



**HAL**  
open science

# Contribution à l'identification des paramètres rhéologiques des suspensions cimentaires à l'état frais

Célimène Anglade

► **To cite this version:**

Célimène Anglade. Contribution à l'identification des paramètres rhéologiques des suspensions cimentaires à l'état frais. Génie civil. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2017. Français. NNT : 2017TOU30031 . tel-01785743

**HAL Id: tel-01785743**

**<https://theses.hal.science/tel-01785743>**

Submitted on 4 May 2018

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

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



Université  
de Toulouse

# THÈSE

En vue de l'obtention du

**DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE**

Délivré par : *l'Université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier)*

---

---

Présentée et soutenue le 03/02/2017 par :

**CÉLIMÈNE ANGLADE**

**Contribution à l'identification des paramètres rhéologiques des  
suspensions cimentaires à l'état frais**

---

---

## JURY

YANNICK VANHOVE  
DAMIEN RANGEARD  
AHMED LOUKILI  
ALAIN SELLIER  
MICHEL MOURET  
AURÉLIE PAPON

Professeur des Universités  
Maître de conférences – HDR  
Professeur des Universités  
Professeur des Universités  
Maître de conférences –HDR  
Maître de conférences

Rapporteur  
Rapporteur  
Examineur  
Examineur  
Directeur de thèse  
Co-Directrice de thèse

---

**École doctorale et spécialité : *MEGEP : Génie civil***

**Unité de Recherche : *Laboratoire Matériaux et Durabilité des Constructions (LMDC)***

**Directeurs de Thèse : *Michel Mouret et Aurélie Papon***

**Rapporteurs : *Yannick Vanhove et Damien Rangeard***



# Remerciements

Les travaux présentés dans les pages suivantes ont été réalisés au sein du Laboratoire Matériaux Durabilité et Construction de Toulouse.

Cette thèse n'aurait pas eu la même profondeur sans l'implication de nombreuses personnes.

Je remercie tout d'abord mes encadrants, Michel Mouret et Aurélie Papon pour leur aide précieuse aussi bien sur le plan scientifique, qu'humain. Leurs hautes compétences dans leur domaine respectif ainsi que leur rigueur scientifique m'ont guidée pour acquérir le niveau nécessaire à ces travaux et nous ont permis de progresser sur ce projet. Sans leur disponibilité, leur soutien et leurs conseils, je n'aurais pu gagner la ténacité nécessaire à l'accomplissement de ce travail.

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance envers Alain Sellier et Hélène Roux de Balmann qui ont su trouver les mots et les méthodes pour me remotiver dans une période difficile.

Je suis reconnaissante à Mame Ndatté Seck pour le travail indispensable à cette thèse qu'elle a accompli avec sérieux, ainsi qu'à Vanessa Mazars et David Guillouset qui ont répondu aux difficultés techniques posées par ce stage.

Je remercie par ailleurs les doctorants du laboratoire pour le climat de travail qu'ils ont créé. Parmi ces doctorants je pense particulièrement à Nuraziz, Rudy, Aurélie, Sophie, Matilde, Billy, Moustapha, An Quan et Isabelle pour leur amitié et leur bienveillance ainsi qu'au comité d'accueil du bureau : Raphaëlle et ses conseils précieux, Rémi et son humour, et Khadim qui m'a rassurée.

Enfin, je ne saurais oublier mes proches qui m'ont motivée et conseillée tout au long de cette thèse.



# Résumé

Le travail de thèse s'inscrit dans la modélisation numérique de l'écoulement des matériaux cimentaires à l'état frais couplée à un outil d'identification des paramètres. Il traite en particulier l'étape de mise en place de l'identification par analyse inverse.

D'abord, une analyse de la littérature fait ressortir l'existence d'outils rhéométriques dédiés aux suspensions cimentaires ; le passage des grandeurs macroscopiques à celles locales est faite, soit par le biais de l'utilisation de géométries conventionnelles, soit au moyen de méthodes de calibration.

Néanmoins, ces outils ne permettent pas de trouver une signature rhéologique unique pour une même suspension. De plus, les stratégies d'identification des paramètres relatifs aux matériaux cimentaires frais sont peu nombreuses et limitées aux données locales.

Ensuite, une stratégie qui consiste à identifier les paramètres d'une loi supposée, directement à partir des mesures macroscopiques simulées (couples, vitesses de rotation imposées au mobile de cisaillement) a été développée et validée en 2D, en discutant notamment de l'efficacité des algorithmes d'optimisation testés (méthode du simplexe et algorithmes génétiques), en fonction du degré de connaissances que l'utilisateur a du matériau.

Enfin, la méthode a été appliquée en 3D sur des fluides modèles supposés homogènes. Elle apparaît efficace en fluide pseudo-plastique, notamment par combinaison des algorithmes d'optimisation. Mais il reste des obstacles à lever en fluide visco-plastique, vraisemblablement liés aux outils expérimentaux plutôt qu'à la procédure d'identification elle-même.

# Abstract

The thesis work is part of the numerical modeling of the flow of cementitious materials in the fresh state coupled with an identification procedure of the parameters. It deals in particular with the step of the development of the identification by inverse analysis.

