comportement du matériau qui se retrouve sur la figure V.13 par une différence des résistances à la traction obtenues par fendage et par flexion. Khelifi a ainsi montré que cette différence apparaît si la vitesse du procédé est suffisante pour orienter suffisamment les fibres (figure V.14).

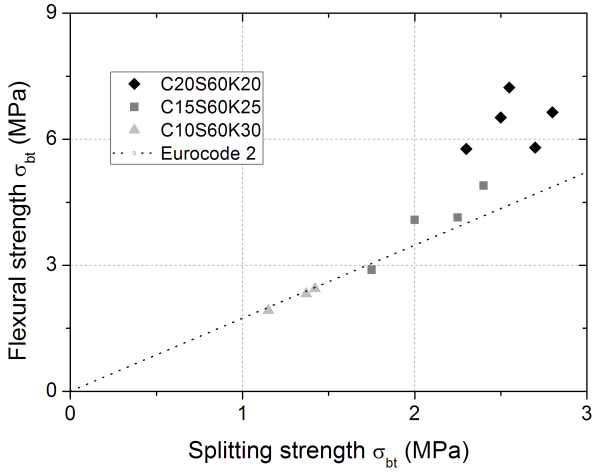



**Figure V.13.** *Différence de résistances à la traction obtenue par fendage et par flexion trois points.*

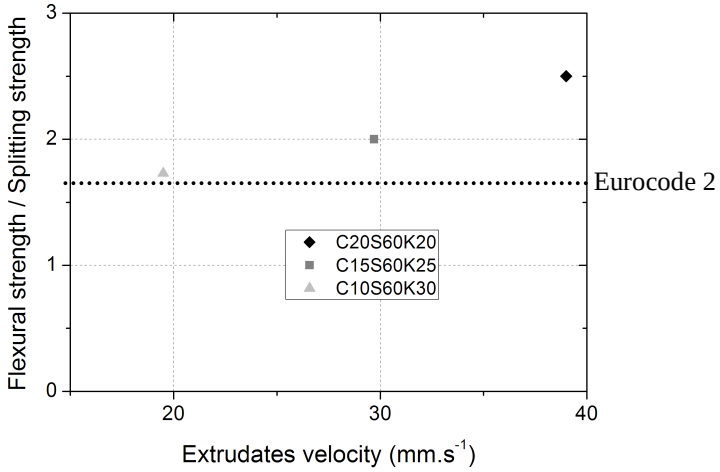



**Figure V.14.** *Influence de la vitesse de sortie des composites sur la différence de résistances en traction mesurées par fendage ou par flexion trois points.*

## V.5. Conclusions

Dans cette partie, les avancées relatives à l'extrusion des matériaux à base cimentaire ont été présentées. Ainsi, une modélisation unidimensionelle permettant de calculer l'effort d'extrusion de matériaux présentant un comportement plastique frottant est donnée. Aussi, une méthodologie a été développpée pour prédéterminer le type de comportement qu'adoptera une géo-suspension concentrée dans une situation d'extrusion donnée.

Enfin, les travaux sur la formulation d'argiles stabilisées au ciment et renforcées de fibres végétales sont présentés. Les blocs obtenus donnent des résistances mécaniques tout à fait

acceptables en comparaison avec des blocs béton classiques pour des dosages en ciment proches.

Dans cette partie, les perspectives sont la mise en place d'une modélisation en trois dimensions de l'effort d'extrusion qui permettra de réduire le nombre de paramètres de calage du modèle.

Aussi, il serait intéressant d'étudier la faisabilité de l'extrusion de composites contenant des matériaux de substitution au ciment comme le métakaolin ou d'autres liants activés.

# VI. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Ce chapitre a pour but de résumer les apports de mes travaux, thématique par thématique, en essayant à chaque fois de présenter les poursuites envisagées avec des échéances plus ou moins éloignées.

**Dans un premier temps**, j'ai présenté mes travaux sur la rhéométrie des suspensions concentrées. J'ai pu participer à la mise en place de protocoles d'essais et d'analyses de données adaptés à ces matériaux qui présentent un comportement viscoplastique. Une des avancées importantes a été la mise en place d'une méthode « robuste » d'analyse des données d'un essai rhéologique à cylindres coaxiaux permettant de passer du couple appliqué à la contrainte de cisaillement et de la vitesse de rotation au taux de cisaillement. Je qualifie cette méthode de robuste car elle convient à tout type de comportement viscoplastique et ne demande pas de choisir a priori la forme de la loi rhéologique (Bingham, Bingham modifié, Herschel-Bulkley…). Cette méthode d'analyse des essais a d'ailleurs été reprise par de nombreux auteurs dans les dernières années.

Mes travaux ont aussi permis des avancées dans l'utilisation de géométries « confinées » mieux adaptées aux matériaux fermes ne s'écoulant pas sous leur propre poids. La mise en place d'une modélisation des écoulements de back-extrusion et en extrusion axisymétriques a permis de mettre au point des méthodes d'analyse des données permettant d'obtenir simultanément le rhéogramme et le comportement à l'interface matériau/paroi.

Au niveau des perspectives, il apparaît que la mise en place de critères de choix de la méthode de caractérisation en fonction du seuil estimé du matériau pourrait être une des poursuites directes à mes travaux :

- si le matériau s'écoule sous son propre poids dans le porte-échantillon du rhéomètre, la géométrie coaxiale s'avère adaptée,
- si le matériau ne s'écoule pas sous son propre poids, les géométries confinées comme l'extrusion et la back extrusion sont préférables.

Pour y parvenir, il faudrait dans le cas d'une géométrie Vane, comparer l'effort nécessaire à la fermeture d'une fissure initiée par la rotation de la géométrie coaxiale aux forces de gravité contribuant à sa fermeture. La détermination de la composante visqueuse du comportement est possible seulement si ces forces de gravité sont suffisantes pour reboucher la fissure et assurer la continuité dans le matériau. Une comparaison entre la théorie et l'expérimentation est aussi nécessaire pour valider le critère. Des méthodes de simulation numériques seraient sans doute un complément pour conforter les démarches expérimentales et analytiques.

A plus lointaine échéance, la caractérisation et la modélisation des hétérogénéités et effets d'échelle induits par l'écoulement sont à améliorer et à mieux prendre en compte pour que la réponse macroscopique mesurée soit reliée au comportement microscopique local du matériau. Pour illustration de l'intérêt de cette étude, un Benchmark organisé au début des

années 2000 sur le béton au LCPC a mis en évidence que la réponse des essais sur rhéomètres (surtout de type coaxial) variait en fonction des géométries utilisées sur un même matériau (Ferraris and Brower 2001). Dans le cas des suspensions concentrées comme les bétons, ces différences sont attribuées à des effets d'échelles liés aux rapports entre la taille des plus gros grains (ou la taille de clusters de grains) et la dimension de l'entrefer (Fall et al. 2009; Fall et al. 2010; Goyon et al. 2010; Goyon et al. 2008; Ovarlez et al. 2013; Ovarlez et al. 2011; Picard et al. 2005). Ces effets non-locaux disparaissent si la largeur de l'entrefer est environ cinquante fois plus grande que la taille des plus grosses particules (Ovarlez et al. 2013). L'utilisation de la mécanique non-locale avec la détermination de longueurs caractéristiques liées à la microstructure de la suspension doit permettre de mieux décrire ces effets d'échelle. Des modélisations analytiques et numériques ont été entreprises dans ce sens dans la géométrie Poiseuille (écoulement dans une conduite cylindrique) et ont abouti à la publication d'une étude (Perrot et al. 2014a). La généralisation de ces travaux dans des géométries plus courantes et plus complexes comme la géométrie plan/plan ou Couette est en cours. La mise en place d'expérimentations sur des fluides modèles devra être entreprise pour valider les résultats théoriques. Les résultats obtenus donneront des limites théoriques pour les géométries d'essai afin de garantir que les entrefers soient suffisamment larges pour éviter les effets d'échelle et garantir que le comportement macroscopique résultat de l'expérience est bien conforme au comportement du matériau à l'échelle du volume élémentaire représentatif de la mécanique des milieux continus.

**Le deuxième chapitre** du mémoire liste mes travaux sur la compréhension et la description qualitative et quantitative du phénomène de ressuage dans des bétons. Le ressuage est un phénomène complexe qui fait intervenir la résistance à l'écoulement du squelette granulaire (perméabilité), la compressibilité de la pâte (au sens de la mécanique des sols) et les interactions microscopiques entre les grains de ciment. C'est une problématique qui devient de plus en plus importante à mesure que les bétons deviennent de plus en plus fluides.

Parmi les résultats présentés, la mise en œuvre et le développement de moyens expérimentaux permettant la mesure de paramètres du comportement hydromécaniques de matériaux cimentaires à l'état frais a été un des apports importants dans ce domaine (Picandet et al. 2011; Rangeard et al. 2014). Ces développements ont rendu possible une mesure fiable et précise de la perméabilité et de la compressibilité des matériaux à base cimentaire qui permette de décrire respectivement la vitesse de ressuage et la quantité d'eau ressuée sous une charge donnée.

L'autre avancée importante est d'ordre théorique et permet la compréhension des mécanismes microscopiques à l'origine du ressuage. L'analyse microscopique des forces agissant à l'échelle des grains (gravité et interactions colloïdales) a permis de mettre en évidence théoriquement les limites de formulation de pâtes de ciment en terme de rapport E/C et de dosage en superplastifiant (Perrot et al. 2012a; Perrot et al. 2013b). Cette analyse microscopique des forces agissant sur les grains de ciment a permis de déterminer deux fractions volumiques critiques décrivant la stabilité des grains de ciment (ressuage) et l'apparition d'un seuil de cisaillement. La comparaison entre le comportement rhéologique des pâtes et leur comportement au ressuage montre que tous les matériaux autoplaçants sont soumis au phénomène de ressuage et qu'il est nécessaire de ralentir le phénomène en ajoutant des agents viscosants pour obtenir un mélange capable de rester suffisamment homogène.

Mes travaux sur la thématique du ressuage et plus généralement sur les mouvements de la phase fluide à travers le squelette granulaire m'ouvrent plusieurs perspectives de poursuites.

L'une d'elles est la mise en place d'un essai de caractérisation de la perméabilité apparente de pâte de ciment contenant des agents viscosants comme les éthers de cellulose est nécessaire car le matériel développé pour les pâtes de ciment classique n'est plus adaptées. En effet, avec les matériels développés (Picandet et al. 2011), la forte viscosité du fluide interstitiel induit des temps incompatibles avec la prise du ciment pour recueillir suffisamment de liquide afin d'estimer précisément la perméabilité. Aussi, ces éthers forment des clusters en solution qui bouchent les filtres traditionnellement utilisés en perméamétrie. Il faut donc trouver un système de filtration qui laisse passer ces clusters en évitant la migration des grains de ciment. Une étude est actuellement en cours avec Alexandre Pierre de l'université de Cergy-Pontoise afin de développer un système utilisant une pression pouvant aller jusqu'à 1 bar et un système de filtration optimisé. Le but de cette étude est aussi de mieux comprendre les modes d'action des éthers de cellulose pour optimiser leur dosage.

