



RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE POLYTECHNIQUE D'ALGER

Département de Génie civil

Laboratoire Construction & Environnement

Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

Magister en génie civil

Option : Matériaux

Présenté par

Ali AMINI

Ingénieur d'état en génie civil (ENP Alger)

THÈME :

**INFLUENCE DES SUPERPLASTIFIANTS SUR
LA RHEOLOGIE DES COULIS DE CIMENT**

Soutenue publiquement le : 17 **JUIN 2010**

Devant le jury composé de :

Président :	Mr : A. Bali	Professeur ENP
Directeur de thèse :	Mme : R.KETTAB	Maitre de conférences ENP
Examineurs :	Mr : K.SILHADI	Maitre de conférences ENP
	Mme: M.MORSLI	Maitre de conférences ENP

École nationale polytechnique -10, avenue Hacène Badi-B.P182-16200 El-Harrach,
Alger Algérie

Tél : +213-21-52-14-94/21-52-00-37/21-52-53-03 Fax : +213-21-52-29-73

www.enp.edu.dz

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier dieu le tout puissant et miséricordieux qui m'a donné la force, la volonté et le courage pour achever ce travail.

Le travail ci présent a été réalisé au Laboratoire de construction et environnement l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger en collaboration avec le laboratoire des matériaux minéraux et composites(LMMC) à la faculté des sciences de l'ingénieur de l'université de M'Hamed Bougara de Boumerdes.

*Je ne saurais comment remercier Mme **Kettab Ratiba**, maitre de conférences à l'E.N.P qui grâce à leurs qualités pédagogiques et humaines, ont su conduire ce travail avec compétence et rigueur scientifique. Sa disponibilité et son encouragement étaient pour moi un grand apport dans la réalisation de ce travail.*

Je l'exprimes tout mon respect le plus profond et mes remerciements les plus sincères à travers ce modeste travail et que j'espère leur fera honneur.

*Monsieur : **Abadlia**, Professeur à la UMBB., pour m'avoir accueilli au sein de laboratoire des matériaux minéraux et composites pour terminer la partie expérimentale de ce travail.*

*Monsieur : **Benmounah**, maitre de conférences à la faculté des sciences de l'ingénieur de l'université de M'Hamed Bougara de Boumerdes., pour m'avoir guidé tout le long de ma partie expérimentale de ce travail.*

*Monsieur : **Guciouer**, élève en thèse au (LMMC), pour son assistance avec les essais rhéométrique.*

Mes remerciements les plus sincères vont aux membres de jury, qui ont pris la peine de bien vouloir examiner ce travail et l'évaluer.

Mes remerciements vont aussi vers :

Mes enseignants de la première année post graduation.

L'ensemble des enseignants et administrateurs du l'E.N.P pour leurs aide précieuse et la disponibilité qu'il mon toujours accordé.

Enfin, je ne saurais terminer sans avoir remercié l'ensemble du personnel de l'institut de génie civil de L'E.N.P, qu'ils soient des enseignants ou des administrateurs pour leur aide et leurs encouragements, sans oublier le personnels de la bibliothèque de l'E.N.P pour leur disponibilité et leurs sérieux dans leur travail.

Un grand merci à toute la promotion de Génie Civil 2006

Je dédie ce modeste travail à :

Mes très chers parents, que dieu me les gardes et me les protèges.

A mes chères frères et sœurs.

A ma chère femme AICHA ainsi qu'a toute sa famille.

A tous ceux qui a m'aidé de près ou de loin...

Merci.



ملخص

هذا العمل يهدف إلى دراسة تأثير و نجاعة بوليمرات زيادة اللدونة على ملاط الإسمنت قبل مرحلة التيبس و هذا باستعمال تراكيز مختلفة من الإسمنت و الماء (م/ل) و الإضافات أنفة الذكر. ثم تحليل هذه العينات باستعمال جهاز قياس درجة اللزوجة ريومتر لمقارنة مختلف الخصائص الريولوجية و معرفة التراكيز المثلى.

هذه الخواص تم الحصول عليها باستعمال جهاز HAAKE 550VT بمخبر المواد المعدنية التركيبية بجامعة امحمد بوقرة ببومرداس أين دل التحليل أن العينات تتبع نموذج بينقام بشكل جيد وأن تركيز الإشباع لا يزيد عن 1 % بالنسبة لهذا الجيل الثالث من بوليمرات زيادة اللدونة

كلمات مفتاحية: خرسانة طازجة، إسمنت، ريولوجيا، بوليمرات زيادة اللدونة، ريومتر.

Résumé

Les travaux présentés dans ce mémoire constituent une contribution à la confirmation du changement de la rhéologie de la pate fraiche de ciment adjuvanté en superplastifiants de 3^{eme} génération.

Les propriétés rhéologiques de ces différentes suspensions ont été identifiées à l'aide d'un viscosimètre-rhéomètre à cylindres coaxiaux HAAKE 550VT mis à notre disposition par le laboratoire des matériaux minéraux et composites(LMMC) à la faculté des sciences de l'ingénieur de l'université de M'Hamed Bougara de Boumerdes (UMBB).

Les essais sont réalisés en gradient de vitesse imposée. Le rapport E/C, le dosage en superplastifiant, constituent les différents paramètres de composition variables pour les essais effectués.

Nous avons tracé les courbes d'écoulement pour différents rapport E/C et différentes concentrations de supeplastifiant. Ensuite identifier le model rhéologique et définir les caractéristiques pour chaque composition, des interprétations et conclusions enfin étés données.

Dans les cas des coulis de ciment, les écoulements sont bien décrits par le modèle de Bingham. Les courbes d'écoulement montrent une concentration de saturation inferieure à 1% ce qui montre l'efficacité de cette dernière génération des superplastifiants à base de Polycarboxylates-Ester.

Les effets fluidifiants pour les forts valeurs de E/C quasi similaires, nous mène à affirmer que les effets fluidifiants des Polycarboxylates-Ester diminuent quand E/C augmente.

Mots clés : rhéologie, ciment, superplastifiant, ouvrabilité, rhéometre, modèles rhéologiques.

Abstract:

The aim subject of this work is to study the effect of superplasticizers admixtures on the rheology of the fresh cement mortar.

The rheological properties of samples have been studied using a rheometer type HAAKE 550VT in the laboratory of mineral materials and composites at Boumerdes university.

Using different W/C concentrations and superplasticizer content, then analyzing samples a rheometer to compare its rheological proprieties and get the optimal values. where they obey well the Bingham model and the concentration of saturation don't exceed 1% for this generation of superplasticizers

Keywords: fresh concrete, rheology, cement, superplasticizer, rheometer, rheological models, workability.

Table des matières

Liste des figures	VII
Liste des tableaux	X
Liste des notations.....	XI

Partie I : Etat des connaissances et recherche bibliographique

Introduction générale.....	1
----------------------------	---

Chapitre I

Interactions superplastifiants-ciment

1.1 Les ciments Portland.....	4
1.2 Les superplastifiants.....	9
1.3 Influence des superplastifiants sur le comportement de la suspension eau-ciment	16
1.4 Stabilité colloïdale des suspensions.....	18
1.5 Sédimentation.....	21
1.6 Les forces interparticulaires	24
1.7 Adsorption des superplastifiants.....	35

Chapitre II

Eléments de la rhéologie

2.1 Introduction	38
2.2 Eléments de la rhéologie.....	38
2.2.1 Définitions	38
2.2.1.1 Rappelle sur la rhéologie des fluides	41
2.2.1.2 signification physique	41
2.2.1.3 Contraintes et déformations dans un fluide.....	42
2.2.1.4 Glissement aux parois	44
2.2.2 Modèles rhéologiques de base	45
2.2.3 Lois de comportement rhéologiques de base	46
• ressort	45
• amortisseur.....	46
• Le patin	47

2.2.4 Relations empiriques pour la viscosité.....	49
• Modèle en loi de puissance d’Ostwald.....	49
• modèle de Carreau.....	49
2.2.5 Fluide de Bingham.....	49

Chapitre III

Rhéologie des mortiers et du béton frais

3.1 Introduction	51
3.2 Ouvrabilité.....	53
3.3 Propriétés rhéologiques.....	55
3.3.1 Rhéologie des fluides concentrés.....	57
3.3.1.1 suspensions très diluées.....	57
• Formule d’Einstein	57
• Formule phénoménologique (Mooney).....	58
• Formule de Krieger-Dougherty.....	58
3.3.1.2 Modèles rhéologiques appliqués aux mortiers et aux bétons	58
• Modèle de Legrand	58
• Modèle de Hobbs	59
• Modèle de Kikukawa – Murata.....	60
• Modèle de viscosité multi-échelle - modèle Faris adapté.....	60
3.4 Méthodes de test.....	65
3.4.1 Tests donnant un seul paramètre	65
• Essai d’affaissement.....	65
• Détermination de temps de prise par l’iguille de Vicat	67
• Baton de penetration: Kelly ball	67
• Appareil de test de turnning.....	68
• Essai de capacité à remplir	69
3.4.2 Tests donnant deux paramètres	69
• Tattersal Two-Point Test.....	69
• Appareil Bertta.....	70
• Le rhéomètre BTRHEOM®	70
3.5 Techniques de la rhéométrie	73

3.5.1 Géométrie de Couette cylindrique.....	74
• Viscosité pour un fluide newtonien en Couette cylindrique.....	76
• Viscosité pour un fluide non-newtonien en Couette cylindrique.....	78
3.5.2 Géométrie cône-plan.....	79
3.5.3 Géométrie plan-plan.....	81
3.5.4 Géométrie double-gap.....	82

Partie II : Expérimentations sur coulis modèles

4.1 Introduction.....	84
4.2 Protocole expérimentale	84
4.2.1 Préparation des échantillons	84
4.2.2 Description de l'appareillage	85
4.2.3 Choix de la géométrie	87
4.2.4 Mode opératoire	88
4.3 Résultats	89
4.3.1 Courbes de saturation (Contrainte de cisaillement).....	89
• Par dosage de superplastifiant.....	89
• Par rapport E/C.....	93
4.3.2 Courbes de viscosité.....	95
• Par dosage de superplastifiant.....	96
• Par rapport E/C.....	97
4.4 Observations	98
4.5 Discussions	98
Conclusion et perspective.....	100
Références bibliographiques.....	103

Liste des figures

- Figure I.1** : Rhéologie de différents types de bétons.
- Figure 1.1** : Quantité de Ca(OH)_2 formé pendant l'Hydratation de C_3S .
- Figure 1.2** : vitesse de dégagement de chaleur durant l'hydratation du C_3S .
- Figure 1.3** : Hydratation du silicate tricalcique à température ambiante.
- Figure 1.4** : vitesse relatifs d'hydratation du silicate tricalcique et du silicate dicalcique.
- Figure 1.5** : Hydratation d'une pâte de ciment Portland ordinaire à température ambiante: consommation des phases du clinker.
- Figure 1.6** : Hydratation d'une pâte de ciment Portland ordinaire à température ambiante: formation des hydrates.
- Figure 1.7** : Défloculation des grains de ciment par l'utilisation d'un fluidifiant d'après Uchikawa.
- Figure 1.8** : Mode d'action des réducteurs d'eau, d'après Rixom.
- Figure 1.9** : Monomère de certains célèbres superplastifiants.
- Figure 1.10** : Effet de superplastifiant sur une pâte de ciment.
- Figure 1.12** : Représentation schématique des mécanismes d'action des superplastifiants.
- Figure 1.13** : Adsorption d'un superplastifiants de type PNS sur les phases pures de ciment, eau/solide = 0,5.
- Figure 1.14** : Classification conceptuelle des régimes rhéophysique d'une suspension en fonction de la vitesse de cisaillement de la fraction volumique en solide.
- Figure 1.15** : Forces s'exerçants lors de la sédimentation d'une particule sous l'action de la gravité.
- Figure 1.16** : Double couche de Goüy et Chapman.
- Figure 1.17** : Les trois domaines d'approches de particules stabilisées stériquement.
- Figure 2.1** : Domaines d'application de la rhéologie.
- Figure 2.2** : Profil de vitesse pour un écoulement de cisaillement simple d'un liquide newtonien entre deux plans.
- Figure 2.3** : Composantes de la contrainte s'exerçant sur une surface dS .
- Figure 2.4** : Glissement aux parois dans un écoulement de Couette plan.
- Figure 2.5** : Schéma de comportement élastique (ressort).
- Figure 2.6** : Schéma de comportement visqueux (amortisseur).

- Figure 2.7** : Schéma de modèle de Maxwell.
- Figure 2.8** : Schéma du modèle de Kelvin.Voigt.
- Figure 2.9** : Equation de Bingham pour un fluide.
- Figure 3.1** : Certains appareils pour mesurer l'ouvrabilité.
- Figure 3.2** : Interprétation physique du modèle de Bingham.
- Figure 3.3** : formes de courbes de quelques comportements idéalisés.
- Figure 3.4** : Ecoulement d'un béton auto compactant mesurée par un rhéomètre.
- Figure 3.5** : Essai d'affaissement au cône.
- Figure 3.6** : simulations en éléments finis de l'essai d'affaissement en utilisant un comportement de type Bingham.
- Figure 3.7** : Appareil Vicat pour la détermination de la consistance normalisée et du temps de prise du ciment.
- Figure 3.8** : Essai de pénétration Kelly ball.
- Figure 3.9** : dessin schématique de l'appareil de test de turning.
- Figure 3.10** : appareil normalisé pour l'essai de capacité à remplir (LCPC).
- Figure 3.11** : Schéma de principe de rhéomètre de Tattersal.
- Figure 3.12** : coupe longitudinale de rhéomètre BTRHEOM.
- Figure 3.13** : Géométrie de Couette cylindrique.
- Figure 3.14** : rotor servant de cylindre intérieur dans la géométrie de Couette cylindrique.
- Figure 3.15** : profils théoriques de vitesse adimensionnés.
- Figure 3.16** : Géométrie cône.plan (coupe de profil).
- Figure 3.17** : Géométrie plan .plan (coupe de profil).
- Figure 3.18** : Géométrie double.gap (coupe de profil).
- Figure 4.1** : Préparations et pesage des coulis (laboratoire LLMC).
- Figure 4.2** : Organigramme de la préparation de coulis.
- Figure 4.3** : Protocole opératoire de changement de vitesse mesure.
- Figure 4.4** : Geometries SV DIN(Documents Thermo Fisher).
- Figure 4.5** : Geometries SV DIN utilisé (Laboratoire LLMC).
- Figure 4.6** : Echantillons témoins SP=0%.

- Figure 4.7** : Echantillons avec SP=1%.
- Figure 4.8** : Echantillons avec SP=2%.
- Figure 4.9** : Courbes de saturation avec E/C=0.35%.
- Figure 4.10** : Courbes de saturation avec E/C=0.45%.
- Figure 4.11** : Courbes de saturation avec E/C=0.55%.
- Figure 4.12** : Viscosités avec des échantillons témoins (Sp=0%).
- Figure 4.13** : Viscosités avec des échantillons en Sp=1%.
- Figure 4.14** : Viscosités avec des échantillons en Sp=2%.
- Figure 4.15** : Variation de la viscosité avec des échantillons de E/C=0.35.
- Figure 4.16** : Variation de la viscosité avec des échantillons de E/C=0.45.
- Figure 4.17** : Variation de la viscosité avec des échantillons de E/C=0.55.

Liste des Tableaux

- Tableau 1.1** : Abréviations usuels.
- Tableau 1.2** : Principaux constituants du ciment Portland.
- Tableau 1.3** : Domaines de composition des ciments Portland.
- Tableau 1.4** : Les 27 produits de la famille des ciments courants.
- Tableau 1.5** : Définition de quelque paramètre statistique des polymères.
- Tableau 2.1** : Emplacement de la rhéologie dans les sciences physiques.
- Tableau 3.1** : Classes de consistance vis.à.vis de l'affaissement.
- Tableau 3.2** : Plage d'affaissement à spécifier pour différentes applications.
- Tableau 3.3** : Principaux comportements idéalisés pour suspensions concentrées.
- Tableau 3.4** : Plages de seuil de cisaillement à spécifier pour diverses applications.
- Tableau 4.1** : Dosages utilisé pour les différents coulis.
- Tableau 4.2** : Récapitulatif des différents paramètres de Bingham

Liste des notations

\bar{X}_n : Degré de polymérisation moyen en nombre.

\bar{X}_w : Degré de polymérisation en masse.

\bar{M}_n : Masse molaire moyenne en nombre.

\bar{M}_w : Masse molaire moyenne en masse.

\bar{M}_z : Masse molaire moyenne d'ordre z, obtenue par centrifugation.

\bar{M}_{vn} : Masse molaire moyenne obtenue par viscosimètre.

I : Indice de polydispersité.

τ_0 : Seuil de cisaillement

$\dot{\gamma}$: Le gradient de vitesse de cisaillement.

η : la viscosité dynamique.

η_0 : La viscosité à cisaillement nul.

η_∞ : La viscosité à cisaillement infini.

η_p : la viscosité plastique.

dS : Élément de surface infinitésimale.

E : Module d'élasticité ou module de Young.

ε : Déformation

λ : Constante de temps, Facteur d'encombrement.

k_1 : facteur de forme.

Φ : Concentration volumique du soluté.

α : Concentration volumique d'empilement maximum des particules fines de silice, de ciment et de granulat.

η_r : Viscosité relative de la pâte superplastifié par rapport à celle de la pâte sans superplastifiant.

V_s : Dosage en superplastifiant.

β_s : Dosage de saturation (au sens chimique) en superplastifiant.

T : Couple.

G : Constant de calibrage avec un fluide Newtonien.

K : Constant de calibrage avec un fluide non-Newtonien.

N : Vitesse de la turbine.

R_2, R_1 : Diamètres extérieur et intérieur et respectivement.

h : Hauteur de l'échantillon subissant le cisaillement.

Γ : Couple appliqué à l'échantillon

Ω : Vitesse angulaire de la partie rotative.

ρ : La masse volumique.

e : Entrefer.

Ω : Vitesse de rotation.

E/C : rapport eau /ciment

Introduction générale

Le béton est actuellement l'un des matériaux de construction les plus utilisés à travers le monde. La simplicité de sa fabrication et de sa mise en place, son faible prix de revient et les performances mécaniques et de durabilité qu'il assure ont légitimé son utilisation pour réaliser des ouvrages les plus divers, notamment des bâtiments, des immeubles d'habitation, des ponts, des routes, des barrages .Etc. [1].

C'est un matériau composite dans lequel les granulats (gravier et sable) sont liés par une pâte de ciment hydratée. La quantité d'eau requise pour les réactions d'hydratation représente environ 25% de la masse de ciment. Cependant, une quantité d'eau supplémentaire (au moins le double) est nécessaire afin d'obtenir une ouvrabilité satisfaisante du béton frais lors des opérations de mise en place. Dans le long terme, l'excès d'eau s'évapore, laissant des vides dans le béton. Dans une pâte de ciment Portland de rapport eau/ciment de 0.5, la porosité totale représente entre 25 et 30% du volume et la taille des pores varie du nanomètre à quelques millimètres. La porosité du matériau diminue sa résistance mécanique et sa durabilité. Le béton est donc un matériau composite poreux, dont les performances varient en fonction de sa porosité capillaire et donc de l'excès d'eau nécessaire à la maniabilité du béton frais.

La nécessité d'améliorer les performances des bétons, et de réduire la quantité d'eau de gâchage pour diminuer la porosité, amène à utiliser de nouveaux matériaux, les superplastifiants. Lorsqu'ils sont ajoutés en petites quantités (habituellement de 0,5% à 2% de la masse du ciment), ces derniers permettent de réduire considérablement (30% et plus) la quantité d'eau nécessaire pour obtenir des propriétés rhéologiques satisfaisantes pour une bonne mise en œuvre du béton.

Les avantages résultant de l'utilisation des superplastifiants sont nombreux :

- Mise en place facile et rapide, permet de réduire la vibration (voire de la supprimer dans le cas des bétons auto-compactant) ; Cette amélioration permet des économies de temps, de main d'œuvre et aussi de matériel.

- pompage plus facile du béton: la grande maniabilité et la cohésion concomitante atteinte avec l'aide des superplastifiants ont permis de transporter le béton à des vitesses plus rapides sur des distances plus grandes et à des hauteurs plus élevées. La pression de pompage a été également diminuée de 20 à 30%.
- Mise en place améliorée: l'utilisation de bétons plus fluides a également permis de mettre en place le béton dans des éléments comportant un taux d'armature élevé et dans des endroits difficiles d'accès, où la mise en place serait impossible pour un béton classique.
- Un meilleur enrobage des armatures: la bonne ouvrabilité de ces bétons fait que les armatures sont parfaitement enrobées, même dans des pièces possédant une forte densité d'armature. Comme la mise en place des bétons à hautes performances ne nécessite qu'une faible vibration, les armatures conservent leur position au cours de l'opération. De plus, les superplastifiants ne sont pas corrosifs et donc n'attaquent pas l'acier.
- Accroissement important de la résistance mécanique et de la durabilité des bétons. La réduction d'eau de gâchage entraîne une réduction du rapport eau/ciment, qui améliore généralement les résistances et réduit la porosité totale du matériau, améliorant ainsi sa durabilité.
- Obtention des bétons dits à hautes performances (BHP), des bétons à très hautes performances (BTHP), et des bétons autoplaçants (BAP).

La mesure de l'évolution des caractéristiques mécaniques pendant la période de prise des matériaux cimentaires représente un des paramètres clés de la maîtrise des procédés en génie civil (Pompage, temps de décoffrage, mise en forme, ...). Actuellement, le test de Vicat représente l'essai standard du suivi de la prise. L'information obtenue à partir de cet essai (temps de début et de fin de prise) est largement insuffisante pour juger par exemple du temps pendant lequel le matériau est pompable, extrudable ou décoffrable[16].

Les ingénieurs cherchent à avoir des bétons à hautes performances, mais sans négliger la rhéologie de matériaux frais qui est un paramètre technologique très important ou actuellement les paramètres rhéologiques sont extrêmement importants pour l'évaluation de :

- Taux de ségrégation des Bétons autoplaçants
- Pressions de pompage des bétons et porté de la tuyauterie
- Pressions sur coffrages.

- Fabrication des bétons dans les centrales avec des slump a la demande..etc

L'intitulé original de cette mémoire était « Influence des super plastifiants sur la rhéologie du béton frais », ou on cherche d'avoir une démarche sur la quantification des paramètres rhéologiques des bétons, mais l'absence d'un rhéomètre pour bétons en Algérie nous a obligé à utiliser un petit viscosimètre-rhéomètre de 0.9 mm d'entrefer, ce qui nous a limité à n'utiliser que des coulis de ciment tant que l'effet des superplastifiants sont essentiellement liés à ses adsorptions sur les grains de ciment.

Le premier chapitre est une synthèse bibliographique avec un bref rappel sur les matériaux ciments, et superplastifiants ainsi que l'interaction entre eux au sein d'une suspension concentrée.

Dans le deuxième chapitre nous avons montré l'importance de la science rhéologie dans le domaine des sciences des matériaux et son efficacité pour la description des suspensions

Le troisième chapitre inclut les différentes méthodes de tests des mortiers, béton et ciments

Et les techniques largement utilisées en rhéométrie.

Dans le dernier chapitre nous avons présenté notre démarche expérimentale sur les coulis modèles ainsi que les résultats obtenus et des commentaires.

Généralement l'écoulement est de type bingham cependant au moins deux paramètres doivent être identifiés : contrainte limite d'écoulement et viscosité et ils sont nécessaires pour caractériser l'écoulement mais la majorité des essais donne seulement un seul paramètre, en outre la prédiction des paramètres rhéologiques d'un béton à partir de sa composition, ou à partir des propriétés de ces constituants n'est pas facile, pas de modèle général existe, cependant quelques uns sont étudiés par quelques auteurs [11] que nous verrons dans cette mémoire.

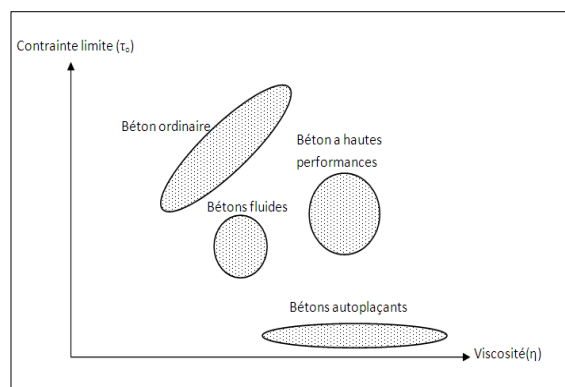


Figure I.1: Rhéologie de différents types de bétons [17].

Interaction ciment-superplastifiants

1.1 Les ciments Portland

1.1.1 Définition

Le ciment est un liant hydraulique, c'est-à-dire une matière inorganique finement moulue qui, gâchée avec de l'eau, forme une pâte qui fait prise et durcit par suite de réactions et processus d'hydratation et qui, après durcissement, conserve sa résistance et sa stabilité même sous l'eau [9].

1.1.2 Nomenclature chimique des ciments

Dans la chimie du ciment, les formules chimiques sont souvent exprimées comme la somme d'oxydes [17]: le silicate tricalcique par exemple, Ca_3SiO_5 , s'écrit généralement 3CaO , SiO_2 . Il est usuel d'abrégé les formules des oxydes communs à une simple lettre, tel que C pour CaO ou S pour SiO_2 . Le silicate tricalcique devient alors C_3S . Ce système d'abréviation est souvent utilisé avec les notations conventionnelles dans les équations, comme dans l'équation 1-1.



Les abréviations les plus communément utilisées sont les suivantes:

C = CaO	S = SiO ₂	A = Al ₂ O ₃	F = Fe ₂ O ₃
M = MgO	K = K ₂ O	S= SO ₃	N = Na ₂ O
T = TiO ₂	P = P ₂ O ₅	H = H ₂ O	C=CO ₂

Tableau 1-1 Abréviations usuels.

Les formules des oxydes simples ne sont généralement pas abrégées.

1.1.3 Composition des ciments Portland

Les matières premières de base pour la fabrication du ciment Portland sont le calcaire et l'argile. Ces matières sont broyées, finement moulues et mélangées dans des proportions bien définies. Ce mélange est ensuite placé dans un four et chauffé à environ 1450°C. Au cours de la calcination, les matières premières vont réagir pour former, à la fin de la cuisson, un produit de composition

complexe appelé clinker. Le clinker, additionné de gypse (pour régulariser la prise) et finement broyé constitue finalement le ciment Portland.

Les principaux constituants du clinker sont indiqués dans la Table 2-2. La teneur en oxydes et les proportions en C_3S , C_2S , C_3A et C_4AF définissent ses principales caractéristiques.

Constituants	Composition	Abréviation	Nom particulier
Silicate tricalcique	$3CaO \bullet SiO_2$	C_3S	Alite
Silicate dicalcique	$2CaO \bullet SiO_2$	C_2S	Belite
Aluminate tricalcique	$3CaO \bullet Al_2O_3$	C_3A	} Cérite
Alumino-ferrite tétracalcique	$4CaO \bullet Al_2O_3 \bullet Fe_2O_3$	C_4AF	

Tableau 1-2 Principaux constituants du ciment Portland [17].

Dans le clinker, les phases C_3S , C_2S , C_3A et C_4AF n'existent pas sous une forme pure :

- Le silicate tricalcique est le principal constituant du ciment Portland. Dans le clinker, le C_3S impur est appelé alite. Celle-ci contient également un peu de l'oxyde de magnésium et d'oxyde d'aluminium. Sa composition exacte et sa réactivité varient selon les ciments. Les cristaux d'alite possèdent une maille monoclinique ou trigonale (le C_3S synthétique se présente sous forme d'une structure triclinique).
- la phase C_2S est connue sous quatre formes allotropiques différentes nommées: α , α' , β et γ . Dans le clinker, le C_2S se présente uniquement sous la forme β et est appelé belite. La maille des cristaux de β - C_2S est monoclinique. Cette phase contient du MgO , de l' Al_2O_3 et un peu de K_2O .
- Sous sa forme pure, la phase C_3A est constituée de cristaux de maille cubique. Dans le clinker, les cristaux contiennent fréquemment des ions étrangers, comme Na^+ , la maille des cristaux prend alors une forme orthorhombique ou monoclinique.
- La phase ferrite désignée C_4AF est une solution solide de composition variable dont les principaux composés sont C_2F , C_6AF_2 , C_4AF et C_6A_2F .

La Table 2-3 montre les principaux oxydes présents dans un ciment typique ainsi que leurs teneurs respectives.

Composition (% masse)	Minimum	Moyenne	Maximum
CaO	58,10	64,18	68,00
SiO ₂	18,4	21,02	24,50
Al ₂ O ₃	3,10	5,04	7,56
Fe ₂ O ₃	0,16	2,85	5,78
MgO	0,02	1,67	7,10
SO ₃	0	2,58	5,35
K ₂ O	0,04	0,70	1,66
Na ₂ O	0	0,24	0,78
Alcalis équivalents	0,03	0,68	1,24
Chaux libre	0,03	1,24	3,68
Chlorure	0	0,02	0,05
Sr	0	0,053	1,92
Zn	0	0,002	0,032
Ti	0	0,11	0,42
P	0	0,039	0,21
Mn	0	0,032	0,24

Tableau 1-3 Domaines de composition des ciments Portland [9] .

1.1.4 Principaux types de ciments Portland

Le Tableau 1.4 donne les 27 produits de la famille des ciments courants traités dans la présente partie de l'EN 197:2001 ainsi que leurs notations. Ils sont regroupés en cinq types principaux qui sont les suivants [9] :

- CEM I Ciment Portland ;
- CEM II Ciment Portland composé ;
- CEM III Ciment de haut fourneau ;
- CEM IV Ciment pouzzolanique ;
- CEM V Ciment composé.

Avec:

- C: clinker
- L: laitier de haut fourneau
- SF: fumée de silice

- P: pouzzolanes
- FA: cendres volantes
- SC: Schiste calciné
- Cal:calcaire
- CS: Constituants secondaires

Des informations complémentaires sur les Ciments Portland sont données dans [9].

Type	Notation	Composition (%)								
		C	L	SF	P	FA	SC	Cal	CS	
CEM I	Ciment Portland	95-100	-	-	-	-	-	-	0-5	
CEM II	Ciment Portland au laitier	65-94	6-35	-	-	-	-	-	0-5	
	Ciment Portland à la fumée de silice	90-94	-	6-10	-	-	-	-	0-5	
	Ciment Portland à la pouzzolane	65-94	-	-	6-35	-	-	-	0-5	
	Ciment Portland aux cendres volantes	65-94	-	-	-	6-35	-	-	0-5	
	Ciment Portland au schiste calciné	65-94	-	-	-	-	6-35	-	0-5	
	Ciment Portland au calcaire	65-94	-	-	-	-	-	6-35	0-5	
	Ciment Portland composé	65-94	← 6-35 →						-	0-5
	CEM III	Ciment de haut fourneau	5-64	36-95	-	-	-	-	-	0-5
CEM IV	Ciment pouzzolanique	45-89	-	← 11-55 →			-	-	0-5	
CEM V	Ciment Composé	20-64	18-50	← 18-50 →			-	-	0-5	

Tableau 1-4 Les 27 produits de la famille des ciments courants [9] .

1.1.5 Hydratation de ciment portland

Le ciment Portland étant un matériau multi minéral, son hydratation est un processus complexe constitué d'une série de réactions chimiques individuelles s'effectuant à la fois en parallèle et successivement. Ce processus s'effectue spontanément lorsque la poudre est mise en contact avec l'eau et il est associé à une libération de chaleur.

Le ciment doit être mélangé avec suffisamment d'eau pour pouvoir s'hydrater complètement. La quantité d'eau introduite, définie par le rapport eau/ciment (e/c) [ou encore rapport eau/ solide (e/s) pour les CEM II à CEM V] affecte la rhéologie de la suspension, la progression de son hydratation et les propriétés du matériau hydraté.

L'hydratation et sa cinétique sont influencées par de nombreux facteurs, dont les principaux sont:

- La composition des phases du ciment et la présence d'ions étrangers à la maille cristalline des phases du Clinker ;
- La finesse du ciment, en particulier la distribution de taille des particules qui le compose et sa surface spécifique ;
- Le rapport eau/ciment utilisé ;
- La température de traitement ;
- La présence d'adjuvants ;
- La présence d'ajouts minéraux, c'est-à-dire les matériaux mélangés au ciment en grandes quantités, tels que les cendres volantes, le laitier ou la fumée de silice.
- **Mécanismes d'hydratation**

L'hydratation d'un ciment Portland à température ambiante est fonction de sa composition. Les Figures 1-5 et 1-6 représentent respectivement le taux d'hydratation des différentes phases du clinker et le taux de formation des différents produits au cours de l'hydratation d'un ciment Portland typique. L'hydratation est caractérisée par plusieurs périodes.

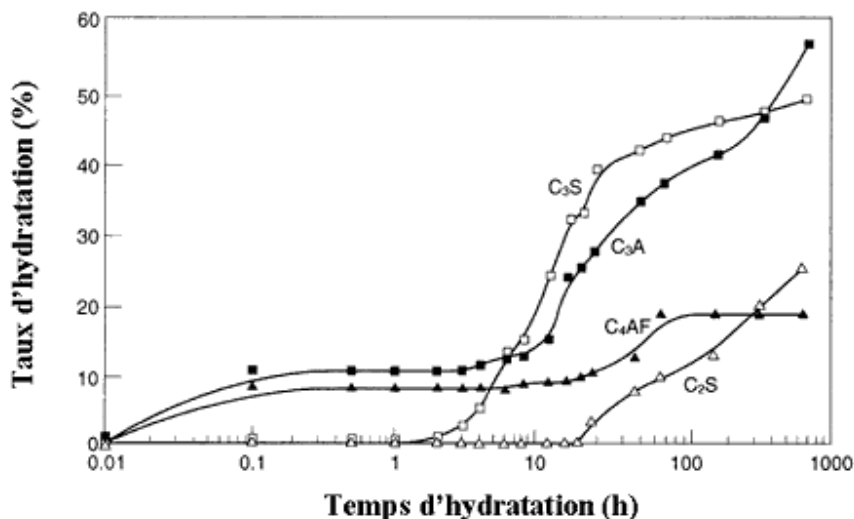


Figure 1-5 Hydratation d'une pâte de ciment Portland ordinaire à température ambiante: consommation des phases du clinker, [17].

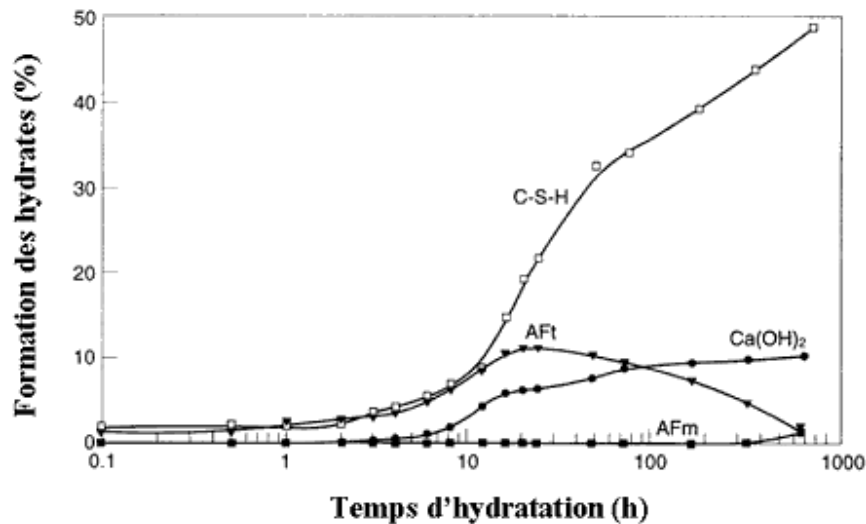


Figure 1-6 Hydratation d'une pâte de ciment Portland ordinaire à température ambiante: formation des hydrates [17].