First, the literature review reveals the existence of rheometric tools dedicated to cementitious suspensions; The passage from the macroscopic quantities to the local ones is made either by the use of conventional geometries or by means of calibration methods.

Nevertheless, these tools do not make it possible to find the expected single rheological signature for a given suspension. In addition, there are few studies reporting strategies for identifying constitutive parameters in the case of fresh cement-based materials and they are limited to local data.

Then, a strategy consisting in identifying the parameters of a supposed law, directly on the basis of the simulated macroscopic measurements (torques, rotational speeds imposed on the shearing tool) was developed and validated in 2D, discussing in particular the efficiency of the optimization algorithms tested (simplex method and genetic algorithms), according to the degree of knowledge that the user has of the material.

Finally, the method has been applied in 3D on model fluids, assuming that they are homogeneous. The method appears effective in the case of pseudo-plastic fluid, in particular by combining both optimization algorithms used. But there remain obstacles to overcome in the case of visco-plastic fluids, probably related to the experimental tools rather than to the procedure of identification itself.

# Table des matières

<b>Introduction</b>	<b>1</b>
<b>I Identification des paramètres des suspensions cimentaires</b>	<b>3</b>
I.1 Introduction	4
I.2 Cas où des relations analytiques de passage existent	5
I.2.1 Rhéomètre à géométrie conventionnelle	5
I.2.1.i Rhéomètre à cylindres coaxiaux	5
I.2.1.ii Rhéomètre cône-plan	6
I.2.1.iii Rhéomètre plan-plan	7
I.2.1.iv Avantages et limites	7
I.2.2 Application aux matériaux cimentaires	7
I.2.2.i Précaution pour la caractérisation des suspensions cimentaires	7
I.2.2.ii Rhéomètres conçus pour les matériaux cimentaires	8
I.3 Cas où des relations analytiques de passage n'existent pas	12
I.3.1 Contexte	12
I.3.2 Méthodes de calibration	13
I.3.2.i Rushton (1950)	13
I.3.2.ii Metzner et Otto (1957)	15
I.3.2.iii Bloomer (1979)	16
I.3.2.iv Rieger et Novak (1973)	16
I.3.2.v Couette équivalent	17
I.3.3 Discussion de la validité de ces méthodes	18
I.4 Discussion sur la validité des résultats des rhéomètres à béton	19
I.4.1 Comparaison entre les paramètres obtenus	20
I.4.2 Comparaison entre les caractéristiques de ces rhéomètres	21
I.4.2.i Taille de l'entrefer : zones mortes, représentativité, et continuité	21
I.4.2.ii Glissements	22
I.4.2.iii Effets de structuration	22
I.4.2.iv Migration et sédimentation en géométries conventionnelles	22
I.4.2.v Nécessité d'agitateurs complexes	23
I.5 Analyse Inverse	24
I.5.1 Principe	24
I.5.2 Algorithmes d'optimisation	25
I.5.2.i Algorithmes déterministes	25
I.5.2.ii Algorithmes stochastiques	29
I.5.3 Les analyses inverses rencontrées dans la littérature	31
I.5.3.i Identification des paramètres à partir des données $(\tau; \dot{\gamma})$	31
I.5.3.ii Identification des paramètres à partir des données brutes	33
I.6 Bilan et actions à mener	35



<b>II</b>	<b>Mise en place de la méthode d'identification</b>	<b>37</b>
II.1	Introduction . . . . .	38
II.2	Mise en place de la simulation numérique 2D . . . . .	39
II.2.1	Présentation de la simulation . . . . .	39
II.2.1.i.	Présentation du RhéoCAD . . . . .	39
II.2.1.ii.	Présentation de la simulation 2D avec la géométrie double ancre . . . . .	40
II.2.2	Choix de la loi de comportement . . . . .	43
II.2.2.i.	Généralité de mécanique des fluides . . . . .	43
II.2.2.ii.	Lois de comportement . . . . .	43
II.2.2.iii.	Régularisation . . . . .	44
II.2.2.iv.	Paramètres et nombres caractéristiques . . . . .	45
II.2.3	Validation par comparaison à des solutions analytiques . . . . .	46
II.2.3.i.	Cylindres coaxiaux avec fluides newtoniens . . . . .	46
II.2.3.ii.	Cylindres coaxiaux avec fluides binghamiens . . . . .	49
II.3	Mise en place de l'identification des paramètres . . . . .	50
II.3.1	Espace des paramètres . . . . .	51
II.3.2	Choix des triplets de référence . . . . .	51
II.3.3	Présentation simulation 2D . . . . .	52
II.3.4	Définition de la fonction objectif . . . . .	54
II.3.5	Détermination de l'erreur admissible pour chaque triplet . . . . .	55
II.3.6	Algorithmes d'optimisation utilisés . . . . .	55
II.4	Procédures et résultats d'identifications . . . . .	59
II.4.1	Présentation des différentes procédures . . . . .	59
II.4.2	Résultats des identifications . . . . .	61
II.4.2.i.	Procédure 1 : Aucune connaissance a priori sur le matériau . . . . .	61
II.4.2.ii.	Procédure 2 : Connaissance du comportement du matériau . . . . .	65
II.4.2.iii.	Procédure 3 : Connaissance de l'indice de comportement du matériau . . . . .	67
II.4.2.iv.	Comparaison des trois procédures . . . . .	69
II.5	Bilan . . . . .	71
<b>III</b>	<b>Application sur cas réels</b>	<b>73</b>
III.1	Introduction . . . . .	74
III.2	Résultats expérimentaux sur des fluides modèles . . . . .	75
III.2.1	Fluides étudiés . . . . .	75
III.2.1.i.	Cahier des charges et choix . . . . .	75
III.2.1.ii.	Préparation des solutions . . . . .	75
III.2.2	Protocoles de caractérisation rhéologique . . . . .	78
III.2.2.i.	Protocole RhéolabQC . . . . .	78
III.2.2.ii.	Protocole RhéoCAD . . . . .	80
III.2.2.iii.	Déroulement des essais sur les deux rhéomètres . . . . .	81
III.2.3	Résultats . . . . .	82
III.2.3.i.	Rhéogrammes (RhéolabQC) . . . . .	82
III.2.3.ii.	Résultats bruts RhéoCAD en géométrie ancre . . . . .	82
III.2.3.iii.	Observations expérimentales durant les essais du RhéoCAD . . . . .	83
III.3	Présentation de la simulation numérique 3D . . . . .	84
III.3.1	Présentation de la géométrie ancre . . . . .	84
III.3.2	Étude de l'influence du maillage . . . . .	85
III.3.3	Étude de sensibilité . . . . .	86
III.4	Confrontation des résultats expérimentaux et numériques . . . . .	88