Une autre perspective consiste en la mise en équation des essais d'évaluation de la stabilité des bétons fluides (essais de ressuage de surface et de stabilité au tamis) à partir des paramètres de leur comportement hydromécanique. Ces modélisations permettraient de trouver les paramètres intrinsèques des bétons influençant le résultat de ces essais que l'on peut qualifier de relativement empiriques. Le fait de pouvoir relier les résultats d'essais de réception de béton à des grandeurs intrinsèques de leur comportement permettrait de donner une aide précieuse dans le but d'optimiser leur composition.

A plus long terme, la mise en place d'une modélisation du ressuage utilisant des valeurs expérimentales de la perméabilité, des coefficients de compressibilité et de consolidation (et leurs évolutions temporelles) est à privilégier pour obtenir une simulation plus fine de la consolidation des bétons dans les coffrages que celles qui sont actuellement présentées dans la littérature (Josserand et al. 2006; Morris and Dux 2010; Assaad and Harb 2011). Ce nouveau modèle devra également prendre en compte une distribution des contraintes à l'intérieur du coffrage la plus réaliste possible (cisaillement du béton à la paroi, raidissement de la pâte dans le temps…). La mise en place d'essais à grandeurs réelles dans des colonnes de grandes hauteurs (jusqu'à 6 mètres) est en cours de discussions avec des chercheurs du LGCGM.

Aussi, l'impact de la migration d'eau entre les granulats et la pâte de ciment à l'état frais sur les caractéristiques du béton pourrait être étudié. Ainsi les rôles de la perméabilité de la pâte de ciment, de la porosité et de la teneur en eau des granulats pourraient être quantifiés afin de connaître leur impact sur la qualité de l'interface entre le granulat et le ciment. Une modélisation des transferts fluides entre pâte et granulats pourrait être rapidement mise en place et confrontée avec des résultats expérimentaux provenant de la mise en place d'interfaces planes modèles dont les caractéristiques physiques et mécaniques pourraient être étudiées (densité, cisaillement, nano-indentation…).

**Dans une troisième partie**, j'ai listé mes travaux traitant de la structuration des bétons et des conséquences induites sur leurs mises en œuvre. Dans cette thématique, une des avancées présentées est la fiabilisation de l'essai de plaque qui permet à l'aide d'une simple balance reliée à un barreau ou à une plaque immergée dans le béton de suivre sa structuration (augmentation du seuil de cisaillement en fonction de la durée du repos) au cours du temps.

Les conditions de réussite de cet essai en terme de géométrie et de protocole experimental sont présentées avec ses limites (Amziane et al. 2008; Sleiman et al. 2010).

Un des autres apports concerne l'étude de l'effet des charges solides (fibres et granulats) sur la vitesse de structuration des bétons (Lecompte et al. 2012; Perrot et al. 2013a). Ces études ont mis en évidence que les problèmes de structuration et de thixotropie étaient beaucoup plus marqués, en proportion, pour les bétons fluides type autoplaçants que pour les bétons classiques. Notamment, si on définit un temps caractéristique qui représente la durée nécessaire pour que le béton au repos double son seuil de cisaillement, celui-ci augmente lorsque l'on se rapproche de dosage en granulat utilisé pour des bétons classiques. Au contraire, ce temps est réduit pour des volumes de pâte compatible avec des pâtes autoplaçantes. Ces constatations sont en accord avec les changements de régime d'écoulement détectés par Yammine et al. (Yammine et al. 2008).

Une autre application de la structuration des bétons trouve son origine dans la modélisation de la poussée exercée par les bétons autoplaçants sur les coffrages. Mes travaux dans cette partie m'ont permis de rejoindre un comité technique de la RILEM avec comme réalisation majeure la participation à un Benchmark international (Billberg et al. 2014). Ces travaux m'ont aussi permis de développer des collaborations nationales avec Sofiane Amziane de Clermont-Ferrand et Nicolas Roussel de l'IFFSTAR. Dans cette thématique, j'ai pu participer à l'amélioration du modèle d'Ovarlez et Roussel (Ovarlez and Roussel 2006) pour la prise en compte de l'effet des armatures sur la pression exercée sur les coffrages (Perrot et al. 2009a) et son adaptation pour des vitesses de coulage relativement lentes (Perrot et al. 2014b). Dans cette dernière étude, un modèle original de l'évolution du seuil de cisaillement du béton au repos a été proposé.

Pour ce chapitre, deux pistes de poursuite me viennent à l'esprit. La première, à court et moyen termes consiste en la poursuite des travaux du comité technique RILEM traitant le sujet de la pression exercée par les bétons autoplaçants sur les coffrages avec notamment la participation à la rédaction d'un ouvrage sur l'état de l'art. Dans cette même thématique, il serait également intéressant de mettre en place une modélisation plus générale de la pression compatible avec des bétons ordinaires qui présentent un frottement intergranulaire important. De la même façon, la prise en compte de la consolidation du béton (pour des mélanges instables) entre les modélisations existantes des pressions exercées pourrait être entreprise en utilisant les techniques développées dans la deuxième partie du mémoire.

L'autre perspective consiste en l'utilisation de la structuration des bétons dans la mise en œuvre de technique d'impression 3D béton qui pourrait être développée dans le cadre de travaux en série ou de travail en zone polluée ou inaccessible à l'homme. Des études sont présentes dans la littérature et montrent que la réalisation d'un tel procédé est possible (Le et al. 2012b; Lloret et al. 2014; Cesaretti et al. 2014; Lim et al. 2012; Le et al. 2012a; Zhang and Khoshnevis 2013; Koshnevis et al. 2006; Buswell et al. 2008; Buswell et al. 2007; Shahab et al. 2013). Une des premières études d'optimisation, coté matériau, consisterait à relier la vitesse maximale d'élévation d'un mur en fonction de la vitesse de structuration du béton au repos. Le but est que la couche de base soit suffisamment solide afin d'assurer la stabilité de la structure. Une étude est actuellement en cours de réalisation sur ce point en collaboration avec Damien Rangeard de l'INSA de Rennes et Alexandre Pierre de l'Université de Cergy-Pontoise. D'autres études plus poussées et plus complètes, à échelle plus ou moins grande et à plus ou moins long terme, pourraient être entreprises dans cette thématique de l'impression 3D en montant des équipes pluridisciplinaires (informaticiens, automaticiens…) et en se

servant de mes compétences acquises dans le domaine de la formulation, de l'extrusion et de la structuration des bétons.

**Dans la dernière partie**, j'ai pu présenter mes avancées dans le domaine de l'extrusion des bétons. Ces travaux s'inscrivent directement dans la continuité de mes travaux de thèse. Dans cette partie, deux axes sont présentés. Le premier porte sur la modélisation et la compréhension de l'extrusion des suspensions très concentrées (comme les bétons) qui présentent une grande susceptibilité à la consolidation et dont le frottement intergranulaire peut avoir de fortes conséquences sur l'écoulement. Un modèle monodimensionnel prenant en compte le comportement rhéologique et de consolidation d'une pâte ferme a été développé dans le cadre de la thèse d'Hamid Khelifi (Khelifi et al. 2013a; Khelifi et al. 2013b). Cette modélisation originale permet de prédire les hétérogénéités induites par l'écoulement d'extrusion ainsi que l'évolution de l'effort d'extrusion à partir de son comportement rhéologique (loi de Coulomb) et de ses caractéristiques de consolidation (perméabilité, compressibilité). Dans cette sous partie, j'ai pu mettre au point et améliorer des critères de prévisions du comportement du matériau au sein de l'extrudeuse afin de savoir si la suspension concentrée va pouvoir rester homogène durant l'extrusion (Perrot et al. 2014c; Perrot et al. 2009c).

L'autre grande thématique de cette partie consiste en la formulation de mélange extrudable utilisant le maximum de ressource brut ou de matériaux bio-sourcés. Cette thématique a fait l'objet de deux co-encadrements de thèse (H. Khelifi et R.H. Lumingkewas). La matrice minérale utilisée consiste en un mélange ternaire de kaolinite, de sable et de ciment censé représentée un sol kaolinique stabilisé à froid au ciment. Une méthode de formulation de ce mélange ternaire  a été proposée pour déterminer les proportions nécessaires à obtenir une résistance visée tout en gardant des caractéristiques rhéologiques permettant l'extrusion (Khelifi 2012; Khelifi et al. 2013a). L'incorporation de fibres végétales telles que les fibres de lin ou de coco pour améliorer les caractéristiques mécaniques des composites extrudés (Lumingkewas et al. 2013a; Lumingkewas et al. 2013b).

Sur la thématique de l'extrusion, plusieurs suites découlent de mes travaux. Premièrement, la généralisation en 3 dimensions du modèle développé en monodimensionnel est un chantier qu'il convient d'entreprendre. Dans ce cadre, il serait aussi intéressant d'améliorer la transition d'un comportement « cohésif » vers un comportement « frottant » en réalisant une étude plus poussée et plus fine du comportement rhéologique (mise au point d'une cellule de cisaillement sous chargement normal avec suivi de l'évolution de la pression interstitielle, réalisation d'essais triaxiaux). Ces travaux peuvent porter sur plusieurs années et peuvent s'appuyer sur des collaborations internes au laboratoire (G. Ausias, J. Férec, T. Lecompte) au niveau de la modélisation numérique et sur des collaborations externes (D. Rangeard – INSA de Rennes) au niveau de l'étude du comportement du matériau.

L'autre suite naturelle porte sur l'étude de formulation innovante pour l'extrusion. Notamment, une des suites pourrait porter sur la mise au point et l'étude de mélange ternaire kaolin/métakaolin/ciment pour permettre de minimiser la quantité d'argile à activer dans le cadre de valorisation en place d'argile pour la construction. Dans le même état d'esprit, la compréhension des interfaces entre les fibres végétales et les matrices cimentaires ainsi que la compréhension des échanges hydriques et chimiques entre les fibres et les matrices cimentaires pourraient être améliorées par la mise en commun de compétences transdisciplinaires disponibles au laboratoire. Des travaux ont été initiés pour mettre en place des moyens d'essais de pull-out et de nano-indentations avec les chercheurs de l'équipe

polymères et composites du LIMat B spécialisés dans l'étude des fibres végétales (A. Le Duigou) afin de mieux comprendre ces échanges et optimiser les interfaces fibres/matrice.

**D'une manière plus générale**, l'obtention d'une habilitation à diriger la recherche pourrait me permettre d'être plus actif dans la recherche et le montage de projet avec la possibilité de diriger des thèses. Ce titre faciliterait la poursuite des échanges déjà initiés au laboratoire avec l'étranger (Indonésie, Algérie, Cambodge…) et permettrait de partager des compétences pour lancer des thèses en cotutelle portant sur des problématiques communes comme la valorisation de ressources locales dans les matériaux de construction (terre, fibres ou granulats biosourcés, déchets industriels…). Dans le même cadre, j'aimerai continuer, étendre et/ou approfondir mes collaborations nationales pour permettre la mise en place de projets collaboratifs à l'échelle nationale ou Européenne (INSA de Rennes, Université de Rennes 1, IFSTTAR, Université Blaise Pascal…).