1.2. Les superplastifiants

1.2.1. Généralités

- **Bref historique**

L'industrie moderne des bétons utilise de grandes quantités d'adjuvants chimiques (plus de Centaines de milliers tonnes en 1998) afin d'améliorer les propriétés des bétons frais et durcis et d'élargir les applications du béton.

L'utilisation des plastifiants n'est pas récente: Au cours du treizième siècle, de l'huile de lin était ajoutée afin de rendre les bétons plus étanches à l'eau [17].

Dans la fabrication de bétons de ciment portland, les plastifiants ont été introduits pour la première fois au début des années 1930. A cette époque, la plupart des autoroutes américaines étaient constituées de trois voies et cela engendrait de nombreux accidents. Afin de prévenir le Conducteur qu'il était sur la voie la plus dangereuse, on imagina de marquer la voie centrale à l'aide d'un béton coloré noir.

Lors du développement de ce matériau, de grandes quantités de noir de carbone furent utilisées pour lui donner sa couleur noire. Malheureusement le béton ainsi fabriqué présentait une

résistance diminuée ainsi qu'une inhomogénéité de la couleur. Le problème fut résolu par l'addition d'un dispersant: un sel de sodium de polycondensat de formaldéhyde sulfoné et de naphthalène. La couleur du béton devint remarquablement uniforme et le béton de la voie centrale des autoroutes présentait une résistance à la compression supérieure à celle des deux voies extérieures. Les chercheurs en ont conclu que l'agent dispersant n'agissait pas seulement sur le noir de carbone, mais également sur le ciment [3].

A cause du prix relativement élevé du polycondensat de naphthalène et de formaldéhyde, on a commencé à rechercher de nouveaux dispersants. A partir de la seconde moitié des années 1930, des dispersants à partir de lignosulfonates de calcium ont été développés. Ils sont obtenus à partir d'une liqueur considérée comme un déchet au cours de la fabrication de la pâte à papier. De nombreuses études sur les lignosulfonates et sur leurs combinaisons avec d'autres additifs comme le chlorure de calcium (un retardateur de prise) ont été effectuées afin d'optimiser les propriétés du mortier et du béton durci [17].

Les recherches sur l'utilisation des plastifiants débutèrent au Japon vers les années 1950 et les premières applications en 1962. Grâce à l'essor de l'industrie chimique au début des années 60, les recherches se multiplièrent et les plastifiants se diversifièrent (apparition des acides hydrocarboxyliques dans les années 50), leur qualité et leur constance de qualité s'améliorèrent sans cesse. Les allemands les découvrirent en 1964, mais ce n'est qu'en 1972, qu'ils commencèrent à les utiliser. D'autres pays suivirent cette évolution: Etats-Unis (1974), France (1975), Belgique, Suisse, etc. Les produits devinrent de mieux en mieux adaptés aux besoins de la construction moderne.

Dans le courant des années 60, une nouvelle classe de plastifiants, chimiquement différents des réducteurs d'eau alors utilisés et capables de réduire la teneur en eau jusqu'à 30%, a été développée. Les adjuvants de cette nouvelle classe ont été appelés superplastifiants ou superfluidifiants. Ils ont été introduits pour la première fois dans l'industrie en 1964 au Japon et en Allemagne: les PNS ont été développés par un groupe de chercheurs japonais et commercialisés pour la première fois en 1963. Les PMS ont été développés en Allemagne et introduits sur le marché en 1964. Dans le courant des années 1970, les lignosulfonates ont été améliorés en traitant le produit brut afin de retirer toutes les impuretés et en sélectionnant la fraction de masses molaires les plus élevées.

Une nouvelle famille de superplastifiants est apparue au début des années 80: les polyacrylates et les polycarboxylates. Ces copolymères sont synthétisés à partir de monomères d'acides acryliques et d'esters d'acrylates. Leurs performances dépendent de la nature et des proportions relatives des différents monomères utilisés lors de leur synthèse. Ces superplastifiants ont fait l'objet de nombreuses études durant ces dix dernières années.

1.2.2 Le Ciment portland et l'eau

L'eau est un des ingrédients essentiels du béton; on pourrait même dire qu'il est le plus important avec le ciment. En effet, l'eau que l'on introduit dans le béton lors de son gâchage remplit deux fonctions une fonction physique qui confère au béton les propriétés rhéologiques d'un liquide et une fonction chimique qui contribue au développement de la réaction dite d'hydratation.

Le béton idéal serait un béton où la quantité d'eau strictement nécessaire au développement du potentiel hydraulique du ciment ne jouerait, dans un premier temps, qu'une fonction strictement rhéologique permettant d'assurer une mise en place facile du béton frais. Les ciments Portland que l'on sait fabriquer ne permettent pas de produire ce béton idéal.

D'une part, les particules de ciment qui présentent de très nombreuses charges électriques superficielles non saturées ont une forte tendance à flocculer lorsqu'elles sont mises en contact avec un liquide aussi polaire que l'eau, comme on peut le voir dans la Figure 1-7. Par ailleurs, la réaction d'hydratation n'attend pas que le béton soit placé dans les coffrages pour démarrer. C'est une réaction dont les premières manifestations se développent aussitôt que le ciment Portland est mis en contact avec l'eau. Ceci est causé notamment par le fait que certains composés du ciment, le C3A en particulier, sont très réactifs et que les ciments Portland actuels présentent de très fines particules de l'ordre de quelques micromètres qui sont évidemment très réactives.

Ceci explique pourquoi, depuis toujours, il a fallu utiliser beaucoup plus d'eau qu'il n'en faut pour hydrater complètement les grains de ciment lorsque l'on veut fabriquer un béton qui présente, au moment de sa mise en place, une maniabilité suffisante quand on n'utilise aucun autre ingrédient que du ciment et de l'eau pour fabriquer la pâte du béton.

Pour essayer de lutter contre cette tendance qu'ont les grains de ciment à flocculer et pour diminuer la quantité d'eau de gâchage qu'il faut ajouter, on utilise des molécules organiques bien connues pour leurs propriétés dispersantes [1].

La première génération de dispersants, mieux connus commercialement sous le nom de réducteurs d'eau, était constituée de produits à base d'un déchet des usines de pâtes et papiers les lignosulfonates ; ces produits avaient l'avantage d'être très bon marché et de ne nécessiter pratiquement aucun traitement additionnel pour être utilisés avec succès dans le béton.

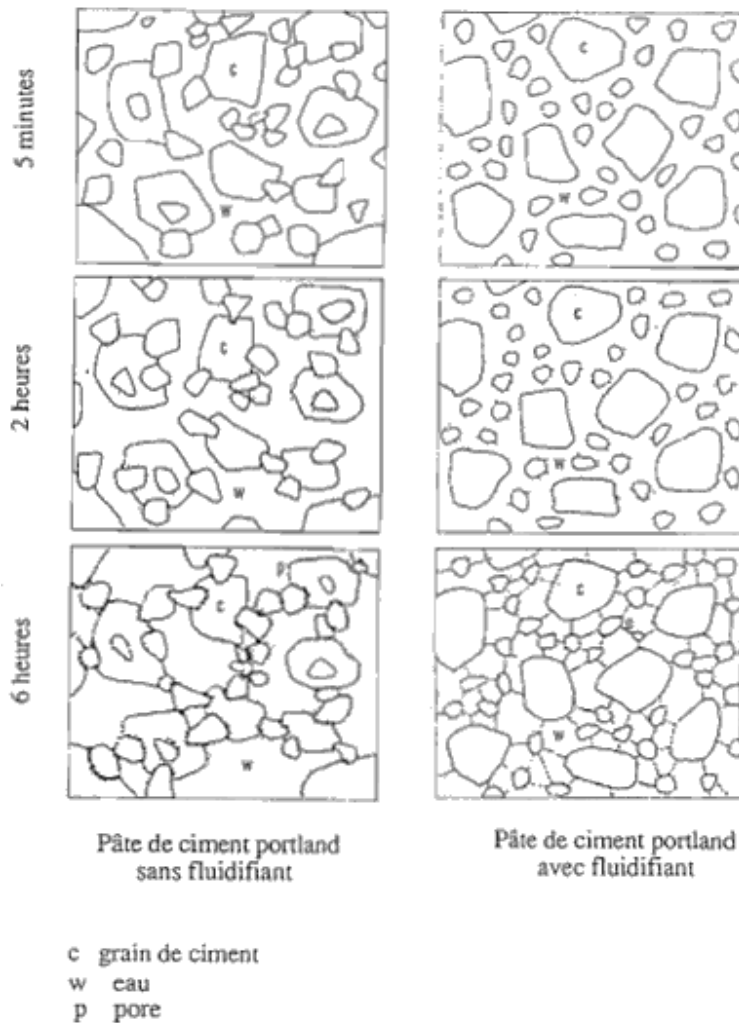


Figure 1-7 Défloculation des grains de ciment par l'utilisation d'un fluidifiant
D'après Uchikawa[1].

Cependant, on s'est très vite aperçu qu'on ne pouvait augmenter à volonté leur dosage dans le béton sans faire apparaître des phénomènes secondaires néfastes :

- retard de prise causé par la présence de sucres.
- entraînement de grosses bulles d'air causé par la présence de surfactants.

On a bien cherché à utiliser d'autres molécules organiques pour pallier à ces inconvénients, mais sans grand succès.

Pour un chimiste, les réducteurs d'eau peuvent être de nature anionique, cationique ou même non ionique ce sont des molécules qui présentent une extrémité fortement chargée qui vient neutraliser un site opposé sur les grains de ciment. Dans le cas des réducteurs non ioniques, ces molécules agissent comme des dipôles qui viennent se fixer sur les grains de ciment.

Dans laFigure 1-8, on illustre le principe de fonctionnement des différents types de réducteurs d'eau.

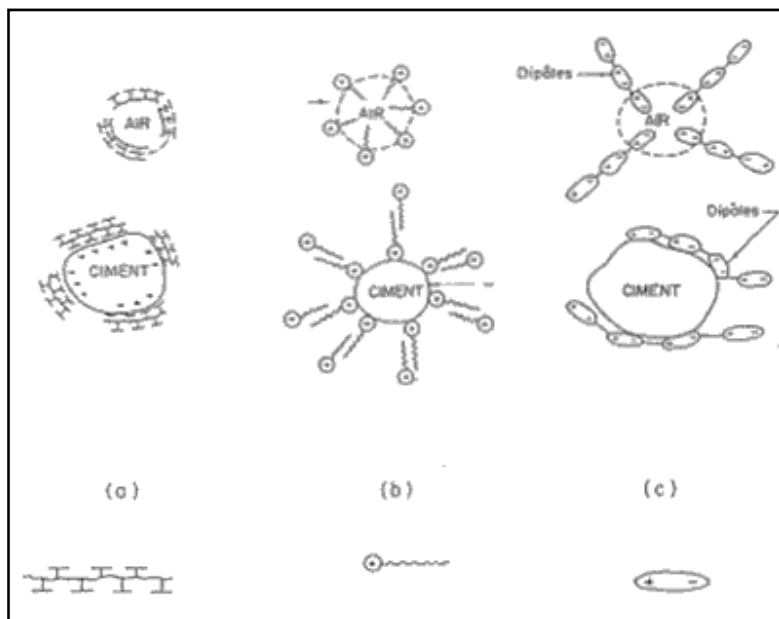


Figure 1-8 Mode d'action des réducteurs d'eau, d'après Rixom[1].

- (a) anionique
- (b) cationique
- (c) non ionique

1.2.3 Fluidifiants

Pendant plus de trente ans, l'industrie du béton s'est donc satisfaite de ces réducteurs d'eau de première génération jusqu'à ce que, presque simultanément, les Japonais et les Allemands [18] mettent sur le marché des produits de synthèse aux propriétés dispersantes beaucoup plus efficaces que les lignosulfonates de l'époque. Ces nouveaux produits qui étaient des sels sulfoniques de condensé de formaldéhyde et de naphthalène (produit japonais) ou de mélamine (produit allemand) ont été commercialisés sous divers noms super- plastifiants, super-réducteurs d'eau, réducteurs d'eau de deuxième génération, fluidifiants, etc.

Au début, ces produits ont surtout été utilisés pour fluidifier les bétons de chantier dans lesquels on continuait d'utiliser des lignosulfonates au moment du malaxage à titre de dispersant.

Un des inconvénients majeurs de ces premiers fluidifiants était la durée relativement courte de leur effet sur les bétons, de l'ordre de 15 à 30 minutes dans les meilleurs cas. Cependant, la technologie de fabrication des fluidifiants s'est attaquée à ce problème et, de nos jours, on sait fabriquer des fluidifiants dont la durée de fluidification est pratiquement doublée, de 30 à 45 minutes dans les meilleurs cas. On rencontre toutefois beaucoup de ciments portland plus ou moins rebelles à toute fluidification prolongée ; ceci se comprend mieux quand on analyse le mode de fonctionnement des fluidifiants [1].

1.2.4 Les différentes classes

Les superplastifiants sont des polyélectrolytes organiques, appartenant à la catégorie des dispersants polymériques.

Les superplastifiants sont généralement classés en quatre groupes [18]: les polycondensats de formaldéhyde et de mélamine sulfonée (PMS) , les polycondensats de formaldéhyde et de naphthalène sulfoné (PNS) , les lignosulfonates modifiés (MLS) et les autres incluant les esters d'acides sulfoniques, les polyacrylates et les polycarboxylates (Figure 1-9).

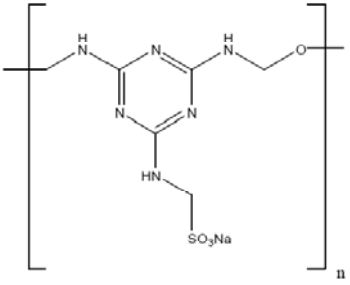
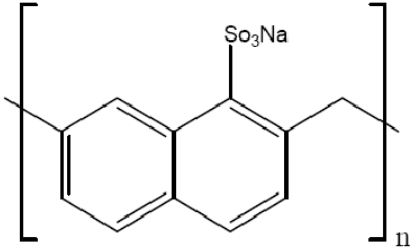
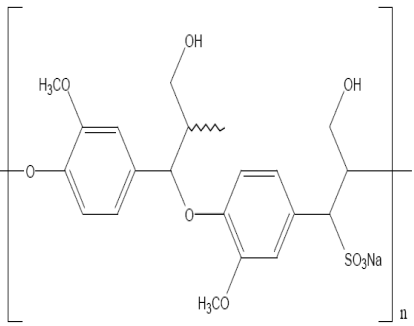
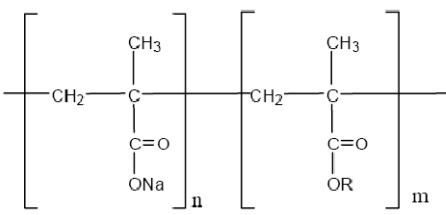
	
<p>PMS</p>	<p>PNS</p>
	 <p>R=oxyde d'éthylène par exemple</p>
<p>Lignosulfonates modifié</p>	<p>Polycarboxylates</p>

Figure 1-9 Monomère de certains célèbres superplastifiants.

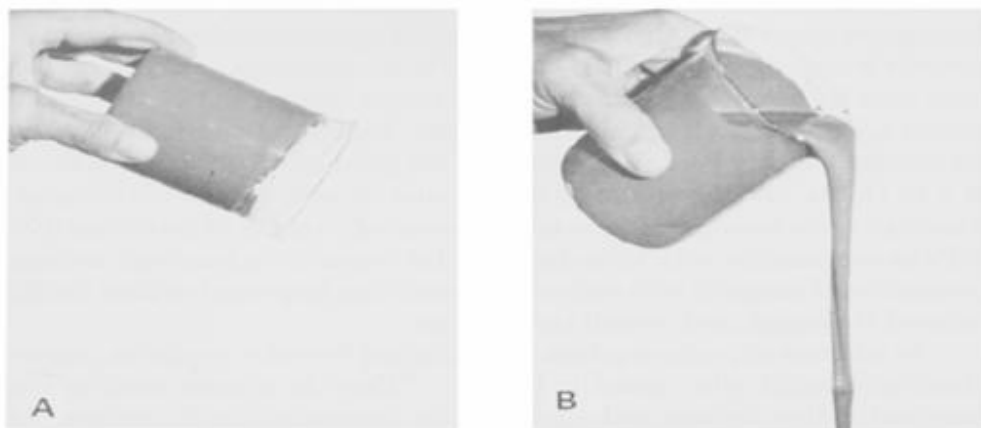


Figure 1-10 Effet de superplastifiant sur une pâte de ciment [18] ;
A : ciment +eau, B : ciment+eau+superplastifiant

1.3 Influence des superplastifiants sur le comportement de la suspension eau-ciment (coulis)

La fluidification des bétons frais par les superplastifiants peut être expliquée par la dispersion des grains de ciments. Les superplastifiants sont considérés actuellement comme de puissants dispersants. Ils permettent d'éviter l'agglomération des particules de ciment et de libérer l'eau emprisonnée dans ces agglomérats [1].

Les mécanismes d'action des superplastifiants ont été étudiés par de nombreux auteurs [5,8]. La défloculation et la dispersion des grains de ciment sont directement liées à l'adsorption des superplastifiants à la surface des particules. En effet, leur adsorption influence les caractéristiques physiques et chimiques des particules de ciments.

1.3.1 Influence des caractéristiques physiques

On a vu que les grains de ciment contiennent plusieurs phases minérales de différentes réactivités. Leur hydratation transforme la surface des particules, libérant des ions au sein de la solution et créant ainsi des charges à la surface des particules. Ces charges favorisent la floculation des particules de ciment.

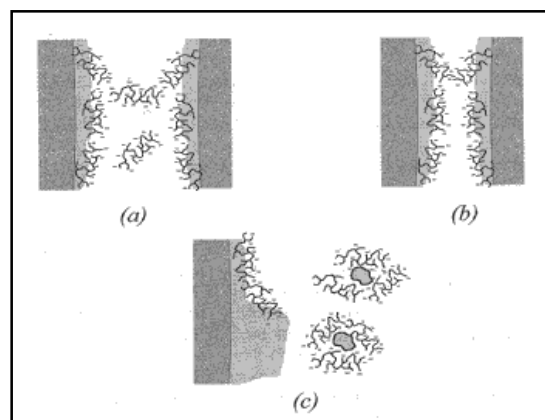


Figure 1-12 Représentation schématique des mécanismes d'action des superplastifiants
a) répulsion électrostatique d'un polymère chargé;
b) répulsion stérique d'un polymère adsorbé;
c) inhibition de la nucléation et de l'accroissement des produits d'hydratation dans la Solution et sur la surface des particules [17].

Lorsqu'un superplastifiant s'adsorbe sur un grain de ciment, ses fonctions acides dissociées modifient les charges de surface de la particule et minimisent les interactions entre les particules par la force de répulsion (Figure 2-1). L'évolution de la charge de surface permet de suivre l'adsorption des superplastifiants.

Les superplastifiants à l'interface eau/ciment vont également induire une force répulsive à courte distance due à l'encombrement stérique entre deux couches de polymères adsorbés sur des particules voisines.

L'amplitude des effets stériques et l'importance relative des effets électrostatiques et stériques varient en fonction du type et des masses molaires des superplastifiants. Pour les superplastifiants sulfonés (PNS et PMS), les effets électrostatiques sont prédominants. Pour les polyacrylates, les effets stériques sont prédominants, en particulier pour les polymères possédant des longues chaînes latérales hydrophiles. A cause de leur faible densité de charge, l'effet électrostatique de cette classe de superplastifiants est réduit par rapport à celui des polymères sulfonés.

1.3.2 Influence des caractéristiques chimiques

De nombreuses études ont montré que les superplastifiants ont une adsorption sélective. En effet, les polymères sulfonés s'adsorbent préférentiellement sur les phases aluminates des ciments et entrent en compétition avec les ions sulfates dans les réactions qui contrôlent l'hydratation du C_3A . Des observations similaires ont été faites pour les superplastifiants de type polyacrylate.

L'adsorption des superplastifiants sur les phases C_3S et C_2S est plus faible et plus lente. Ramachandran et Malhotra. [18] montrent (Figure 1-13) l'adsorption d'un superplastifiant de type PNS sur les phases pures de ciment (C_3A , C_4AF et C_3S) pour des rapports eau/solide de 0,5. Cette figure montre que le polymère s'adsorbe préférentiellement sur les phases aluminates et peu sur les phases silicates.

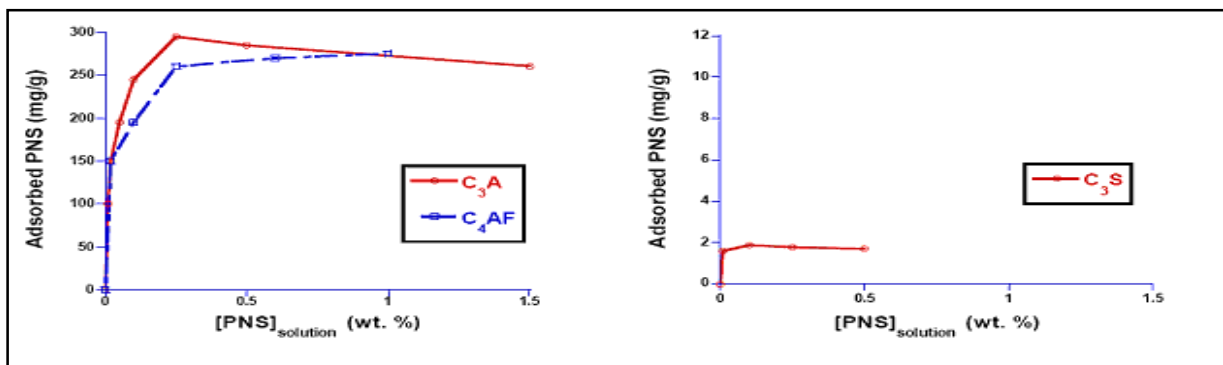


Figure 1-13 Adsorption d'un superplastifiants de type PNS sur les phases pures de ciment, eau/solide = 0,5 [17].

1.3.3 Influence sur l'hydratation des ciments

De nombreux auteurs ont étudié l'influence de différents superplastifiants sur l'hydratation des phases pures de ciment. Ils ont montré que les PNS et PMS retardent l'hydratation de la phase de C_3A . D'autres auteurs ont également montré que ces polymères retardent l'hydratation des phases silicates, bien que leurs effets soient plus modérés que ceux induits sur les phases aluminates [17].

Bien que le ciment soit un système beaucoup plus complexe à analyser, l'hydratation du ciment est retardée de la même façon que les phases pures.

1.3.4 Superplastifiants consommés

Flatt et Houst [3] ont décrit schématiquement les interactions et l'état des superplastifiants dans les suspensions de ciment. Ils ont divisé la quantité de superplastifiant ajouté à la suspension de ciment en trois catégories:

- Catégorie 1: le superplastifiant est consommé par les réactions d'hydratation, notamment au cours de la formation du C-S-H et de l'AFt. Cette fraction de polymère peut interagir avec différents produits d'hydratation pour former une phase organo-minérale (POM) ; elle n'est alors plus disponible pour la dispersion des agglomérats de ciment.
- Catégorie 2: le superplastifiant s'adsorbe à la surface des particules. Cette fraction de polymère est la plus importante pour la dispersion des grains de ciment, cependant il est difficile de la mesurer.
- Catégorie 3: si suffisamment de polymère a été ajouté pour saturer la surface, le superplastifiant ne peut pas s'adsorber et reste en solution.

1.4 Stabilité colloïdale des suspensions

De nombreuses interactions influencent les propriétés rhéologiques d'une suspension. Elles sont elles-mêmes gouvernées par différents paramètres: la fraction volumique de la phase solide, la vitesse de cisaillement, la force ionique, la forme et la taille des particules, la température, le coefficient de friction, la viscosité et la composition du fluide interstitiel, la densité des particules

ainsi que les forces externes (comme la force de gravité).

Coussot et Ancey dans leurs travaux sur les suspensions concentrées [10], ont décrit les principaux types d'interactions pour une suspension de particules monodisperses: les effets Browniens, les forces colloïdales, les forces visqueuses et les effets de contacts. Ils ont établi un diagramme conceptuel de prédominance des interactions en fonction des fractions volumiques de la phase solide et de la vitesse de cisaillement appliquée à la suspension (Figure 1-14). Dans ce schéma, les autres paramètres, qui exercent une influence sur la rhéologie de la suspension, sont supposés constants. Leurs variations induisent un déplacement des courbes de transition.

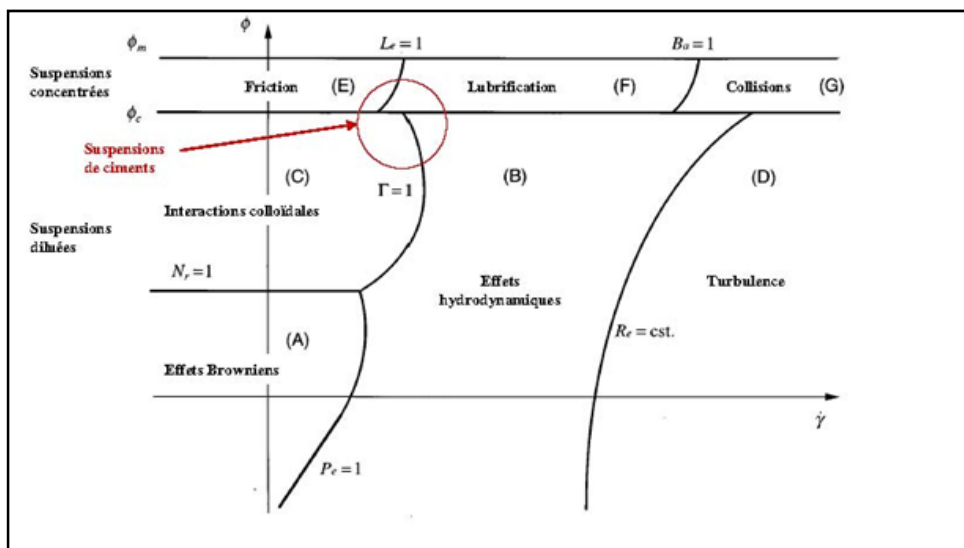


Figure 1-14 Classification conceptuelle des régimes rhéophysique d'une suspension en fonction de la vitesse de cisaillement de la fraction volumique en solide [10].

Coussot et Ancey [10] ont développé ce modèle conceptuel afin de mieux définir les suspensions concentrées. Ils suggèrent simplement qu'elles correspondent à une suspension dans laquelle les interactions colloïdales ou les contacts dominent. Les suspensions sont donc considérées comme concentrées lorsque les interactions particulières sont prédominantes dans le comportement rhéologiques de la suspension.

Ce type de comportement est observé sur des suspensions de silice et d'argile à de très faibles

fractions solides (environ 0,1%). En pratique, les suspensions de ciment possèdent en général un rapport eau/ciment compris entre 0,3 et 0,6 (fraction volumique solide comprise entre 35 et 51%). Nous pouvons donc supposer que les forces colloïdales et les contacts jouent un rôle important sur le comportement des suspensions de ciments.

De plus, le diagramme conceptuel de Coussot et Ancyey a été établi pour des particules monodisperses. Cependant une modification d'un paramètre de la suspension peut influencer les limites des différents domaines. Par exemple, la transition entre les régimes (A) ou (C) et le régime (B) va être déplacé vers les faibles vitesses de cisaillement (vers la gauche du diagramme) pour des particules de plus grande taille.

Les particules de ciments ne sont pas des particules colloïdales. Elles sont donc peu ou pas sensibles au mouvement brownien.

Les ciments possèdent également une large distribution de taille de particules. Les particules de ciments sont probablement réparties sur plusieurs régimes décrits par ce diagramme, en particulier, les régimes de friction, d'interactions colloïdales, de lubrification et d'effets hydrodynamiques. Ces différentes interactions jouent probablement un rôle important sur le comportement des pâtes de ciment, des mortiers et bétons frais sous contraintes de cisaillement.

Lorsqu'une faible vitesse de cisaillement est appliquée, le régime rhéophysique de la suspension est décrit dans le domaine (E) de la Figure 1-14. Dans ce domaine, les forces de friction sont les forces prédominantes. Elles vont entraîner une attraction des particules entre elles et les particules vont entrer en contact les unes avec les autres. Lors du rapprochement des particules, la force dominante est la force normale induite par la pression du fluide. Dans le cas de particules sphériques, elle peut s'écrire selon Coussot et Ancyey:

$$F = -\mu_0 \left(\frac{3\pi r^2}{8h} \right) V \quad \text{[Equation 1-2]}$$

Lorsque h tend vers zéro, la force F tend vers l'infini. Cela signifie qu'une force de répulsion se développe lorsque la distance de séparation des deux particules est trop petite (lorsque h tend vers 0), empêchant tout contact direct entre les surfaces des particules. Les particules sont lubrifiées

par une fine couche de fluide. Deux particules sont donc considérées en contact l'une avec l'autre lorsque la distance h est approximativement égale à la rugosité de la particule.

Dans une suspension concentrée, les nombreux contacts entre les particules vont induire la formation d'un réseau de particules en contact les unes avec les autres, empêchant ainsi le mouvement des particules.

En augmentant la vitesse de cisaillement, les forces de répulsion due à la pression du fluide vont augmenter et empêcher les particules d'entrer en contact les unes avec les autres. Il faudra apporter suffisamment d'énergie afin de casser le réseau des particules [transition de (E) vers (F)].

En augmentant encore la vitesse de cisaillement appliquée à la suspension, le mouvement du fluide augmente les forces de répulsion qui deviennent alors plus grandes que les forces d'attraction [domaine (F)]. Elles empêchent ainsi tout contact des particules.

Toutes les particules sont donc enveloppées par une couche de fluide, qui joue ainsi le rôle de lubrifiant. La suspension se comporte de nouveau comme un fluide Newtonien.

En appliquant une faible vitesse de cisaillement [domaine (E)], les effets de contact lors du malaxage des bétons seront plus nombreux que dans une suspension de ciment. Ils dépendent de la fraction volumique et de la taille des granulats. Une plus grande force de cisaillement sera donc nécessaire pour détruire le réseau formé par les granulats en contact. cela correspond à un dépassement de la transition des domaines (E) et (F) vers la droite.

1.5 Sédimentation

Dans un liquide newtonien, toutes les particules ont tendance à sédimenter sous l'action de la gravité. La sédimentation s'effectue sous l'action de trois forces, représentées à la Figure 1-15:

- la force de gravité, mg .
- la poussée engendrée par le fluide déplacé, $m'g$.

- les forces de friction, f_v dues à la résistance du fluide environnant la particule.
- les forces de frictions entre particules.

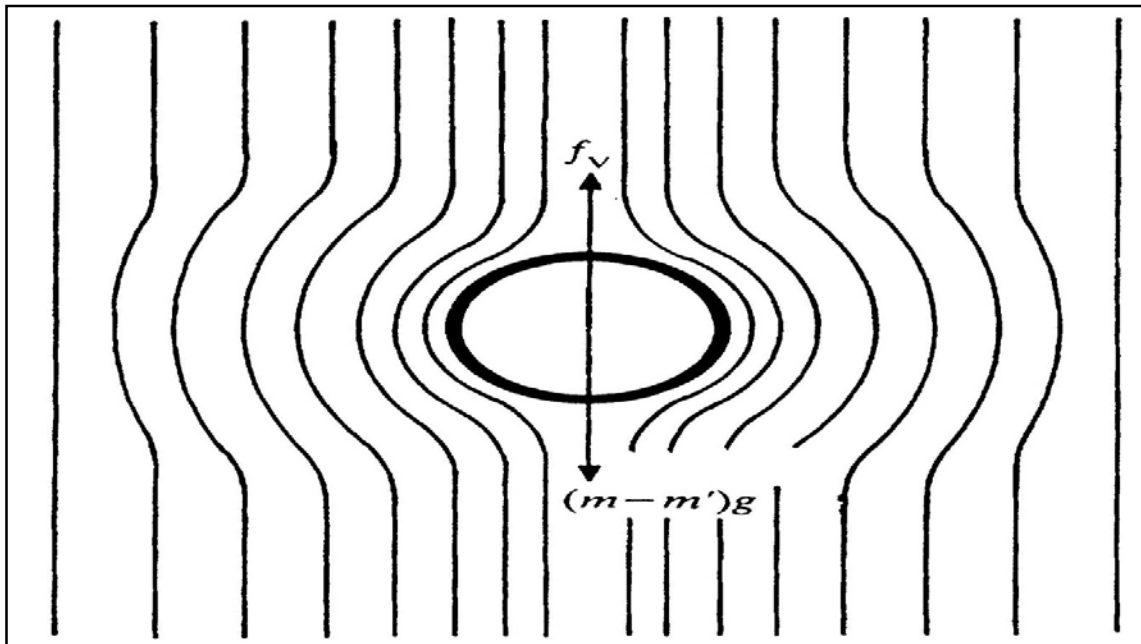


Figure 1-15 Forces s'exerçant lors de la sédimentation d'une particule sous l'action de la gravité.

En milieu dilué, la loi de Newton peut donc prendre la forme suivante :

$$mg - m'g - f_v = m \frac{du}{dt} \quad \text{[Equation 1-3]}$$

avec g : accélération due à la gravité.

u : vitesse au temps t .

Pour une particule de forme assez régulière, la force de friction est donnée par la relation :

$f_v = Bu$ et pour une particule sphérique de rayon r , la constante B peut prendre la forme :

$B = 6\pi\eta_s r$ Avec η_s la viscosité du liquide.

A l'état stationnaire, l'équation 1-3 prend la forme :

$$(\rho_p - \rho_s) \times \frac{4\pi gr^3}{3} = 6\pi\eta_s r u_t \quad [\text{Equation 1-4}]$$

Avec: ρ_s masse volumique de la particule

ρ_p : masse volumique du liquide.

Donc, la vitesse de sédimentation est définie comme suite :

$$u_t = \frac{2(\rho_p - \rho_s)gr^2}{9\eta_s} = V_0 \quad [\text{Equation 1-5}]$$

L'équation 1-5 indique que la vitesse de sédimentation est proportionnelle à la taille de la particule.

Pour les suspensions concentrées, la sédimentation est également affectée par les interactions hydrodynamiques engendrées par les particules voisines. La vitesse moyenne de sédimentation $\langle V \rangle$ pour de telles suspensions peut être décrite par une expression de la forme:

$$\langle V \rangle = V_0(1 + \alpha\Phi_p + \beta\Phi_p^2 + \dots) \quad [\text{Equation 1-6}]$$

Avec: V_0 : vitesse de sédimentation d'une particule isolée.

α, β : coefficients, pouvant être obtenu à partir de la résolution des équations de Stokes pour une paire de particules interagissant. Cependant, la résolution de ces équations étant tellement complexes, seul α possède une solution analytique à l'heure actuelle, valable uniquement pour des particules sphériques .

Φ_p : fraction volumique des particules.