J'espère aussi que ce titre me permettra d'augmenter de manière significative mon taux d'encadrement doctoral. En effet, mon habilitation permettrait de combler un vide au laboratoire, c'est-à-dire une personne pouvant diriger des thèses avec des compétences principales dans la formulation et la mise en œuvre des bétons.

Enfin, j'espère que ce diplôme donnera une impulsion pour la mise en œuvre de partenariats industriels entre les chercheurs en génie civil de l'UBS et les industriels locaux. En effet, la présence de génie civil universitaire à Lorient étant peu lisible (pas de mot clé génie civil dans la description du laboratoire, par exemple) et le nombre de chercheurs dans cette thématique peu nombreux, le nombre de partenariats industriels était très limité, voir nul à mon arrivée. Des efforts déployés ces dernières années avec l'ensemble de l'équipe éCoMatH, on permis de mettre en place des collaborations (contrats de recherche, prestations) avec des PME du grand ouest (Silvadec, ATE 53, Simulo Technology). Ces efforts ont débouché notamment sur l'embauche d'un postdoctorant financé pour 18 mois par l'entreprise Silvadec (spécialisé dans l'extrusion de bois composites) en septembre 2014. De la même façon, des contrats de prestation viennent d'être signés avec l'entreprise Freyssinet sur l'étude de joints de chaussée (octobre 2014) et pourraient déboucher sur un partenariat plus poussé.

# VII. ANNEXE : CURRICULUM VITAE

Arnaud PERROT
Maître de conférences – section N°60
Classe normale – 5ème échelon

**Né le 11/06 /1980 à Chartres (28)**
Marié – 2 enfants

**Adresse personnelle**
11, rue des moissonneurs
56650 INZINZAC-LOCHRIST

Tél. : 06 09 39 26 29

**Adresse professionnelle**
UBS – LIMAT B
Centre de Recherche de Saint Maudé
BP 92116
56321 LORIENT CEDEX

Tél. : 02 97 87 45 77
Fax : 02 97 87 45 72
e-mail : arnaud.perrot@univ-ubs.fr

## ➲ SITUATION ACTUELLE

**Maître de conférences à l'Université de Bretagne-Sud**
LIMAT B – Equipe Comportement des matériaux hétérogènes
UFR SSI – UBS Lorient – Génie Civil et Infrastructures

## ➲ FORMATION

2006-2007 : **ATER au Département Génie Civil et Urbanisme de l'INSA de Rennes**
Laboratoire de Génie Civil et de Génie Mécanique de l'INSA de Rennes

2003-2006 : **Thèse de doctorat de l'INSA de Rennes - Mention Très Honorable**
(Laboratoire de Génie Civil et de Génie Mécanique) dans le cadre d'une allocation MENRT. Co-direction assurée par Pr. C. Lanos et Dr Y. Mélinge.
**Conditions d'extrudabilité des matériaux à base cimentaire**
**Monitorat** effectué au département Génie Civil et Urbanisme de l'INSA Rennes

2002 - 2003 : **DEA de mécanique Université Rennes 1/INSA Rennes - Mention très bien**

1998 - 2003 : **Diplôme d'ingénieur Génie Civil et Urbanisme - INSA Rennes**

# ➲ ENSEIGNEMENT

320 heures éq. TD en moyenne par an depuis 2007-2008 en cycles Licence et Master.
Les principaux enseignements dispensés sont

- *Routes et VRD (CM et TD en Master 1) :*

Géotechnique routère, terrassement, Assainissement et réseaux.

- *Matériaux cimentaires (CM et TD en Licence 3) :*

Constituants, bases de formulation, rhéologie des matériaux cimentaires, durabilité.

- *Qualité et Construction (CM et TD en Master 1)*

Normalisation, contrôle, organisation.

- *Géotechnique (CM, TD en Master 1 et TP en Licence 3) :*

Travaux pratiques de mécanique des sols en Licence 3, Reconnaissance In-Situ et fondations profondes en Master 1.

- *Technologie de la construction (CM, TD et Projet en Licence 3)*

Projet de second œuvre, Acte de construction (planification, analyse structurelle).

| Niveau | **CM** | **TD** | **TP** | **Projets/Stages** | *TOTAL (Eq. TD)* |
|---|---|---|---|---|---|
| **Master** | 350 | 346 | 0 | 350 | *1221* |
| **Licence** | 94 | 109 | 216 | 527 | *993* |
| *TOTAL* | *444* | *455* | *216* | *877* | ***2214*** |

# ➲ TACHES COLLECTIVES_ET DISCTINCTIONS

2007 - 2014 : **Directeur d'étude du Master 1** de la filière Master Génie Civil de l'Université de Bretagne-Sud – Gestion des intervenants extérieurs, des emplois du temps et des jurys.

2012 - 2014 : Membre de la commission formation - UFR Sciences et Sciences de l'Ingénieur UBS.

Depuis 2003 : Membre du Groupe Français de Rhéologie (**GFR**) et de l'Association Universitaire de Génie Civil (**AUGC**).

Depuis 2011 : Membre du conseil d'administration de l'**AUGC**

Depuis 2012 : Membre de la **RILEM**. Participation au comité technique sur la détermination de la pression exercée par les bétons autoplaçants sur les coffrages.

2009 : Membre du comité d'organisation du colloque annuel de l'AUGC à Saint-Malo.

2010 et 2013 : Membre du comité scientifique du congrès internationale SCC 2010 et 2013 (self compacting concrete) organisé par la RILEM et l'université de Sherbrooke à Montreal puis à Paris.

**Expertises pour des journaux scientificiques internationaux** : Construction and Building Materials, Materials and Structures, Powder Technology, European Journal of Environmental and Civil Engineering, Engineering structures, Applied Rheology

Nommé « Oustanding Reviewer » par le journal Materials and Structures en 2013.

Prix du meilleur Poster au GFR à Clermon-Ferrand en 2007.

Participation à un jury de thèse (Alexandre Pierre, 2012).

# ➲ RECHERCHE

## COMPETENCES SCIENTIFIQUES

- **Rhéologie et rhéomètrie** : Rhéologie des fluides non-newtoniens polyphasiques, caractérisation de matériaux, développement de méthodes de mise en forme par extrusion pour matériaux à base cimentaire, instrumentation-rhéométrie

- **Mise en forme des géomatériaux du Génie Civil** : Formulation et mise en oeuvre des matériaux à base cimentaire, Tests des performances mécaniques, Valorisation et stabilisation des sols

- **Transfert dans les géosuspensions :** Analyse des transferts fluides dans les réseaux granulaires (sols, bétons…), Application au phénomène de consolidation, à la sédimentation et aux écoulements multiphasiques

- **Etudes expérimentales et modélisation des écoulements** : Modélisation analytique et par éléments finis d'écoulements multiphasiques

## COLLABORATIONS UNIVERSITAIRES ET INDUSTRIELLES

### ❶ Collaborations Universitaires

2005-2008 : collaboration LMSGC, Marne La Vallée (P. Coussot, G. Ovarlez), LCPC division BCC (N. Roussel), LGCGM de l'INSA Rennes dans le cadre du projet ANR « **physique de l'extrusion des pâtes** » (PHYSPAT)
Personnes impliquées au LGCGM : C. Lanos, C. Casandjian, Y. Mélinge, **A. Perrot**

A partir de 2008 : Membre actif de la **structure fédérative IMS**. Ces actions avec des chercheurs du LGCGM ont pu aboutir pour l'instant à la publication de travaux de recherche croisés Lorient - Rennes et au financement de stage de Master Recherche.

Depuis 2012 : Membre de la **RILEM**. Participation au comité technique sur la détermination de la pression exercée par les bétons autoplaçants sur les coffrages.

### ❷ Collaborations industrielles

2005-2006 : dans le cadre d'un contrat de recherche sur l'étude de la rhéologie des bétons appliquée à l'évaluation de leur aptitude à la mise en forme entre l'Equipe Matériaux et Thermique de l'Habitat du LGCGM de l'INSA/IUT de Rennes et KP1 R&D (Avignon).
Personnes impliquées : C. Lanos, Y. Mélinge, **A. Perrot**, P. Estellé

Depuis 2012 : prestations réalisés pour des petites et moyennes entreprises du Grand Ouest (Siladec, ATE extrusion).

## ➲ ENCADREMENT

**THESES (2 dont 1 soutenue):**

2009-2012 : encadrement de H. KHELIFI doctorant (bourse ministère) à 40 % sur l'élaboration de matériau à partir de sol valorisé et extrudé pour le génie civil renforcé par des fibres végétales. (co-encadrants : Gilles Ausias et Thibaut Lecompte)

Depuis janvier 2011 : encadrement de R.H. LUMINGKEWAS (bourse du gouvernement indonésien) à 40% sur la valorisation de fibres de coco dans des composites cimentaires. (co-encadrants : Gilles Ausias et Thibaut Lecompte)

**MASTER RECHERCHE (11) :**

2009 – de février à juillet : Encadrement à 40 % d'un stage de fin de Magistère – Master 2 de Julien LE GUEN (Master 2 matériaux de l'Université de Rennes 1) – Caractérisation mécanique de la chènevotte et étude de la rhéologie et de la perméabilité des pâtes cimentaires

2010 – de février à juillet : encadrement à 50% du stage de Master Recherche de Ngoc Hung VU – Etude de la structuration et de la sédimentation des géosuspensions à l'aide de l'essai de plaque (co-encardrant Thibaut Lecompte)

2010 – de février à juillet : encadrement à 50% du stage de Master Recherche de Hai Nam DAO – Etude des phénomènes de dilatance et de depression lors du cisaillement des géosuspensions (co-encardrant Vincent Picandet)

2010 – de février à juillet : encadrement à 50% du stage de Master Recherche de El Khouasse GHOUAT – Etude de la formulation de sols valorisés fibrés extrudables (co-encardrant Thibaut Lecompte)

2010 – de février à juillet : encadrement à 50% du stage de Master Recherche de Trung Hieu PHAM – Etude de la transition de comportement non drainé / drainé des géosuspensions (co-encadrant Damien Rangeard)

2010 – de février à juillet : encadrement à 33% du stage de Master Recherche de Hichem ZERROUGUI – Rhéologie des pâtes cimentaires renforcées de fibres végétales (co-encadrant P. Estellé).

2012 – de février à juillet : encadrement à 50% du stage de Master Recherche de Mohamed BOUAZIZ - Rhéologie et structuration des pâtes cimentaires renforcées de fibres rigides (co-encadrant T. Lecompte).

2013 – de février à juillet : encadrement à 70% du stage de Master Recherche de Sébastien VITALONI – Mesure et prédiction de la pression exercée par les BAP sur les coffrages (co-encadrant V. Picandet).

2013 – de février à juillet : encadrement à 50% du stage de Master Recherche de Franck LE MARRE – Mesures et prédiction de la perméabilité de suspensions de granulats dans une pâte de ciment (co-encadrant V. Picandet).

2013 – de février à juillet : encadrement à 30% du stage de Master Recherche de Saly SERHAL – Effet d'inclusions sphèriques imperméables sur la perméabilité de suspensions minérales (co-encadrant D. Rangeard).

2013 – de février à juillet : encadrement à 50% du stage de Master Recherche de Agus SUBRIANTO – Effet d'une pression de consolidation sur l'ancrage d'une fibre de coco dans une matrice minérale (co-encadrant T. Lecompte).

# ➲ PUBLICATIONS ET RAVAUX


[1] P. Estellé, C. Lanos, A. Perrot, C. Servais, Slipping zone location in squeeze flow, Rheologica Acta, 45 (2006) 444-448.

[2] A. Perrot, C. Lanos, P. Estellé, Y. Melinge, Ram extrusion force for a frictional plastic material: model prediction and application to cement paste, Rheologica Acta, 45 (2006) 457-467.

[3] A. Perrot, C. Lanos, Y. Melinge, P. Estellé, Mortar physical properties evolution in extrusion flow, Rheologica Acta, 46 (2007) 1065-1073.

[4] S. Amziane, A. Perrot, T. Lecompte, A novel settling and structural build-up measurement method, Measurement Science and Technology, 19 (2008) 105702.

[5] P. Estellé, C. Lanos, A. Perrot, Processing the Couette viscometry data using a Bingham approximation in shear rate calculation, Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 154 (2008) 31-38.

[6] P. Estellé, C. Lanos, A. Perrot, S. Amziane, Processing the vane shear flow data from Couette analogy, Applied Rheology, 18 (2008) 34037.

[7] P. Estellé, Y. Mélinge, A. Perrot, C. Lanos, Energy distribution in the squeezing of particles in concentrated suspension, Granular Matter, 10 (2008) 81-87.

[8] A. Perrot, S. Amziane, G. Ovarlez, N. Roussel, SCC formwork pressure: Influence of steel rebars, Cement and Concrete Research, 39 (2009) 524-528.

[9] A. Perrot, Y. Mélinge, P. Estellé, C. Lanos, Vibro-extrusion: a new forming process for cement-based materials, Advances in Cement Research, 21 (2009) 125-133.

[10] A. Perrot, D. Rangeard, Y. Mélinge, P. Estellé, C. Lanos, Extrusion criterion for firm cement-based materials, Applied Rheology, 19 (2009) 53042.

[11] H. Sleiman, A. Perrot, S. Amziane, A new look at the measurement of cementitious paste setting by Vicat test, Cement and Concrete Research, 40 (2010) 681-686.

[12] A. Perrot, Y. Mélinge, P. Estellé, D. Rangeard, C. Lanos, The back extrusion test as a technique for determining the rheological and tribological behaviour of yield stress fluids at low shear rates, Applied Rheology, 21 (2011) 53642.

[13] V. Picandet, D. Rangeard, A. Perrot, T. Lecompte, Permeability measurement of fresh cement paste, Cement and Concrete Research, 41 (2011) 330-338.

[14] T. Lecompte, A. Perrot, V. Picandet, H. Bellegou, S. Amziane, Cement-based mixes: Shearing properties and pore pressure, Cement and Concrete Research, 42 (2012) 139-147.

[15] A. Perrot, T. Lecompte, H. Khelifi, C. Brumaud, J. Hot, N. Roussel, Yield stress and bleeding of fresh cement pastes, Cement and Concrete Research, 42 (2012) 937-944.

[16] A. Perrot, Y. Mélinge, D. Rangeard, F. Micaelli, P. Estellé, C. Lanos, Use of ram extruder as a combined rheo-tribometer to study the behaviour of high yield stress fluids at low strain rate, Rheologica Acta, 51 (2012) 743-754.

[17] H. Khelifi, A. Perrot, T. Lecompte, G. Ausias, Design of clay/cement mixtures for extruded building products, Materials and Structures, 46 (2013) 999-1010.

[18] H. Khelifi, A. Perrot, T. Lecompte, D. Rangeard, G. Ausias, Prediction of extrusion load and liquid phase filtration during ram extrusion of high solid volume fraction pastes, Powder Technology, 249 (2013) 258-268.

[19] R.H. Lumingkewas, G. Ausias, T. Lecompte, A. Perrot, I. Katili, H. Purnomo, S.P. Hadiwardoyo, Effect of fibers content on the tensile properties of coconut fibers reinforced cement mortar composites, Advanced Materials Research, 742 (2013) 92-97.

[20] R.H. Lumingkewas, H. Purnomo, G. Ausias, D. Priadi, T. Lecompte, A. Perrot, Tensile characteristics of coconut fibers reinforced mortar composites Advanced Materials Research, 651 (2013).

[21] Y. Mélinge, V.H. Hoang, D. Rangeard, A. Perrot, C. Lanos, Study of tribological behaviour of fresh mortar against a rigid plane wall, European Journal of Environmental and Civil Engineering, (2013) 1-11.

[22] A. Perrot, T. Lecompte, P. Estellé, S. Amziane, Structural build-up of rigid fiber reinforced cement-based materials, Materials and Structures, (2013) 1-8.

[23] A. Perrot, D. Rangeard, V. Picandet, Y. Mélinge, Hydro-mechanical properties of fresh cement pastes containing polycarboxylate superplasticizer, Cement and Concrete Research, 53 (2013) 221-228.

[24] P.H. Billberg, N. Roussel, S. Amziane, M. Beitzel, G. Charitou, B. Freund, J.N. Gardner, G. Grampeix, C.-A. Graubner, L. Keller, K.H. Khayat, D.A. Lange, A.F. Omran, A. Perrot, T. Proske, R. Quattrociocchi, Y. Vanhove, Field validation of models for predicting lateral form pressure exerted by SCC Cement and Concrete Composites, (2014).

[25] J. Férec, A. Perrot, G. Ausias, Toward modeling anisotropic yield stress and consistency induced by fiber in fiber-reinforced viscoplastic fluids, Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, (2014).

[26] A. Perrot, N. Challamel, V. Picandet, Poiseuille flow of nonlocal microstructured fluid, Mechanics Research Communications, (2014).

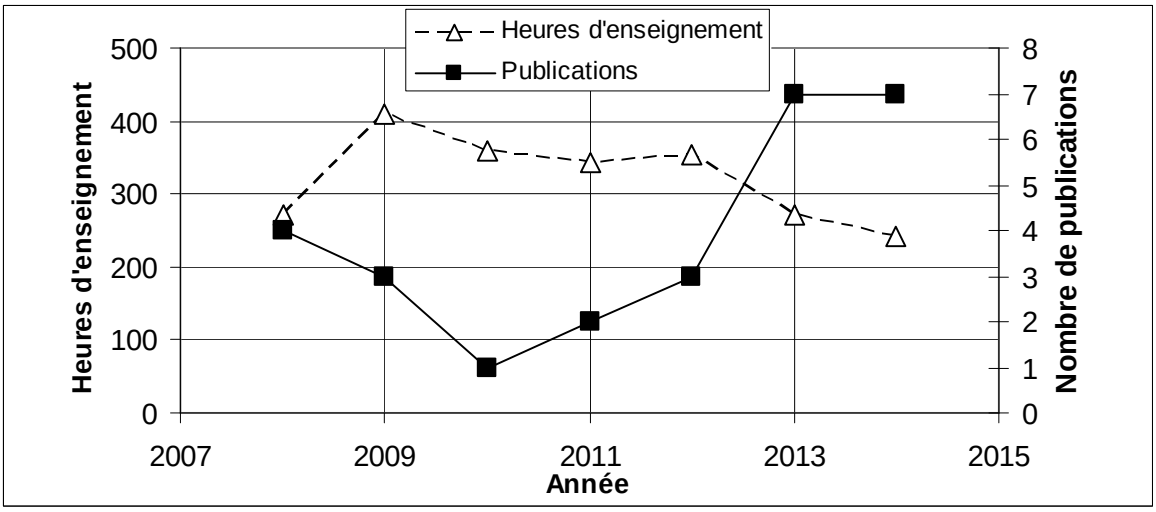
[27] A. Perrot, A. Pierre, S. Vitaloni, V. Picandet, Prediction of lateral form pressure exerted by concrete at low casting rates, Materials and Structures, (2014) 1-8.

[28] A. Perrot, D. Rangeard, Y. Mélinge, Prediction of the ram extrusion force of cement-based materials, Applied Rheology, 24 (2014) 53320.

[29] A. Perrot, D. Rangeard, V. Picandet, S. Serhal, Effect of coarse particle volume fraction on the hydraulic conductivity of fresh cement based material, Materials and Structures, (2014) 1-7.

[30] H. Purnomo, D. Priadi, G. Ausias, T. Lecompte, R.H. Lumingkewas, A. Perrot, Effect of Coconut Fibers Addition to early Age Unfired Soil Lime Bricks Strength, Key Engineering Materials, 594 (2014) 471-476.

[31] D. Rangeard, A. Perrot, V. Picandet, Y. Mélinge, P. Estellé, Determination of the consolidation coefficient of low compressibility materials: application to fresh cement-based materials, Materials and Structures, (2014) 1-9.


Heures d'enseignement
Publications
Heures d'enseignement
Nombre de publications
Année
500
400
300
200
100
0
8
7
6
5
4
3
2
1
0
2007
2009
2011
2013
2015

# VIII. REFERENCES


206-1 E (2000) Concrete—Part 1:specification, performance, production and conformity.

Achour T, Lecomte A, Ouezdou M, Mensi R, Joudi In (2008) Contribution des fillers calcaires à l'adhérence pâte-granulat. Exemples tunisiens. Materials and Structures 41 (5):815-830

Adams MJ, Briscoe BJ, Corfield GM, Lawrence CJ, Papathanasiou TD (1997) A finite element analysis of the squeeze flow of an elasto-plastic paste material. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 71 (1):41-57

Aifantis EC (2011) On the gradient approach - Relation to Eringen's nonlocal theory. International Journal of Engineering Science 49 (12):1367-1377

Akanni S, Evans W (1987) Effective transport coefficients in heterogeneous media. Chemical Engineering Science 42 (8):1945–1954

Al Rim K, Ledhem A, Douzane O, Dheilly RM, Queneudec M (1999) Influence of the proportion of wood on the thermal and mechanical performances of clay-cement-wood composites. Cement and Concrete Composites 21 (4):269-276

Alfani R, Guerrini GL (2005) Rheological test methods for the characterization of extrudable cement-based materials - A review. Materials and Structures 38 (2):239-247

Amor KB, Temimi M, Camps JP, Laquerbe M (1997) Stabilisation à froid de matériaux montmorillonitiques par du ciment Portland. Materials and Structures 30 (6):355-361

Amziane S, Perrot A, Lecompte T (2008) A novel settling and structural build-up measurement method. Measurement Science and Technology 19 (10):105702

Ancey C (2005) Solving the Couette inverse problem using a wavelet-vaguelette decomposition. Journal of Rheology (1978-present) 49 (2):441-460. doi:doi:http://dx.doi.org/10.1122/1.1849181

Anderson VJ, Meeten GH (2012) Interpretation of T-bar tool measurements for yield stress materials. Applied Rheology 22 (5):553701-553709

Appleby S, Wilson A (1996) Permeability and suction in setting cement. Chemical Engineering Science 51 (2):251-267

Arosio F, Castoldi L, Ferlazzo N, Forzatti P (2007) Influence of solfonated melamine formaldehyde condensate on the quality of building blocks production by extrusion of cement-clay pastes. Applied Clay Science 35 (1-2):85-93