1.6 Les forces inter particulaires

1.6.1 Les forces de dispersion ou forces de van der Waals

Dans le courant du XIXème siècle, les forces de dispersion ont été découvertes lors d'observations microscopiques de suspensions colloïdales. Les particules ont tendance à former des agglomérats à la suite de collisions, induites par le mouvement Brownien. Cela indique la présence de forces d'attraction entre les particules. Ces forces sont connues sous le nom de forces de van der Waals.

Les forces de van der Waals sont la somme de trois forces: les forces de Keesom, les forces de Debye et les forces de London. Ces trois forces sont définies pour les molécules.

$$F_{vdw} = F_{Keesom} + F_{Debye} + F_{London} \quad \text{[Equation 1-7]}$$

- **Les forces de Keesom ou l'effet d'orientation :**

Dans un système de deux dipôles permanents (H₂O par exemple), l'interaction résultante des champs électriques créés est soit attractive lorsque les dipôles sont soit antiparallèles ou soit répulsive lorsque les dipôles sont parallèles. Lorsque l'on augmente la température, on augmente les mouvements des dipôles, perturbant ainsi leur alignement mutuel. Cela entraîne la disparition des forces de Keesom.

- **Les forces de Debye - les effets d'induction**

Les forces de Debye nécessitent la présence d'au moins un dipôle permanent. Ce dernier peut induire un moment dipolaire dans le nuage électronique d'un atome ou d'une molécule voisine. Les moments dipolaires (hautes fréquences) ainsi créés peuvent se coupler aux oscillations (basses fréquences) du dipôle permanent. Ces énergies d'interactions dipôle permanent/dipôle induit représentent les forces de Debye. Ces forces sont indépendantes de la température et elles sont toujours attractives.

• **Les forces de London - Les effets de dispersion**

Les forces de London résultent d'une interaction entre un dipôle temporaire sur une molécule et un dipôle induit sur une molécule voisine. L'énergie d'interaction entre deux molécules A et B à la distance R l'une de l'autre est donnée par l'équation de London :

$$V_{int}(R) = -\frac{3}{4} \bar{h} \omega_0 \left(\frac{R_0}{R}\right)^6 \quad \text{[Equation 1-8]}$$

avec la longueur R_0 et la fréquence ω_0 définies selon les équations :

$$R_0^6 = \frac{\alpha_A^0 \alpha_B^0}{(4\pi\epsilon_0)^2} \quad \text{et} \quad \omega_0 = \frac{2\left(\frac{e}{\sqrt{m_e}}\right)}{\sqrt{\left(\frac{\alpha_A^0}{N_A}\right) + \left(\frac{\alpha_B^0}{N_A}\right)}}$$

Avec :

α_A^0 : Polarisabilité à fréquence nulle de la molécule

N_A : Nombre d'électrons de la molécule

m_e : Masse d'un électron

e : Charge d'un électron

ϵ_0 : Permittivité du vide

\bar{h} : Constante de Planck modifiée : $\bar{h} = \frac{h}{2\pi}$

Les forces de London sont des forces importantes dans les conditions expérimentales normales. Lors de l'étude des interactions d'un grand groupe de molécules, les forces de dispersion de London dominent les forces de Keesom et de Debye. Cela peut s'expliquer par le fait que les interactions de London s'additionnent par paires, augmentant ainsi leur énergie. Cette théorie a été développée en 1937 par Hamaker pour les particules.

1.6.2 Les forces électrostatiques

En présence d'eau, la surface des particules de ciment va se transformer, libérant des ions au sein de la solution et créant ainsi des charges à la surface des particules. Une répulsion ou une attraction entre les particules peut se produire en fonction des charges générées.

L'interface ainsi chargée attire les ions et les particules de charges opposées. Cependant, le mouvement Brownien s'oppose à cette attraction. Une description de ces deux zones est généralement donnée par le modèle de la double couche de Gouy et Chapman. Ce modèle est décrit schématiquement à la Figure 1-16.

On considère qu'au voisinage de la surface, il existe une première couche, appelée couche compacte ou de Stern, dans laquelle les ions sont liés à la surface. Ces liaisons sont suffisamment fortes pour ne pas être affectées par le mouvement Brownien. Cette zone peut être représentée par un condensateur dans lequel le potentiel décroît linéairement avec la distance de la surface.

La région allant de la couche de Stern à la solution globale définit une seconde couche, la couche diffuse. Les ions se trouvant dans cette zone sont affectés par la charge de surface de la particule ainsi que par le mouvement Brownien. A l'extérieur de la couche de Stern, le potentiel continue à décroître, mais de manière non-linéaire.

La succession de la couche de Stern et la couche diffuse constitue la double couche de Gouy et Chapman.

La distribution des ions dans la couche diffuse est décrite par le modèle de Boltzmann, qui lie la concentration locale des ions au potentiel local.

L'équation de Poisson est utilisée afin de déterminer l'évolution de ces paramètres par rapport à la distance de la face extérieure de la couche de Stern .

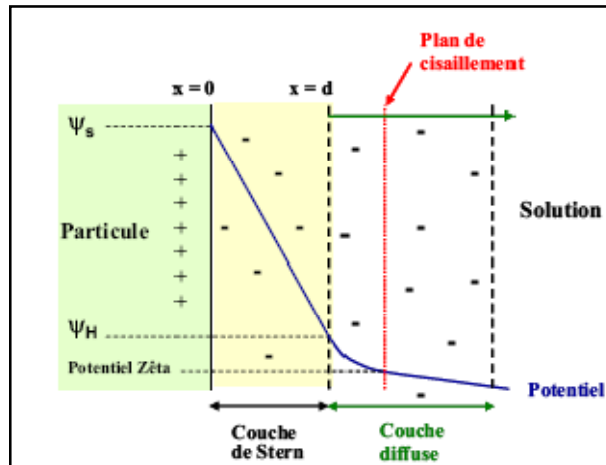


Figure 1-16 Double couche de Gouy et Chapman ψ_s est le potentiel à la surface de la particule et ψ_H est le potentiel du plan où la couche diffuse commence (également appelé plan de Helmholtz extérieur [3]).

La combinaison de l'équation de Boltzmann et de Poisson permet de décrire l'évolution du potentiel électrostatique selon l'équation 1-9

$$\nabla^2 \psi = -\frac{e}{\epsilon \epsilon_0} \sum_{k=1}^N z_i c_i^b \exp\left(\frac{e z_i}{k_B T} \psi\right) \quad [\text{Equation 1-9}]$$

Où :

ϵ_0 : Permittivité du vide

ϵ : Constante diélectrique relative du milieu.

z_i : Valence de l'espèce ionique i .

c_i^b : Concentration de l'espèce ionique i dans la solution

k_B : Constante de Boltzmann

T : Température.

e : Charge d'un électron

ψ : Potentiel électrostatique

$$\tanh\left(\frac{z_i e \psi}{4k_B T}\right) = \tanh\left(\frac{z_i e \psi_s}{4k_B T}\right) \exp[-\kappa(x - d)] \quad [\text{Equation 1-10}]$$

Pour les très faibles potentiels, l'approximation $\tanh(x) = x$ peut être effectuée et l'équation 1-10 s'écrit : $\psi = \psi_s \exp[-\kappa(x - d)]$ [Equation 1-11]

- **Approximation de Debye-Hückel**

Si l'énergie électrique est petite par rapport à l'énergie thermique c.à.d ($z_i e \psi < k_B T$) il est possible de linéariser la fonction exponentielle de l'équation 1-9. On obtient alors :

$$\nabla^2 \psi = -\frac{\epsilon}{\epsilon_0} \left[\sum_{k=1}^N z_i e c_i^b - \sum_{k=1}^N \frac{z_i^2 e^2 c_i^b}{k_B T} \psi \right] \quad [\text{Equation 1-12}]$$

La première somme doit être égale à zéro afin de préserver l'électroneutralité de la solution. On obtient alors :

$$\nabla^2 \psi = \left| \sum_{k=1}^N \frac{z_i^2 e^2 c_i^b}{\epsilon \epsilon_0 k_B T} \right| \psi = \kappa \psi \quad [\text{Equation 1-13}]$$

avec κ : paramètre de Debye-Hückel défini par l'équation :

$$\kappa = \left(\sum_{k=1}^N \frac{z_i^2 e^2 c_i^b}{\epsilon \epsilon_0 k_B T} \right)^{1/2} \quad [\text{Equation 1-14}]$$

La longueur de Debye (κ^{-1}), également appelée épaisseur de la double couche, représente la distance pour laquelle le potentiel décroît de $1/e$ par rapport au potentiel de surface (e : base des logarithmes naturels). Elle est définie selon l'équation:

- **Surface Plane**

Pour une surface plane et un électrolyte symétrique binaire, ($K^+ + Cl^-$) par exemple, l'équation 2-7 prend la forme suivante :

$$\frac{d\psi}{dx^2} = \frac{2z_i e}{\epsilon \epsilon_0} c_i^b \sinh\left(\frac{z_i e \psi}{k_B T}\right) \quad [\text{Equation 1-15}]$$

La solution exacte de l'équation 1-15 est la suivante :

$$\Psi = 2 \ln \left[\frac{1 + e^{-\kappa x} \tanh\left(\frac{\Psi_s}{4}\right)}{1 - e^{-\kappa x} \tanh\left(\frac{\Psi_s}{4}\right)} \right] \quad [\text{Equation 1-16}]$$

Avec :

$$\Psi = \frac{z_i e \psi}{k_B T}$$

Ψ_s : Potentiel de surface

La charge de surface q est définie par l'équation :

$$q = 2 \left(2 \epsilon \epsilon_0 k_B T c_i^b \right)^{1/2} \sinh \left(\frac{1}{2} \Psi_s \right) \quad [\text{Equation 1-17}]$$

L'approximation de Debye-Hückel peut être appliquée lorsque les potentiels sont faibles (inférieur à 25 mV), l'équation 1-11 prend alors la forme suivante :

$$\psi = \psi_s \exp [-\kappa x - d] \quad [\text{Equation 1-18}]$$

Pour deux surfaces planes identiques, la force répulsive par unité de surface peut être calculée par l'équation :

$$F = k_B T \sum_{k=1}^N c_i^b \left[\exp \left(-\frac{z_i e \psi_s}{k_B T} \right) - 1 \right] \quad [\text{Equation 1-19}]$$

Pour des faibles potentiels, l'équation 1-19 peut s'écrire sous la forme suivante :

$$F = \frac{z_i^2 e^2 c_i^b}{k_B T} \psi_s^2$$

- **Surface sphérique**

L'équation 1-19 reste valide pour la couche diffuse d'une double couche autour d'une particule sphérique. Cependant, l'opérateur de Laplace a une forme différente pour une géométrie sphérique. La relation s'écrit selon l'équation 1-20 .

$$\frac{1}{x^2} \frac{\partial}{\partial x} \left(x^2 \frac{\partial \psi}{\partial x} \right) = -\frac{e}{\epsilon \epsilon_0} \sum_{k=1}^N z_i e c_i^b \exp \left(\frac{z_i e}{k_B T} \right) \psi \quad [\text{Equation 1-20}]$$

Pour une distance $x = r$, le potentiel ψ sera égal au potentiel de surface ψ_s . Lorsque x tend vers l'infini, le potentiel ψ tend vers zéro.

Pour un électrolyte symétrique zz' l'équation 1-20 prend la forme suivante :

$$\frac{1}{x^2} \frac{\partial}{\partial x} \left(x^2 \frac{\partial \psi}{\partial x} \right) = 2 \frac{z_i e c_i^b}{\epsilon \epsilon_0} \sinh \left(\frac{z_i e}{k_B T} \right) \psi \quad [\text{Equation 1-20}]$$

Cependant, cette équation ne peut se résoudre qu'en passant par l'approximation de Debye-Hückel, qui est valable pour des potentiels de faibles valeurs.

Pour une particule de rayon r , possédant une couche de Stern d'épaisseur d , la solution de l'équation 1-21 :

$$\psi = \psi_H \frac{a}{x} \exp [-\kappa x - a] \quad \text{[Equation 1-21]}$$

avec :

$$a=r + d$$

ψ_H : potentiel d'Helmholtz extérieur

La force de répulsion par unité de surface peut être calculée à partir de l'équation précédente et peut s'écrire selon l'équation suivante :

$$F \cong \pi \epsilon \epsilon_0 \frac{k_B T}{z_i e} \psi_s^2 \frac{1 + \kappa(R + 2a)}{\left(\frac{R}{2a} + 1\right)^2} \exp(-\kappa R) \quad \text{[équation 1-22]}$$

Pour les deux types de surfaces, la portée des potentiels est fortement influencée par la concentration ionique en solution. Plus la concentration ionique est importante, plus la distance à laquelle les particules perçoivent la répulsion électrostatique diminue.

- **Potentiel zêta**

Définition

Le potentiel zêta représente la charge que la particule acquiert grâce aux ions qui l'entourent quand elle est en solution [22].

Le potentiel électrostatique de surface est une autre caractéristique importante des suspensions de ciment pour l'adsorption des superplastifiants. Sa valeur est proche de zéro dans les suspensions fortement alcalines (pH élevé). Les potentiels proches du point isoélectrique (pH pour lequel le potentiel zêta est égal à zéro) sont difficiles à mesurer. Des valeurs légèrement positives ou négatives peuvent être trouvées dans la littérature et dépendent de la composition du ciment.

Nägele a mesuré le potentiel zêta de suspensions de différents ciments. Il a trouvé que le potentiel zêta dépend de la composition du ciment, du pH auquel le potentiel est mesuré et de la concentration des ions Na^+ et K^+ dans la solution. Il a également montré que la présence de Ca^{2+} influence le potentiel zêta. En effet, les ions calcium s'adsorbent à la surface des grains de ciment et augmentent leur charge de surface et donc le potentiel zêta mesuré. Les ions sulfates n'ont pas d'influence sur le potentiel zêta.

1.6.3 Les forces stériques

Les polymères adsorbés à la surface limitent la distance d'approche des particules, évitant ainsi les séparations faibles pour lesquelles les forces de van der Waals dominent. Cette stabilisation est qualifiée stérique.

Les polymères doivent avoir une affinité suffisante pour la particule afin de s'adsorber à sa surface. Bien que les interactions entre le polymère et la particule soient généralement de faibles énergies ($< 1 k_B T$), le polymère s'adsorbe en plusieurs endroits aléatoires le long de sa chaîne, multipliant ainsi le nombre d'interactions. Toutes ces liaisons permettent une bonne adhérence du dispersant sur la particule. Le recouvrement de la particule doit également être homogène. En effet, une désorption du polymère entraîne une diminution du degré de recouvrement, permettant un rapprochement des particules. Cette attraction peut modifier les propriétés rhéologiques de la suspension. Pour une bonne dispersion, le polymère doit recouvrir la surface de la particule et les liaisons établies doivent être suffisamment fortes pour éviter une désorption du dispersant, empêchant ainsi le rapprochement et l'attraction des particules. Le polymère doit également avoir une certaine affinité pour le solvant. Elle permet aux polymères de s'étendre suffisamment vers la solution développant ainsi une répulsion stérique efficace.

Dans l'eau qui est un bon solvant pour les superplastifiants utilisés avec le ciment, les interactions solvant/superplastifiant sont favorisées, permettant ainsi l'allongement des chaînes dans la solution. Lorsque deux particules s'approchent, les interactions engendrées par ce mouvement sont répulsives, car les interactions solvant/polymère seront plus favorables que les interactions polymère/polymère. En mauvais solvant, les interactions polymère/polymère sont favorisées. Les chaînes s'attirent mutuellement conduisant à la floculation des particules.

Les forces de répulsion stérique peuvent être décrites par des effets enthalpiques et entropiques.

Lors du rapprochement entre deux particules recouvertes, les couches de polymères s'interpénètrent. La quantité de polymères dans la zone de recouvrement augmente, augmentant les interactions entre les chaînes polymériques. Le solvant quant à lui a tendance à être rejeté de la zone, diminuant ainsi les interactions solvant-polymère. Les modifications du système engendrent alors une variation de l'entropie du mélange.

Avec la diminution de la distance de séparation, les contraintes sur la chaîne augmentent. Il en résulte une répulsion supplémentaire d'origine enthalpique.

Ces effets se traduisent par l'apparition d'une pression osmotique, créée par le mouvement des molécules de solvant vers les zones les plus denses en polymères. Ce mouvement s'oppose donc au rapprochement des particules.

L'énergie libre de floculation ΔG_F peut s'écrire sous la forme :

$$\Delta G_F = \Delta H_F - T\Delta S_F \quad [\text{Equation 2-23}]$$

avec: ΔH_F : composante enthalpique.

ΔS_F : composante entropique

T : température.

Si ΔG_F est négative, les forces attractives sont dominantes et les particules flocculent. Si ΔG_F est positive, les forces de répulsions sont dominantes et la suspension est dispersée. L'équation 1-22 indique qu'une variation de la température peut également influencer la stabilisation de la suspension. Selon les signes de ΔH_F et de ΔS_F , les particules peuvent flocculer si l'on refroidit ou si l'on chauffe le système.

La stabilisation stérique engendrée par l'adsorption de polymères résulte de la répulsion mutuelle provoquée par les chaînes lorsque deux particules s'approchent. Pour obtenir une bonne stabilité stérique, le polymère adsorbé doit être en bon solvant.

Deux particules, possédant une couche adsorbée d'épaisseur L_a , sont séparées l'une de l'autre par une distance entre leur surface d. L'approche des particules peut se décomposer selon trois domaines, représentés à la Figure 1-17.

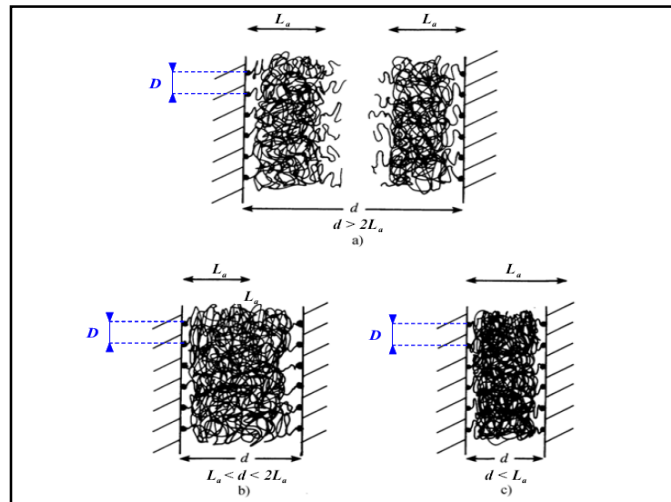


Figure 1-17 Les trois domaines d'approches de particules stabilisées stériquement: a) non-interpénétration, b) interpénétration et c) interpénétration et compression.

- a): Domaine de non-interpénétration $d > 2L_a$: Les chaînes de polymères ne s'interpénètrent pas et aucune barrière de répulsion n'est mise en jeu.
- b): Domaine d'interpénétration. $L_a < d < 2L_a$. Cette zone définit la zone d'interpénétration, dans laquelle les chaînes de polymères commencent à interagir. L'augmentation de la densité des segments de chaînes force les molécules de la solution interstitielle à migrer vers la solution, diminuant ainsi le rapport solvant/polymère. En bon solvant, cela mène à une augmentation d'énergie libre et donc à une répulsion des particules. En mauvais solvant, cela mène à une diminution de l'énergie libre du système et donc à une attraction des particules.
- c): Domaine d'interpénétration et de compression. $d < L_a$. Les particules sont très proches l'une de l'autre, provoquant la compression des couches adsorbées. Une contribution élastique vient s'ajouter à l'énergie libre du système. Cette dernière est toujours répulsive par nature. De Gennes a calculé les forces d'interactions stériques engendrées par l'adsorption de polymères sur des surfaces planes pour les deux modèles d'adsorption :

• **Premier modèle d'adsorption**

Lorsque deux surfaces planes recouvertes de polymères se rapprochent, les couches de polymères commencent à s'interpénétrer à partir d'une distance égale à $d = 2L_a$. Pour une distance $d < 2L_a$ la force d'interaction entre les couches de polymères est considérée comme répulsion et est donnée par la pression osmotique. La force d'interaction par unité de surface peut s'écrire selon l'équation :

$$F = \frac{kT}{d^3} \quad \text{[Equation 1-24]}$$

• **Second modèle d'adsorption**

Dans le cas de polymères adsorbés selon la conformation brosse, les deux brosses rentrent en contact l'une avec l'autre lorsque $d = 2L_a$. Si les particules continuent de se rapprocher l'une de l'autre ($d < 2L_a$), les deux brosses se compressent l'une contre l'autre mais ne s'interpénètrent pas. La concentration de polymères à l'intérieur des brosses augmente. Cela donne deux contributions à la force d'interaction:

- une pression osmotique à l'intérieur des brosses, qui augmente.
- des forces de restauration élastiques, qui diminuent.

Dans le cas d'une simple brosse, les termes osmotique et élastique s'équilibrent pour une épaisseur d'équilibre égale à L_a . Dans une brosse compressée ($d < 2L_a$), la force d'interaction par unité de surface (F) s'écrit selon l'équation 1-25:

$$F = \frac{kT}{D^3} \left[\left(\frac{2L_a}{d} \right)^{9/4} - \left(\frac{d}{2L_a} \right)^{3/4} \right] \quad \text{[Equation 1-25]}$$

Avec D: distance entre les points de contact entre le polymère et la surface.

Dans le cas d'adsorption de faibles quantités de polymère selon la conformation champignon, les forces mises en jeu s'équilibrent pour une épaisseur égale à $\langle r_g^2 \rangle^{1/2}$. Pour une distance inférieure $\langle r_g^2 \rangle^{1/2}$, l'énergie de répulsion pour une chaîne s'écrit selon l'équation:

$$F = \frac{kT}{2L_a D^2} \left(\frac{2L_a}{d} \right)^{8/3} \quad \text{[équation 2-26]}$$

1.7 Adsorption des superplastifiants

En s'adsorbant sur les grains de ciments, les superplastifiants engendrent une stabilisation stérique. Les charges de ces polymères influencent également la charge apparente de surface, entraînant ainsi une répulsion électrostatique.

1.7.1 Forces électrostatiques

Le ciment possède un potentiel de surface proche de son point isoélectrique, dont la valeur peut être légèrement positive ou négative. En s'adsorbant sur la particule, un surfactant ou un polymère modifie les propriétés de surface de la particule ainsi que son potentiel de surface.

Nägele a étudié l'effet de surfactants de charges positives ou négatives sur différents ciments. Il a trouvé que tous les types de surfactants étudiés s'adsorbent sur le ciment et influencent le potentiel zêta.

Comme la plupart des superplastifiants sont des polyélectrolytes anioniques, leur adsorption induit un potentiel négatif à la surface du ciment. Ce potentiel est de plus grande valeur absolue que le potentiel du ciment initial. Les répulsions électrostatiques entre particules se trouvent donc augmentées.

1.7.2 Forces stériques

Après l'adsorption des superplastifiants, la surface de la particule est recouverte d'une couche de polymère. En bon solvant, les interactions entre les chaînes de polymères entraînent une répulsion lorsque deux surfaces se rapprochent. Ces répulsions entraînent ainsi la défloculation des particules et donc une stabilisation de la suspension.

Yoshioka et al. ont étudié l'énergie potentielle d'interaction stérique ($V_{stérique}$) des

polycarboxylates. Quand des particules de charge de surface nulle, recouvertes d'une couche de polymères adsorbés, s'approchent l'une de l'autre, une force répulsion n'est induite que lorsqu'il y a recouvrement des couches de polymères. Dans ce cas, l'énergie potentielle d'interaction stérique peut s'écrire selon l'équation:

$$V_{stérique} = (2\pi)^{\frac{5}{2}} \langle r_a^2 \rangle^{\frac{3}{2}} v^2 (A^2 - 1) \alpha_i S kT \quad [\text{équation 2-27}]$$

Avec : $\langle r_a^2 \rangle = L_0^2 A^2$

L_0 : longueur étirée (maximale) de la chaîne adsorbée

Q: nombre de chaînes de polymères adsorbés par unités de surface

A : coefficient d'expansion

S : fonction de la distribution de densité des segments de chaînes et de la distance minimale de séparation entre les particules sphériques.

α_i : rayon de la particule

Les polycarboxylates possèdent des chaînes principales avec des groupes carboxyliques et des chaînes greffées (généralement du polyoxyde d'éthylène). Si les polycarboxylates sont adsorbés selon la conformation brosse, L_0 (en nm) peut donc ainsi ;

$$L_0 = 0.06 M_w^{\frac{1}{2}}$$

Yoshioka et al. ont aussi calculé les forces de répulsions électrostatiques et stériques engendrées par l'adsorption de polycarboxylates avec des chaînes greffées d'oxyde de polyéthylène. Leurs calculs ont montré que les forces électrostatiques étaient négligeables et que les répulsions stériques dominaient la dispersion de la suspension de ciment. Ils ont également montré que la stabilité de la suspension s'améliorait lorsque l'on augmentait l'épaisseur de la couche adsorbée.

Uchikawa et al. ont également mis en évidence le rôle des forces de répulsion stérique sur la dispersion des suspensions de ciment. Ils ont montré qu'il n'existe pas de relation constante entre le potentiel zêta et la fluidité, bien qu'il y ait une corrélation entre la fluidité d'une pâte de ciment frais contenant des superplastifiants et les forces de répulsion entre les particules de ciment. Cela suggère que les forces électrostatiques ne sont pas les seules forces mises en jeu et que d'autres forces de répulsion contribuent à la dispersion des particules de ciment. Elles sont d'origine stérique. Les résultats obtenus par Uchikawa et al. montrent que les forces de répulsions des particules de ciment augmentent avec la quantité de polymère ajoutée dans la suspension. De plus, la nature du polymère influence le mécanisme de dispersion. Pour les polymères de type PNS, les forces de répulsions sont principalement d'origine électrostatique. Pour les polymères

possédant de longues chaînes latérales (comme en général les polycarboxylates), la dispersion des particules de ciment est essentiellement gouvernée par les forces stériques [4].

Éléments de Rhéologie

2.1 Introduction

Plusieurs auteurs ont remarqué que certaines propriétés mécaniques d'un béton ou d'un coulis peuvent être déterminées à partir d'essais sur des mortiers ou bétons frais [2].

Aussi pour assurer une bonne ouvrabilité, compactibilité, fluidité ou l'état de finition de béton à hautes performances (BHP) ou une bonne mise en place sans ségrégation des bétons autoplaçants (BAP) on a souvent recours à l'utilisation de superplastifiants de différents types dont la connaissance de mécanisme d'action constitue la clé pour la maîtrise de celle-ci.

La connaissance de la rhéologie des mortiers frais permet par conséquent de maîtriser à la fois l'ouvrabilité et la résistance mécanique des bétons ordinaires et des BHP et d'éviter la formation des bulles d'air, ou de nids d'abeilles.

2.2 Éléments de rhéologie

2.2.1 Définitions

Plusieurs définitions pourront être données à la rhéologie :

La Rhéologie (du grec *reo*, couler et *logos*, étude) est l'étude de la déformation et de l'écoulement de la matière sous l'effet d'une contrainte appliquée. Le terme rhéologie a été introduit en 1920 par Eugene Bingham, professeur à l'Université de Lehigh sur une suggestion de son collègue Markus Reiner.

La rhéologie est une discipline récente des sciences naturelles, elle étudie les objets en matériaux réels qui changent leurs structures sous l'effet d'un incident extérieur.

La rhéologie étudie les matériaux qui ne sont pas régis par la loi de Hooke ou celle de Newton-Stokes et dont le comportement est complexe.

La rhéologie est une science physique qui s'intéresse généralement au comportement lié aux déformations, écoulement, viscosité des fluides ou des solides dans un champ de contraintes elle accomplit ses buts via l'utilisation de modèles mathématiques qui représentent l'encaissant ; Cet encaissant englobe les relations entre force (contrainte) et déformations (ou changement de forme) [2].

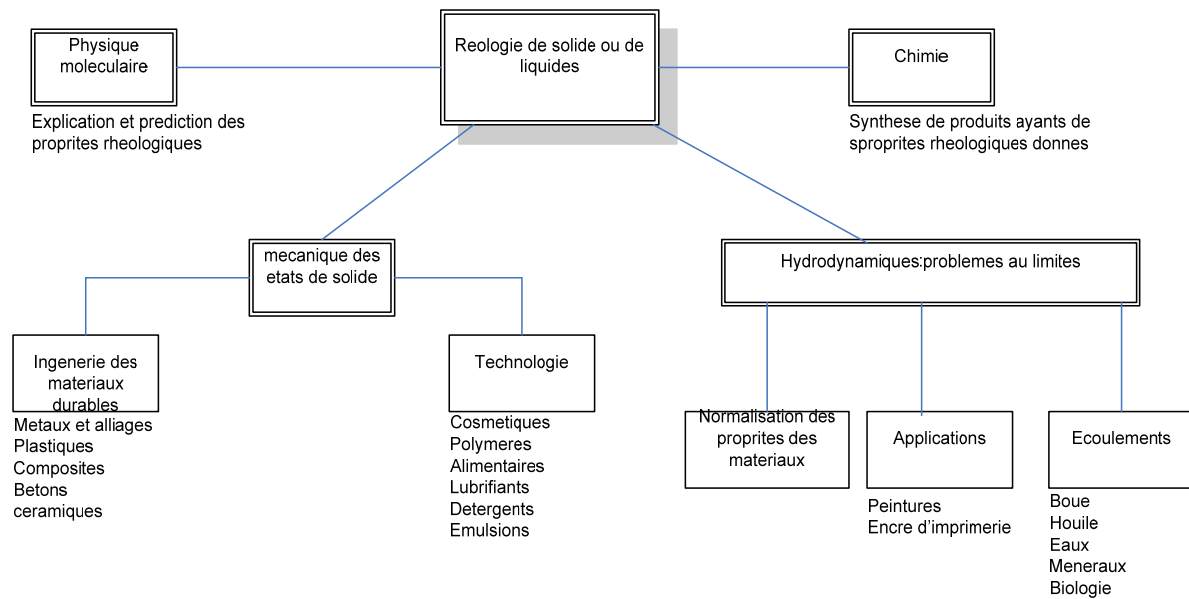


Figure 2-1 Domaines d’application de la rhéologie [2].

• **Domaine d'étude**

Dans la pratique la rhéologie est une extension des disciplines telles que l'élasticité et la mécanique des fluides newtoniens, aux matériaux dont le comportement mécanique ne peut être décrit par ces théories classiques. Elle permet également de déterminer les propriétés mécaniques macroscopiques à partir d'une étude basée sur la structure micro ou nanoscopique du matériau, par exemple la taille moléculaire et l'architecture d'un polymère en solution ou encore la distribution de taille de particules dans une suspension solide.

Mécanique des milieux continus	Mécanique du solide ou Résistance des matériaux	Élasticité	
		Plasticité	Rhéologie
	Mécanique des fluides	Fluides non-newtoniens	
		Fluides newtonien	

Tableau 2-1 Emplacement de la rhéologie dans les sciences physiques [2].

La rhéologie unit des champs d'applications apparemment sans rapports, les matériaux plastiques et les fluides non newtoniens, en supposant que les deux types de matériaux sont incapables de supporter une contrainte de cisaillement en équilibre statique, ce qui fait du

solide plastique un fluide. La rhéologie granulaire s'occupe de la description des matériaux granulaires.

- **Exemples de matériaux concernés**

- les liquides pâteux : fabrication du verre, industrie agro-alimentaire ;
- la mise en forme des pièces : injection ou extrusion des polymères et métaux, laminage, forgeage...
- en géophysique : les glissements de terrain, l'écoulement de la lave et du magma, la convection dans le manteau terrestre,
- en géomécanique : la déformation des fondations,
- en agronomie : le comportement des fruits et légumes sous une contrainte d'écrasement.
- en médecine : le comportement du sang et l'homéostasie

- **Lien entre élasticité, viscosité, caractères solide et liquide, plasticité**

On a l'habitude d'associer liquide et visqueux (une huile épaisse est un liquide visqueux) ainsi que solide et élastique (un ressort est un solide élastique).

En fait, lorsqu'on essaie de déformer un matériau, certaines des propriétés listées ci-dessus se manifestent aux temps courts, d'autres aux temps longs.

Les caractères liquide et solide sont des propriétés aux temps longs :

- si le matériau, après s'être déformé, résiste finalement, c'est un solide ;
- si au contraire le matériau finit par s'écouler, c'est un liquide.

Au contraire, les caractères élastique et visqueux (ou les comportements intermédiaires, viscoélastiques) se manifestent aux temps courts :

- si la déformation du matériau suit la force ou les contraintes appliquées, alors le matériau est élastique ;
- si c'est la dérivée de la déformation par rapport au temps (taux de déformation) qui suit la force ou les contraintes, alors le matériau est visqueux.

Les caractères liquide et solide, visqueux et élastique sont décelables pour de faibles contraintes appliquées. Si l'on applique une forte contrainte, un matériau qui semblait solide peut se mettre à s'écouler. Il révèle alors un caractère plastique. On parle de solide plastique. La plasticité est donc caractérisée par un seuil de contrainte (appelé seuil de plasticité) au-delà duquel le matériau s'écoule. Par habitude, on parle de solide plastique lorsque le seuil de plasticité est plutôt élevé, et de fluide à seuil lorsque le seuil de plasticité est plutôt bas. Il n'y a cependant pas de différence fondamentale entre ces deux notions.

2.2.1.1 Rappel sur la rhéologie des fluides

En 1687, quelques années après les expériences de Hooke, Issac Newton exprime intuitivement dans ses Philosophiae Naturalis Principia Mathematica l'idée de viscosité pour un liquide visqueux : la contrainte appliquée est proportionnelle au gradient de vitesse, et le coefficient de proportionnalité est la viscosité³. L'équation correspondante s'écrit :

$$\sigma = \eta \dot{\gamma} \quad [\text{Équation 2-1}]$$

où σ est la contrainte de cisaillement (mesurée en Pa dans le Système International (SI) de mesure), $\dot{\gamma}$ le gradient de vitesse dans l'épaisseur du fluide (mesuré en s^{-1}), et η la viscosité dynamique (mesurée en Pa.s).

Quelques ordres de grandeur : la viscosité dynamique de l'eau à 20 °C est de 1 mPa.s, l'air est à peu près 100 fois moins visqueux ; sa viscosité est de $1,8 \cdot 10^{-5}$ Pa.s. La viscosité de l'huile d'olive à 20 °C est d'environ 80 mPa.s.

2.2.1.2 significations physiques

Soit un liquide entre deux plans parallèles (voir fig. 4.2). Le plan inférieur est fixe, et on exerce sur le plan supérieur une contrainte σ : le plan supérieur se meut alors à une vitesse. On parle, pour une telle configuration, de géométrie plan-plan ou de Couette plan. En régime laminaire, le liquide peut être modélisé par une succession de couches infiniment minces parallèles aux plaques et parallèles les unes aux autres. La déformation du fluide se fait par glissement successif des couches les unes sur les autres par frottement, sans transport de matière d'une couche à l'autre mais avec transport de la quantité de mouvement. Les conditions aux limites sont la vitesse nulle sur le plan inférieur immobile, et la vitesse V sur le plan supérieur.