Assaad J, Harb J (2011) Surface settlement of cementitious-based materials determined by oedometer testing. Materials and Structures 44 (4):845-856

Assaad J, Khayat KH (2003) Variation of formwork pressure with thixotropy of self-consolidating concrete. ACI Materials Journal 100 (1):29-37

Assaad JJ, Issa CA (2013) Mechanisms of strength loss in underwater concrete. Materials and Structures:1-17

Atkinson J, Davison LR (1990) Constant loading oedometer test. Journal of engineering Geology 23:347-355

Bahar R, Benazzoug M, Kenai S (2004) Performance of compacted cement-stabilised soil. Cement and Concrete Composites 26 (7):811-820

Bakhshi M, Mobasher B (2011) Experimental observations of early-age drying of Portland cement paste under low-pressure conditions. Cement and Concrete Composites 33 (4):474-484

Banfill PFG (1979) A discussion of the papers "rheological properties of cement mixes" by M. Daimon and D. M. Roy. Cement and Concrete Research 9 (6):795-796

Banfill PFG (1987) Feasibility study of a coaxial cylinders viscometer for mortar. Cement and Concrete Research 17 (2):329-339
Banfill PFG (1991) Rheology of Fresh Cement and Concrete. London
Banfill PFG, Saunders DC (1981) On the viscometric examination of cement pastes. Cement and Concrete Research 11 (3):363-370
Bardesley MA, Bridgwater J (2012) Evaluation of liquid phase migration in pastes and gels. Industrial and Engineering Chemistry Research 51 (4):1774-1781
Barnes HA (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 Fluid Mechanics 56 (3):221-251
Basterfield RA, Lawrence CJ, Adams MJ (2005) On the interpretation of orifice extrusion data for viscoplastic materials. Chemical Engineering Science 60 (10):2599-2607
Beitzel M Modeling fresh concrete pressure of normal and self-compacting concrete. In: Sixth RILEM International symposium on SCC, Fourth American conference on the Design and Use of Self-Compacting Concrete, Montreal, Canada, 2010. K.H. Khayat
D. Feys, pp 243-254
Belkham NH, Mehamha A, Benachour D (2009) Rheological behavior of alumina ceramic pastes. Applied Rheology 19 (6):1-5
Benbow JJ, Bridgwater J (1993) Paste flow and extrusion. Paste Flow and Extrusion
Benbow JJ, Jazayeri SH, Bridgwater J (1991) The flow of pastes through dies of complicated geometry. Powder Technology 65 (1-3):393-401
Bentz D, Hansen K, Madsen H, Vallée F, Griesel J (2001) Drying/hydration in cement pastes during curing. Materials and Structures 34 (9):557-565
Bikerman JJ (1948) A Penetroviscometer for very viscous liquids. Journal of Colloid Science 3 (2):75-85
Billberg P (2005) Development of SCC static yield stress at rest and its effect on the lateral form pressure. Proceedings of the Second North American Conference on the Design and Use of Self-Consolidating Concrete and the Fourth International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete Chicago USA:583-589
Billberg PH Form pressure generated by self-compacting concrete In: 3rd international RILEM symposium on Self-Compacting Concrete, Reykjavik, Island, 2003. pp 271-280
Billberg PH, Roussel N, Amziane S, Beitzel M, Charitou G, Freund B, Gardner JN, Grampeix G, Graubner C, Keller L, Khayat KH, Lange DA, Omran AF, Perrot A, Proske T, Quattrociocchi R, Vanhove Y (2014) Field validation of models for predicting lateral form pressure exerted by SCC. Cement and Concrete Composites
Biot MA (1941) General theory of three-dimensional consolidation. Journal of Applied Physics 12:155-164
Bolton MJ, McKinley JD (1997) Geotechnical properties of fresh cement grout – pressure filtration and consolidation tests. Geotechnique 47:347-352
Boujlel J, Coussot P (2012) Measuring yield stress: a new, practical, and precise technique derived from detailed penetrometry analysis. Rheologica Acta 51 (10):867-882
Boulekbache B, Hamrat M, Chemrouk M, Amziane S (2010) Flowability of fibre-reinforced concrete and its effect on the mechanical properties of the material. Construction and Building Materials 24 (9):1664-1671
Browne R, Bamforth P (1977) Tests to establish concrete pumpability. ACI Structural Journal 74 (5):193-203
Brusewitz GH, Yu H (1996) Back Extrusion Method for Determining Properties of Mustard Slurry. Journal of Food Engineering 27 (3):259-265

Burbidge AS, Bridgwater J, Saracevic Z (1995) Liquid migration in paste extrusion. Chemical Engineering Research and Design 73 (A7):810-816
Buswell RA, Soar RC, Gibb AGF, Thorpe A (2007) Freeform Construction: Mega-scale Rapid Manufacturing for construction. Automation in Construction 16 (2):224-231
Buswell RA, Thorpe A, Soar RC, Gibb AGF (2008) Design, data and process issues for mega-scale rapid manufacturing machines used for construction. Automation in Construction 17 (8):923-929
Cano-Barrita P, Balcom B, Bremner T, MacMillan M, Langley W (2004) Moisture distribution in drying ordinary and high performance concrete cured in a simulated hot dry climate. Materials and Structures 37 (8):522-531
Carman PC (1939) Permeability of saturated sands, soils and Clays. Journal of Agricultural Science 29:263-273
Cesaretti G, Dini E, De Kestelier X, Colla V, Pambaguian L (2014) Building components for an outpost on the Lunar soil by means of a novel 3D printing technology. Acta Astronautica 93 (0):430-450
Chapuis RP, Aubertin M (2003) On the use of Kozeny-Carman equation to predict the hydraulic conductivity of soils. Canadian Geotechnical Journal 40:618-628
Chateau X, Ovarlez G, Trung KL (2008) Homogenization approach to the behavior of suspensions of noncolloidal particles in yield stress fluids. Journal of Rheology 52 (2):489-506
Chatzimina M, Georgiou G, Alexandrou A (2009) Wall shear rates in circular couette flow of a Herschel-Bulkley fluid. Applied Rheology 19 (3)
Choi M, Roussel N, Kim Y, Kim J (2013) Lubrication layer properties during concrete pumping. Cement and Concrete Research 45 (0):69-78
Chougnet A, Palermo T, Audibert A, Moan M (2008) Rheological behaviour of cement and silica suspensions: Particle aggregation modelling. Cement and Concrete Research 38 (11):1297-1301
Clear C, Bonner D (1988) Settlement of fresh concrete-an effective stress model. Magazine of Concrete Research 40 (142):3-12
Coussot P, Ancey C (1999) Rheophysical classification of concentrated suspensions and granular pastes. Physical Review E - Statistical Physics, Plasmas, Fluids, and Related Interdisciplinary Topics 59 (4):4445-4457
Coussot P, Tocquer L, Lanos C, Ovarlez G (2009) Macroscopic vs. local rheology of yield stress fluids. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 158 (1â€“3):85-90
Darby R (1985) Couette viscometer data reduction for materials with a yield stress. Journal of Rheology 29:369-378
Das BM (2008) Advanced Soil mechanics - third edition. Taylor and Francis.
David J, Filip P, Kharlamoc AA (2013) Back extrusion of vocadlo-type fluids. Applied Rheology 23 (4):45366
De Kee D, Turcotte K, Fildev K, Harrison B (1980) New Method for the Determination Yield Stress. Journal of Texture studies 10:281-288
De Larrard F (1999). Concrete Mixture Proportioning
Deng Q, Liu H (1997) Analysis of coal log ram extrusion. Powder Technology 91 (1):31-41
Dexter AR, Horn R, Kemper WD (1988) Two mechanisms for age-hardening of soil. Journal of Soil Science 39 (2):163-175
Djelal C (2001) Designing and perfecting a tribometer for the study of friction of a concentrated clay-water mixture against a metallic surface. Materials and Structures 34 (1):51-58

Djelal C, Caro P, Libessart L, Dubois I, Pébére N (2008) Comprehension of demoulding mechanisms at the formwork/oil/concrete interface. Materials and Structures 41 (3):571-581
Djeran-Maigre I, Tessier D, Grunberger D, Velde B, Vasseur G (1998) Evolution of microstructures and of macroscopic properties of some clays during experimental compaction. Marine and Petroleum Geology 15 (2):109-128
Dong KJ, Yang RY, Zou RP, Yu AB (2006) Role of interparticle forces in the formation of random loose packing. Physical Review Letters 96 (14)
Engelen RAB, Geers MGD, Baaijens FPT (2003) Nonlocal implicit gradient-enhanced elasto-plasticity for the modelling of softening behaviour. International Journal of Plasticity 19 (4):403-433
Eringen AC (2002) Nonlocal Continuum Field Theories. New-York
Estellé P, Lanos C (2012) High Torque vane rheometer for concrete: principle and validation form rheological measurements. Applied Rheology 22:12881
Estellé P, Lanos C, Perrot A (2008a) Processing the Couette viscometry data using a Bingham approximation in shear rate calculation. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 154 (1):31-38
Estellé P, Lanos C, Perrot A, Amziane S (2008b) Processing the vane shear flow data from Couette analogy. Applied Rheology 18:34037
Estellé P, Lanos C, Perrot A, Servais C (2006) Slipping zone location in squeeze flow. Rheologica Acta 45 (4):444-448
Estellé P, Lanos C, Toutou Z, Servais C (2004) Squeeze flow of sticking viscoplastic fluids: Direct identification of behaviour parameters by an equivalent flow curve, 16th International Congress on Rheology. Seoul
Fall A, Bertrand F, Ovarlez G, Bonn D (2009) Yield Stress and Shear Banding in Granular Suspensions. Physical Review Letters 103 (17):178301
Fall A, Lemaître A, Bertrand F, Bonn D, Ovarlez G (2010) Shear Thickening and Migration in Granular Suspensions. Physical Review Letters 105 (26):268303
Faure JP, Picart D Rheological behaviour of paste explosive material. In: 30th annual conference of ICT K (ed), 1999.
Ferrari L, Kaufmann J, Winnefeld F, Plank J (2011) Multi-method approach to study influence of superplasticizers on cement suspensions. Cement and Concrete Research 41 (10):1058-1066
Ferraris CF, Brower LE (2001) Comparison of concrete rheometers: International tests at LCPC. NISTIR:6819
Feys D, De Schutter G, Verhoeven R (2013a) Parameters influencing pressure during pumping of self-compacting concrete. Materials and Structures 46 (4):533-555
Feys D, Wallevik JE, Yahia A, Khayat KH, Wallevik OH (2013b) Extension of the Reiner-Riwlin equation to determine modified Bingham parameters measured in coaxial cylinders rheometers. Materials and Structures/Materiaux et Constructions 46 (1-2):289-311
Flatt R, Schlober I, Raphael E, Plassard C, Lesniewska E (2009) Conformation of Adsorbed Comb Copolymer Dispersants. Langmuir 25 (2):845-855
Flatt R, Schober I (2012a) Superplasticizers and the rheology of concrete. Understanding the Rheology of Concrete
Flatt RJ (2004a) Dispersion forces in cement suspensions. Cement and Concrete Research 34 (3):399-408
Flatt RJ (2004b) Towards a prediction of superplasticized concrete rheology. Materials and Structures/Materiaux et Constructions 37 (269):289-300

Flatt RJ, Bowen P (2003) Electrostatic repulsion between particles in cement suspensions: Domain of validity of linearized Poisson-Boltzmann equation for nonideal electrolytes. Cement and Concrete Research 33 (6):781-791
Flatt RJ, Bowen P (2006) Yodel: A Yield Stress Model for Suspensions. Journal of American Ceramic Society 89 (4):1244-1256
Flatt RJ, Bowen P (2007) Yield stress of multimodal powder suspensions: An extension of the YODEL (yield stress mODEL). Journal of the American Ceramic Society 90 (4):1038-1044
Flatt RJ, Larosa D, Roussel N (2006) Linking yield stress measurements: Spread test versus Viskomat. Cement and Concrete Research 36 (1):99-109
Flatt RJ, Schober I (2012b) Superplasticizers and the rheology of concrete.
Forest S (2009) Micromorphic Approach for Gradient Elasticity, Viscoplasticity, and Damage. Journal of Engineering Mechanics 135 (3):117-131
Gardner JN, Keller L, Quattrociocchi R, Charitou G (2012) Field investigation of formwork pressure using self-compacting concrete. Concrete International 34 (1):41-47
Gardner N (1985) Pressure of concrete on formwork-A review. ACI Material Journal 82 (5):744-753
Gawin D, Pesavento F, Schreffer B (2006) Hygro-thermo-chemo-mechanical modelling of concrete at early ages and beyond. Part I, hydration and hygro-thermal phenomena. Int J Num Meth Engng 67 (3):299-331
Germain P, Muller P (1979) Introduction à la mécanique des milieux continus.
Giaccio G, Giovambattista A (1986) Bleeding: Evaluation of its effects on concrete behaviour. Materials and Structures 19 (4):265-271
Gibson AG (1988) Converging dies. Rheological Measurements:49-92
Götz J, Kreibich W, Peciar M (2002) Extrusion of pastes with a piston extruder for the determination of the local solid and fluid concentration, the local porosity and saturation and displacement profiles by means of NMR imaging. Rheologica Acta 41 (1):134-143
Götz J, Zick K, Kreibich W (2003) Possible optimisation of pastes and the according apparatus in process engineering by MRI flow experiments. Chemical Engineering and Processing: Process Intensification 42 (7):517-534
Goyon J, Colin A, Bocquet L (2010) How does a soft glassy material flow: finite size effects, non local rheology, and flow cooperativity. Soft Matter 6 (12):2668-2678
Goyon J, Colin A, Ovarlez G, Ajdari A, Bocquet L (2008) Spatial cooperativity in soft glassy flows. Nature 454:84-87
Graubner C-A, Boska E, Motzko C, Proske T, Dehn F (2012) Formwork pressure induced by highly flowable concrete - Design approach and transfer in practice. Structural concrete journal of the FIB 1
Gurjal HS, Sodhi NS (2002) Back extrusion of wheat porridge. J Food Eng 52:53-56
Halelfadl S, Estellé P, Aladag B, Doner N, Maré T (2013) Viscosity of carbon nanotubes water-based nanofluids: Influence of concentration and temperature. International Journal of Thermal Sciences 71 (0):111-117
Hatanaka S, Hattori H, Sakamoto E, Mishima N (2011) Study on mechanism of strength distribution development in vacuum-dewatered concrete based on the consolidation theory. Materials and Structures 43 (9):1283-1301
He M, Addai-Mensah J, Beattie D (2009) Sericite-chalcocite mineral particle interactions and hetero-aggregation (sliming) mechanism in aqueous media. Chemical Engineering Science 64 (13):3083-3093
Heirman G, Hendrickx R, Vandewalle L, Van Gemert D, Feys D, De Schutter G, Desmet B, Vantomme J (2009) Integration approach of the Couette inverse problem of powder

type self-compacting concrete in a wide-gap concentric cylinder rheometer: Part II. Influence of mineral additions and chemical admixtures on the shear thickening flow behaviour. Cement and Concrete Research 39 (3):171-181
Hendrickx R, Roels S, Van Balen K (2010) Measuring the water capacity and transfer properties of fresh mortar. Cement and Concrete Research 40 (12):1650-1655
Hill R (1950) The Mathematical Theory of Plasticity.
Horrobin DJ (1999) Theoretical aspects of paste extrusion.
Horrobin DJ, Nedderman RM (1998) Die entry pressure drops in paste extrusion. Chemical Engineering Science 53 (18):3215-3225
Hot J (2013) Influence des polymères de type superplastifiants et agents entraineurs d'air sur la viscosité macroscopique des matériaux cimentaires. Paris Est, Champs sur Marne
Hu C, de Larrard F (1996) The rheology of fresh high-performance concrete. Cement and Concrete Research 26 (2):283-294
Hu C, Larrard F, Gjorv O (1995) Rheological testing and modelling of fresh high performance concrete. Materials and Structures 28 (1):1-7
Hu C, Larrard F, Sedran T, Boulay C, Bosc F, Deflorenne F (1996) Validation of BTRHEOM, the new rheometer for soft-to-fluid concrete. Materials and Structures 29 (10):620-631
Ibarra SY, McKyes E, Broughton RS (2005) Measurement of tensile strength of unsaturated sandy loam soil. Soil and Tillage Research 81 (1):15-23
Illa X, Puisto A, Lehtinen A, Mohtaschemi M, Alava MJ (2013) Transient shear banding in time-dependent fluids. Physical Review E - Statistical, Nonlinear, and Soft Matter Physics 87 (2)
Ince C, Carter M, Wilson M, Collier N, El-Turki A, Ball R, Allen C (2011) Factors affecting the water retaining characteristics of lime and cement mortars in the freshly-mixed state Materials and Structures 44 (2):509-516
Jacobsen S, Haugan L, Hammer TA, Kalogiannidis E (2009) Flow conditions of fresh mortar and concrete in different pipes. Cement and Concrete Research 39 (11):997-1006
Jarny S, Roussel N, Le Roy R, Coussot P (2008) Modelling thixotropic behavior of fresh cement pastes from MRI measurements. Cement and Concrete Research 38 (5):616-623
Jarny S, Roussel N, Rodts S, Bertrand F, Le Roy R, Coussot P (2005) Rheological behavior of cement pastes from MRI velocimetry. Cement and Concrete Research 35 (10):1873-1881
Jay P, Magnin A, Piau JM (2002) Numerical simulation of viscoplastic fluid flows through an axisymmetric contraction. Journal of Fluids Engineering, Transactions of the ASME 124 (3):700-705.
Jing J, Dai K, Yang L, An Y, Zhao C (2013) Investigation advances in rheological properties of water based foam. Xinan Shiyou Daxue Xuebao/Journal of Southwest Petroleum University 35 (1):173-178
Josserand L, Coussy O, de Larrard Fo (2006) Bleeding of concrete as an ageing consolidation process. Cement and Concrete Research 36 (9):1603-1608
Josserand L, de Larrard F (2004) A method for concrete bleeding measurement. Materials and Structures 37 (10):666-670
Khayat K, Omran A, Naji S, Billberg P, Yahia A (2012) Field-oriented test methods to evaluate structural build-up at rest of flowable mortar and concrete. Materials and Structures:1-18
Khayat KH (1998) Viscosity-enhancing admixtures for cement-based materials - An overview. Cement and Concrete Composites 20 (2-3):171-188

Khelifi H (2012) Matériaux argileux stabilisés au ciment et renforcés de fibres végétales : formulation pour l'extrusion. Université de Bretagne-Sud, Lorient
Khelifi H, Perrot A, Lecompte T, Ausias G (2013a) Design of clay/cement mixtures for extruded building products. Materials and Structures 46 (6):999-1010
Khelifi H, Perrot A, Lecompte T, Rangeard D, Ausias G (2013b) Prediction of extrusion load and liquid phase filtration during ram extrusion of high solid volume fraction pastes. Powder Technology 249 (0):258-268
King A, Raffle J (1976) Studies on the settlement of hydrating cement suspensions. Journal of Physics D: Applied Physics 9:1425-1443
Kjeldsen AM, Flatt RJ, Bergström L (2006) Relating the molecular structure of comb-type superplasticizers to the compression rheology of MgO suspensions. Cement and Concrete Research 36 (7):1231-1239
Kobayashi S, Thomsen EG (1965) Upper- and lower-bound solutions to axisymmetric compression and extrusion problems. International Journal of Mechanical Sciences 7 (2):127-143
Koshnevis B, Hwang D, Yao KT, Yeh Z (2006) Mega-scale fabrication by Contour Crafting. International Journal of Industrial and Systems Engineering 1 (3):301-320
Kovler K, Roussel N (2011) Properties of fresh and hardened concrete. Cement and Concrete Research 41 (7):775-792
Krieger IM (1968) Shear Rate in the Couette Viscosimeter. Journal of Rheology 12 (1):5-11
Krieger IM, Elrod H (1953) Direct determination of the flow curves of Non-newtonian fluids, II Shearing rate in the concentric cylinder viscosimeter. Journal of Applied Physics 24 (2):134-136
Kumar V, Guria C (2013) An improved shear rate estimation using rotating coaxial cylinder Fann viscometer. Journal of Petroleum Science and Engineering 110:162-168
Lange DA, Birsch B, Henschen J, Lieu Y-S, F. T-D, Struble L Modeling formwork pressure of SCC. In: Shah ESP (ed) 3rd North American Conference on the design and use of Self-compacting concrete, Chicago, USA, 2008. pp 295-300
Lapasin R, Longo V, Rajgelj S (1979) Thixotropic behaviour of cement pastes. Cement and Concrete Research 9 (3):309-318
Le TT, Austin SA, Lim S, Buswell RA, Gibb AGF, Thorpe T (2012a) Mix design and fresh properties for high-performance printing concrete. Materials and Structures 45 (8):1221-1232
Le TT, Austin SA, Lim S, Buswell RA, Law R, Gibb AGF, Thorpe T (2012b) Hardened properties of high-performance printing concrete. Cement and Concrete Research 42 (3):558-566
Lecompte T, Perrot A, Picandet V, Bellegou H, Amziane S (2012) Cement-based mixes: Shearing properties and pore pressure. Cement and Concrete Research 42 (1):139-147
Lee SY (1999) Relating descriptive analysis and instrumental texture data of proceeded diced tomatoes. Food Quality and Preference 10:447-455
Leonardi CR, Owen DRJ, Feng YT (2011) Numerical rheometry of bulk materials using a power law fluid and the lattice Boltzmann method. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 166 (12-13):628-638
Lerouil S (1988) Recent developments in consolidation of natural clays. Canadian Geotechnical Journal 25:85-107
Lerouil S (1996) Compressibility of clays: fundamental and practical aspects. Journal of Geotechnical Engineering 122:534-543
Liddell PV, Boger DV (1996) Yield stress measurements with the vane. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 63 (2-3):235-261