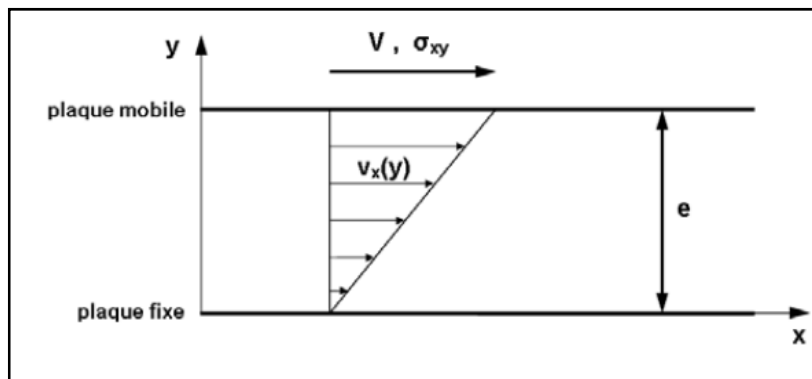


Figure 2-2 Profil de vitesse pour un écoulement de cisaillement simple d'un liquide newtonien entre deux plans. Le plan supérieur est en mouvement à vitesse V constante. Le taux de cisaillement est constant suivant y pour un liquide newtonien, et vaut $\dot{\gamma} = \partial v_x / \partial y = V / e$. La contrainte tangentielle σ_{xy} (ici indépendante de x et de y) s'applique suivant x sur une surface de couche de fluide dont la normale est suivant y [14].

La déformation γ est le rapport entre la longueur parcourue $l(t)$ par un élément de liquide du plan supérieur et l'épaisseur e entre les deux plaques :

$$\gamma = \frac{l(t)}{e}, \text{ on définit la vitesse de déformation (gradient de vitesse) comme la dérivée de la déformation par rapport au temps : } \dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} = \frac{V}{e} \quad [\text{Équation 2-2}]$$

Le concept est identique pour une couche infiniment mince qui compose le liquide, et on définit donc un taux de cisaillement local $\dot{\gamma} = \frac{\partial v_x(y)}{\partial y} = \frac{V}{e}$. La contrainte σ_{xy} est la contrainte appliquée par une couche de fluide sur la couche de liquide inférieure. En géométrie plan-plan, σ_{xy} est constante dans l'épaisseur e par équilibre mécanique entre les différentes couches de fluide, et par conséquent, à l'état stationnaire, le gradient de vitesse $\dot{\gamma}$ est également constant dans l'épaisseur e . D'où la relation pour un liquide quelconque en géométrie plan-plan, qui définit la viscosité de cisaillement $\eta(\dot{\gamma})$ pour le liquide (constante dans l'épaisseur e en géométrie plan-plan à l'état stationnaire).

$$\sigma_{xy} = \eta(\dot{\gamma})\dot{\gamma} = \eta(\dot{\gamma}) \frac{\partial v_x(y)}{\partial y} \quad [\text{Équation 2-3}]$$

Pour un liquide newtonien, la viscosité η ne dépend pas du taux de cisaillement $\dot{\gamma}$: la contrainte σ_{xy} est proportionnelle au taux de cisaillement $\dot{\gamma}$.

2.2.1.3 Contraintes et déformations dans un fluide

Tenseur des contraintes

La relation $\sigma_{xy} = \eta(\dot{\gamma})\dot{\gamma}$ relie la contrainte de cisaillement à la vitesse de déformation, ou taux de cisaillement, avec comme coefficient de proportionnalité la viscosité. Pour un liquide non-newtonien, il est nécessaire de tenir compte des contraintes perpendiculaires à l'écoulement, plus communément appelées contraintes normales. Nous introduirons le tenseur des contraintes à cet effet. Le tenseur des contraintes fait apparaître toutes les contraintes qui peuvent s'exercer sur un matériau, c'est-à-dire non seulement les contraintes tangentielles à l'origine des cisaillements, mais également les contraintes à l'origine des compressions et des elongations du matériau. Considérons un élément de surface dS placé à l'horizontale : la normale \mathbf{n} à la surface dS est suivant l'axe y . Une contrainte σ appliquée à cette surface peut être décomposée en trois composantes suivant les axes x , y et z : ce sont respectivement σ_{xy} , σ_{xz} et σ_{yz} . Plus généralement, dans la notation σ_{ij} , i est la direction de la contrainte et j la direction de la normale \mathbf{n} à la surface dS . Par exemple σ_{xz} et σ_{yz} sont des contraintes

tangentielles et σ_{yzz} est une contrainte normale. Pour une force dF de direction quelconque appliquée à la surface dS de normale \mathbf{n}

$$\vec{\sigma}_n = \sigma \times \mathbf{n} = \frac{d\vec{F}}{S} \quad [\text{Équation 2-4}]$$

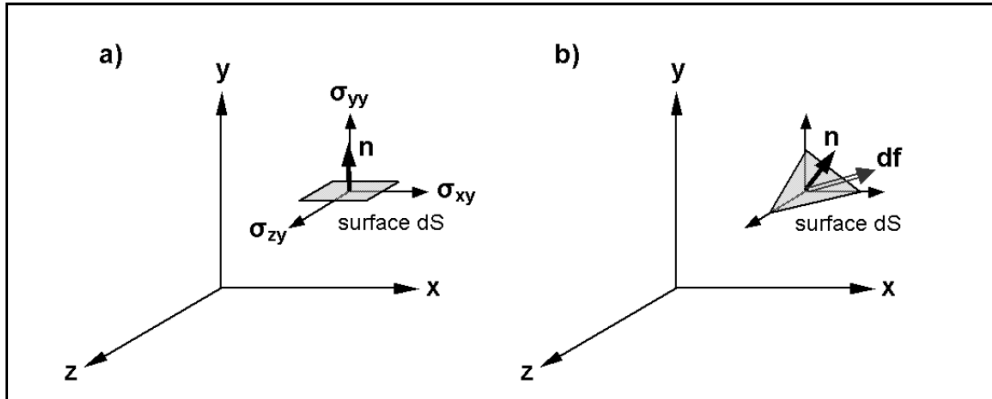


Figure 2-3 : a) Composantes σ_{xy}, σ_{xz} et σ_{yz} de la contrainte s'exerçant sur une surface dS de normale orientée suivant l'axe y. b) Force de contrainte dF s'exerçant sur une surface dS dont la normale \mathbf{n} est orientée de façon quelconque.

Soit, en notation matricielle,

$$\begin{pmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \sigma_z \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{yx} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} & \sigma_{zy} & \sigma_{zz} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} n_x \\ n_y \\ n_z \end{pmatrix} = \frac{1}{dS} \begin{pmatrix} dF_x \\ dF_y \\ dF_z \end{pmatrix}$$

σ est le tenseur total des contraintes ; il peut se

décomposer en de composantes : $\sigma = \tau - p\delta$

Avec : τ tenseur des contraintes de viscosité qui apparaît lorsque le fluide est en mouvement (cisaillement).

p : Pression hydrostatique (négative car il s'agit d'une compression)

δ : Symbole de Kronecker

- **Cas simple : le cisaillement plan**

Dans le cas du cisaillement simple d'un liquide newtonien les vitesses s'écrivent : $\begin{pmatrix} v_x = \dot{\gamma}y \\ v_y = 0 \\ v_z = 0 \end{pmatrix}$

v_x, v_y, v_z étant les composantes de la vitesse suivant x, y et z respectivement, et $\dot{\gamma} = \frac{dv_x}{dy}$ est le taux de cisaillement, ici constant puisque le liquide est supposé newtonien. Le tenseur des déformations D s'écrit donc pour un cisaillement plan :

$$D = \frac{1}{2} \begin{pmatrix} 0 & \dot{\gamma} & 0 \\ \dot{\gamma} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}. \quad [\text{Équation 2-5}]$$

Le tenseur des déformations σ s'écrit ainsi sachant que pour un fluide newtonien $\tau = 2\eta D$

$$\sigma = \tau - p\delta = \begin{pmatrix} -p & \eta\dot{\gamma} & 0 \\ \eta\dot{\gamma} & -p & 0 \\ 0 & 0 & -p \end{pmatrix}. \quad [\text{Équation 2-6}]$$

Pour un liquide non-newtonien, en l'absence de la connaissance de la relation constitutive reliant τ et D , le tenseur des contraintes σ s'écrit pour un écoulement de cisaillement simple [Morrison, 2001] :

$$\sigma = \tau - p\delta = \begin{pmatrix} \tau_{xx} - p & \tau_{xy} & 0 \\ \tau_{yx} & \tau_{yy} - p & 0 \\ 0 & 0 & \tau_{zz} - p \end{pmatrix}. \tau_{xy} \quad [\text{Équation 2-7}]$$

est l'un des paramètres mesurables, dans ce cas on définit la viscosité $\eta = \tau_{xy} / \dot{\gamma}_{xy}$

2.2.1.4 Glissement aux parois

En mécanique des fluides, on considère en général qu'une paroi qui se déplace à une vitesse v impose la même vitesse v à la couche de fluide qui lui est directement en contact : c'est la condition de glissement nulle (ou de non-glissement) aux parois (« no-slip boundary condition » en anglais). En particulier, la couche de fluide directement en contact avec une paroi immobile possède une vitesse nulle.

Le glissement aux parois est le plus souvent indétectable pour des liquides composés de petites molécules comme l'eau [Larson, 1999], mais peut devenir important pour des fluides complexes comme par exemple les suspensions.

Lorsqu'il y a glissement aux parois (« wall slip » en anglais), le profil de vitesse présente une discontinuité près des parois des plaques entre lesquelles le fluide est cisailé [Coussot and Ancy, 1999b]. La Figure 2-4 illustre ce phénomène.

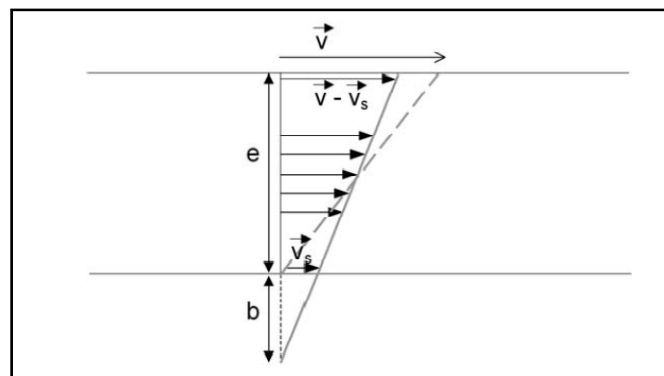


Figure 2-4 Glissement aux parois dans un écoulement de Couette plan [14].

En cas de glissement aux parois, on s'attend à ce que la vitesse de glissement (« slip velocity » en anglais) v_s dépende de la contrainte de cisaillement σ , mais pas de l'entrefer e . Or, dans un Couette plan, la contrainte σ est répartie uniformément sur tout l'entrefer e . Il en résulte que, pour une même contrainte σ et quel que soit l'entrefer e , il y a une discontinuité de la

vitesse sur chacune des deux parois égale à v_s . À cause du glissement, le gradient de vitesse réel $\dot{\gamma}_{\text{réel}}$ est différent du gradient de vitesse apparent $\dot{\gamma}_{\text{app}}$ (trait tireté oblique) mesuré par le viscosimètre. La vitesse v mesurée (ou imposée) par le viscosimètre vaut :

$$v = 2v_s + \dot{\gamma}_{\text{réel}} \times e \quad [\text{Équation 2-8}]$$

Et les gradients apparent et réel de gradient de vitesse vaut :

$$\dot{\gamma}_{\text{réel}} = \frac{v-2v_s}{e} \quad \text{et} \quad \dot{\gamma}_{\text{app}} = \frac{v}{e} = \dot{\gamma}_{\text{réel}} + \frac{2v_s}{e}$$

Il est possible de détecter indirectement le glissement aux parois et de mesurer avec les relations que l'on vient d'établir la vitesse de glissement v_s . Pour une contrainte σ donnée, $\dot{\gamma}_{\text{app}}$ (et donc la viscosité mesurée) varie en fonction de l'entrefer e . En mesurant les gradients de vitesse apparents $\dot{\gamma}_{\text{app1}}$ et $\dot{\gamma}_{\text{app2}}$ pour deux entrefers différents e_1 et e_2 , on peut déterminer v_s :

$$\dot{\gamma}_{\text{app1}} - \dot{\gamma}_{\text{app2}} = 2v_s \left(\frac{1}{e_1} - \frac{1}{e_2} \right) \quad [\text{Équation 2-9}]$$

$$\text{Soit : } v_s = \frac{1}{2} (\dot{\gamma}_{\text{app1}} - \dot{\gamma}_{\text{app2}}) \frac{e_1 e_2}{e_1 - e_2} \quad [\text{Équation 2-10}]$$

2.2.2 Modèles rhéologiques de base

Il existe plusieurs modèles mathématiques pour décrire les différents matériaux :

- **ressort**

La loi de Hooke concerne les solide élastiques ou la contrainte σ est linéairement proportionnelle à la déformation ε , cette loi est traduite sous sa moderne forme par Bernoulli comme suit :

$$\sigma = E\varepsilon \quad [\text{Équation 2-11}]$$

Ou E : est le module d'élasticité ou module de Young.

σ : contrainte

ε : déformatio

On schématise la loi de Hooke généralement par un ressort de raideur (E)

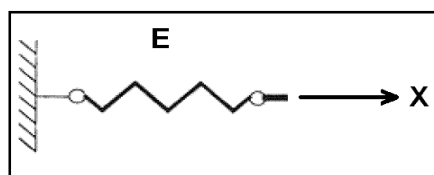


Figure 2-5 : Schéma de comportement élastique (ressort).

- **amortisseur**

La loi de Newton- Stokes dicte le plus simple modèle pour les fluides visqueux :

$$\sigma = \eta \dot{\gamma} \quad [\text{Équation 2-12}]$$

Où : η : viscosité

$$\dot{\gamma} : \text{Taux de déformation } \left(\dot{\gamma} = \frac{\partial \varepsilon}{\partial t} \right)$$

On schématise les fluides visqueux généralement par un amortisseur de viscosité (η)

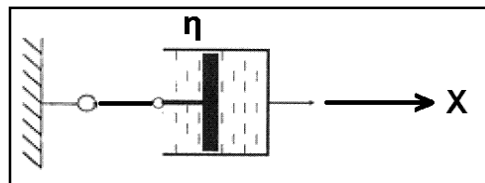


Figure 2-6 : Schéma de comportement visqueux (amortisseur).

- **Le patin**

Le patin, qui modélise le fait que la déformation permanente a lieu seulement à partir d'un certain seuil atteint par la contrainte. On peut alors considérer deux cas : il n'y a pas d'augmentation de la contrainte après le début de la déformation (patin à frottement sec) ou bien la contrainte augmente avec la déformation (résultant de l'augmentation du nombre de défauts dans le matériau). La déformation, appelée déformation plastique, démarre instantanément lorsqu'on dépasse le seuil limite (ou limite élastique) ; elle est irréversible.

3.2.3 Lois de comportement rhéologiques de base

- **comportement élastique (ressort)**
- **comportement visqueux (amortisseur)**

Ces deux lois constituent les plus simples des lois de comportements rhéologiques, il existe d'autres lois pour des matériaux dits solides non Hookiens et des fluides dits fluides non Newtoniens.

- **Comportement viscoélastique**

Un autre comportement non newtonien très important est le caractère viscoélastique, très fréquent dans les solutions de polymères et dans les polymères fondus.

La réponse du fluide à une déformation présente à la fois un aspect visqueux (contrainte proportionnelle au taux de déformation) et un aspect élastique (contrainte proportionnelle à la déformation).

Un exemple particulièrement spectaculaire de fluide viscoélastique est la pâte de silicone connue sous le nom commercial de "silly-putty" : une boule de silly-putty rebondit sur le sol comme une balle de caoutchouc ; pourtant, si on pose cette boule sur une surface horizontale et si on attend quelques minutes, on voit le silly-putty s'étaler comme un fluide visqueux. Le même matériau réagit de manière très différente lorsqu'il est soumis à une sollicitation très rapide (en le faisant rebondir sur le sol) ou lorsque la contrainte est appliquée pendant un temps très long. Dans le premier cas, le temps de sollicitation est inférieur à un temps caractéristique du matériau, les composants élémentaires n'ont pas le temps de se déformer de manière importante et on observe une réponse élastique. En revanche, lorsque le temps de sollicitation est plus grand que le temps caractéristique, on observe une réponse de type visqueux.

On peut citer deux modèles de comportement viscoélastique :

1. Model de Maxwell

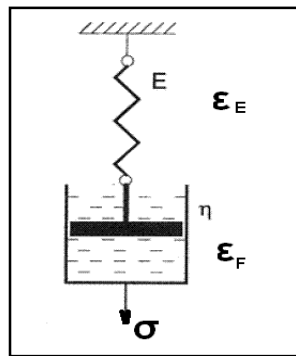


Figure 2-7 Schéma de modèle de Maxwell.

Dite model de relaxation de Maxwell, il est régi par une équation différentielle de 1^{er} ordre :

$$\sigma = \varepsilon_E \times E = \dot{\varepsilon}_F \times \eta$$

$$\varepsilon = \varepsilon_E + \varepsilon_F$$

$$\text{Et } \dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_E + \dot{\varepsilon}_F$$

$$\text{D'où : } \frac{\dot{\sigma}}{E} + \frac{\sigma}{\eta} = \dot{\varepsilon}$$

En intégrant cette équation par rapport au temps :

$$\sigma(t) = \varepsilon_0 E \exp^{-tE/\eta}$$

Où :

ε_0 :déplacement initial.

Et $\theta = \frac{E}{\eta}$ est la constante de temps de relaxation [10]

On pourra alors écrire cette équation sous la forme suivante :

$$\frac{\sigma(t)}{E} = \varepsilon_0 \exp^{-\theta t} \quad \text{[Équation 2-13]}$$

2. Modèle de Kelvin-Voigt

Dit modèle élastique retardé, il est régi par une équation différentielle de 1^{er} ordre :

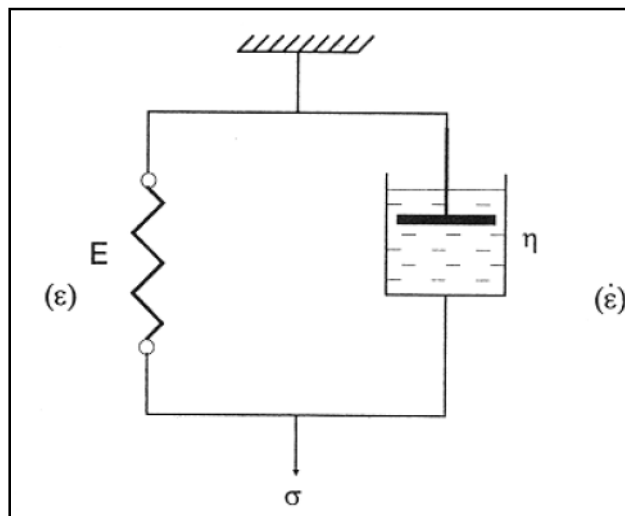


Figure 2-8 Schéma du modèle de Kelvin-Voigt.

$$\sigma = \varepsilon_E \times E + \dot{\varepsilon}_F \times \eta$$

$$\varepsilon = \varepsilon_E = \varepsilon_F$$

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_E + \dot{\varepsilon}_F$$

2.2.4 Relations empiriques pour la viscosité

Lorsque la viscosité n'est plus indépendante du taux de cisaillement, il est nécessaire d'utiliser plusieurs paramètres pour décrire le comportement mécanique du fluide. Un certain nombre de modèles empiriques permettent cette description.

- **Modèle en loi de puissance d'Ostwald**

Dans une certaine gamme de taux de cisaillement, on peut représenter la viscosité comme

une loi de puissance de $\dot{\gamma}$, en particulier pour les polymères fondus : $\eta = m \dot{\gamma}^{n-1}$

Le fluide newtonien correspond à $n = 1$, et un fluide rhéofluidifiant est représenté par $n < 1$.

Bien que ce modèle permette de résoudre bon nombre de problèmes d'écoulement de fluides non newtoniens, il faut garder à l'esprit qu'il décrit très mal le comportement à faible taux de cisaillement et que les paramètres m et n n'ont pas d'interprétation claire en termes de paramètres microscopiques tels que la masse moléculaire.

- **modèle de Carreau**

Une extension du modèle en loi de puissance est la relation de Carreau qui fait intervenir cinq paramètres :

$$\frac{\eta - \eta_{\infty}}{\eta_0 - \eta_{\infty}} = [1 + (\lambda \dot{\gamma})^a]^{(n-1)/a} \quad \text{[Équation 2-14]}$$

Où :

η_0 est la viscosité à cisaillement nul,

η_{∞} La viscosité à cisaillement infini,

λ Une constante de temps

n Un exposant de loi de puissance et a paramètre qui décrit la transition entre le comportement à faible cisaillement et la région en loi de puissance.

Ces différents coefficients sont déterminés de manière empirique et n'ont pas de signification physique simple.

2.2.5 Fluide de Bingham

Un cas particulier du comportement rhéofluidifiant est l'existence d'une contrainte seuil d'écoulement : si la contrainte appliquée au fluide est inférieure à cette contrainte seuil, aucune déformation ne se produit, le fluide ne coule pas. Un exemple courant de fluide à seuil

est la pâte de dentifrice : elle ne peut sortir du tube sous l'effet de son propre poids, il faut lui appliquer une contrainte nettement supérieure pour qu'elle s'écoule.

La représentation la plus simple d'un fluide à seuil est le modèle de Bingham qui donne la relation suivante entre la contrainte τ et le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$:

$$\tau = \tau_0 + \eta_p \dot{\gamma} \quad \text{[Équation 2-15]}$$

Où :

σ_s est la contrainte seuil et η_p est la viscosité plastique. En pratique le modèle de Bingham ne s'applique que dans une gamme limitée de taux de cisaillements et de contrainte seuil, obtenue par extrapolation du rhéogramme à $\dot{\gamma} = 0$, est souvent difficile à déterminer correctement.

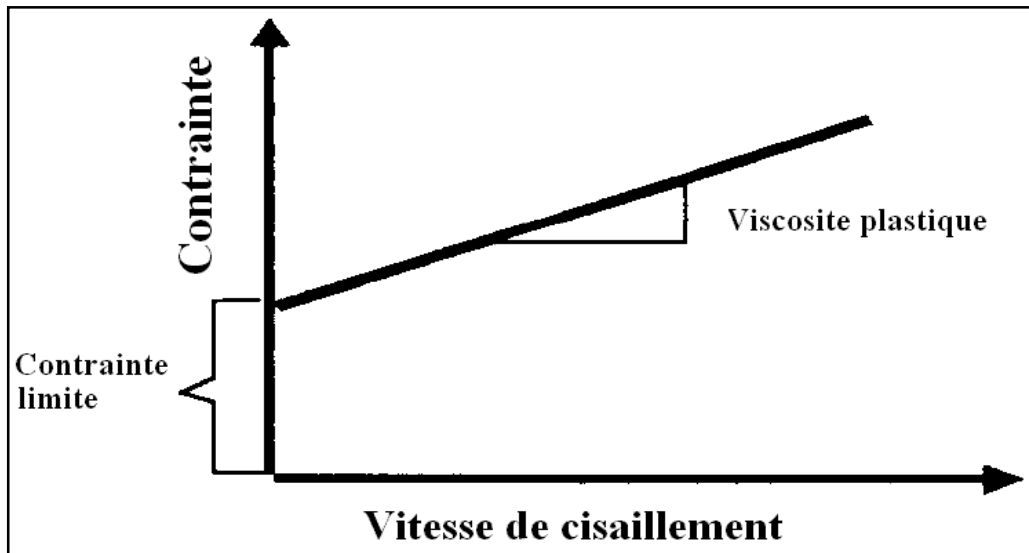


Figure 2-9 Equation de Bingham pour un fluide [7].

Il existe plusieurs autres modèles rhéologiques pour différents matériaux (plastiques, suspensions, polymères, caoutchouc, bitumes, etc.), mais on se limitera ici car ces modèles sont les plus répandus pour notre sujet.

Comme le béton (à un échelle macroscopique) s'écoule comme un fluide, l'Équation 2-15 est applicable si une force de cisaillement est appliquée comme dans la Figure 2-9, un gradient de vitesse est induit dans le liquide sous l'effet de viscosité.

Rhéologie des mortiers et du béton frais

3.1 Introduction

Les caractéristiques recherchées généralement de béton frais (ouvrabilité, compactibilité, fluidité, consistance) sont en général des grandeurs qualitatives et non quantitatives, ce qui rend leur description pour l'ingénieur ou pour le chercheur peu exacte.

La quantification de ces grandeurs rend la description de béton frais ou des mortiers plus facile [7].

Le béton est un matériau formé par le mélange de granulats (sable, gravier et éventuellement des cailloux) noyé dans une pâte (éléments fins, ciment et eau). Il présente des caractéristiques assez complexes aussi bien à l'état frais qu'à l'état durci, et est donc l'objet de nombreux traités de physique, chimie, mécanique, science de matériaux, rhéologie... Pour son utilisation, ce matériau doit satisfaire certaines exigences : avoir une ouvrabilité (fluidité) adaptée aux moyens de mise en œuvre disponibles, et atteindre les propriétés mécaniques et de durabilité visées.

Intérêt de la rhéologie dans l'élaboration des bétons autoplaçants :

Les Bétons Autoplaçants (BAP) sont des matériaux extrêmement fluides qui se mettent en place sans vibration. Cependant du fait de leur fluidité, les BAP présentent un risque de ségrégation important, c'est à dire un risque de séparation entre la phase suspendante et les gros granulats. On parle de ségrégation dynamique lorsque cette séparation se produit pendant de la phase de remplissage du coffrage et de ségrégation statique une fois le matériau mis en place[14].

La stabilité est une caractéristique essentielle puisqu'elle permet de garantir la durabilité de la structure et l'homogénéité des propriétés mécaniques une fois le matériau durci. Il s'agit donc de trouver un compromis entre deux caractéristiques qui peuvent sembler contradictoires : fluidité et stabilité.

A l'heure actuelle, un manque de recul persiste au regard de la maîtrise complète du comportement rhéologique de ces nouveaux matériaux. De plus, il semble essentiel de comprendre les mécanismes d'initiation de la ségrégation statique afin de proposer un essai de caractérisation adéquat.

Les connaissances acquises depuis l'apparition des BAP et la meilleure maîtrise de toutes les étapes (formulation, fabrication, mise en œuvre et contrôle) sont suffisantes pour permettre l'utilisation de ces bétons dans de nombreuses applications. Certains points restent cependant à améliorer pour en étendre l'emploi [16].

Le comportement d'un BAP à l'état frais se différencie notablement de celui d'un béton ordinaire. Son ouvrabilité se décline classiquement suivant : sa mobilité en milieu non confiné, sa mobilité en milieu confiné et sa stabilité (vis à vis de la ségrégation et du ressuage). La formulation d'un tel béton est donc plus complexe que celle d'un béton traditionnel et implique une composition spécifique.

La complexité du matériau se résume en ses trois principales caractéristiques:

- la fluidité
- l'homogénéité
- la robustesse.

La fluidité caractérise la capacité du béton à s'écouler sous son propre poids avec un débit suffisant.

L'essai d'étalement au cône d'Abrams est simple à réaliser et ne demande qu'une faible quantité de matériau .Il puisse donc être utilisé aussi bien en laboratoire que sur site. Il peut éventuellement être associé à une mesure du temps écoulé pour obtenir un étalement de 500 mm (T500), ce qui fournit une indication sur le caractère visqueux du matériau.

Quelle que soit l'approche employée (empirique ou physique) les propriétés des BAP se différencient notablement des celles des bétons traditionnels. D'une part, l'affaissement n'est plus mesurable puisqu'il est total, on parle donc d'étalement des BAP. D'autre part, malgré le fait que la réalisation d'essais rhéologiques est difficile, et que le choix d'un modèle adapté est encore discuté, les différentes données indiquent que la valeur du seuil d'écoulement des BAP est bien plus faible que celui des autres bétons.

Intérêt de la rhéologie dans l'élaboration des bétons à hautes performances :

La rhéologie du béton en générale et du béton à hautes performance en particulier, sont importantes pour plusieurs raisons comme la simplicité de la mise en place, consolidation, durabilité, et résistance dépend de des propriétés d'écoulement.

Le béton qui n'a pas proprement compacté doit avoir des défauts comme les nids d'abeille, vides, et ségrégations.

Deux façons de caractériser le béton à l'état frais sont abordées : l'ouvrabilité et les paramètres rhéologiques.

3.2 Ouvrabilité

Après avoir été malaxé, le béton frais doit rapidement être mis en œuvre sur le chantier pour diverses opérations : vidange dans les coffrages, serrage (par vibration, piquage...) et talochage, ... La manière dont le matériau se comporte est gouvernée par son ouvrabilité.

L'ouvrabilité est également désignée sous les termes de maniabilité ou consistance du mélange. Dreux et Fiesta [11] écrivent que « l'ouvrabilité du béton peut se définir comme la facilité offerte à la mise en œuvre du béton pour le remplissage parfait du coffrage et du ferrailage ».

Une bonne ouvrabilité est un gage de sécurité pour la structure en construction. En effet, selon ces auteurs, la plupart des qualités de l'ouvrage telles que la compacité et la résistance réelle du béton dans l'ouvrage lui-même, l'enrobage et l'adhérence des armatures, les parements de belle apparence, l'étanchéité... dépendent de l'ouvrabilité. Au-delà de la mise en place sur le chantier, Faury souligne que :

L'ouvrabilité est un ensemble de qualités pratiques que doit posséder le béton frais pour être transporté aisément et sans risque de malfaçons. Ces propriétés doivent donc être classées en deux groupes distincts suivant qu'elles s'appliquent au transport ou à la mise en œuvre du mélange.

Dans la pratique, il existe plusieurs méthodes de transport (en bétonnière, en wagonnette, toupie malaxeur, en benne, en camion...) et plusieurs processus de mise en œuvre [15] (pompage, vibration, projection, compactage...). C'est pourquoi de nombreux tests technologiques ont été proposés pour s'adapter à cette diversité. Ces essais permettent de mesurer empiriquement certaines caractéristiques dépendant de l'ouvrabilité. Nous pouvons citer quelques appareils recensés dans la littérature: le cône d'Abrams et l'étalement à la table à secousses [15]. Pour les bétons très secs, on pourra utiliser l'essai V.B., qui consiste à mesurer le temps nécessaire pour qu'un cône de béton se mette à l'horizontale dans un récipient cylindrique périphérique, une fois soumis à une vibration. Le maniabilimètre L.C.L. fonctionne sur le même principe, et la vibration est déclenchée lorsque l'on retire la trappe. Un temps long signifie que le béton est ferme. Ces essais sont présentés dans la Figure 3-1.

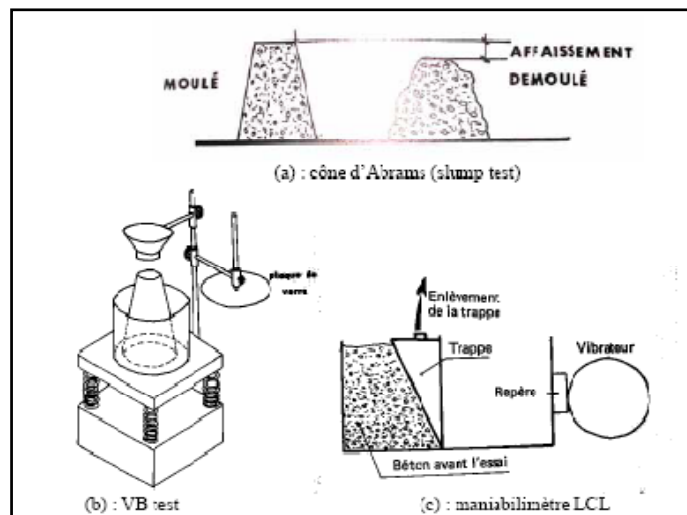


Figure 3-1 Certains appareils pour mesurer l'ouvrabilité [20].

L'affaissement au cône d'Abrams est incontestablement un des essais les plus simples et les plus fréquemment utilisés. Il est décrit dans la norme européenne EN 12350-2. Pour effectuer cet essai, on remplit tout d'abord un moule en tôle tronconique ($D = 20$ cm, $d = 10$ cm, $h = 30$ cm) de béton. Le remplissage est exécuté en trois couches serrées avec une tige d'acier de 16 mm de diamètre dont l'extrémité est arrondie, à raison de 25 coups par couche. On soulève ensuite le moule avec précaution et on mesure l'affaissement. Plus l'affaissement est élevé, plus le béton est fluide. La norme EN 206-1 spécifie cinq classes de consistance S1 à S5 en fonction de l'affaissement (Tableau 3.1).

Classes	Affaissement en mm
S1	de 10 à 40
S2	de 50 à 90
S3	de 100 à 150
S4	de 160 à 210
S5	≥ 220

Tableau 3-1 Classes de consistance vis-à-vis de l'affaissement.

Pour les bétons les plus fluides, la mesure de l'affaissement n'est plus discriminante. Il est alors plus judicieux de mesurer le diamètre de la galette de béton obtenue (moyenne de deux diamètres orthogonaux). On parle alors d'étalement du béton. Ceci est utilisé, par exemple, pour caractériser les bétons autoplaçants.

Lors du remplissage du coffrage, l'affaissement du béton est un des facteurs faisant varier la pression du béton sur le coffrage, paramètre important lors de leur dimensionnement.

Application	Affaissement en mm
Préfabrication industrielle – Bétons secs pour démoulage immédiat	0
Béton pour chaussées mis en place à la machine à coffrage glissant	20/50
Béton de résistance normale pour structures armées ou précontraintes	80/150
Béton à haute performance coulé sur chantier	180/250
Béton autoplaçant	>250 (étalement > 600)

Tableau 3-2 Plage d'affaissement à spécifier pour différentes applications .

3.3 Propriétés rhéologiques

Plusieurs chercheurs considèrent le béton frais comme fluide et utilisent les méthodes rhéologiques pour expliquer l'écoulement des bétons frais [7].

Le béton et les mortiers sont des matériaux composites, contenant des agrégats, ciment, eau et éventuellement des adjuvants comme des composantes principaux.

On peut assimiler le béton à une suspension concentrée d'une phase solide (agrégats) immergée dans une phase fluide qui elle-même est une suspension de particules (ciment) dans de l'eau [16].

Certains tests empiriques pour mesurer l'ouvrabilité du béton sont parfois contradictoires. Un bon exemple est présenté par Baron. Dans une campagne expérimentale, cet auteur a formulé des bétons en faisant varier le dosage en eau et le rapport Sable/Gravillon, et a effectué des mesures d'ouvrabilité à la fois avec le cône d'Abrams et le maniabilimètre L.C.L. Il a constaté qu'un béton X pouvait s'affaisser plus qu'un béton Y au cône d'Abrams mais s'écouler moins vite au maniabilimètre L.C.L. Donc, la caractérisation de l'ouvrabilité du béton frais par un seul paramètre au moyen d'un essai technologique (affaissement, temps d'écoulement, étalement...) n'est pas tout à fait suffisante. Il faut donc rechercher d'autres méthodes de caractérisation permettant de mesurer des caractéristiques intrinsèques du matériau à l'état frais.

Dès les années 70, Tattersall, a proposé le "two point test". Cet appareil est en fait un malaxeur instrumenté qui permet de déterminer la relation entre le couple de malaxage et la vitesse de rotation de la pale. L'expérience montre que l'on obtient des droites ne passant pas par l'origine et qu'il est donc nécessaire d'avoir deux paramètres « g » et « h » pour

caractériser l'écoulement du béton frais. Les améliorations concernent essentiellement l'acquisition plus rapide et précise du couple et de la vitesse et le traitement automatisé des données.

De Larrard et Hu sont allés plus loin en développant un rhéomètre à béton, le BTRHEOM, et en analysant le béton frais à partir de sa rhéologie. Le but de cette science est d'étudier la relation entre la contrainte de cisaillement et la déformation dans un milieu homogène et continu. Selon de Larrard, le béton frais est un matériau intermédiaire entre un fluide et un empilement humide de particules. a ainsi montré que pour les bétons dont l'affaissement est inférieur à 10 cm, la caractérisation rhéologique n'a pas de sens. En effet, lorsqu'ils sont cisailés, de tels bétons peuvent présenter une dilatance importante et perdre leur homogénéité. Ces bétons contiennent alors un volume d'air piégé non négligeable (5-30%). A contrario, pour des affaissements supérieurs à 10 cm et si les conditions de stabilité (absence de ségrégation) sont respectées, le béton frais peut être assimilé à un fluide de type Herschel-Bulkley dont la loi fondamentale gouvernant le comportement rhéologique est décrit par:

$$\tau = \tau_0 + a\dot{\gamma}^b \quad [\text{Équation 3-1}]$$

Avec : τ_0 seuil de cisaillement (Pa)

$\dot{\gamma}$ vitesse de cisaillement en (s^{-1})

a, b deux constantes physiques du modèle.

Sur le plan rhéologique, le béton frais est correctement décrit par l'équation 3-2.

Toutefois, les auteurs ont anticipé les difficultés d'utilisation d'un modèle à trois paramètres dans la pratique. Ils ont donc proposé de l'approcher par un modèle de type Bingham intégrant seulement deux paramètres :

$$\tau = \tau_0 + \eta\dot{\gamma} \quad [\text{Équation 3-2}]$$

Avec : τ_0 seuil de cisaillement (Pa)

$\dot{\gamma}$ vitesse de cisaillement en (s^{-1})

η : viscosité (Pa.s)

Les auteurs proposent de calculer dans un premier temps la valeur de seuil à l'aide de l'équation 3-1, puis, une fois celui-ci fixé, de déterminer la valeur de viscosité plastique à l'aide de l'équation 3-2.

D'un point de vue physique, les deux paramètres de Bingham ont été interprétés comme suit: le seuil de cisaillement est expliqué comme la somme macroscopique de frottements internes des grains solides. Il dépend directement du nombre et de la nature des contacts entre les grains et donc de la compacité du squelette granulaire. Au-delà du seuil, la contrainte appliquée au mélange entraîne l'écoulement qui se traduit par des mouvements relatifs entre les grains solides (le frottement) et la circulation de la phase liquide dans la porosité inter-grains. C'est cette dernière qui causerait la dissipation visqueuse dans le liquide en écoulement et expliquerait le deuxième terme $\eta\dot{\gamma}$ dans la loi de Bingham. Plus la circulation est difficile, plus le paramètre μ est important.

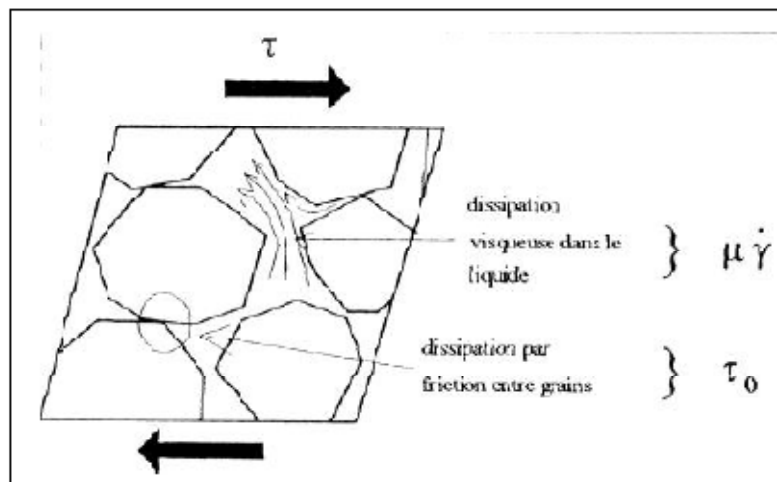


Figure 3-2 Interprétation physique du modèle de Bingham[20].

3.3.1 Rhéologie des fluides concentrés

3.3.1.1 suspensions très diluées

- Formule d'Einstein

a. Pour les suspensions très diluées ($\varphi < 10\%$) :

$$\eta = \eta_0(1 + k_1 \cdot \varphi) \quad [\text{Équation 3-3}]$$

où : k_1 : facteur de forme :

$k_1 = 2,5$ – pour les sphères dures.

$k_1 > 2,5$ – pour les ellipsoïdes allongés ou aplatis.

$k_1 < 2,5$ – pour les gouttelettes liquides

b. à l'ordre 2 en φ , la formule d'Einstein s'écrit :

$$\eta = \eta_0 (1 + 2,5\varphi + k_2 \cdot \varphi^2) \quad [\text{Équation 3-4}]$$

avec : $k_2 = 5,2 - 6,2$ selon la fréquence de sollicitation.

c. Pour les concentrations ϕ plus élevées :

- Formulation empirique :

$$\eta = \eta_0 \exp[F(\Phi)] \quad [\text{Équation 3-5}]$$

avec $F(\Phi) = k_1 \Phi + k_2 \Phi^2 + \dots$

- **Formule phénoménologique (Mooney) :**

$$\eta = \eta_0 \exp\left(\frac{k_1 \Phi}{1 - \lambda \Phi}\right) \quad [\text{Équation 3-6}]$$

λ : Facteur d'encombrement.

- **Formule de Krieger-Dougherty**

Krieger et Dougherty ont corrigé la formule de Mooney :

$$\eta = \eta_0 (1 - \lambda \Phi)^{-q} \quad [\text{Équation 3-7}]$$

$q = \frac{k_1}{\lambda}$ est calculé pour que la formule d'Einstein soit satisfaite au ordre de Φ .

3.3.1.2 Modèles rhéologiques appliqués aux mortiers et aux bétons

Le comportement rhéologique des mortiers et des bétons est souvent assimilé à celui d'un fluide de Bingham ou de Herschell-Bulkley. Ces modèles permettent d'identifier deux paramètres rhéologiques : le seuil de mise en écoulement τ_0 et la viscosité η .

Modèles semi-empiriques

- **Modèle de Legrand :**

Pour estimer le seuil de cisaillement d'une pâte de ciment, Legrand a proposé :

$$\tau = a e^{b(\Phi - 0.5)} \quad [\text{Équation 3-8}]$$

Où :

Φ : Concentration en ciment

a, b : paramètres à ajuster, dépendant de la granulométrie et de la surface spécifique du ciment.

• **Modèle de Hobbs :**

Dans ce modèle, Hobbs considère le béton comme un matériau diphasique constitué d'une pâte de ciment et de granulat. L'auteur essaie de prédire les propriétés du béton en fonction de celles de la pâte de ciment.

Les lois de comportement de la pâte et du béton sont écrites :

$$\tau_p = \tau_{0p} + \eta_p \dot{\gamma}_p \quad [\text{Équation 3-9}]$$

$$\tau_b = \tau_{0b} + \eta_b \dot{\gamma}_b \quad [\text{Équation 3-10}]$$

où p,b : indices associés respectivement à la pâte et au béton.

La contrainte moyenne et le seuil pour un volume élémentaire représentatif du béton s'écrivent :

$$\tau_b = (1 - \Phi_g) \tau_p + \Phi_g \tau_g \quad [\text{Équation 3-11}]$$

$$\tau_{0b} = (1 - \Phi_g) \tau_{0p} + \Phi_g \tau_{0g} \quad [\text{Équation 3-12}]$$

où : τ_g : contrainte exercée sur le granulat

τ_{0g} : contribution du granulat au seuil de cisaillement du béton.

Φ_g : concentration volumique du granulat.

En considérant que seule la pâte est déformable (les granulats sont rigides), le gradient de vitesse moyenne de déformation dans un volume élémentaire représentatif peut être écrit sous forme : $\dot{\gamma}_b = \dot{\gamma}_p (1 - \Phi_g)$ [Équation 3-13]

Les deux hypothèses suivantes ont été émises :

$$\tau_{0g} = k \tau_{0p} \quad [\text{Équation 3-14}]$$

$$\tau_g = k \tau_p \quad [\text{Équation 3-15}]$$

k est une constante dépendante de la concentration des granulats, déterminée par l'expérience.

L'auteur aboutit à la relation suivante :

$$k = \frac{2.5 \Phi_{max}}{\Phi_{max} - \Phi_g} \quad [\text{Équation 3-16}]$$

Φ_{max} : concentration volumique maximale des grains.

Les équations précédentes conduisent finalement aux formules :

$$\tau_{0b} = \tau_{0p} \left(1 + \frac{1.5 \Phi_{max} \Phi_g + \Phi_g^2}{\Phi_{max} - \Phi_g} \right) \quad [\text{Équation 3-17}]$$

$$\eta_b = \eta_p \left(1 + \frac{2.5 \Phi_{max} \Phi_g}{(1 - \Phi_g)(\Phi_{max} - \Phi_g)} \right) \quad [\text{Équation 3-18}]$$

Ce modèle a été validé pour certains bétons (fermes) mais il n'est pas universel.

- **Modèle de Kikukawa - Murata**

Dans ce modèle, les auteurs considèrent qu'un mélange est constitué de deux phases : solvant et soluté. Pour la pâte de ciment, l'eau est le solvant, le ciment est le soluté; pour le mortier, la pâte est le solvant, le sable est le soluté; pour le béton, le mortier est le solvant, le gravier est le soluté. Pour estimer la viscosité du mélange, ces auteurs ont proposé l'équation suivante :

$$\eta = \eta_f \left(1 - \frac{\Phi_s}{\Phi}\right)^{-k} \quad [\text{Équation 3-19}]$$

où : Φ_s : concentration volumique du soluté.

Φ : concentration volumique maximale du soluté.

k : constante liée aux formes des solutés.

Pour les pâtes de ciment courantes, les auteurs ont trouvé que la constante k est approximativement une fonction affine de la concentration volumique en soluté :

$$k = -15.6\Phi_s + 11.2$$

pour les mortiers, la constante k dépend du module de finesse du sable :

$$k = -0,57.F + 3,04$$

Pour les bétons, la constante k dépend du module de finesse du gravier :

$$k = -0,89.F + 9,31$$

L'intérêt de ce modèle est sa simplicité. Il a tient compte également de l'influence des propriétés géométriques des matériaux, ce qui lui donne plus de sens physique et permet d'espérer plus de précision.

- **Modèle de viscosité multi-échelle - modèle Faris adapté**

Farris [12] a développé une théorie pour estimer la viscosité des suspensions polydisperses de sphères multimodales dans un liquide newtonien. L'idée est de considérer que les petites sphères se comportant comme un liquide devant les grosses sphères si le rapport de leurs rayons est suffisamment faible. Ceci permet de découper une suspension multimodale et de calculer une par une des suspensions unimodales découplées. Selon les résultats expérimentaux, on constate que la viscosité d'une suspension de sphères unimodales ne dépend que la viscosité η_f f du fluide saturant et de la concentration volumique solide Φ :

$$\eta = \eta_f H(\Phi) \quad [\text{Équation 3-20}]$$

où : H est une fonction croissante de Φ

Dans une suspension de sphères bimodales dont les tailles des deux classes sont suffisamment éloignées l'une de l'autre, avec l'hypothèse évoquée (les petites sphères se comportent comme un liquide devant les grosses), on peut calculer la viscosité de la suspension par l'équation suivante :

$$\eta = \eta_1 H(\Phi_2) = \eta_f H(\Phi_1) H(\Phi_2) \quad [\text{Équation 3-21}]$$

Φ_1 : Concentration volumique solide de la suspension 1 découpée : fluides saturants + petites sphères.

$$\Phi_1 = \frac{V_1}{V_1 + V_f}$$

Φ_2 : Concentration volumique solide de la suspension 2 découpée : suspension 1 + grosses sphères.

$$\Phi_2 = \frac{V_2}{V_1 + V_2 + V_f}$$

V_1, V_2, V_f : étant les volumes de fluide saturant, de petites sphères et de grosses sphères dans la suspension.

En généralisant, cette considération à une suspension de sphères multimodales de n classes, on peut obtenir l'équation suivante pour estimer la viscosité de cette suspension :

$$\eta = \eta_f \prod_{i=1}^n H(\Phi_i) \quad [\text{Équation 3-22}]$$

Avec la définition de concentration volumique de solide Φ_i de chaque suspension découpée :

$$\Phi_i = \frac{V_i}{V_f + \sum_{j=1}^n V_j}$$

V_f : le volume de fluide saturant.

V_i : le volume de constituant i .

Enfin, Farris a donné les fonctions H selon la concentration volumique de solide Φ :

- pour les suspensions de faible concentration :

$$H(\Phi_i) = (1 - \Phi_i)^{-k} \quad [\text{Équation 3-23}]$$

k étant une constante positive.

k = 2,5 pour les suspensions de concentration $\Phi < 0,2$.

Pour les concentrations élevées :

$$H(\Phi_i) = \left(1 - \frac{\Phi_i}{\alpha}\right)^{-k\alpha} \quad [\text{Équation 3-24}]$$

Dans le cas du béton, les tailles des constituants de la phase solide s'étendent de quelques nanomètres à quelques centimètres. Donc, l'hypothèse de la différence des tailles de chaque classe ne peut pas être satisfaite. Néanmoins, l'auteur a concentré les tailles des principaux constituants (granulat, ciment et particule fine de silice) chacun à leur valeur moyenne. Le béton fluide est donc considéré comme une suspension bimodale (sans particule fine de silice) ou trimodale (avec particule fine de silice). L'équation pour estimer la viscosité du béton peut être écrite sous la forme suivante :

$$\eta = \eta_f \left(1 - \frac{\Phi_p}{\alpha_p}\right)^{-k\alpha_p} \left(1 - \frac{\Phi_c}{\alpha_c}\right)^{-k\alpha_c} \left(1 - \frac{\Phi_g}{\alpha_g}\right)^{-k\alpha_g} \quad [\text{Équation 3-25}]$$

Φ_p, Φ_c, Φ_g représentent les concentrations volumiques solides découplées des classes des particules fines de silice, de ciment et de granulat.

$\alpha_p, \alpha_c, \alpha_g$ représentent les concentrations volumiques d'empilement maximum des particules fines de silice, de ciment et de granulat.

Etant donné que le dosage des particules fines de silice est toujours suffisamment faible pour que sa concentration volumique (dans la suspension découplée) ne dépasse pas 0,2, on garde $k = 2,5$ pour des particules fines de silice. L'équation devient :

$$\eta = \eta_f \left(1 - \frac{\Phi_p}{\alpha_p}\right)^{-2,5\alpha_p} \left(1 - \frac{\Phi_c}{\alpha_c}\right)^{-k\alpha_c} \left(1 - \frac{\Phi_g}{\alpha_g}\right)^{-k\alpha_g} \quad [\text{Équation 3-26}]$$

Pour estimer la concentration volumique maximale des différentes classes, on peut utiliser le modèle de porosité de Caquot:

$$\alpha = 1 - 0,45 \left(\frac{d}{D}\right)^{0,19} \quad [\text{Équation 3-27}]$$

où : d et D représentent les tailles de tamis correspondant respectivement à 10% et 90% de passant.

Plus récemment, Sedran et De Larrard ont développé le logiciel René-LCPC pour estimer de façon plus précise la concentration volumique maximale d'un mélange. En plus, LCPC a trouvé que dans le modèle de Faris on ne tient pas compte de l'effet de l'adjuvant. HU a ajusté par la fonction empirique :

$$\eta_r = h(V_s) = \left(1 + k_s \frac{V_s}{\beta_s}\right) \quad [\text{Équation 3-28}]$$

où : η_r : viscosité relative de la pâte adjuvantée par rapport à celle de la pâte sans superplastifiant.

V_s : dosage en superplastifiant.

β_s : dosage de saturation (au sens chimique) en superplastifiant.

k_s : paramètre à ajuster.

En fin, le modèle de Faris adapté aux bétons fluides à hautes performances adjuvés s'écrit :

$$\eta = \eta_f \left(1 + k_s \frac{V_s}{\beta_s}\right) \left(1 - \frac{\Phi_p}{\alpha_p}\right)^{-2.5\alpha_p} \left(1 - \frac{\Phi_c}{\alpha_c}\right)^{-k\alpha_c} \left(1 - \frac{\Phi_g}{\alpha_g}\right)^{-k\alpha_g} \quad [\text{Équation 3-29}]$$

En conclusion, beaucoup de chercheurs ont essayé de lier la structure des suspensions et leurs propriétés pour maîtriser leur comportement rhéologique.

Pour des fluides concentrés, comme le béton frais, le comportement n'est pas Newtonien et la contrainte de cisaillement n'est plus linéairement proportionnelle au taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ le Tableau 3-3 présente quelques comportements idéalisés pour des suspensions concentrées.

Nom de l'équation	Equation
Newtonian	$\tau = \eta \dot{\gamma}$
Bingham	$\tau = \tau_0 + \eta \dot{\gamma}$
Herschel and Bulkley	$\tau = \tau_0 + K \dot{\gamma}^n$
Power equation	$\tau = A \dot{\gamma}^n$ $n = 1$ Newtonian flow $n > 1$ shear thickening $n < 1$ shear thinning
Vom Berg Ostwald-deWaele	$\tau = \tau_0 + B \sinh^{-1}(\dot{\gamma}/C)$
Eyring	$\tau = a \dot{\gamma} + B \sinh^{-1}(\dot{\gamma}/C)$
Robertson-Stiff	$\tau = a (\dot{\gamma} + C)^b$
Atzeni et al.	$\dot{\gamma} = \alpha \tau^2 + \beta \tau + \delta$
Variable :	
τ = Contrainte de cisaillement	η = Viscosité
τ_0 = Contrainte limite	$\dot{\gamma}$ = Vitesse de cisaillement
$A, a, B, b, C, K, \alpha, \beta, \delta = \text{constants}$	

Tableau 3-3 Principaux comportements idéalisés pour suspensions concentrées.

Une conclusion des équations du Tableau 3-3 est que tous ces modèles (sauf le model de Newton utilisent au moins deux paramètres pour décrire le comportement rhéologique de l'encaissant, et que quelques paramètres ne sont pas des entités physiques.

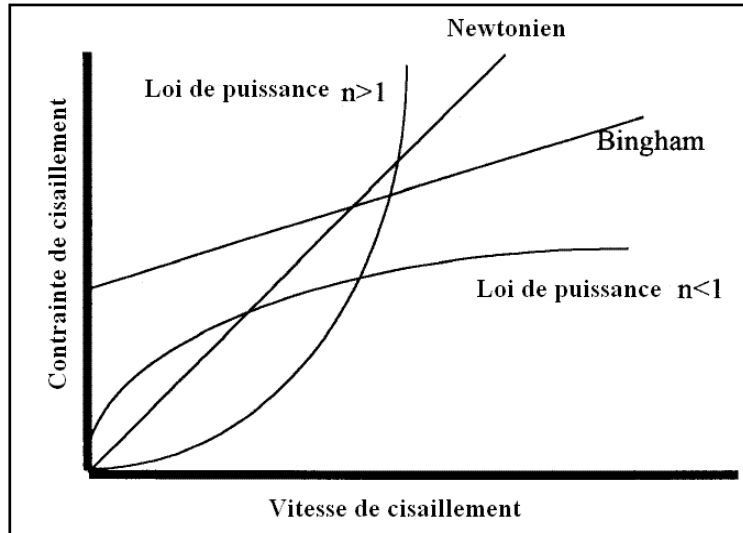


Figure 3-3 Formes de courbes de quelques comportements idéalisés[11].

Les deux comportements qui utilisent seulement deux paramètres sont ceux de Herschel-Bulkley et celui de Bingham ; pour certains types de bétons (bétons auto-compactants par exemple) le modèle de Herschel-Bulkley semble bien apte à les représenter.

Mais le meilleur model utilisé pour décrire le comportement des bétons est bien le modèle de Bingham qui contient deux entités physiques et qui sont relativement faciles a mesurer indépendamment.

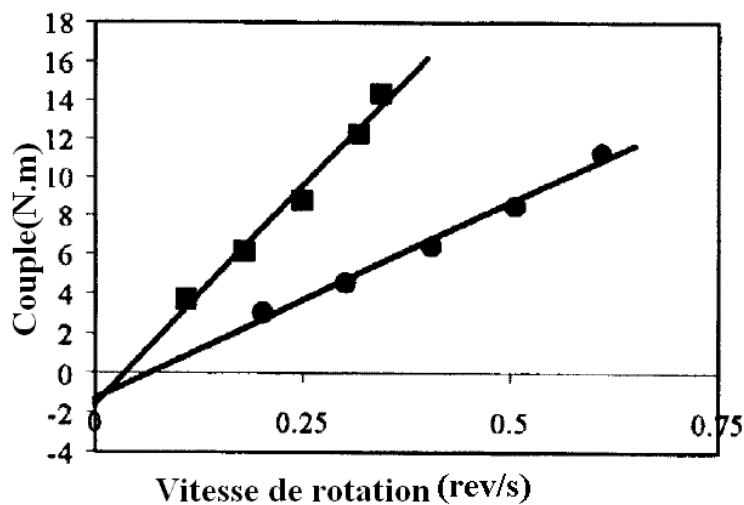


Figure 3-4 Ecoulement d'un béton auto compactant mesurée par un rhéomètre .

BTRHEOM[®]LCPC (on remarque bien qu'on pourra obtenir des valeurs de τ_0 négatifs) [7].

Pour cela plusieurs chercheurs ont développé des appareils de mesures les paramètres rhéologique de Bingham (Rhéomètres, viscosimètres, cônes spéciaux .etc.).

On citera dans ce qui suit quelques uns des ces appareils qui sont actuellement le sujet de nombreux modifications et de développements.

3.4 Méthodes de test

On peut diviser les méthodes de test de propriétés d'écoulement de béton ou de mortier frais en deux catégories [16] :

- Tests donnant un seul paramètre.
- Tests donnant deux paramètres.

3.4.1 Tests donnant un seul paramètre

La majorité des tests sur la rhéologie des mortiers ou des bétons mesurent un seul paramètre. On admet que les deux autres paramètres de Bingham peuvent être conclu à partir du paramètre mesuré.

Les tests les plus connus sont :

1. Essai d'affaissement.
2. Baton de penetration: Kelly ball, Vicat, Wigmore.
3. Le Ve-Be time test.
4. Appareil LCL.
5. Appareil de test de turning.
6. Cônes d'écoulement.
7. Tube viscosimétrique rotatoire.
8. Essai de capacité à remplir.
9. Appareil Orimet.

- **Essai d'affaissement**

Essai couramment utilisé en Chantier pour donner un aperçu rapide sur l'ouvrabilité de béton. Un tronc de cône à paroi métallique est rempli de béton et levée rapidement [aussi appelé Slump Test, objet de la norme Afnor P18-451]. Les différentes classes de consistance du béton sont : - Ferme de 0 à 4 cm d'affaissement, - Plastique de 5 à 9 cm, - Très Plastique de 10

à 15 cm, - Fluide à partir de 16 cm], dans ce cas la contrainte est constituée du poids propre de béton frais et le béton ne s'écoule que si la valeur de pression dépasse une valeur seuil de contrainte et s'arrête dans le cas contraire.

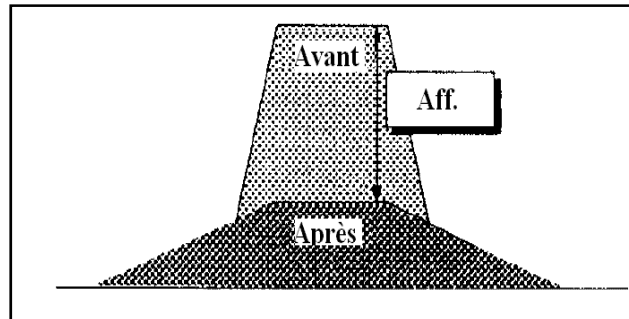


Figure 3-5 Essai d'affaissement au cône.

De nombreuses modifications ont été apportées à l'essai d'affaissement au cône pour permettre la mesure de la viscosité de béton frais (DIN1045).

Certains chercheurs (Japan concrete institute) ont essayé de simuler en éléments finis (en assumant qu'un tel matériau a un comportement de type Bingham) l'écoulement au cône voire Figure 3-6.

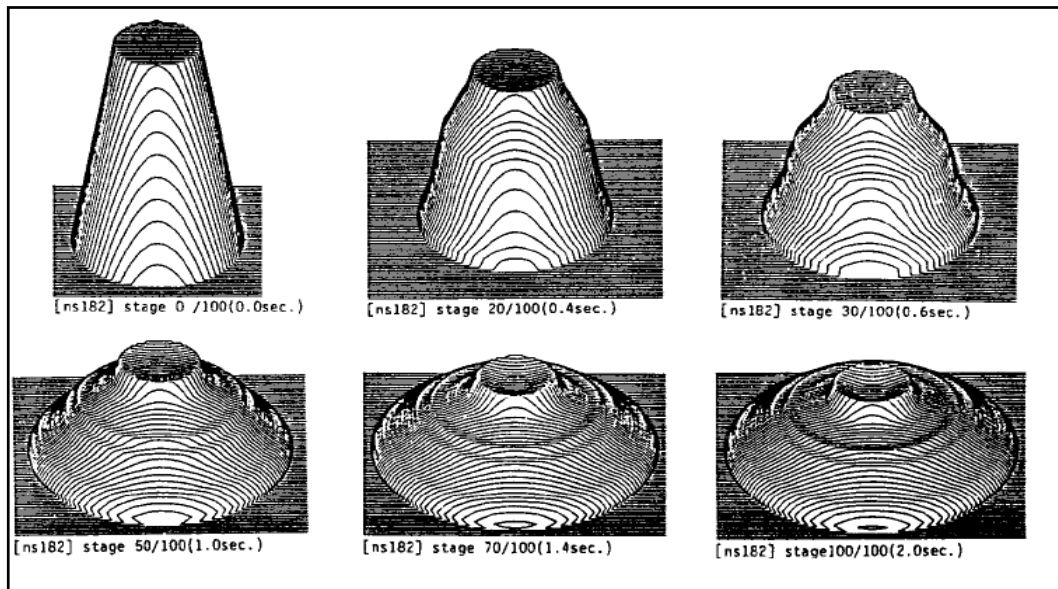


Figure 3-6 Simulations en éléments finis de l'essai d'affaissement en utilisant un comportement de type Bingham [7].

- **Détermination de temps de prise par l'aiguille de Vicat**

Le temps de début ou de fin de prise est déterminé par l'observation de la pénétration d'une aiguille dans une pâte de ciment de consistance normalisée jusqu'au moment où elle atteint une valeur spécifiée.

L'eau nécessaire, la température, le sable...etc. et le mode opératoire sont normalisés suivant la norme EN 196-3.(Figure 3-7).

Le temps de début de prise à 5 minute près est défini comme le temps où la pénétration au bout duquel la distance entre l'aiguille et la plaque de base est de (4 ± 1) mm .

Le temps de fin de prise du ciment s'obtient en Enregistrant, à 15 min près, le temps mesuré depuis l'instant zéro, au bout duquel l'aiguille ne pénètre pour la première fois qu'à 0,5 mm dans la pâte.

On peut obtenir la précision requise en réduisant l'intervalle de temps entre les essais de pénétration à l'approche du dernier et en observant que les résultats successifs ne varient pas excessivement.

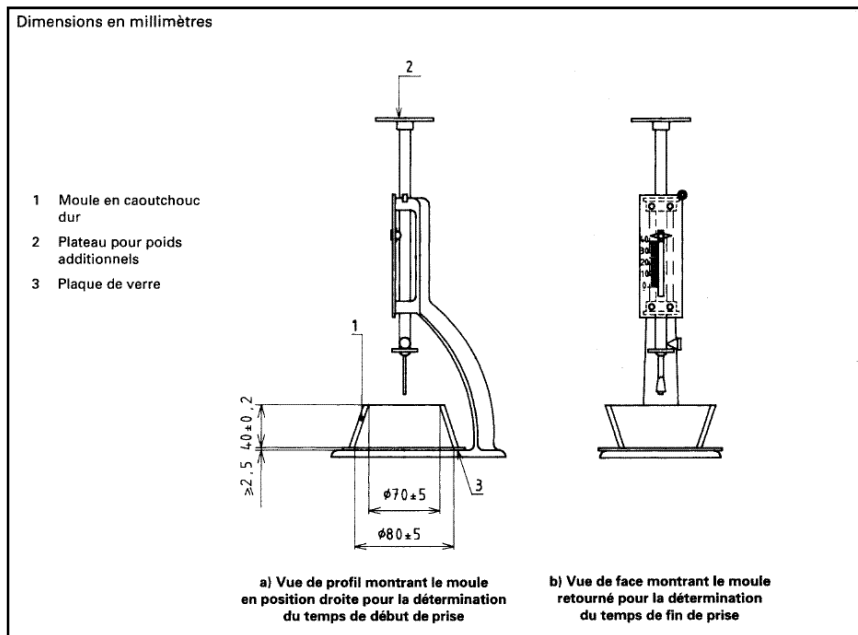


Figure 3-7 Appareil Vicat pour la détermination de la consistance normalisée et du temps de prise du ciment[11].

- **Baton de penetration: Kelly ball**

Le principe de ces tests est de faire pénétrer un objet-poids dans la pâte maintenue horizontale, le poids détermine alors la valeur limite et la vitesse de pénétration détermine

la viscosité (grâce à une règle graduée). Voir figure 5-8.

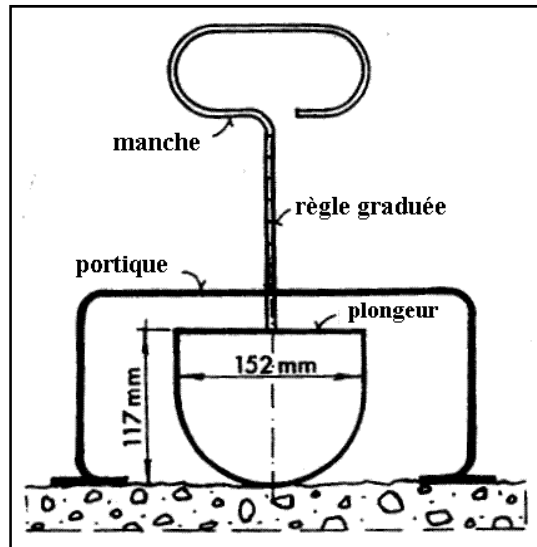


Figure 3-8 Essai de pénétration Kelly ball [16].

- **Appareil de test de turning**

C'est un appareil adapté pour la mesure de viscosité, il s'agit d'un tube (60mm de diamètre et de 800 mm de hauteur) qui peut se remplir d'un fluide en question, une balle (diamètre de 12.7mm, 15.9mm et 24.9mm) est alors faite tomber de haut en bas dans le tube et on mesure le temps nécessaire pour son passage entre deux traits distants de 370mm. On pourra alors selon la loi de Stokes déterminer la viscosité de milieu[7].

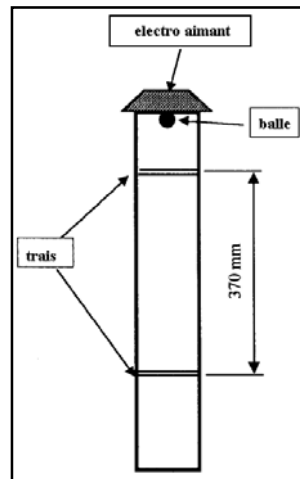


Figure 3-9 Dessin schématique de l'appareil de test de turning[16].

Cet appareil a été utilisé pour les coulis de ciment. Il n'est pas adapté pour les bétons de forte densité de la grosseur de granulat (il faut avoir une balle de diamètre bien supérieur à celle du plus grand diamètre des agrégats) et que le diamètre de tube doit être supérieur.

- **Essai de capacité à remplir :**

C'est un test développé en France par le LCPC et consiste à mesurer la capacité d'un béton à remplir un coffrage contenant un renforcement[11].

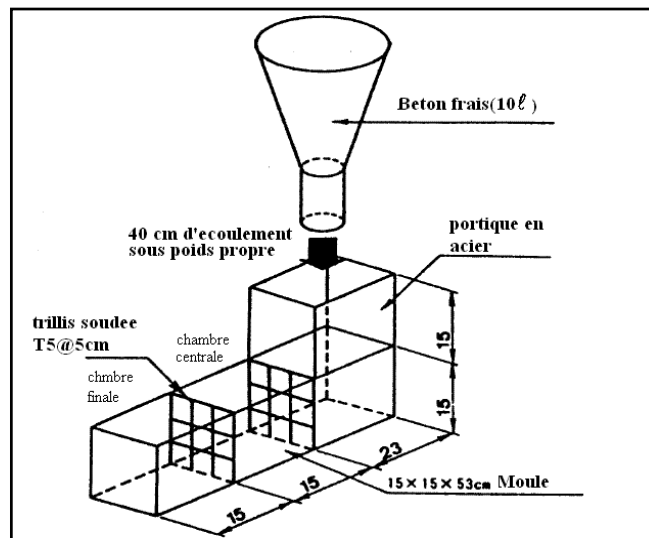


Figure 3-10 Appareil normalisé pour l'essai de capacité à remplir (LCPC) [16]..

3.4.2 Tests donnant deux paramètres

Ces essais permettent de mesurer les deux paramètres fondamentaux de Bingham, les valeurs mesurées ne donnent pas directement les valeurs de la contrainte seuil d'écoulement et la viscosité mais ils sont indirectement liés à elles [11].

Ces appareils sont difficiles à concevoir de fait de la grosseur des agrégats.

La géométrie des rhéomètres les plus courants consiste en deux cylindres concentriques et que la différence entre leurs rayons doit excéder au minimum cinq fois le diamètre du plus grand granulat, et que $1 < R_{ext} / R_{int} < 1.1$, alors pour des $D_{max}=10\text{mm}$ $R_{ext} \geq 55\text{ cm}$ et $R_{int} \geq 50\text{ cm}$.

- **Tattersal Two-Point Test**

C'est un essai développé par Tattersal en 1976 ; c'est le premier et le plus célèbre des rhéomètres donnant deux paramètres[11].

Il est constitué d'un seau qui contient le béton à tester et une turbine d'une géométrie définie immergée et animée d'un mouvement rotatoire par un moteur à vitesse contrôlée par un calculateur.

On procède par augmenter la vitesse de rotation et on mesure le couple d'inertie dû au béton frais ; on trace alors le graphe couple = f (vitesse de rotation).

Par extrapolation linéaire pour des vitesses de rotation nulles on pourra obtenir la contrainte seuil pour l'écoulement.