Lim S, Buswell RA, Le TT, Austin SA, Gibb AGF, Thorpe T (2012) Developments in construction-scale additive manufacturing processes. Automation in Construction 21 (0):262-268
Lloret E, Shahab AR, Linus M, Flatt RJ, Gramazio F, Kohler M, Langenberg S (2014) Complex concrete structures: Merging existing casting techniques with digital fabrication. Computer-Aided Design (0)
Lootens D (2006) Ciments et suspensions concentrées modèles. Écoulement, encombrement et floculation., Université Paris VI, Paris
Lootens D, Jousset P, Martinie L, Roussel N, Flatt RJ (2009) Yield stress during setting of cement pastes from penetration tests. Cement and Concrete Research 39 (5):401-408
Lumingkewas RH, Ausias G, Lecompte T, Perrot A, Katili I, Purnomo H, Hadiwardoyo SP (2013a) Effect of Fibers Content on the Tensile Properties of Coconut Fibers Reinforced Cement Mortar Composites. Advanced Materials Research 742:92-97
Lumingkewas RH, Purnomo H, Ausias G, Priadi D, Lecompte T, Perrot A (2013b) Tensile characteristics of coconut fibers reinforced mortar composites Advanced Materials Research 651 (269-273)
Mahaut F, Chateau X, Coussot P, Ovarlez G (2008a) Yield stress and elastic modulus of suspensions of noncolloidal particles in yield stress fluids. Journal of Rheology 52 (1):287-313
Mahaut F, Mokeddem S, Chateau X, Roussel N, Ovarlez G (2008b) Effect of coarse particle volume fraction on the yield stress and thixotropy of cementitious materials. Cement and Concrete Research 38 (11):1276-1285
Mansoutre S, Colombet P, Van Damme H (1999) Water retention and granular rheological behavior of fresh C3S paste as a function of concentration. Cement and Concrete Research 29 (9):1441-1453
Marliere C, Mabrouk E, Lamblet M, Coussot P (2012) How water retention in porous media with cellulose ethers works. Cement and Concrete Research 42 (11):1501-1512
Martin PJ, Wilson DI, Bonnett PE (2006) Paste extrusion through non-axisymmetric geometries: Insights gained by application of a liquid phase drainage criterion. Powder Technology 168 (2):64-73
Martinie L, Rossi P, Roussel N (2010) Rheology of fiber reinforced cementitious materials: classification and prediction. Cement and Concrete Research 40 (2):226-234
Mascia S, Patel MJ, Rough SL, Martin PJ, Wilson DI (2006) Liquid phase migration in the extrusion and squeezing of microcrystalline cellulose pastes. European Journal of Pharmaceutical Sciences 29 (1):22-34
Meeten GH (2004) Effects of plate roughness in squeeze-flow rheometry. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 124 (1-3 SPEC. ISS.):51-60
Melinge Y, Hoang VH, Rangeard D, Perrot A, Lanos C (2013) Study of tribological behaviour of fresh mortar against a rigid plane wall. European Journal of Environmental and Civil Engineering 17 (6):419-429
Molard JP, Camps JP, Laquerbe M (1987) Etude de l'extrusion et de la stabilisation par le ciment d'argiles monominérales. Materials and Structures 20 (1):44-50
Mooney M (1931) Explicit formulas for slip and fluidity. Journal of Rheology 2:210-222
Morris PH, Dux PF (2010) Analytical solutions for bleeding of concrete due to consolidation. Cement and Concrete Research 40 (10):1531-1540
Mu B, Li Z, Chui SNC, Peng J (1999) Cementitious composite manufactured by extrusion technique. Cement and Concrete Research 29 (2):237-240
Nachbaur L, Mutin JC, Nonat A, Choplin L (2001) Dynamic mode rheology of cement and tricalcium silicate pastes from mixing to setting. Cement and Concrete Research 31 (2):183-192

Nazari B, Moghaddam RH, Bousfield D (2013) A three dimensional model of a vane rheometer. International Journal of Heat and Fluid Flow 42:289-295
Neale GH, Nader KN (1973) Prediction of transport processes within porous media: diffusive flow processes within an homogeneous swarn of particles. American Institute of Chemical Engineers Journal 19 (1):112-119
Neubauer CM, Yang M, Jennings HM (1998) Interparticle Potential and Sedimentation Behavior of Cement Suspensions: Effects of Admixtures. Advanced Cement Based Materials 8 (1):17-27
Nguyen QD, Boger DV (1987) Characterization of yield stress fluids with concentric cylinder viscometers. Rheologica Acta 26 (6):508-515
Nosrat A, Addai-Mensah J, Skinner W (2011) Influence of mineral chemistry on electrokinetic and rheological behavior of aqueous muscovite dispersions. Industrial and Engineering Chemistry Research 50 (19):11087-11096
Nosrati A, Addai-Mensah J, Skinner W (2011) Rheology of aging aqueous muscovite clay dispersions. Chemical Engineering Science 66 (2):119-127
Nosrati A, Addai-Mensah J, Skinner W (2012a) Muscovite clay mineral particle interactions in aqueous media. Powder Technology 219:228-238
Nosrati A, Addai-Mensah J, Skinner W (2012b) Rheological behavior of muscovite clay slurries: Effect of water quality and solution speciation. International Journal of Mineral Processing 102-103:89-98
Nova R (2005) Fondements de la mécanique des sols. Lavoisier.
Osorio FA, Steffe Evaluating JF (1997) H-B fluids with the back extrusion technique. Rheologica Acta 23:213-220
Ovarlez G, Cohen-Addad S, Krishan K, Goyon J, Coussot P (2013) On the existence of a simple yield stress fluid behavior. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 193 (0):68-79
Ovarlez G, Mahaut F, Bertrand F, Chateau X (2011) Flows and heterogeneities with a vane tool: Magnetic resonance imaging measurements. Journal of Rheology 55 (2):197-223
Ovarlez G, Rodts S, Chateau X, Coussot P (2009) Phenomenology and physical origin of shear localization and shear banding in complex fluids. Rheologica Acta 48 (8):831-844
Ovarlez G, Roussel N (2006) A physical model for the prediction of lateral stress exerted by self-compacting concrete on formwork. Materials and Structures/Materiaux et Constructions 39 (286):269-279
Panayiotopoulos KP (1996) The effect of matric suction on stress-strain relation and strength of three Alfisols. Soil and Tillage Research 39 (1-2):45-59
Perrot A Prediction of the ram extrusion force of cement-based materials. In: RILEM (ed) 1st International RILEM Conference on Rheology and Processing of Construction Materials and the 7th RILEM Conference on Self-Compacting Concrete Paris, France, 2013.
Perrot A, Amziane S, Ovarlez G, Roussel N (2009a) SCC formwork pressure: Influence of steel rebars. Cement and Concrete Research 39 (6):524-528
Perrot A, Challamel N, Picandet V (2014a) Poiseuille flow of nonlocal microstructured fluid. Mechanics Research Communications 59 (0):51-57
Perrot A, Lanos C, Estellé P, Melinge Y (2006) Ram extrusion force for a frictional plastic material: model prediction and application to cement paste. Rheologica Acta 45 (4):457-467
Perrot A, Lanos C, Melinge Y, Estellé P (2007) Mortar physical properties evolution in extrusion flow. Rheologica Acta 46 (8):1065-1073

Perrot A, Lecompte T, Estellé P, Amziane S (2013a) Structural build-up of rigid fiber reinforced cement-based materials. Materials and Structures:1-8
Perrot A, Lecompte T, Khelifi H, Brumaud C, Hot J, Roussel N (2012a) Yield stress and bleeding of fresh cement pastes. Cement and Concrete Research 42 (7):937-944
Perrot A, Mélinge Y, Estellé P, Lanos C (2009b) Vibro-extrusion: a new forming process for cement-based materials. Advances in Cement Research 21 (3):125-133
Perrot A, Mélinge Y, Estellé P, Rangeard D, Lanos C (2011) The back extrusion test as a technique for determining the rheological and tribological behaviour of yield stress fluids at low shear rates. Applied Rheology 21 (5):53642
Perrot A, Mélinge Y, Rangeard D, Micaelli F, Estellé P, Lanos C (2012b) Use of ram extruder as a combined rheo-tribometer to study the behaviour of high yield stress fluids at low strain rate. Rheologica Acta 51 (8):743-754
Perrot A, Pierre A, Vitaloni S, Picandet V (2014b) Prediction of lateral form pressure exerted by concrete at low casting rates. Materials and Structures:Accepté
Perrot A, Rangeard D, Mélinge Y (2014c) Prediction of the ram extrusion force of cement-based materials. Applied Rheology 24 (5):53320
Perrot A, Rangeard D, Mélinge Y, Estellé P, Lanos C (2009c) Extrusion criterion for firm cement-based materials. Applied Rheology 19 (5):53042
Perrot A, Rangeard D, Picandet V (2014d) Effect of coarse particles volume fraction on the hydraulic conductivity of fresh cement pastes. Materials and Structures Soumis
Perrot A, Rangeard D, Picandet V, Mélinge Y (2013b) Hydro-mechanical properties of fresh cement pastes containing polycarboxylate superplasticizer. Cement and Concrete Research 53 (0):221-228
Picandet V, Challamel N, Perrot A (2014) Two-scale nonlocal shear rate formulation of Bingham plastic fluid. submitted
Picandet V, Rangeard D, Perrot A, Lecompte T (2011) Permeability measurement of fresh cement paste. Cement and Concrete Research 41 (3):330-338
Picard G, Ajdari A, Lequeux F, Bocquet L (2005) Slow flows of yield stress fluids: Complex spatiotemporal behavior within a simple elastoplastic model. Physical Review E 71 (1):010501
Picart D, Manceau R, Fauré JP (2001) A penetroviscosimeter for Newtonian and visco-plastic fluids. Instrumentation Science and Technology 29 (3):169-184
Pierre A, Lanos C, Estellé P (2013) Extension of spread/slump formulae for yield stress evaluation. Applied Rheology 23 (6):63849
Qian X, Zhou X, Mu B, Li Z (2003) Fiber alignment and property direction dependency of FRC extrudate. Cement and Concrete Research 33 (10):1575-1581
Rabideau BD, Moucheront P, Bertrand F, Rodts S, Mélinge Y, Lanos C, Coussot P (2012) Internal flow characteristics of a plastic kaolin suspension during extrusion. Journal of the American Ceramic Society 95 (2):494-501
Rabideau BD, Moucheront P, Bertrand F, Rodts S, Roussel N, Lanos C, Coussot P (2010) The extrusion of a model yield stress fluid imaged by MRI velocimetry. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 165 (7-8):394-408
Raffle J (1976) Pressure variation within concentrated settling suspensions. Journal of Physics D: Applied Physics 9:1239-1252
Rangeard D, Perrot A, Mélinge Y, Hoang VHNPH (2010) Consolidation characteristics evolution of clay under solicitation. 6th World Congress on Particle Technology, Nuremberg:480
Rangeard D, Perrot A, Picandet V, Mélinge Y, Estellé P (2014) Determination of the consolidation coefficient of low compressibility materials: application to cement-based materials. Materials and Structures Soumis