Avec $g = f(0)$ (point d'intersection avec l'axe des ordonnées) et h est la pente de la droite

Tattersal a proposé l'équation suivante :

$$T = (G / K)\tau_0 + (G\eta)N \quad [\text{Équation 3-3}]$$

Ou :

T : couple

G : constant de calibrage avec un fluide Newtonien

K : constant de calibrage avec un fluide non-Newtonien

N : vitesse de la turbine

τ_0, η : Paramètres de Bingham

$$\text{D'où } \tau_0 = g(K / G) \text{ et } \eta = h / G \quad [\text{Équation 3-4}]$$

Mais K et G ne peuvent pas être déterminés pour les raisons suivantes :

- L'écoulement dans l'instrument n'est pas uniforme mais turbulent
- La calibration par de l'huile est difficile
- Il n'existe pas du mortier spécial pour le calibrage de l'instrument

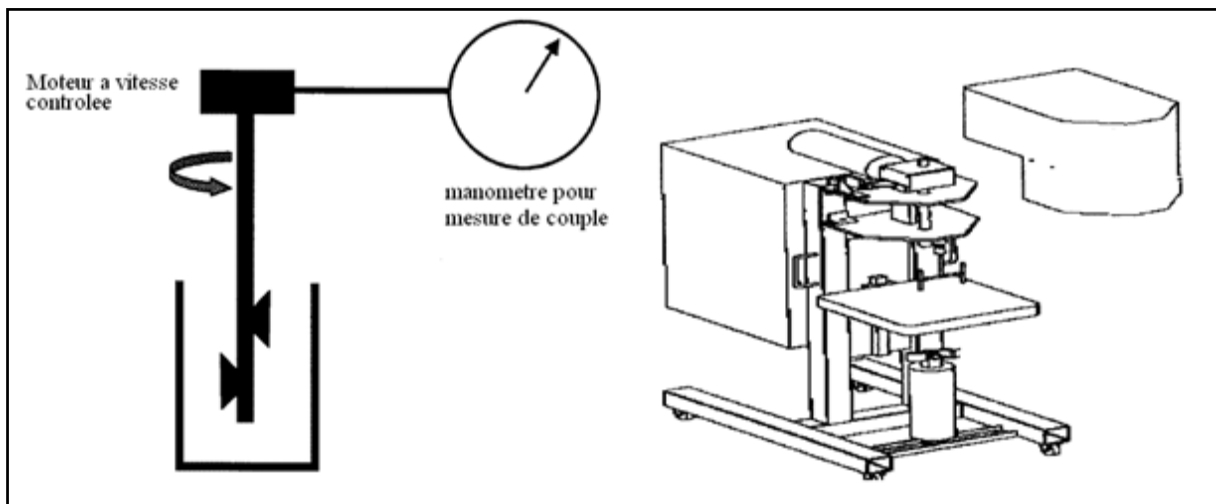


Figure 3-11 a) Schéma de principe de rhéomètre de Tattersal[16].

b) Une solution commerciale de rhéomètre de Tattersal.

- **Appareil Bertta :**

C'est un appareil développé par l'institut de recherche Finlandais, constitué de deux cylindres concentriques où $R_1=165\text{mm}$, $R_2=240\text{mm}$, le cylindre extérieur a un mouvement oscillatoire où l'opérateur peut modifier la fréquence et l'amplitude de mouvement. Le couple induit est mesuré sur le cylindre intérieur ; cette configuration permet d'obtenir directement τ_0 et η

Mais avec des limitations :

- La grosseur maximum des agrégats est de 13mm
- Le rapport R_{ext} / R_{int} est égal à 1,45 qui considéré beaucoup pour obtenir un écoulement linéaire, ce qui entraîne des erreurs sur les paramètres trouvés

Il faut noter qu'un tel instrument n'est pas disponible commercialement.

- **Le rhéomètre BTRHEOM[®]**

Le rhéomètre BTRHEOM[®] développé par Larrard et al. (1995) au LCPC est constitué d'unseau et une roue en rotation dans le béton frais voir Figure 3-12 de sorte que la distribution des contraintes de cisaillement soit linéaire, cette appareil permet de calculer les valeurs de τ_0 et η en admettant que le fluide est de type Bingham avec les équations suivantes [11]:

$$\tau_0 = \frac{3\Gamma_0}{2\pi(R_2^3 - R_1^3)} \quad \text{[Équation 3-5]}$$

$$\eta = \frac{2h(\partial\Gamma / \partial\Omega)}{\pi(R_2^4 - R_1^4)} \quad \text{[Équation 3-6]}$$

Avec :

τ_0 : contrainte seuil de cisaillement

η : viscosité

R_2, R_1 : diamètres extérieur et intérieur et respectivement .

h : hauteur de l'échantillon subissant le cisaillement.

Γ : couple appliqué à l'échantillon

Ω : vitesse angulaire de la partie rotative.

Γ_0 et $\partial\Gamma / \partial\Omega$: sont l'ordonnée à l'origine et la pente de la droite expérimentale $\Gamma = f(\Omega)$ respectivement .

Larrard et al. ont trouvé que le béton frais suit bien un modèle Bingham seulement s'il est suffisamment fluide (affaissement au cône d'Abrams > 80mm) et que le taux de cisaillement

est entre $0.5s^{-1}$ et $8s^{-1}$. En dehors de ces intervalles ; le béton frais suit le modèle Herschel-Bulkley.

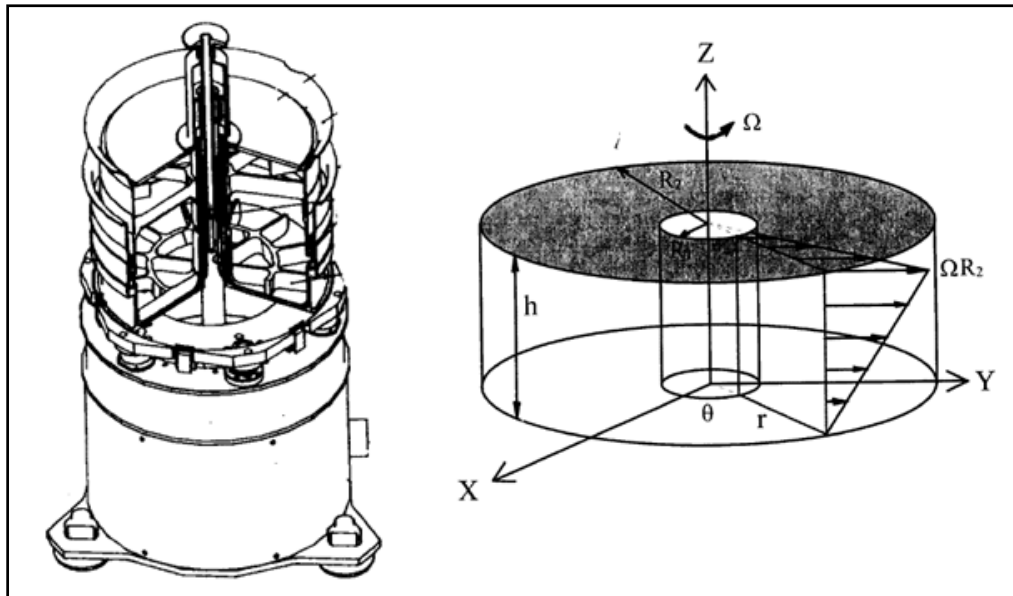


Figure 3-12 a) Coupe longitudinale de rhéomètre BTRHEOM®
b) Diagramme des contraintes de cisaillement dans le fluide.

Le BTRHEOM est un rhéomètre de type plan-plan. Sa conception se permet de n'utiliser qu'un volume restreint de béton (environ 7 litres). Ce rhéomètre comprend plusieurs parties (illustration dans la Figure 3-12) [15]

- un bloc supérieur compose d'un récipient pour contenir l'échantillon de béton et d'une pièce tournante pour mettre ce dernier en cisaillement. Le bon fonctionnement de l'ensemble est assuré par un système de pales de blocage et de joints de feutres.
- un bloc inférieur forme le corps de l'appareil. Il contient les moteurs à courant continu, le système mécanique et les dispositifs métrologiques ; une boîte d'alimentation ;
- un micro-ordinateur avec lequel on réalise le pilotage des essais et l'acquisition des mesures.

Ces appareils permettent d'obtenir des rhéogrammes qui décrivent la relation entre le couple appliqué à un échantillon représentatif et la vitesse de rotation de la pièce mobile. Au contraire du cas des malaxeurs instrumentés, c'est la connaissance a priori du champs de vitesses théorique dans les rhéomètres plan-plan ou du champs de contraintes dans les

rhéomètres à cylindres coaxiaux qui permet de remonter à la loi de comportement du béton et donc au seuil et à la viscosité.

Dans la pratique, les paramètres rhéologiques de Bingham sont encore rarement utilisés mais de nouvelles applications se font jour.

Se basant sur les expériences acquises dans le réseau des Laboratoires des Ponts et Chaussées, de Larrard présente des valeurs caractéristiques du seuil de cisaillement pour différents types de béton (Tableau 3-4).

Application	Seuil de cisaillement spécifié (Pa)
Béton de résistance normale pour structure armée/précontrainte	800-1500
Béton à hautes performances fabriqué sur chantier	300-1200
Béton autoplaçant	200-500

Tableau 3-4 Plages de seuil de cisaillement à spécifier pour diverses applications.

Le seuil de cisaillement contrôle l'affaissement au cône d'Abrams. Dans son travail de thèse, Hu a ainsi établi, par un calcul simplifié aux éléments finis, la relation suivante, qu'il a ensuite validée expérimentalement avec le BTRHEOM:

$$Slump = 300 - \frac{270 \times \tau_0}{\rho} \quad \text{[Équation 3-7]}$$

ρ La masse volumique en kg/m^3

3.5 Techniques de la rhéométrie

Pour mesurer les caractéristiques rhéologiques d'un fluide (viscosité, contraintes normales, etc.), on utilise un appareil de mesure appelé rhéomètre. Un rhéomètre mesure à la fois la contrainte et la déformation d'un fluide en fonction du temps.

Pour mesurer la viscosité de cisaillement $\eta = \sigma/\dot{\gamma}$, un rhéomètre peut appliquer la contrainte σ et mesurer le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ (fonctionnement à contrainte imposée), ou vice versa (fonctionnement à taux de cisaillement imposé).

En réalité, le rhéomètre impose soit un couple, soit une vitesse de rotation. Le couple est proportionnel à la contrainte, et la vitesse de rotation est proportionnelle au taux de cisaillement ; les deux coefficients de proportionnalité sont des caractéristiques de la géométrie utilisée (Couette cylindrique, cône-plan, plan-plan, etc.).

3.5.1 Géométrie de Couette cylindrique

C'est la géométrie retenue dans notre protocole expérimentale.

La géométrie de Couette est composée de deux cylindres coaxiaux en rotation relative.

Le rayon intérieur est noté R_i et le rayon extérieur R_e (et on a donc $R_e > R_i$). L'entrefer est l'espace entre les deux cylindres, et on a : $e = R_e - R_i$. La hauteur du cylindre intérieur est notée h ; il s'agit donc d'un récipient cylindrique destiné à contenir le fluide) et un cylindre intérieur tournant (« bob » en anglais ; le couette cylindrique est donc parfois dénommé en anglais « bob and cup»). La Figure 3.13 représente une coupe de profil d'une géométrie de Couette cylindrique. Le rhéomètre impose un couple au cylindre tournant et mesure la vitesse de rotation de ce cylindre[14]

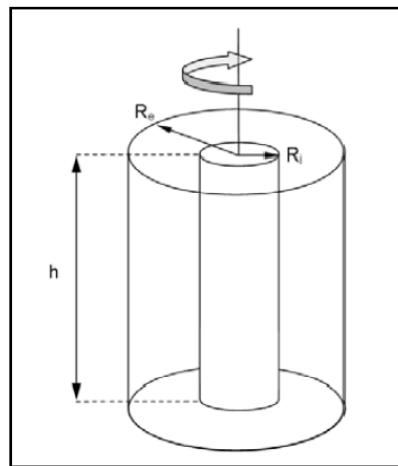


Figure 3-13 Géométrie de Couette cylindrique [14].

Pour les suspensions, le problème du glissement aux parois peut survenir lors de l'écoulement. Ce problème résulte de la diminution (appelée déplétion) « naturelle » du nombre de particules proches de la paroi (déplétion pouvant être accentuée par la migration des particules). En effet, pour un fluide dont la répartition des particules est aléatoire, le calcul de la concentration en particules sur une couche de fluide proche de la paroi ne peut tenir compte des particules si proches de la paroi qu'elles la pénétreraient, d'où la déplétion. La conséquence du glissement est la mesure d'une viscosité du fluide plus faible que la viscosité réelle et une discontinuité du champ des vitesses (discontinuité située à la frontière entre le fluide et la couche de fluide proche de la paroi et moins concentrée en particules) [Coussot and Ancy, 1999b, Coussot, 2005].

Pour éviter les glissements aux parois, lorsque le fluide étudié est une pâte granulaire, on recouvre le cylindre extérieur (c'est-à-dire la surface cylindrique à l'intérieur du récipient)

avec les particules composant la pâte (à l'aide de ruban adhésif double face), afin d'obtenir une surface intérieure de même rugosité que la pâte. Pour la rugosité de la surface du cylindre intérieur, on utilise un « croisillon » (« rotor » en anglais) comme cylindre tournant (voir Figure 3-14). Le croisillon, en tournant autour de son axe pour induire l'écoulement, décrit un cylindre fictif dont la rugosité à la distance R_i de l'axe est celle de la pâte granulaire. L'utilisation du croisillon permet ainsi d'éviter le glissement aux parois [Barnes, 1995, Coussot and Ancy, 1999b, Coussot, 2005].

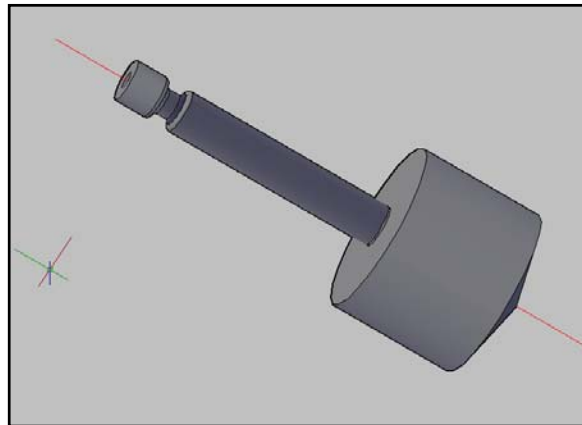


Figure 3-14 Rotor servant de cylindre intérieur dans la géométrie de Couette cylindrique.

En tournant autour de son axe, le croisillon décrit un cylindre fictif dont la surface est de même rugosité que la pâte dans laquelle le rotor est plongé.

Le couple C imposé par le rhéomètre sur le cylindre tournant vaut, en notant la contrainte moyenne sur le cylindre intérieur $\sigma(r = R_i) = \sigma_i$

$$C = \text{force} \times \text{distance} = R_i \times 2\pi \times R_i \times h \times \sigma_i$$

$$\text{Soit : } \sigma_i = \frac{C}{2\pi R_i^2 \times h} \quad [\text{Équation 3-8}]$$

Pour un entrefer faible ($e = R_e - R_i \ll 1$), le système équivaut à un cisaillement entre deux plaques, et le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$, fonction de la vitesse angulaire de rotation Ω , s'écrit: $\dot{\gamma} = \frac{v_\theta}{e}$ soit :

$$\dot{\gamma} = \frac{R_i \Omega}{R_e - R_i} \quad [\text{Équation 3-9}]$$

Les expressions ci-dessus sont utilisées pour étalonner le rhéomètre, dans une géométrie Couette classique à entrefer faible : on détermine les constantes de proportionnalité entre contrainte et couple d'un part, taux de cisaillement et vitesse de rotation d'autre part, avec des

ajustements pour tenir compte des effets de bord et des imperfections mécaniques du rhéomètre et/ou de la géométrie. En pratique, le constructeur du rhéomètre détermine les constantes de proportionnalité pour les géométries livrées avec l'appareil.

La viscosité $\eta = \sigma/\dot{\gamma}$ mesurée par le rhéomètre est donc une viscosité mesurée en supposant que l'entrefer est faible. En particulier, en faisant cette approximation, on a supposé un profil de vitesse linéaire dans l'expression du taux de cisaillement. De manière plus générale, pour un entrefer quelconque, il faut distinguer les fluides newtoniens et non-newtoniens.

Notons d'abord que, dans le cas général de la géométrie de Couette cylindrique, contrainte σ dépend de r : la contrainte σ est donc hétérogène dans l'entrefer. Établissons cette dépendance. Par conservation du moment, on a $\sigma(r = R_i) = \sigma_i$:

$$2\pi R_i h \sigma_i R_i = 2\pi r h \sigma(r)$$

$$\text{d'où : } \sigma(r) = \frac{R_i^2 \sigma_i}{r^2} \quad [\text{Équation 3-10}]$$

$$\text{avec : } \sigma_i = \frac{C}{2\pi h R_i^2}$$

La contrainte σ décroît en $1/r^2$ dans l'entrefer. Le gradient de vitesse varie donc également dans l'entrefer, et le profil de vitesse n'est plus linéaire. Connaissant la variation de la contrainte dans l'entrefer dans un Couette cylindrique, il reste, pour calculer la viscosité du fluide, à déterminer le gradient de vitesse. Il faut pour cela connaître le profil de vitesse du fluide dans l'entrefer.

- **Viscosité pour un fluide newtonien en Couette cylindrique**

La connaissance du profil de vitesse permet de retrouver le gradient de vitesse et par suite de remonter à la viscosité du fluide [Guyon et al., 2001]. En coordonnées cylindriques et quel que soit le fluide, le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ s'écrit en fonction de la vitesse $v_\theta(r)$.

$$\dot{\gamma} = \frac{\partial v_\theta}{\partial r} - \frac{v_\theta}{r} = r \frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) \quad [\text{Équation 3-11}]$$

L'équation constitutive relie la seule contrainte non nulle du tenseur des contraintes, $\sigma_{\theta r}$ à $\dot{\gamma}$: $\sigma_{\theta r} = \eta \dot{\gamma}$ avec η constante puisqu'on suppose le fluide newtonien. On cherche alors une autre relation explicitant $\sigma_{\theta r}$.

Comme le couple reste constant entre r et en $r + dr$ (il y a en effet équilibre mécanique à l'état stationnaire du volume de fluide compris entre les cylindres de rayon r et $r + dr$),

On a une relation avec $\sigma_{\theta r}$:

$$2\pi(r + dr)^2 \sigma_{\theta r}(r + dr) = \pi r^2 \sigma_{\theta r}(r)$$

Lorsque dr tend vers zéro : $\frac{\partial}{\partial r}(r^2 \sigma_{\theta r}) = 0$

Cette relation devient, en tenant compte de l'équation constitutive pour un fluide newtonien

$$\sigma_{\theta r} = \eta \dot{\gamma} \text{ où } \eta \text{ est une constante, soit } \sigma_{\theta r} = \eta r \frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{v_{\theta}}{r} \right)$$

$$\frac{\partial}{\partial r} \left[r^3 \frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{v_{\theta}}{r} \right) \right] = 0$$

Les solutions sous forme de puissances de r sont de la forme : $v_{\theta} = ar + \frac{b}{r}$

a et b étant des constantes, déterminées grâce aux conditions aux limites $v_{\theta}(R_i) = R_i \Omega$

et $v_{\theta}(R_e) = 0$.

Le calcul donne alors [Guyon et al.2001] :

$$v_{\theta}(r) = -\frac{\Omega R_i^2}{R_e^2 - R_i^2} r + \frac{\Omega R_i^2 R_e^2}{R_e^2 - R_i^2} \frac{1}{r} \text{ ou encore}$$

$$v_{\theta}(r) = r \Omega \frac{(R_e/r)^2 - 1}{(R_e/R_i)^2 - 1} \quad [\text{Équation 3-12}]$$

On peut donc déterminer le gradient de vitesse $\dot{\gamma}$, sachant que

$$\dot{\gamma} = r \frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{v_{\theta}}{r} \right) \quad [\text{Équation 3-13}]$$

$$\dot{\gamma}(r) = \frac{2\Omega R_i^2 R_e^2}{R_e^2 - R_i^2} \frac{1}{r^2} \quad [\text{Équation 3-14}]$$

Le rhéomètre ne peut mesurer de grandeurs locales (c'est-à-dire à un r donné). On peut néanmoins, pour déterminer la viscosité, calculer la contrainte et le taux de cisaillement moyens dans l'entrefer :

$$\bar{\sigma} = \frac{1}{R_e - R_i} \int_{R_i}^{R_e} \frac{C}{2\pi h r^2} dr = \frac{C}{2\pi h R_e R_i} \quad [\text{Équation 3-15}]$$

$$\bar{\gamma} = \frac{1}{R_e - R_i} \int_{R_i}^{R_e} \frac{2\Omega R_i^2 R_e^2}{R_e^2 - R_i^2} \frac{1}{r^2} dr = \frac{2\Omega R_i R_e}{R_e^2 - R_i^2} \quad [\text{Équation 3-16}]$$

Notons que l'on retrouve les expressions pour un entrefer faible en prenant le cas où

$$R_e - R_i \ll R_i:$$

$$\bar{\sigma} = \frac{C}{2\pi h R_i^2} \quad [\text{Équation 3-17}]$$

$$\bar{\gamma} = \frac{\Omega R_i}{R_e - R_i} \quad [\text{Équation 3-18}]$$

• **Viscosité pour un fluide non-newtonien en Couette cylindrique**

Localement (c'est-à-dire à une distance radiale r donnée), le fluide est soumis à une Contrainte donnée $\sigma(r)$ et le fluide réagit en se déformant à un certain taux de cisaillement $\dot{\gamma}(r)$. Pour un fluide newtonien, on a vu qu'il était possible de déterminer une relation pour $\dot{\gamma}(r)$ puisque $\sigma(r) = \eta \dot{\gamma}(r)$, avec η constante. Pour un fluide non-newtonien que l'on souhaite étudier, on ignore la loi constitutive reliant la contrainte et le taux de cisaillement: η peut dépendre de $\dot{\gamma}(r)$, et on ignore cette dépendance.

En pratique, les relations utilisées dans un rhéomètre pour déterminer la viscosité d'un fluide newtonien sont les mêmes que celles utilisées pour un fluide non-newtonien : ce sont les relations pour un entrefer faible déterminées au paragraphe précédent. On mesure donc une viscosité dite « apparente », valable d'autant plus que l'entrefer est faible, et donc que le profil de vitesse se rapproche d'un profil linéaire.

Le profil de vitesse dans l'entrefer pour un fluide non-newtonien n'est pas aisé à déterminer puisqu'il dépend des propriétés non-newtoniennes du fluide que l'on ignore a priori, et que l'on cherche justement à mesurer. Il est possible toutefois d'obtenir une relation du profil de vitesse comme précédemment, à condition de postuler une loi constitutive pour le fluide. Ainsi, supposons par exemple que la loi constitutive du fluide obéit à une loi de puissance: $\sigma = k\dot{\gamma}^n$

k et n étant des constantes caractéristiques du fluide étudié. On retrouve le cas newtonien pour $n = 1$; pour $0 < n < 1$, le fluide est rhéofluidifiant et pour $n > 1$, le fluide est rhéoépaississant. Comme $\dot{\gamma}$ en coordonnées cylindriques s'écrit : $\dot{\gamma} = r \frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{v_\theta}{r} \right)$ on a :

$$\sigma = kr^n \left(\frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) \right)^n \quad \text{[Équation 3-19]}$$

En reportant cette expression de σ dans l'équation du mouvement en géométrie de Couette c'est-à-dire dans $\frac{\partial}{\partial r} (r^2 \sigma_{\theta r}) = 0$, et en tenant compte des conditions aux limites (non-glissement à la paroi) $v_\theta(r = R_i) = R_i \Omega_i$ et $v_\theta(r = R_e) = 0$, on obtient l'expression du profil de vitesse pour un fluide en loi de puissance :

$$v_\theta(r) = r\Omega \frac{(R_e/r)^{2/n}-1}{(R_e/R_i)^{2/n}-1} \quad \text{[Équation 3-20]}$$

Sur la Figure 3-19 sont représentés deux profils théoriques de vitesse adimensionnés (V/V_i) en fonction de $(r - R_i)/(R_i - R_i)$ dans l'entrefer d'un rhéomètre à géométrie de

Couette cylindrique : un premier profil pour un rapport $\frac{R_e}{R_i} = 0.99$, et un deuxième pour un rapport $\frac{R_e}{R_i} = 0.67$, et cela pour différents n .

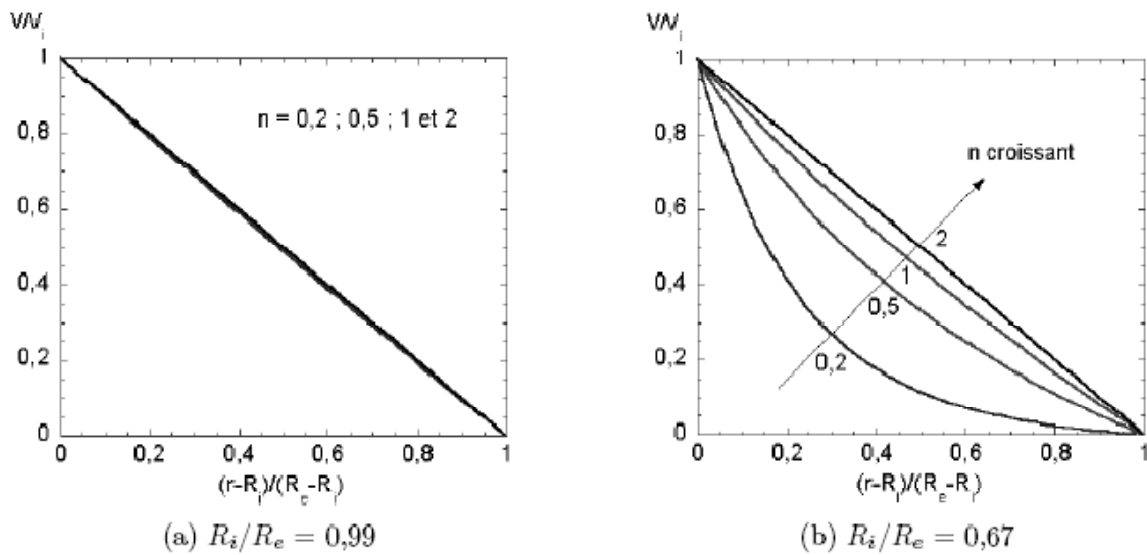


Figure 3-15 Profils théoriques de vitesse adimensionnés(V/V_i) en fonction de $(r - R_i)/(R_e - R_i)$ dans l'entrefers d'un rhéomètre à géométrie de Couette pour différents valeurs de n . [10]

3.5.2 Géométrie cône-plan

La géométrie cône-plan est composée d'un plan fixe et d'un cône de symétrie cylindrique tronqué à sa base (pour éviter en pratique les frottements du cône sur le plan fixe, car le sommet fictif du cône est en contact avec ce plan). Le plan fixe est dans la pratique un disque coaxial avec le cône. Le fluide étudié est compris entre le cône et le plan

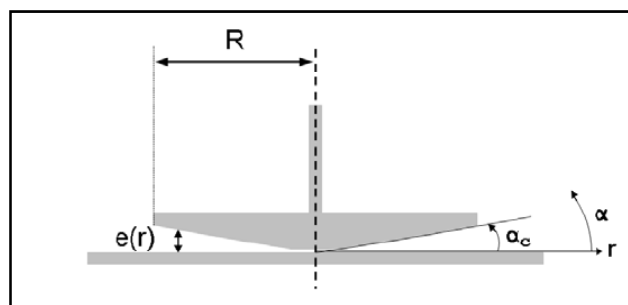


Figure 3-16 : Géométrie cône-plan (coupe de profil).

La contrainte $\sigma(\alpha_c)$ sur le cône s'écrit [Macosko, 1994] :

$$\sigma(\alpha_c) = \frac{3C}{2\pi R^3 \cos^2 \alpha_c} \quad [\text{Équation 3-21}]$$

α_c : étant l'angle entre le cône et le plan horizontal. σ est constante pour un angle α_c donné, et donc en particulier sur la surface du cône (située à l'angle α_c). La variation de la contrainte dans l'entrefer vaut :

$$\frac{\Delta\sigma}{\sigma} = \frac{\sigma(\alpha_c) - \sigma(\alpha = 0)}{\sigma(\alpha = 0)} = \frac{1}{\cos \alpha_c} - 1$$

La variation de la contrainte σ dans l'entrefer varie donc peu pourvu que α soit petit. Pour $\alpha = 4^\circ$ (valeur usuelle pour une géométrie cône-plan d'un rhéomètre commercial), on a $\Delta\sigma/\sigma \cong 0,25\%$. La contrainte σ est donc quasiment constante dans le fluide placé dans l'entrefer, pour α petit. Dans ce cas, la contrainte σ se réécrit :

$$\sigma = \frac{3C}{2\pi R^3} \quad \text{[Équation 3-22]}$$

Par ailleurs, comme l'entrefer e et la vitesse tangentielle v_θ augmentent tous deux avec la distance r à l'axe, le taux de cisaillement est constant pour tout r . En effet, on a :

$$\dot{\gamma}(r) = \frac{\Omega r}{e(r)} = \frac{\Omega r}{r \tan \alpha_c} = \frac{\Omega}{\tan \alpha_c}$$

$\dot{\gamma}$ ne dépend donc en fait pas de r . En pratique, α_c est très petit (inférieur ou égal à 4°),

et donc $\dot{\gamma}(r) = \frac{\Omega}{\alpha_c}$ [Équation 3-23].

La géométrie cône-plan avec un angle α_c petit est donc une géométrie pour laquelle la contrainte est quasi-constante dans l'entrefer. On peut donc s'attendre à des profils de vitesse quasi-linéaires. De plus, le taux de cisaillement global (ici entre le cône et le plan) étant constant radialement, les profils de vitesse ont la même pente pour tout r .

On se rapproche ainsi des conditions idéales du plan infini. Près de la troncature toutefois, l'écoulement ne suit pas les équations établies précédemment. Il faut aussi apporter le plus grand soin à l'alignement horizontal du cône et du plan afin d'avoir un α effectivement constant autour de l'axe de rotation, et faire attention aux effets de bords (sur la surface libre en contact avec l'air). En effet, sur cette surface libre et en particulier pour les fluides non-newtoniens, une grande quantité de matière peut engendrer des contraintes supplémentaires dans le fluide, et au contraire un manque de matière (qui cause un « creusement », c'est-à-dire une zone incurvée vers l'échantillon) fait artificiellement baisser la viscosité mesurée.

Dans la pratique, pour des pâtes granulaires, la troncature du cône pose un autre problème car la distance entre le cône tronqué et le plan fixe est inférieure à la taille des billes. Ainsi le cône-plan à notre disposition a un rayon de $R = 20$ mm, un angle α de 4° et une troncature de $0,2$ mm, alors que la taille de nos billes est de $0,29$ mm de diamètre en moyenne. Il peut donc y avoir blocage de la géométrie lors de l'écoulement si une particule vient se coincer entre le

plan et le cône, dans la troncature. C'est pourquoi on lui préférera, dans le cas de particules de taille plus grande que la troncature, l'usage de la géométrie plan-plan. Durant le travail de thèse, le cône-plan a été utilisé pour les mesures de viscosité du fluide interstitiel des pâtes ou des huiles de silicone de calibration.

Notons qu'il est également possible de mesurer la contrainte normale avec une telle géométrie. Le rhéomètre dispose en effet d'un capteur permettant de mesurer les variations verticales de la contrainte exercée sur le cône. En Couette cylindrique, les contraintes normales à l'écoulement sont dans la direction radiale du cylindre et non pas verticale, et ne peuvent donc pas être mesurées. Pour un cône-plan, la relation reliant la contrainte normale N_1 et la force verticale F_z est [Macosko, 1994] :

$$N_1 = \frac{2F_z}{\pi R^2}$$

Il faut toutefois corriger la valeur de F_z en tenant compte des forces d'inertie, qui tendent à rapprocher les deux plaques entre elles. Le terme correctif pour F_z dû aux forces d'inertie. [Macosko, 1994] :

$$(F_z)_{inertie} = -0.075\pi\rho \Omega^2 R^4 \quad [\text{Équation 3-24}]$$

D'ou

$$(N_1)_{corrigé} = \frac{2F_z}{\pi R^2} - 0.15075\rho \Omega^2 R^4 \quad [\text{Équation 3-25}]$$

L'inertie génère également des écoulements secondaires, dont on peut tenir compte. Néanmoins, la plupart du temps, la correction due aux forces d'inertie suffit.

3.5.3 Géométrie plan-plan

La géométrie plan-plan est constituée de deux plaques horizontales espacées par un entrefer donné (réglable par l'utilisateur). En pratique, les plaques sont des disques coaxiaux.

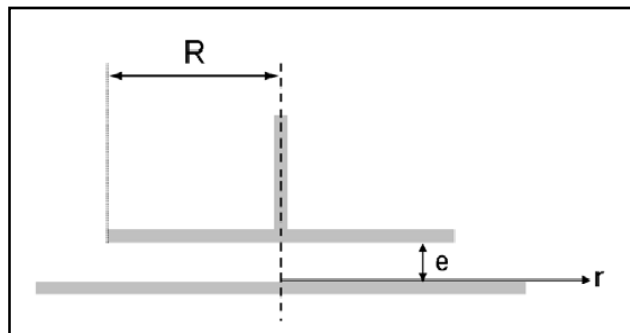


Figure 3-17 Géométrie plan -plan (coupe de profil)[10].

Cette géométrie est privilégiée pour des pâtes granulaires car l'entrefer, constant, est ajustable. On peut donc choisir un entrefer supérieur à la taille d'une particule, ce qui évite qu'une particule ne se coince entre les deux plaques.

Le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ (et la contrainte σ) dépend de la distance r à l'axe de rotation, et c'est l'inconvénient par rapport au cône-plan. L'entrefer e , lui, ne dépend pas de r . On a, avec Ω la vitesse de rotation :

$$\dot{\gamma}(r) = \frac{\Omega r}{e} \text{ et } \dot{\gamma}(r=R) = \frac{\Omega R}{e} \quad [\text{Équation 3-26}]$$

$\dot{\gamma}$ varie de zéro lorsque $r = 0$ à $R\Omega/e$ à $r = R$, $\dot{\gamma}(r=R)$ peut être aisément varié en modifiant l'entrefer e . La contrainte σ est constante verticalement dans le fluide, mais varie en fonction de r . En $r = R$, elle s'écrit pour un fluide newtonien [Macosko, 1994] :

$$\sigma(r=R) = \frac{2C}{\pi R^3} \quad [\text{Équation 3-27}]$$

3.5.4 Géométrie double-gap

La géométrie double-gap, utilisée durant le travail de thèse pour caractériser entre autres les fluides interstitiels des pâtes ou les huiles de références, est constituée d'un cylindre creux tournant et de deux entrefers (« gap » en anglais) à l'intérieur et à l'extérieur de ce cylindre tournant. Le récipient est torique. Sur la Figure 3-21 est représentée une géométrie double-gap (en coupe de profil).

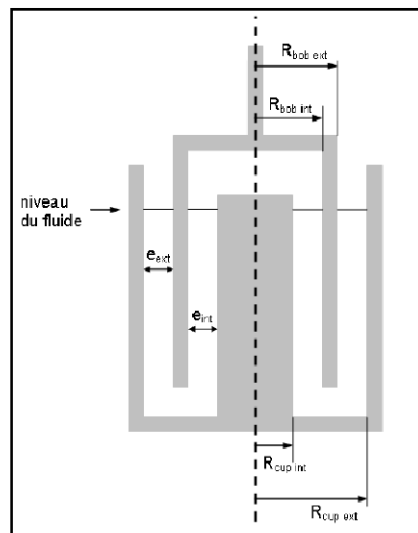


Figure 3-18 Géométrie double-gap (coupe de profil)[10].

L'intérêt de cette géométrie est de pouvoir doubler la surface de contact entre les cylindres et le fluide, ce qui permet de mesurer plus facilement des fluides de basse viscosité.

Expérimentation sur coulis modèles

4.1 Introduction

Il est difficile de faire des expérimentations sur la rhéologie des bétons frais de faite de l'absence de rhéomètres pour béton.

Pour cela nous avons opté par la mesure des paramètres rhéologiques des coulis de ciment en utilisant le viscosimètre rhéomètre à vitesse de déformation imposé HAAKE VT550 de LMMC (Laboratoire des matériaux minéraux et composites) de Boumerdes.

4.2 Protocole expérimentale

4.2.1 Préparation des échantillons

La viscosité des solutions a été mesurée par un viscosimètre cylindres coaxiaux (Haake, VT 550). La mesure a été effectuée à diverses vitesses de cisaillement avec le module SV DIN.

Les coulis ont été préparés en utilisant :

- Un ciment :CPJ CEM 42.5 ACC M'sila
- Un superplastifiant : Medaflow 40HR de Granitex (extrait sec=42%, voire annexes)

9(neuf) échantillons de coulis ont été préparés.

Différents rapports E/C : 0.35, 0.45, 0.55.

Différent dosage en superplastifiant 0%,1% ,2%.

Le tableau ci-dessous décrit les différents dosages utilisés :

	Echantillon1	Echantillon2	Echantillon3	Echantillon4	Echantillon5	Echantillon6	Echantillon7	Echantillon8	Echantillon9
E/C(%)	0,35	0,35	0,35	0,45	0,45	0,45	0,55	0,55	0,55
Eau(ml)	20	20	20	20	20	20	20	20	20
Ciment(g)	57,1	57,1	57,1	44,4	44,4	44,4	36,4	36,4	36,4
%Adjuvant	0,0%	1,0%	2,0%	0,0%	1,0%	2,0%	0,0%	1,0%	2,0%
Adjuvant(g)	0,00	0,57	1,14	0,00	0,44	0,89	0,00	0,36	0,73

Tableau 4-1 : Dosages utilisés pour les différents coulis.

- La gamme de gradients de vitesse utilisés est de: 0 à 300 s⁻¹ pendant 300s.
- La température régulés et fixée à 20°C par un régulateur de température.

4.2.2Description de l'appareillage

Le laboratoire est équipé de matériel suivant :

- Balance de précision 100000 points de mesure (0.01g à 100g) avec possibilité de tarage.
- Burettes graduées 200 ml.
- Pipette 20ml.
- Plats pour malaxage.
- Source de l'eau douce.
- Etc.



Figure 4-1 Préparations et pesage des coulis (laboratoire LLMC).

La préparation des coulis pour chaque échantillon ont été fait comme suit :

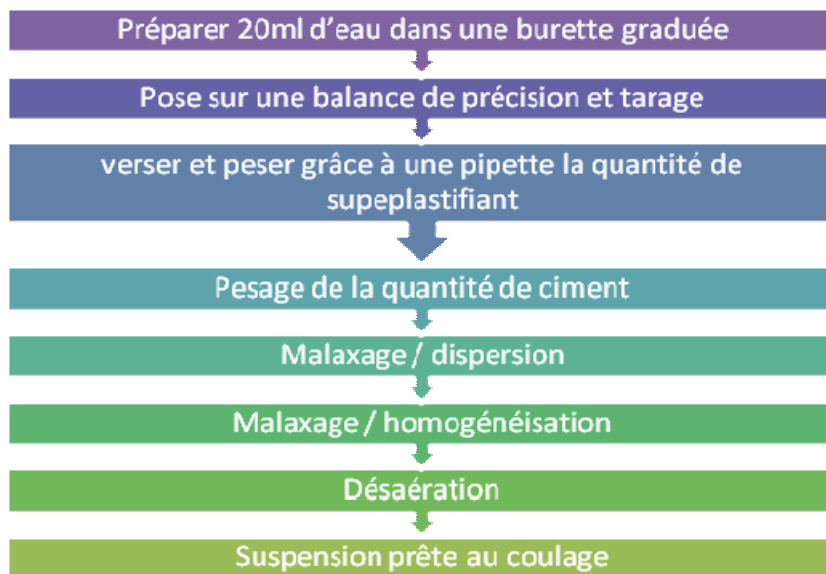


Figure 4-2 Organigramme de la préparation de coulis.

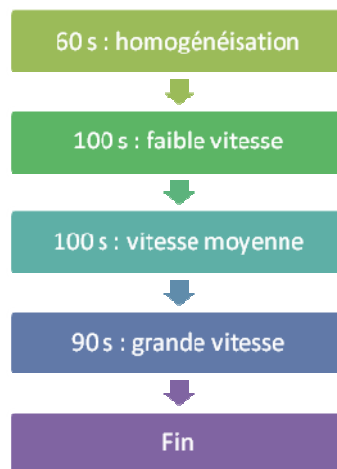


Figure 4-3 Protocole opératoire du changement de vitesse.

4.2.3 Choix de la géométrie

L'appareil possède plusieurs Dispositifs de mesure:

- Type NV pour échantillons de faible viscosité
- Type MV pour échantillons de viscosité moyenne
- Type SV pour échantillons de viscosité élevée
- Type DIN 53019 MV/SV-DIN/HV2-DIN/HV1-DIN : dispositif de mesure normalisé pour la mesure des viscosités des dispersions
- Type MV-E/SV-E à usage unique DIN E 53019 : s'utilisent chaque fois que le nettoyage des godets s'avère long
- Type Plan-cône angles : 0,5/1,0/2,0°
- Type plongeant : T/MV DIN - T/SV DIN

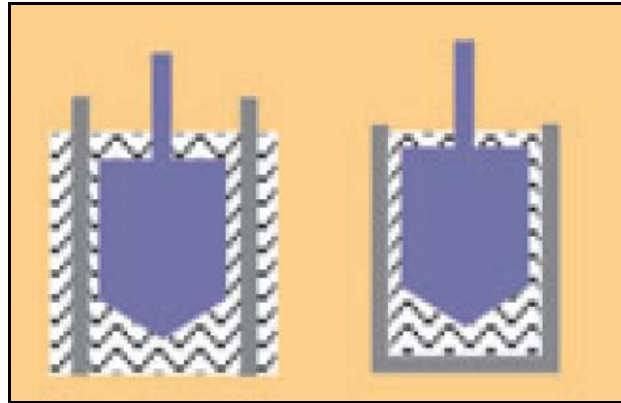


Figure 4-4 Geometrie SV DIN(Documents Thermo Fisher).



Figure 4-5 Géométrie SV DIN utilisé (Laboratoire LLMC).

4.2.4 Mode opératoire

Les mesures rhéologiques ont été réalisées à l'aide d'un rhéomètre à cylindres rotatifs en régime permanent (HAAKE - Viscotester VT550 avec le dispositif de mesure SV DIN). Il est raccordé à un cryostat piloté par un ordinateur, qui maintient la température de l'échantillon à la

température de l'expérience 20°C. L'acquisition des données par ordinateur génère des courbes d'écoulement / viscosité. Elles permettent de lire la valeur de viscosité pour une contrainte de cisaillement donnée.

Le principe consiste à cisailier le fluide entre une surface au repos et une surface mobile. Le fluide à analyser est placé entre deux cylindres de révolution coaxiaux. Les mouvements laminaires de cisaillement sont obtenus en communiquant à l'un des cylindres (cylindre intérieur) un mouvement de rotation uniforme de vitesse angulaire, l'autre cylindre restant immobile (Figure 4.3).

Ce viscosimètre travaille à gradient de vitesse imposé. On mesure l'intensité de la contrainte de cisaillement en fonction du gradient de vitesse. Les courbes obtenues sont traitées selon le modèle de Herschel-Bulkley. La courbe de viscosité dynamique est déduite à partir de la dérivée de la courbe.

4.3 Résultats

4.3.1 Courbes de saturation (Contrainte de cisaillement)

On classe les résultats obtenus en 2 catégories :

- Par dosage de superplastifiant
- Par rapport E/C.

Les graphes suivants montrent les courbes d'écoulement obtenues pour chaque échantillon :

- Par dosage de superplastifiant

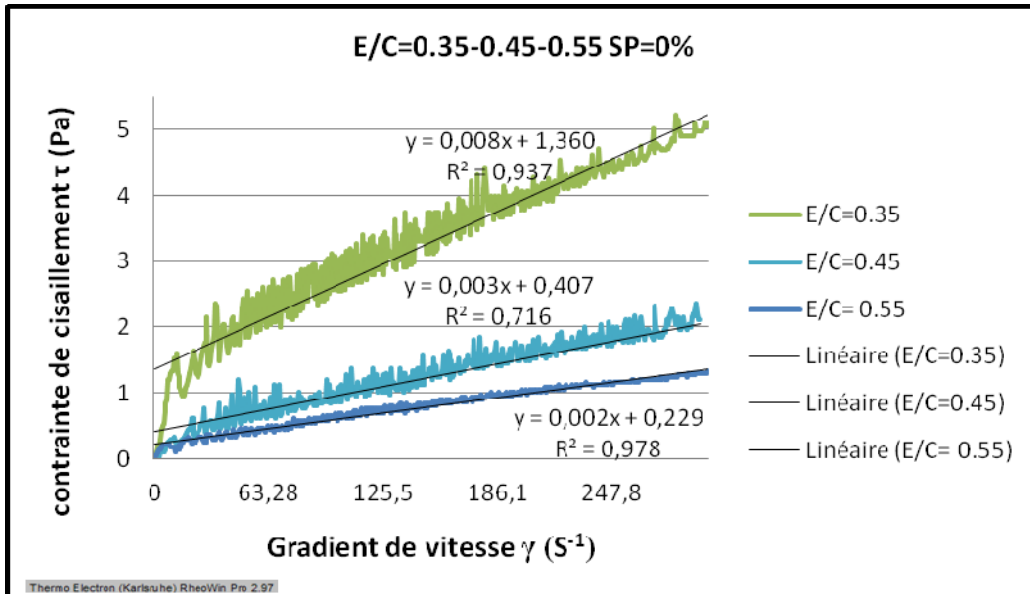


Figure 4-6 Echantillons témoins SP=0%.

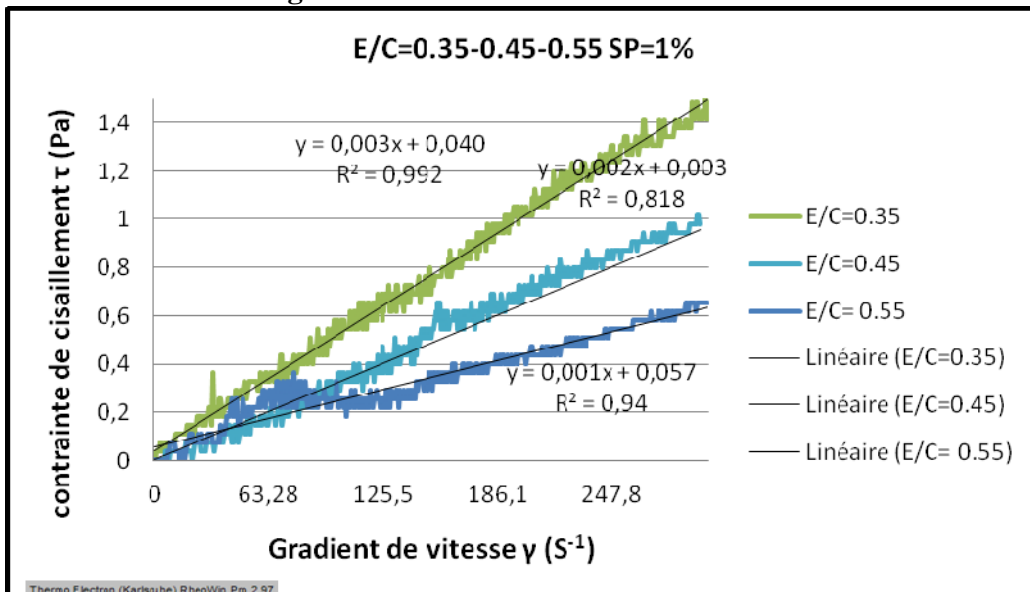


Figure 4-7 Echantillons avec SP=1%.

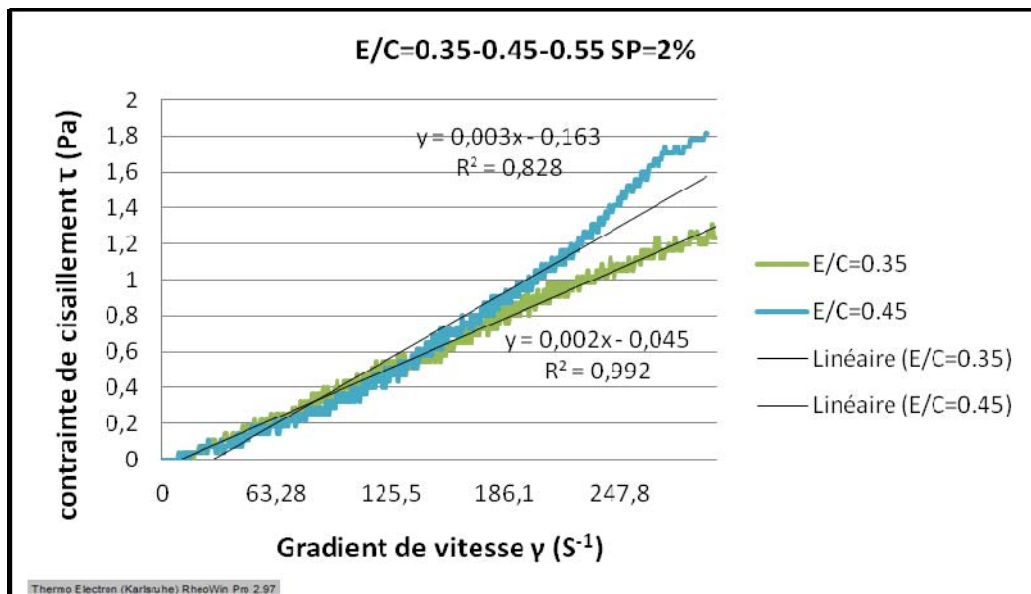


Figure 4-8 Echantillons avec SP=2%.

Observations

Avec E/C=0.35 l'ajout de 1% de super plastifiant permet d'augmenter l'ouvrabilité par environ 300% fois (voire la pente de la courbe). Il n'ya pas un grand gain en ouvrabilité entre un dosage de 1% et un autre de 2%

En E/C=0.45 l'ajout de 1% de super plastifiant permet d'augmenter l'ouvrabilité de 130 % (voire la pente de la courbe).

Il n'ya pas un grand gain en ouvrabilité entre un dosage de 1% et 2%

Avec E/C=0.55 l'ajout de 1% de super plastifiant permet d'augmenter l'ouvrabilité de 100% (voire la pente de la courbe. même constatation que pour les autres E/C.

De même :

Pour un rapport E/C=0.35 la contrainte d'écoulement limite τ_0 à bien chuter de $\tau_0=1.36$ Pa (SP=0%) à $\tau_0=0.08$ Pa (SP=1%) et à $\tau_0=0.04$ Pa (SP=2%)

Pour un rapport E/C=0.45 la contrainte d'écoulement limite τ_0 à bien chuter de $\tau_0=0.527$ Pa (SP=0%) à $\tau_0=0.03$ Pa

Pour un rapport E/C=0.55 la contrainte d'écoulement limite τ_0 a bien chuter de $\tau_0=0.229$ Pa à $\tau_0=0.078$ Pa

Discussions

On peut citer les points suivants qui sont les plus attractifs :

- Plus le rapport E/C est faible plus le gain en ouvrabilité est grand pour un même dosage en superplastifiant.
- Il ya une limite de dosage à partir de laquelle l'efficacité de superplastifiant diminue voir à être nul il s'agit de **dosage de saturation** (pour notre Polycarboxylates-Ester le dosage de saturation =0.8%).
- La contrainte d'écoulement limite τ_0 est bien affectée pour tous les E/C, et elle est bien observée pour les E/C faibles.

Ces courbes permettent de bien remarquer les différences de gain entre les différents dosages en supeplastifiant.

- Par rapport E/C(Courbes de saturation) :

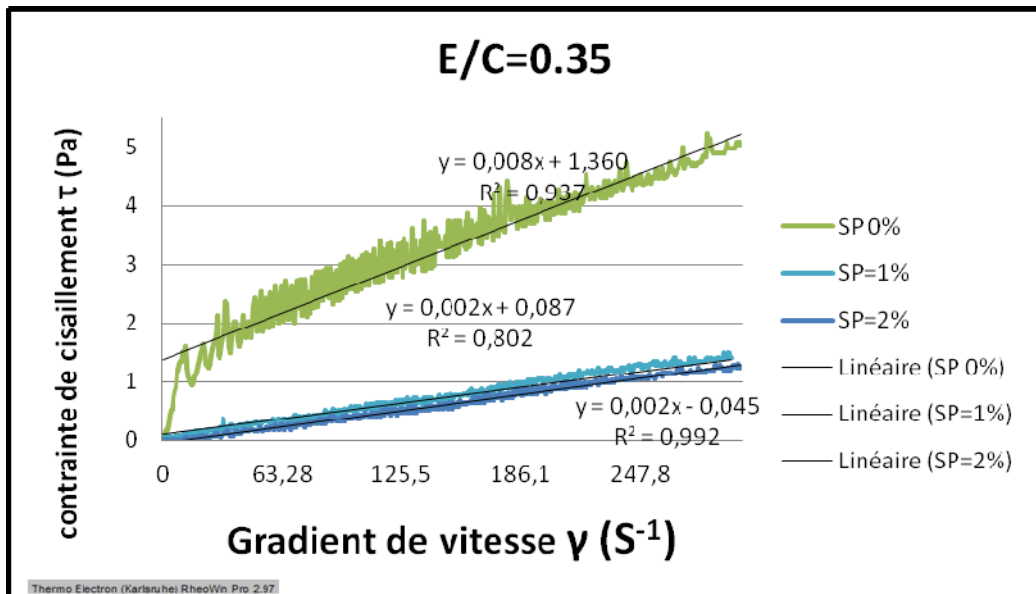


Figure 4-9 Courbes de saturation avec E/C=0.35%

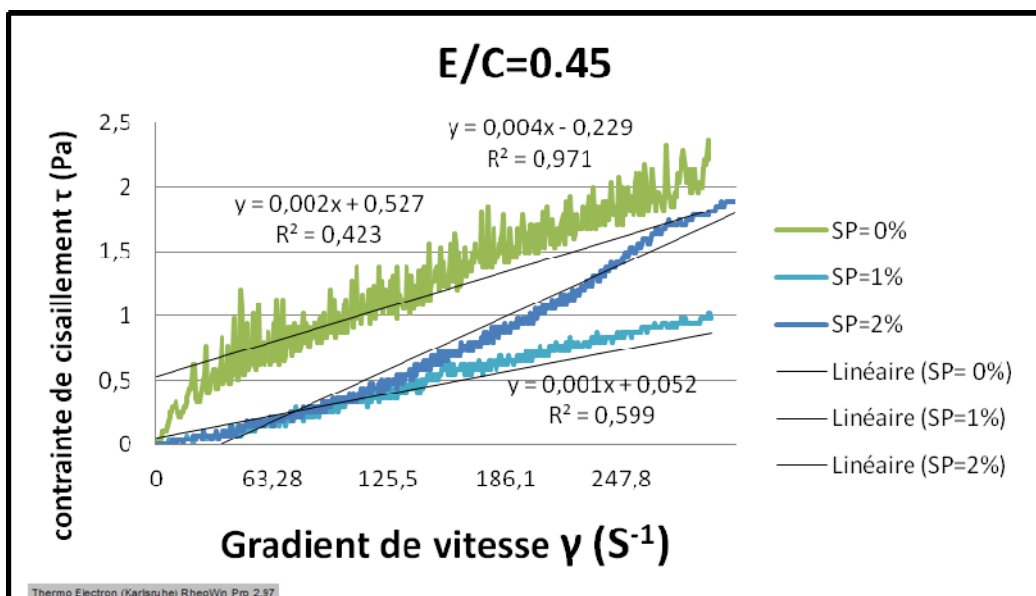


Figure 4-10 Courbes de saturation avec E/C=0.45%

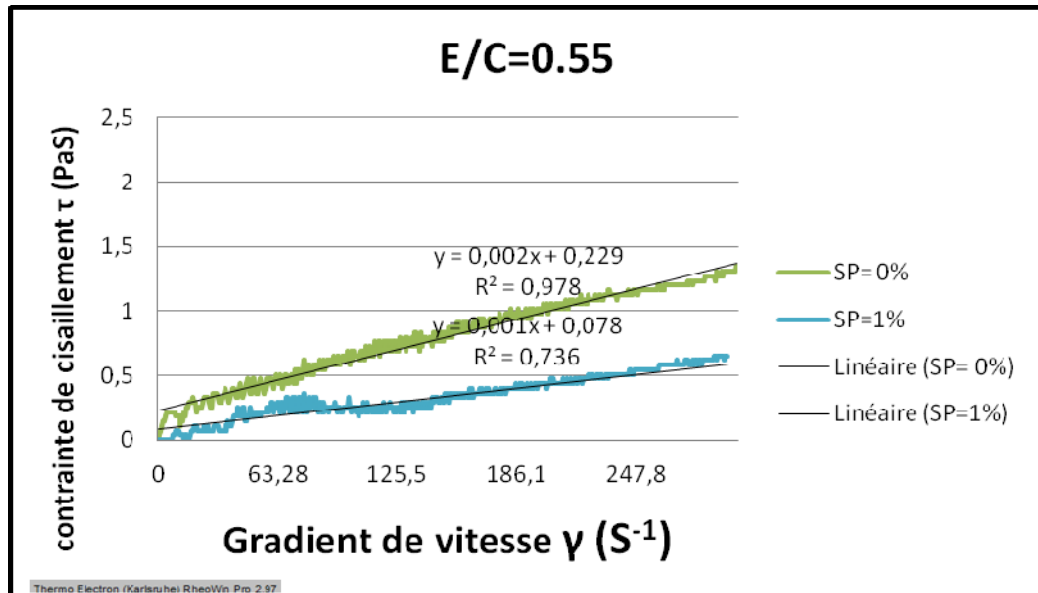


Figure 4-11 Courbes de saturation avec E/C=0.55%.

Ces courbes permettent de bien remarquer les différences de gain entre les différents dosages en supeplastifiant.

4.3.2 Courbes de viscosité

Le viscosimètre rhéomètre HAAKE VT550 permet d'obtenir des courbes de changement de viscosité en fonction du gradient de vitesse $\dot{\gamma}$. Les courbes des figures 6.9 à 6.12 illustrent pour chaque valeur E/C et dosage en superplastifiant la variation de la viscosité.

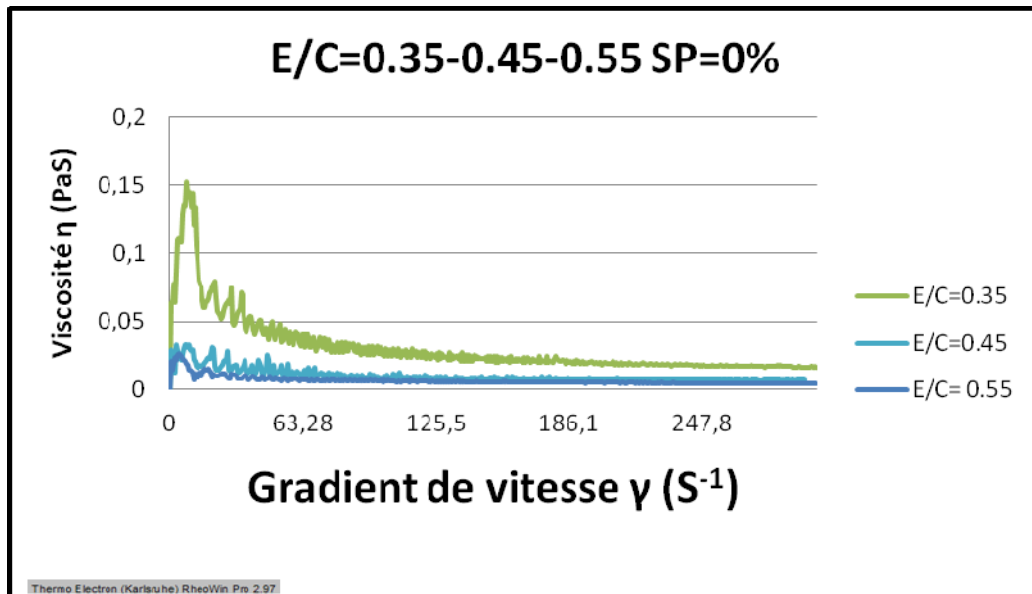


Figure 4-12 Viscosités avec des échantillons témoins ($Sp=0\%$).

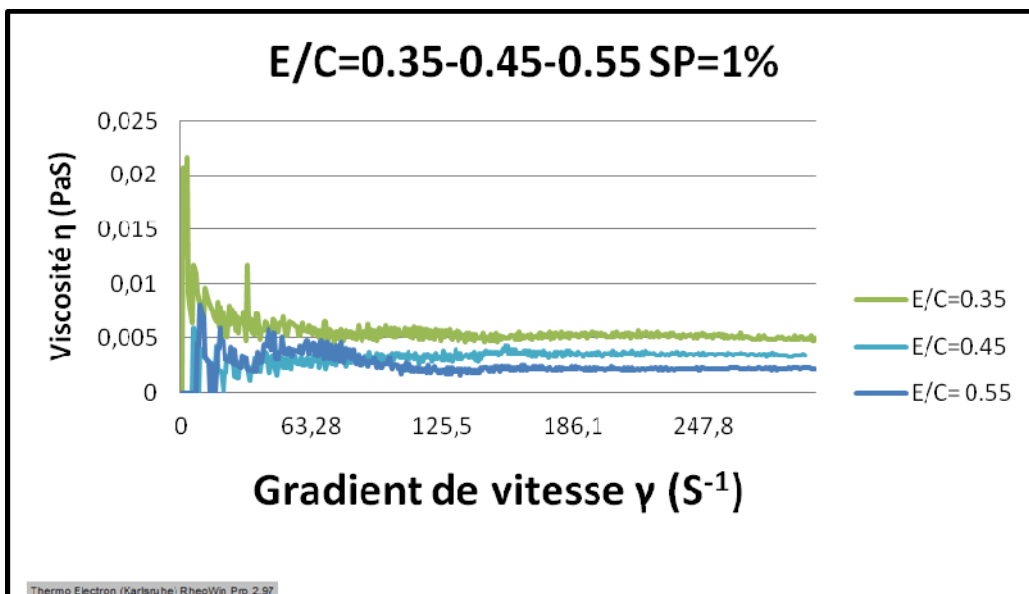


Figure 4-13 Viscosités avec des échantillons en $Sp=1\%$.

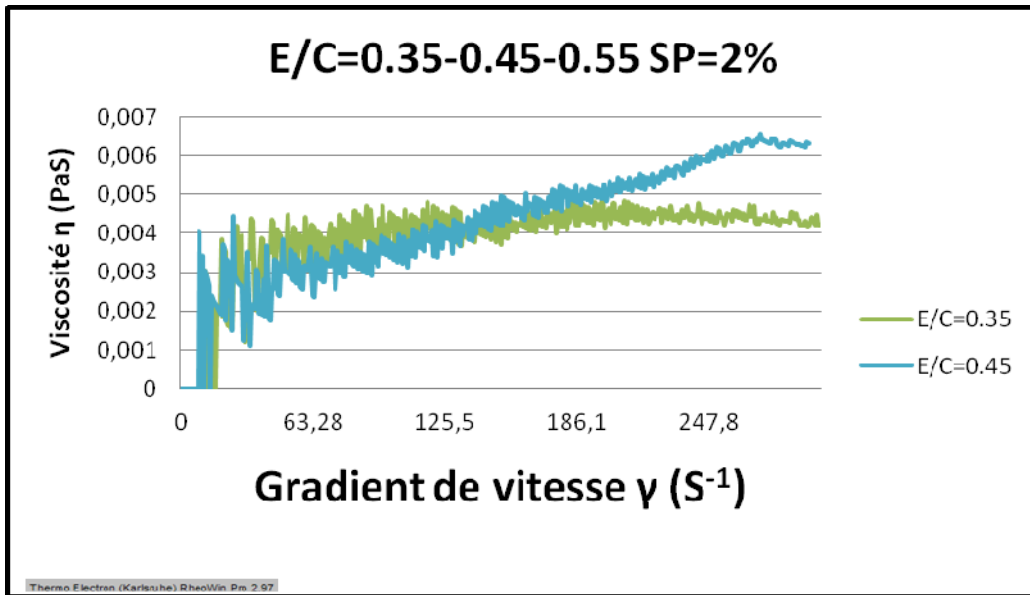


Figure 4-14 Viscosités avec des échantillons en Sp=2%.

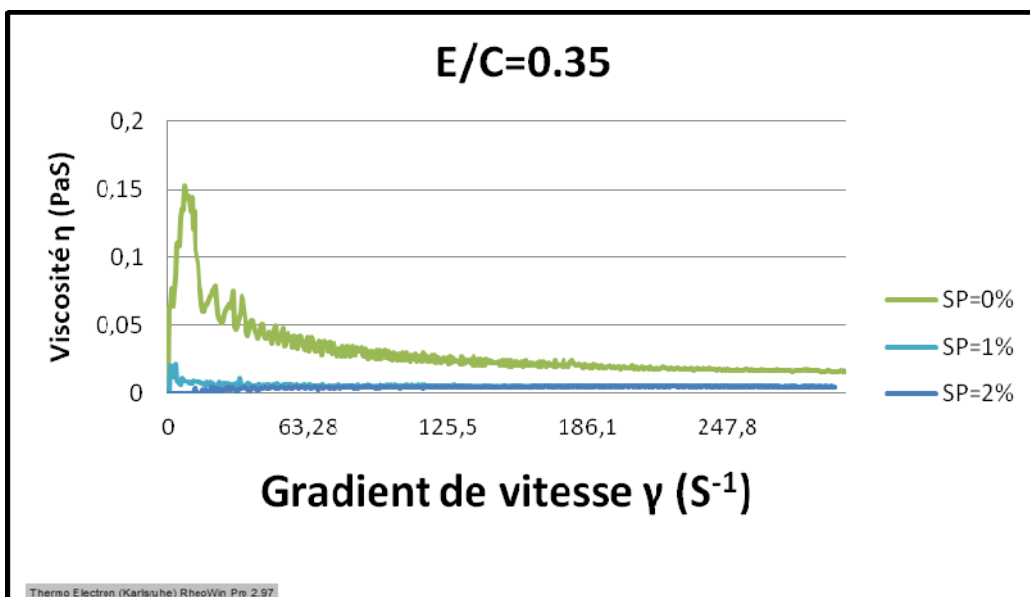


Figure 4-15 Variation de la viscosité avec des échantillons de E/C=0.35.

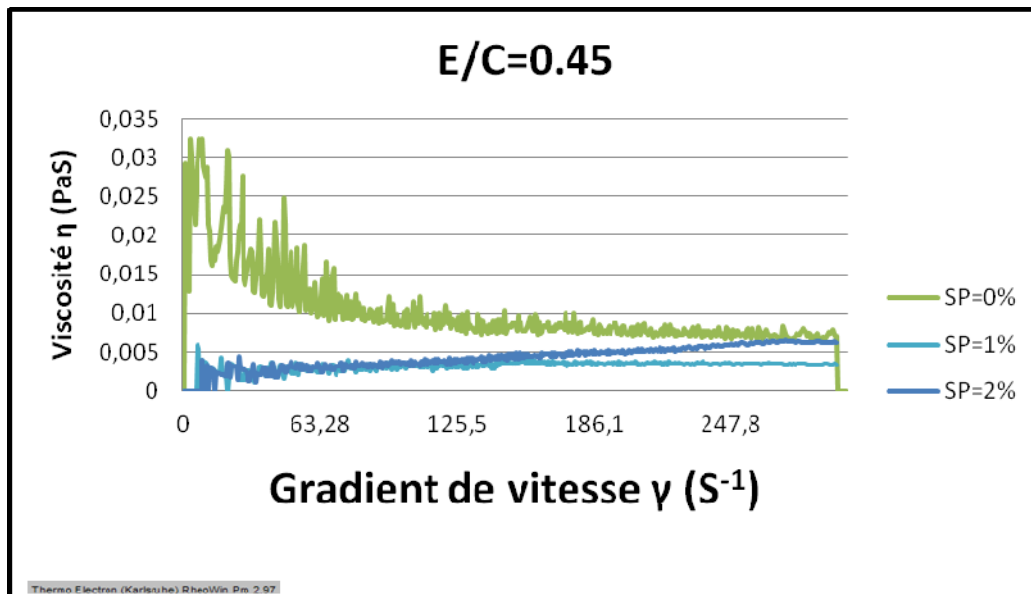


Figure 4-16 Variation de la viscosité avec des échantillons de E/C=0.45.

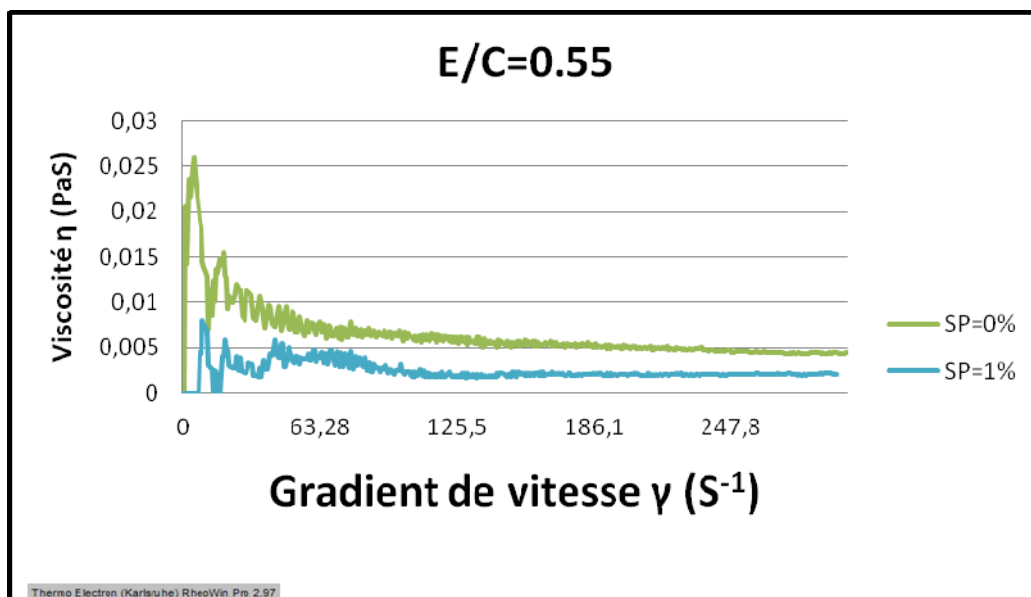


Figure 4-17 Variation de la viscosité avec des échantillons de E/C=0.55.

	Dosage en superplastifiant %								
	0 (temoin)			1			2		
E/C	0.35	0.45	0.55	0.35	0.45	0.55	0.35	0.45	0.55
R ²	0.937	0.716	0.978	0.992	0.818	0.94	0.828	0.992	/
τ_0 (Pa)	1.36	0.407	0.229	0.04	0.003	0,057	/	/	/
η (Pa.s)	0.008	0.003	0.002	0.003	0.002	0.001	0.003	0.002	/

Tableau 4-2 récapitulatif des différents paramètres de Bingham .

4.4 Observations

Un échantillon témoin (sans superplastifiant) est un fluide rhéofluidifiant avec un maximum de viscosité observé

Pour E/C=0.35 l'ajout de 1% de super plastifiant permet de diminuer la viscosité d'environ 10 fois (voire la courbe de la figure 18).