Rosquet F, Alexis A, Khelidj A, Phelipot A (2003) Experimental study of cement grout: Rheological behavior and sedimentation. Cement and Concrete Research 33 (5):713-722
Roussel N (2005) Steady and transient flow behaviour of fresh cement pastes. Cement and Concrete Research 35 (9):1656-1664
Roussel N (2006a) A Theoretical Frame to Study Stability of Fresh Concrete. Materials and Structures 39 (1):81-91
Roussel N (2006b) A thixotropy model for fresh fluid concretes: Theory, validation and applications. Cement and Concrete Research 36 (10):1797-1806
Roussel N (2007) Rheology of fresh concrete: from measurements to predictions of casting processes. Materials and Structures 40 (10):1001-1012
Roussel N, Cussigh F (2008) Distinct-layer casting of SCC: The mechanical consequences of thixotropy. Cement and Concrete Research 38 (5):624-632
Roussel N, Lanos C (2003) Plastic fluid flow parameters identification using a simple squeezing test. Applied Rheology 13 (3):132-141
Roussel N, Lanos C, Mélinge Y (2003) Induced heterogeneity in saturated flowing granular media. Powder Technology 138 (1):68-72
Roussel N, Lemaître A, Flatt RJ, Coussot P (2010) Steady state flow of cement suspensions: A micromechanical state of the art. Cement and Concrete Research 40 (1):77-84
Roussel N, Ovarlez G, Garrault S, Brumaud C (2012) The origins of thixotropy of fresh cement pastes. Cement and Concrete Research 42 (1):148-157
Roussel N, Stefani C, Leroy R (2005) From mini-cone test to Abrams cone test: measurement of cement-based materials yield stress using slump tests. Cement and Concrete Research 35 (5):817-822
Saak AW, Jennings HM, Shah SP (2001) The influence of wall slip on yield stress and viscoelastic measurements of cement paste. Cement and Concrete Research 31 (2):205-212
Saak AW, Jennings HM, Shah SP (2004) A generalized approach for the determination of yield stress by slump and slump flow. Cement and Concrete Research 34 (3):363-371
Santi CR, Hage Jr E, Correa CA, Vlachopoulos J (2009) Torque viscometry of molten polymers and composites. Applied Rheology 19 (1):13148-13141-13148-13147
Shahab AR, Lloret E, Fischer P, Gramazio F, Kohler M, Flatt RJ Smart dynamic casting or how to exploit the liquid to solid transition in cementitious materials. In: Proceedings CD od the 1st international conference on rheology and processing of construction materials and of the 7th international conference on self-compacting concrete, Paris, France, 2013.
Shen L, Chen Z (2007) Critical reviewof the impact of tortuosity on diffusion. Chemical Engineering Science 62:3748 – 3755
Sherwood JD, Durban D (1996) Squeeze flow of a power-law viscoplastic solid. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 62 (1):35-54
Sherwood JD, Durban D (1998) Squeeze-flow of a Herschel-Bulkley fluid. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 77 (1-2):115-121
Sleiman H, Perrot A, Amziane S (2010) A new look at the measurement of cementitious paste setting by Vicat test. Cement and Concrete Research 40 (5):681-686
Slowik V, Schmidt M, Fritzsch R (2008) Capillary pressure in fresh cement-based materials and identification of the air entry value. Cement and Concrete Composites 30 (7):557-565
Smith RE, Wahls HE (1969) Consolidation uncer constant rate of strain. Journal of Soil Mechanics and Foundations Division, ASCE 95:519-538

Spangenberg J, Roussel N, Hattel JH, Sarmiento EV, Zirgulis G, Geiker MR (2012a) Patterns of gravity induced aggregate migration during casting of fluid concretes. Cement and Concrete Research 42 (12):1571-1578
Spangenberg J, Roussel N, Hattel JH, Stang H, Skocek J, Geiker MR (2012b) Flow induced particle migration in fresh concrete: Theoretical frame, numerical simulations and experimental results on model fluids. Cement and Concrete Research 42 (4):633-641
Steffe JF (1996) Rheological methods in food engineering process, 2nd editions. East Lansing, USA
Struble L, Sun GK (1995) Viscosity of Portland cement paste as a function of concentration. Advanced Cement Based Materials 2 (2):62-69
Subramaniam KV, Wang X (2010) An investigation of microstructure evolution in cement paste through setting using ultrasonic and rheological measurements. Cement and Concrete Research 40 (1):33-44
Tan H, Skinner W, Addai-Mensah J (2013a) Influence of fluorite on the isothermal leaching and rheological behaviours of chlorite mineral pulps at low pH. International Journal of Mineral Processing 123:1-8
Tan H, Skinner W, Addai-Mensah J (2013b) PH-mediated interfacial chemistry and particle interactions in aqueous chlorite dispersions. Chemical Engineering Research and Design 91 (3):448-456
Tan T, Wee T, Tan S, Tam C, Lee S (1987) A consolidation model for bleeding of cement paste. Advances in Cement Research 1 (1):18-26
Tang HS, Kalyon DM (2004) Estimation of the parameters of Herschel-Bulkley fluid under wall slip using a combination of capillary and squeeze flow viscometers. Rheologica Acta 43 (1):80-88
Tattersall GH (1977) Discussion of the paper "assessment of the rheoplasticity of concretes". Cement and Concrete Research 7 (1):107-108
Tattersall GH, Banfill PFG (1983) The Rheology of Fresh Concrete.
Tattersall GH, Bloomer FG (1983) Further development of the two-point workability test for concrete and extension of its range. 1979 31:202-210
Taylor DW (1948) Fundamentals of Soil Mechanics. New York
Tchamba JC, Amziane S, Ovarlez G, Roussel N (2008) Lateral stress exerted by fresh cement paste on formwork: Laboratory experiments. Cement and Concrete Research 38 (4):459-466
Temimi M, Ait-Mokhtar A, Camps JP, Laquerbe M (1992) Utilisation des cendres volantes dans des produits argileux stabilisés à  froid et mis en forme par extrusion. Materials and Structures 25 (7):397-403
Temimi M, Camps JP, Laquerbe M (1995) Valorization of fly ash in the cold stabilization of clay materials. Resources, Conservation and Recycling 15 (3â€“4):219-234
Terzaghi K (ed) (1943) Theorical soil Mechanics. WIley, New York
Tikmani M, Boujlel J, Coussot P (2013) Assessment of penetrometry technique for measuring the yield stress of muds and granular pastes. Applied Rheology 23 (3):34401
Toplak T, Tabuteau H, de Bruyn JR, Coussot P (2007) Gravity draining of a yield-stress fluid through an orifice. Chemical Engineering Science 62 (23):6908-6913
Toutou Z, Roussel N (2006) Multi scale experimental study of concrete rheology: From water scale to gravel scale. Mat Struct 37 (2):167-176
Toutou Z, Roussel N, Lanos C (2005) The squeezing test: A tool to identify firm cement-based material's rheological behaviour and evaluate their extrusion ability. Cement and Concrete Research 35 (10):1891-1899
Van Damme H, Mansoutre S, Colombet P, Lesaffre C, Picart D (2002) Pastes: lubricated and cohesive granular media. Comptes Rendus Physique 3 (2):229-238

Vasseur G, Djeran-Maigre I, Grunberger D, Rousset G, Tessier D, Velde B (1995) Evolution of structural and physical parameters of clays during experimental compaction. Marine and Petroleum Geology 12 (8):941-954
Vieira EA, Ferrante M (2005) Prediction of rheological behaviour and segregation susceptibility of semi-solid aluminium-silicon alloys by a simple back extrusion test. Acta Materialia 53 (20):5379-5386
Walker PJ (1995) Strength, durability and shrinkage characteristics of cement stabilised soil blocks. Cement and Concrete Composites 17 (4):301-310
Wallevik JE (2006) Relationship between the Bingham parameters and slump. Cement and Concrete Research 36 (7):1214-1221
Wallevik JE (2009) Rheological properties of cement paste: Thixotropic behavior and structural breakdown. Cement and Concrete Research 39 (1):14-29
Wallevik OH, Gjorv OE (1990) Modification of the 2-point workability Apparatus. Magazine of Concrete Research 42:135-142
Wallevik OH, Wallevik JE (2011) Rheology as a tool in concrete science: The use of rheographs and workability boxes. Cement and Concrete Research 41 (12):1279-1288
Wang G, Pu X, Luo X, Tao H, Chen Y (2011) Rheological behaviors of the high-density water-based drilling fluid in consideration of slip effect. Shiyou Xuebao/Acta Petrolei Sinica 32 (3):539-542
Wang G, Pu XL (2011) Rheology of high-density drilling fluids: Wall slip during viscosity measurement. Petroleum Science and Technology 29 (22):2321-2328
Wilson DI, Rough SL (2012) Paste engineering: Multi-Phase materials and multi-phase flows. The Canadian Journal of Chemical Engineering 90 (2):277-289
Yammine J, Chaouche M, Guerinet M, Moranville M, Roussel N (2008) From ordinary rhelogy concrete to self compacting concrete: A transition between frictional and hydrodynamic interactions. Cement and Concrete Research 38 (7):890-896
Yeow YL, Ko WC, Tang PPP (2000) Solving the inverse problem of Couette viscometry by Tikhonov regularization. Journal of Rheology (1978-present) 44 (6):1335-1351. doi:doi:http://dx.doi.org/10.1122/1.1308520
Yoshioka K, Sakai E, Daimon M, Kitahara A (1997) Role of steric hindrance in the performance of superplasticizers for concrete. Journal of the American Ceramic Society 80 (10):2667-2671
Zhang J, Khoshnevis B (2013) Optimal machine operation planning for construction by Contour Crafting. Automation in Construction 29 (0):50-67
Zhang M-H, Ferraris C, Zhu H, Picandet V, Peltz M, Stutzman P, De Kee D (2010) Measurement of yield stress for concentrated suspensions using a plate device. Materials and Structures 43 (1):47-62
Zhou X, Li Z (2005a) Characterization of rheology of fresh fiber reinforced cementitious composites through ram extrusion. Materials and Structures 38 (1):17-24
Zhou X, Li Z (2005b) Characterizing rheology of fresh short fiber reinforced cementitious composite through capillary extrusion. Journal of Materials in Civil Engineering 17 (1):28-35
Zhou X, Li Z, Fan M, Chen H (2013) Rheology of semi-solid fresh cement pastes and mortars in orifice extrusion. Cement and Concrete Composites 37 (0):304-311
Zhou Z, Scales PJ, Boger DV (2001) Chemical and physical control of the rheology of concentrated metal oxide suspensions. Chemical Engineering Science 56 (9):2901-2920
Zhou Z, Solomon MJ, Scales PJ, Boger DV (1999) The yield stress of concentrated flocculated suspensions of size distributed particles. Journal of Rheology 43 (3):651-671

Zienkiewicz OC, Jain PC, Onate E (1978) Flow of solids during forming and extrusion: Some aspects of numerical solutions. International Journal of Solids and Structures 14 (1):15-38

Zingg A, Holzer L, Kaech A, Winnefeld F, Pakusch J, Becker S, Gauckler L (2008) The microstructure of dispersed and non-dispersed fresh cement pastes â€" New insight by cryo-microscopy. Cement and Concrete Research 38 (4):522-529