Avec E/C=0.45 l'ajout de 1% de super plastifiant permet de diminuer la viscosité de 6fois (voire la courbe de la figure 18) mais la diminution est relativement faible pour les gradients de vitesse élevés.

Il n'ya pas un grand gain en viscosité entre un dosage de 1% et 2%.

Pour E/C=0.55 l'ajout de 1% de super plastifiant permet de diminuer la viscosité de 2fois .

4.5 Discussions

On remarque bien de même que la variation de contrainte d'écoulement limite, la viscosité est des coulis est très affecté par l'ajout de faibles quantités de superplastifiant de type Polycarboxylates ester.

Et que ce changement est plus palpable pour les valeurs de E/C faible ou un gain en viscosité peut atteindre 10 fois tandis qu'en valeurs E/C de fort valeurs les effets sont moins intéressants.

Conclusions et perspectives

Le problème de la rhéologie des bétons et mortiers à l'état frais adjuvantés en superplastifiants est un problème très connu pour sa complexité dans le domaine des matériaux de construction. Le nombre d'articles et de rapports qui ne cesse de croître le montre clairement.

Les travaux présentés dans ce mémoire constituent une contribution à la validation de changement de la rhéologie de la pâte fraîche.

Les propriétés rhéologiques de ces différentes suspensions ont été identifiées à l'aide d'un viscosimètre-rhéomètre à cylindres coaxiaux mis à notre disposition par le LMMC à la faculté des sciences de l'ingénieur de l'université de Boumerdes.

Les essais sont réalisés en gradient de vitesse imposé. Le rapport E/C, le dosage en superplastifiant, constituent les différents paramètres de composition variables pour les essais effectués.

Dans ce travail, nous avons vu les allures des courbes d'écoulement pour différents rapports E/C et différentes concentrations de superplastifiant Polycarboxylates-Ester.

1. Les mesures sur suspension de ciment permettent d'apprécier l'effet dispersant de superplastifiant.
2. Les courbes d'écoulement montrent une concentration de saturation inférieure à 1% ce qui montre l'efficacité de cette dernière génération des superplastifiants à base de Polycarboxylates-Ester.
3. Les effets fluidifiants entre E/C de 0.45 et 0.55 quasi similaires, nous mène à affirmer que les effets fluidifiants des Polycarboxylates-Ester diminuent quand E/C augmente.
4. Les coulis de ciment correspondent à des fluides à seuil. Cette propriété est due au potentiel physico-chimique de ces particules nanométriques. Leur viscosité est décrite par la loi d'Einstein dans le cas des milieux dilués.
5. Dans les cas des pâtes de ciment et des mortiers, les écoulements rhéologiques sont bien décrits par le modèle de Bingham. Le seuil de cisaillement est modélisé par le modèle de

Conclusions et perspectives

Le grand $\tau = ae^{b(\Phi-0.5)}$, et que l'effet des Polycarboxylates-Ester est de faire changer les paramètres a et b.

6. La validation de ce modèle à l'échelle béton présente un grand intérêt pour l'identification de la viscosité des bétons pompés (à grande vitesse de déformation) ou des bétons autoplaçants (à faible gradient de vitesse).

7. Les Polycarboxylates-Ester sont plus chers (environ deux fois) que les lignosulfonates ce qui ne les rend pas économiques pour la confection des bétons de masse ou d'usage courants.

8. Les propriétés très fluidifiantes des Polycarboxylates-Ester les rend de grande utilité pour la confection des bétons à hautes performance BHP où le prix de revient ne se trouve pas vraiment altéré par le prix excessif des Polycarboxylates-Ester.

Du matériel fiable existe maintenant pour la caractérisation des matériaux granulaire et la comparaison des résultats évolue ; les auteurs utilisent différents types de technique de rhéométrie et il est évident qu'ils obtiennent des résultats en conflit de faite des effets de glissement aux parois, énergies de malaxage, historique de cisaillement...etc.

En se basant sur les connaissances acquises sur la compréhension de la rhéologie des matériaux cimentaires, les études futures s'axent sur les sujets suivants :

1. Avec le développement spectaculaire et considérable des technologies nouvelles ; de l'outil informatique dans les deux dernières décennies, des modèles numériques très élaborés ont été développés pour la simulation des écoulements. Ces derniers permettent d'analyser rigoureusement des problèmes 3-D avec tous leurs aspects.
2. La modélisation rhéologique dans des situations pratique permet d'avoir des avancées sur les technologies de pompage à longue distance des BAP, vibration des BHP, et meilleure efficacité des injections et estimation des pressions sur coffrages.
3. Le contrôle de la rhéologie en temps réel dans les centrales à béton permet de veiller à des produits de qualité selon des cahiers de charge très exigeants.
4. La rhéologie sera un outil de production pour des nouveaux matériaux ; elle demande des technologies de mise au point évoluées avec des nouvelles techniques de mesure.

5. Finalement, il est bien de signaler que l'étude des contraintes dans ce mémoire a été faite globalement, on suggère alors d'envisager des études des paramètres rhéologiques localement (Ex : Imagerie par Résonance Magnétique...etc).

Références bibliographiques

- [1]Aitcin P.C. « L'emploi des fluidifiants dans les bétons de hautes performances », Comptendu des travaux scientifiques du Projet nationale : « voies nouvelles sur le matériau béton »; sous la direction de Yves MALIER ENPC France.1999
- [2]Alexander Va. Maikin, «Rheology Fundamentals», ChemTec Publishing, 1994
- [3]Amziane S., Ferraris C. F, «Caractérisation de la prise des matériaux cimentaires».2005
- [4]ASSIÉ, Stéphan «Durabilité des bétons autoplaçants», thèse de doctorat INSA, France.2004
- [5]Bernhard Wunderlich, « Thermal Analysis of Polymeric Materials», Springer-Verlag 2005, the Netherlands.
- [6]Bethmont ,S «mécanismes de ségrégation dans les bétons autoplaçants (bap) » thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, France, Décembre, 2005
- [7]C.F. Ferraris «Measurement of the Rheological Properties of High Performance Concrete:State of the Art Report»,Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology,1999.
- [8]C.Ferraaris,F.Larrard,N.Martys,«Fresh Concrete Rheology: Recent developments»,Materials Science of Concrete VI,p215-241, 2001
- [9]Comité Européen de Normalisation, Norme européenne NE EN 197-1 Partie 1: « Composition, spécifications et critères de conformité des ciments courants »Paris, février 2001.
- [10]Coussot, P. and C. Ancey«Rheophysical classification of concentrated suspensions and granular pastes» Physical Review E, Volume 59, Number 4 April 1999.
- [11]Dreux G., Festa J., « Nouveau guide du béton et de ses constituants »,Eyrolles, Paris, 1998
- [12]Giorgio Montaudo, Robert Lattimer.. «Mass spectrometry of polymers » CRC Press LLC, 2002.
- [13]Howard A. Barnes «A Handbook of Elementary Rheology» Institute of Non-Newtonian Fluid Mechanics University of Wales, 2000.England
- [14]N.HUANG. «Rhéologie des pâtes granulaires» thèse de doctorat de l'université paris 6.
- [15]Ngoc-Dong LE«Amélioration de la régularité du béton en production» thèse de doctorat ENPC, France.2007

- [16]P.F.G. Banfill, «The rheology of fresh cement and concrete – a review»,11th International Cement Chemistry Congress, Durban, May 2003.
- [17]PERCHE,François « adsorption de polycarboxylates et de lignosulfonates sur poudre modèle et ciments », Thèse de Doctorat, EPFL, Lausanne, 2004.
- [18]Ramachandran, V. S, «concrete admixtures handbook Properties, Science, and Technology», Second Edition, Noves Publications, 1995, Canada.
- [19]Szwabowski, Janusz et Jacek Gol Caszewski, , «Influence of superplasticizers on rheological behaviour of fresh cement mortars», Cement and Concrete Research 34 (2004) 235–248.
- [20]Teraoka,Iwao «Polymer Solutions, an Introduction to Physical Properties». John Wiley & Sons, Inc.2002.
- [21]Tetska radeva,«Physical chemistry of electrolytes» surfactant sciences series volume 99, Compte-rendu des travaux scientifiques.edition Marcel Dekker USA ,2001.

Annexes

ALGERIAN CEMENT COMPANY



الشركة الجزائرية للأسمنت

CIMENT PORTLAND COMPOSE CPJ-CEM- II/A 42.5 NA442

Le ciment portland composé est produit en broyant le clinker qui se compose essentiellement de silicate de calcium avec le gypse comme ajout constitué de différentes formes de sulfate de calcium.

Le ciment portland composé est conforme à la norme NA 442, EN197-1 et à la norme AFNOR NFP 15-301/94 et il dépasse considérablement les exigences de résistance de ces normes.

Usages :

Le ciment portland composé est généralement utilisé lorsqu'il n'y a pas de besoins spéciaux, dans les ouvrages en béton qui ne sont pas exposés à des conditions sévères comme l'attaque des sulfates du sol ou de l'eau, ainsi que dans les ouvrages dans lesquels le béton n'est pas affecté par le taux de chaleur d'hydratation du ciment.

Les principales applications de ce ciment sont : le secteur de construction en béton armé pour les bâtiments résidentiels, administratifs, les hôtels, le secteur de travaux publics pour les ponts, les revêtements des routes, les structures ferroviaires, les réservoirs et les tuyaux en béton et aussi pour le secteur industriel.

Analyses et propriétés physiques :

Analyses chimiques :

Perte au feu %	4.00 - 6.00
Résidus insolubles %	3.50 - 5.00
Teneur en sulfates (SO ₃) %	1.80 - 2.30
Teneur en oxyde de magnésium (MgO) %	1.90 - 2.40
Teneur en chlorures %	0.01 - 0.03
Teneur équivalent en alcalis %	0.40 - 0.60

Composition hypothétique du clinker :

Silicates tricalciques, C ₃ S%	59.00 - 64.00
Silicates bicalciques, C ₂ S%	14.00 - 18.00
Aluminates tricalciques, C ₃ A%	6.00 - 8.50
Alumino ferrites tetracalciques, C ₄ AF%	10.00 - 12.00

ALGERIAN CEMENT COMPANY



الشركة الجزائرية للأسمنت

**CIMENT PORTLAND COMPOSE
CPJ-CEM- II/A 42.5 NA442**

Propriétés physiques :

Consistance normale de la pâte de ciment %	26.00 - 28.00
Finesse suivant la méthode de Blaine cm^2/gm	4000 - 4200
Retrait à 28 jours $\mu\text{m}/\text{m}$	< 1000
Stabilité mm	0.00 - 2.00

Temps de prise à 20° C :

Début de prise (min)	150 - 180
Fin de prise (heure : min)	3:30 - 4:30

Résistance à la compression :

EN196-1 / Mortier

2 jours (N/mm^2)	18.00 - 23.00
7 jours (N/mm^2)	32.00 - 38.00
28 jours (N/mm^2)	> 42.5

NOTICE TECHNIQUE

MEDAFLOW 40HR

Superplastifiant - Haut réducteur d'eau / Conforme à la norme EN 934-2

DESCRIPTION

Le **MEDAFLOW 40 HR** est un superplastifiant très haut réducteur d'eau de la nouvelle génération. Il est conçu à base de polycarboxylates d'éther combinés et son utilisation dans le béton permet l'obtention d'un rapport E/C très bas et un maintien d'ouvrabilité remarquable.

Le **MEDAFLOW 40 HR** permet d'obtenir des bétons et mortiers de très haute qualité.

Le **MEDAFLOW 40 HR** ne présente pas d'effet retardateur.

CARACTERISTIQUES

- Forme Liquide
- Couleur Ocre clair
- pH 5.5 - 6.5
- Densité $1,10 \pm 0,01$
- Teneur en chlore $< 1\text{g/L}$
- Extrait sec 42%

PROPRIETES ET EFFETS

Grâce à ses propriétés le **MEDAFLOW 40 HR** permet :

Sur béton frais :

- l'obtention d'un E/C très bas
- l'amélioration considérable de la fluidité
- une très bonne maniabilité
- un long maintien de l'ouvrabilité
- de faciliter la mise en œuvre du béton
- décoffrage rapide

Sur béton durci :

- d'augmenter les résistances mécaniques
- de diminuer la porosité
- d'augmenter la durabilité
- de diminuer le retrait

DOMAINES D'APPLICATION

- Bétons à hautes performances
- Bétons auto - plaçant
- Bétons auto - nivelant
- Bétons pompés
- Bétons précontraints
- Bétons architecturaux

DOSAGE

Plage de dosage recommandée :
0,5 à 2,0 % du poids de ciment.

Le dosage optimal doit être déterminé sur chantier en fonction du type de béton et des effets recherchés.

MODE D'EMPLOI

Le **MEDAFLOW 40 HR** est introduit dans l'eau de gâchage.

Il est recommandé d'ajouter l'adjuvant dans le béton après que 50 à 70% de l'eau de gâchage ait déjà été introduite.

Il est recommandé de réaliser des essais dans les conditions de chantier afin de déterminer le dosage fournissant les résultats recherchés.

Par temps chaud, le **MEDAFLOW 40 HR** peut être combiné à un retardateur de prise tel que **MEDARETARD GR**.

CONDITIONNEMENT ET STOCKAGE

Le **MEDAFLOW 40 HR** est conditionné en bidon de 11 kg et fût de 225 kg.

Délai de conservation :

12 mois dans son emballage d'origine, à l'abri du gel et de la chaleur ($5^{\circ}\text{C} < t < 35^{\circ}\text{C}$).

Les renseignements donnés dans cette notice sont basés sur notre connaissance et notre expérience à ce jour. Ils sont donnés à titre indicatif. Il appartient au client de s'assurer que le produit convient à l'utilisation envisagée.



Granitex

Zone industrielle Oued Smar – BP85 Oued Smar – 16270 Alger

Tél: 213 (0) 21 51 66 81 / 82 Fax: 213 (0) 21 51 64 22 / (0) 21 51 65 23

Site Web: www.granitex.dz - E-mail: granitex@granitex.dz

Thermo Scientific HAAKE Viscotester 550

Application

The Thermo Scientific HAAKE Viscotester 550 is specially designed for Quality Control applications. It is a rotational viscometer that measures precisely, quickly and simply the viscosity and flow behaviour of liquid and semisolid test materials. All results like viscosity, shear stress, shear rate, yield point and operating temperature are displayed in the digital LED display.

The HAAKE Viscotester 550 does not mind if a sample is thin like an oil, a paint or a ceramic slurry or as pasty as cremes, salves or a PVC plastisol. One unit covers the whole application range from very thin to very thick. Even more demanding tasks will be fulfilled.

For example, the automatic characterization of the flow behaviour of non-Newtonian fluids or the determination of the yield point using the CD-principle (= Controlled Deformation) can be done. Any one out of a set of 10 predefined routines will be executed with precision and repeatability. Also all predefined routines and the results obtained with them will be documented using a printer.

Specifications	
Speed Range (min ⁻¹)	0.5 - 800
Uncertainty	+/-0.1%
CD Mode (min ⁻¹)	0.0125
Torque Range (Ncm)	
up to 400 (min ⁻¹)	0.01 - 3
up to 800 (min ⁻¹)	0.01 - 2
Uncertainty	+/-0.5% FSD
Temp. Range (°C)	-50 - +250 depending on measuring system
Interface	RS232C
Autoswitch	230/115V
Power Supply	(50-60 Hz)

Measuring Principle

By its design, the HAAKE Viscotester 550 is a Searle viscometer. A rotational speed is preset and the flow resistance of the sample is measured or in other words the torque required to maintain the set speed is proportional to the viscosity. From the torque required, the set speed and the geometry factors of the applied sensor, all final information on the viscosity, shear stress and the shear rate is calculated. The results are displayed digitally and can be printed simultaneously.

For viscosity measurements a total of 60 different rotational speed steps are available. 50 out of these 60 are factory set, the remaining 10 are userprogrammable. The 60 steps cover a wide range reaching from 0.5 rpm to 800 rpm. The resulting torque is measured via a non-contact, low displacement sensor which enables the extended measuring range with perfect signal linearity over the whole range. The operating temperature can be measured by Pt100 probes located either in the sensor used or directly in the test material.

Sensors

The modular design of the HAAKE Viscotester 550 system allows the use of nearly any known sensor. So all applications will be covered.

For example:

- Coaxial Cylinder sensors according to DIN 53018 and ISO 3219. Exact temperature control can be provided by use of a circulator.
- Immersion sensors according to DIN 53019 and ISO 3219.
- Cone-and-plate sensors according to ISO 3219 and parallel plate sensors.
- Relative sensors according to ISO 2555.
- Special immersion sensors for highly filled samples or containing large particles, for the determination of the yield point.

All these sensors guarantee that your results will be absolutely comparable either with in your company or even worldwide with other laboratories.



Motor

A powerful and dynamic motor guarantees high torque and correct rpm values. In case of overload the test is terminated automatically. That means quality by design!

Sensors

Sensor geometries according to DIN, ISO and ASTM as well as customized geometries let your system grow as required. Also, cone-and-plate and parallel plate and coaxial cylinder sensors are available.

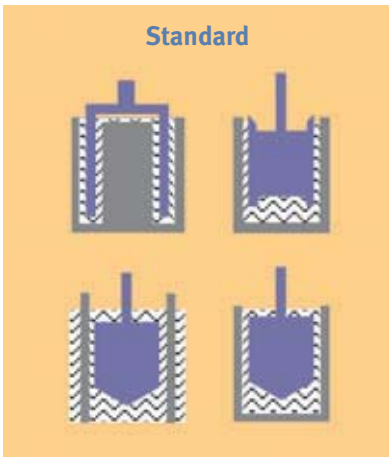
Keypad/Display

The LED-display with its excellent readability shows all the values entered via a dustsealed keypad. There are no double functions on the keypad. Operation is self-explanatory with separate cursor keys for the selection of the parameters.

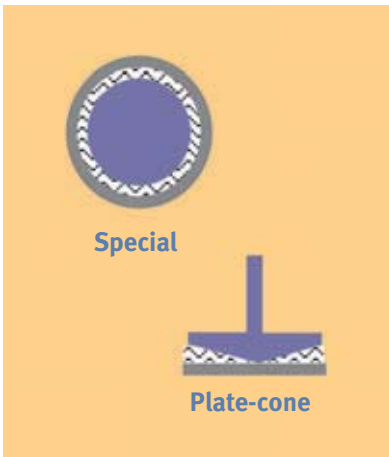
Routines

10 factory set program routines with one common protocol are available. They include yield points, flow curves and cure testing. If necessary they can be edited and modified by the user.

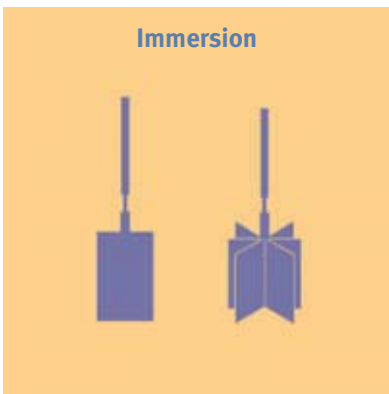
Measuring Sensors



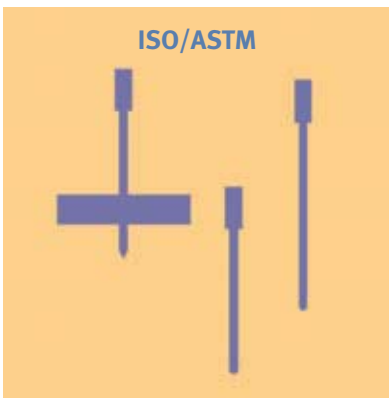
Sensor	NV	MV1	MV2	MV DIN	SV 1	SV 2	SV DIN
Cup	NV	MV	MV	MV/TMV	SV	SV	SV/TSV
Temperature Vessel	+	+	+	+/-	+	+	+/-
Application	Low viscosity	Medium viscosity liquids			High viscosity liquids		
Viscosity Range (mPas)	2-2000	3-10 000	8-30 000	8-18 000	50-10 ⁵	100-3 · 10 ⁵	50-10 ⁵
Recom. Viscosity Range (mPas)	5-300	10-7000	20-20000	15-10000	150-60000	300-2 · 10 ⁵	150-60000
Shear Rate (s ⁻¹)	27-27000	11.7-1170	4.5-450	6.5-645	4.5-445	4.5-445	6.5-645
Sample Volume (cm ³)	9	40	55	50	9	6	14
Gap (mm)	0.35	0.96	2.6	1.64	1.45	1.45	0.9
Radius, Length (mm)	20.1/60	20.04/60	18.4/60	19.36/58.08	10.1/61.4	10.1/19.6	10.65/31.95
Repeatability (+/-%)	1	1	1	1	1	1	1
Reproducibility (+/-%)	3	2	2	3	3	3	3



Sensor	PK 1,1°	PK 1,0.5°	PK 2,1°	PK 2,0.5°	MV 2P	SV 2P
Cup	-	-	-	-	MVP	SVP
Temperature Vessel	PK 100 D or PK 200			+	+	
Application	Small sample volume, high viscosity samples				Slippage	
Viscosity Range (mPas)	50-10 ⁵	20-50 000	100-3 · 10 ⁵	100-1.5 · 10 ⁵	8-30 000	100-3.5 · 10 ⁵
Recom. Viscosity Range (mPas)	100-70000	50-40000	200-2 · 10 ⁵	150-800000	20-20 000	350-2 · 10 ⁵
Shear Rate (s ⁻¹)	30-3000	60-6000	30-3000	60-6000	4.4-440	4-390
Sample Volume (cm ³)	0.1	0.1	<0.1	<0.1	55	6
Gap (mm)	0.0174 rad	0.0087 rad	0.0174 rad	0.0087 rad	2.6	1.45
Radius, Length (mm)	14/-	14/-	10/-	10/-	18.4/60	10.1/19.6
Repeatability (+/-%)	2	2	3	3	2	2
Reproducibility (+/-%)	4	4	6	6	4	5



Sensor	E 3	E 30	E 100	E 500	E 1000	FL 10	FL 100	FL 1000
Cup	Beaker and sample volume depend on application							
Adapter	Adapter is required (part-no 808-0579 or 222-1359)							
Application	Fast and simple relative measurements				Relative measurm. of disperse samples			
Temperature	-30 - 200°C				-30 - 200°C			
Viscosity (mPas)	3 · 10 ²	10 ² - 10 ⁵	10 ³ - 10 ⁶	5 · 10 ³ - 5 · 10 ⁶	10 ⁴ - 10 ⁷	10 ² - 10 ⁵	10 ³ - 10 ⁶	10 ⁴ - 10 ⁷
Radius, Length (mm)	25/116	12/50.5	8/34.5	5/9	3.5/17.7	20/60	11/16	5/8.8
Repeatability (+/-%)	3	3	3	5	5	3	5	5

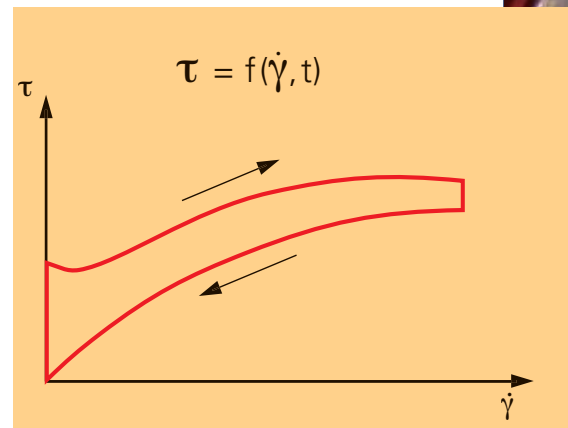
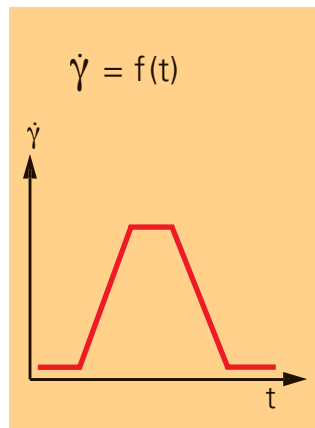


Sensor	B 1	B 2	B 3	B 4	B 5	B 6	B 7
Cup	Beaker and sample volume depend on application						
Adapter	ISO-Adapter is required, part-no 222-1204						
Application	Viscosity measurement according to ISO 2555, ASTM D 115-72, D789-73, D2196-68						
Temperature	-30 - 200°C						
Viscosity (mPas)	10 ² - 10 ⁵	500-5 · 10 ⁵	10 ³ -10 ⁶	2 · 10 ³ -2 · 10 ⁶	3 · 10 ³ -5 · 10 ⁶	8 · 10 ³ -10 ⁷	3 · 10 ⁴ -5 · 10 ⁷
Radius, Length (mm)	28.13/22.5	23.5/1.65	17.35/1.65	13.65/1.65	10.55/1.65	7.3/1.65	1.6/50.4
Repeatability (+/-%)	3	4	5	5	5	5	7

Results

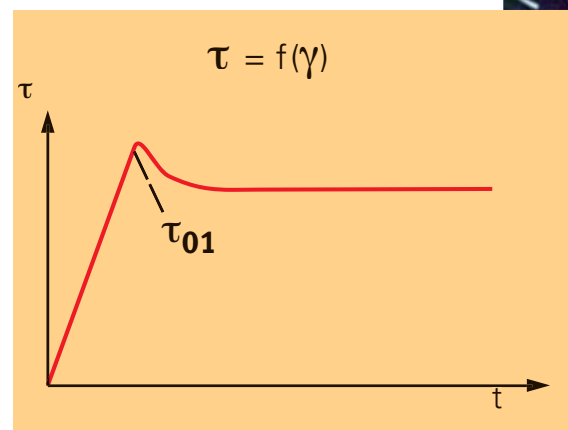
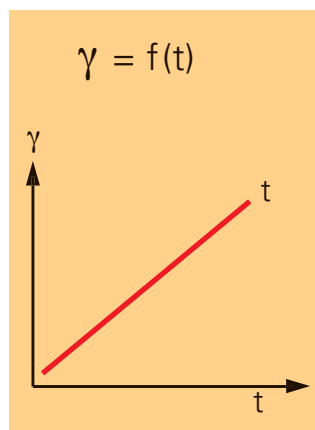
Flow Curve

A flow curve characterizes the flow behaviour of a sample. It also allows estimations of storage stability and processing conditions. Important special characteristics like pseudoplasticity, plasticity and thixotropy are automatically quantified by the HAAKE Viscotester 550 and can easily be taken from the protocol.



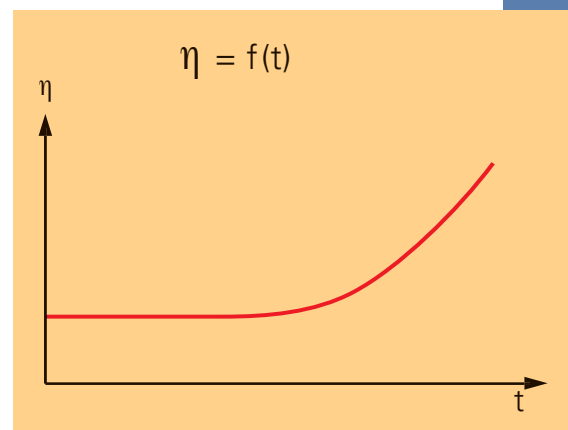
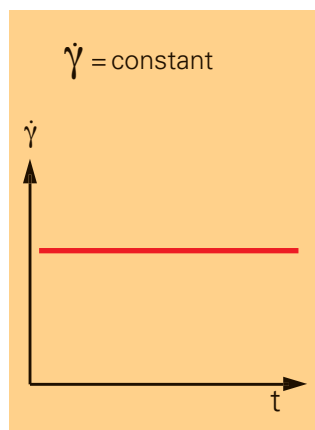
Yield Point

The yield stress is the force required to make a material flow. It controls the thickness of coating layers, ensures storage stability but inhibits free flow. By applying the CD-method (Controlled Deformation) the HAAKE Viscotester 550 characterizes the yield point with very high reproducibility.



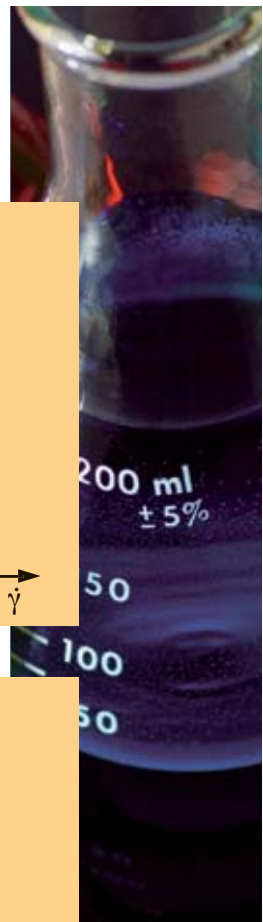
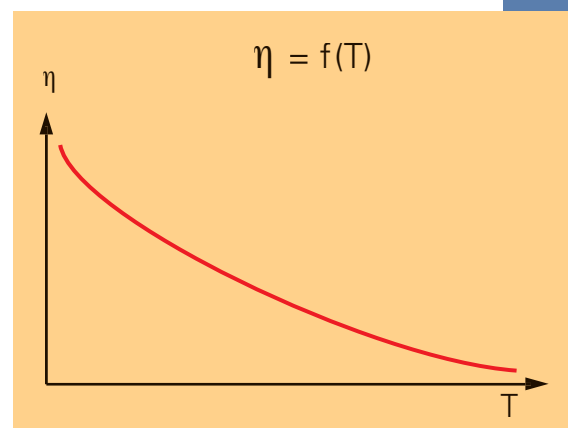
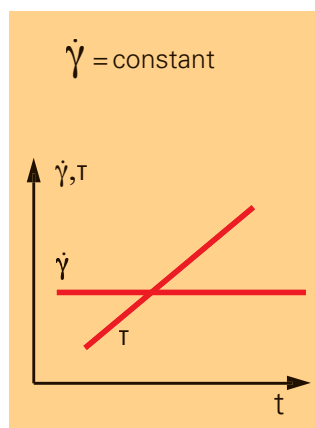
Time Curve


Chemical or physical changes in the sample can be tracked with a time curve. The test consists of applying a constant shear rate and monitoring the viscosity as a function of time. Time-dependant phenomena such as epoxy curing, chemical reactions and thixotropy breakdown can be precisely determined.





Temperature Curve

It is important to know the behavior of viscosity as a function of temperature. This can be realized by applying a constant shear rate to a sample and monitoring the viscosity as a function of temperature. Greases and oils must perform in summer and winter, and likewise food products must retain their shape under various temperatures.



Order-No.	Application	Description	Content
 <p>362-0021 European Version 362-0022 US Version</p>	<p>Food Industry Chocolate, beverages, thickening agents, stabilizer, starch, pectin</p> <p>Cosmetic/Pharmaceutical Industry Creams, lotions, shampoos, liquid soaps</p> <p>Paint Industry Water-based paints, latex paints, thickening agents</p> <p>Chemical Industry Liquid raw materials, oils, polymer solutions</p>	<p>DIN package for measurements on liquids for lower to higher viscosities, which are available in larger quantities and easy to clean</p>	<p>HAAKE Viscotester 550 (115-230V/50-60Hz)</p> <ul style="list-style-type: none"> • Support stand for the base unit • Temperature control vessel with connector to circulator (Ø 8 mm) • PT100 temperature sensor • Coaxial cylinder geometries: MV/DIN and SV/DIN

 <p>362-0041 European Version 362-0042 US Version</p>	<p>Food Industry Dairy products (e.g. yoghurt), jam, sauces</p> <p>Construction Materials Slurries</p> <p>Others Measurements in original containers</p>	<p>Package for yield point determination Suitable for highly thixotropic materials, samples which are difficult to measure (e.g. due to sedimentation) or with bigger particles</p>	<p>HAAKE Viscotester 550 (115-230V/50-60Hz)</p> <ul style="list-style-type: none"> • Support stand for base unit • Universal joint for FL sensors • Vane rotor FL100, star shaped • HAAKE RheoWin 3 measuring and evaluation software, incl. computer cable
--	---	--	---

 <p>327-0001 European Version 327-0002 US Version</p>	<p>Food Industry Dough, margarine, fats, butter</p> <p>Cosmetic/Pharmaceutical Industry Creams, toothpaste, lipsticks</p> <p>Paint and Electronic Industry Thickening agents, resins, printing inks</p> <p>Chemical Industry Paste-like raw materials and intermediate products</p>	<p>DIN package for measurements on pastes with medium to higher viscosities, which are limited in volume, expensive or difficult to clean</p>	<p>HAAKE Viscotester 550 (115-230V/50-60Hz)</p> <ul style="list-style-type: none"> • Support stand for base unit and plate-cone measuring system • Cone and plate measuring system PK100 with connector for circulator (Ø 8 mm) • PT100 temperature sensor included in the measuring plate • Measuring plate MP60 (Steel 18/8) • Cone PK1, 1°
--	---	--	--





About Thermo Fisher Scientific

Thermo Fisher Scientific Inc. (NYSE: TMO) is the world leader in serving science, enabling our customers to make the world healthier, cleaner and safer. With an annual revenue rate of more than \$9 billion, we employ 30,000 people and serve over 350,000 customers within pharmaceutical and biotech companies, hospitals and clinical diagnostic labs, universities, research institutions and government agencies, as well as environmental and industrial process control settings. Serving customers through two premier brands, Thermo Scientific and Fisher Scientific, we help solve analytical challenges from routine testing to complex research and discovery. Thermo Scientific offers customers a complete range of high-end analytical instruments as well as laboratory equipment, software, services, consumables and reagents to enable integrated laboratory workflow solutions. Fisher Scientific provides a complete portfolio of laboratory equipment, chemicals, supplies and services used in healthcare, scientific research, safety and education. Together, we offer the most convenient purchasing options to customers and continuously advance our technologies to accelerate the pace of scientific discovery, enhance value for customers and fuel growth for shareholders and employees alike. Visit www.thermofisher.com.

Thermo Scientific solutions for Material Characterization

Thermo Fisher Scientific successfully supports a wide range of industries with its comprehensive Thermo Scientific solutions for Material Characterization. Material Characterization products analyze and measure viscosity, elasticity, processability and temperature-related mechanical changes of plastics, food, cosmetics, pharmaceuticals and coatings, plus a wide variety of liquids or solids. Detailed information is provided at www.thermo.com/mc.

© 2007/08 Thermo Fisher Scientific Inc. · All rights reserved · 623-2008 · U MC 623-2008 BR 2007/08 · This document is for informational purposes only and is subject to change without notice. Specifications, terms and pricing are subject to change. Not all products are available in all countries. Please consult your local sales representative for details.

Process Instruments

Benelux

Tel. +31 (0) 76 579 55 55
info.mc.nl@thermofisher.com

China

Tel. +86 (21) 68 65 45 88
info.mc.china@thermofisher.com

France

Tel. +33 (0) 1 60 92 48 00
info.mc.fr@thermofisher.com

India

Tel. +91 (22) 27 78 11 01
info.mc.in@thermofisher.com

United Kingdom

Tel. +44 (0) 1785 82 52 00
info.mc.uk@thermofisher.com

USA

Tel. 603 436 9444
info.mc.us@thermofisher.com

International/Germany

Dieselstr. 4
76227 Karlsruhe
Tel. +49 (0) 721 4 09 44 44
info.mc.de@thermofisher.com

www.thermo.com/mc

Thermo
SCIENTIFIC