## TABLE DES MATIÈRES

III.4.1	Schéma direct . . . . .	88
III.4.2	Corrélations entre paramètres macroscopiques et rhéologiques . . . . .	90
III.4.3	Identification des paramètres rhéologiques d'un fluide sans seuil : le CMC à 3 %	94
III.4.3.i.	Définition de la méthode d'identification . . . . .	94
III.4.3.ii.	Procédure 1 : Connaissance de l'absence de seuil . . . . .	96
III.4.3.iii.	Procédure 3 : Connaissance de l'absence de seuil et de lois empiriques	98
III.4.3.iv.	Comparatif des procédures 1 et 3 – Affinement de l'identification . . .	100
III.4.3.v.	Orientations pour l'identification appliquée aux fluides sans seuil . . .	104
III.4.4	Identification des paramètres rhéologiques d'un fluide à seuil : le Carbopol . .	105
III.4.4.i.	Procédure 1 : Aucune connaissance a priori sur le matériau . . . . .	106
III.4.4.ii.	Procédure 4 : Restriction de l'espace des paramètres autour des solutions de la Procédure 1_ss_conn_AG . . . . .	109
III.4.4.iii.	Procédure 5 : Restriction de la dimension de l'espace et des pas de paramètres . . . . .	110
III.4.4.iv.	Fonction objectif du carbopol et généralisation au fluide à trois paramètres constitutifs . . . . .	112
III.5	Bilan . . . . .	117
<b>Conclusion</b>		<b>121</b>
<b>A Annexes relatives au Chapitre II</b>		<b>125</b>
A.1	Changement de repère . . . . .	125
A.2	Calcul analytique dans des cylindres coaxiaux cas newtonien . . . . .	127
A.3	Calcul analytique dans des cylindres coaxiaux cas binghamien . . . . .	128
A.4	Validation du modèle pour des fluides newtoniens . . . . .	129
A.5	Validation du modèle pour des fluides binghamiens . . . . .	131
A.6	Corrélations entre paramètres rhéologiques et macroscopiques – cas 2D . . . . .	132
<b>B Annexes relatives au Chapitre III</b>		<b>133</b>
B.1	Paramètres macroscopiques des simulations 3D . . . . .	133
B.2	Paramètres rhéologiques des fluides modèles . . . . .	134
B.3	Rhéogrammes des fluides modèles . . . . .	135

# Introduction

L'écoulement des fluides complexes est une problématique scientifique qui trouve son application dans des domaines qui vont du génie des procédés au génie civil. Dans ce dernier cas, privilégier les ressources locales dans une politique de développement durable, viser des performances spécifiques ou souhaiter l'esthétique des parements dans un projet donné, entraîne une multiplication des compositions des bétons incorporant un plus grand nombre de constituants. Les interactions de plus en plus complexes entre des constituants différents impliquent des aptitudes à l'écoulement variées. Compte tenu de la complexité des structures à réaliser et des délais souvent très courts entre l'étape de la formulation et le démarrage du chantier, il apparaît pertinent de développer des outils numériques de prédiction de la mise en place du matériau.

La modélisation numérique de l'écoulement des matériaux cimentaires à l'état frais nécessite la caractérisation de leur signature, notamment la détermination de leurs paramètres rhéologiques. Des essais classiques tels que l'essai au cône d'Abrams, certes, donnent des informations sur l'ouvrabilité des matériaux, mais restent insuffisants au sens où deux bétons ayant le même affaissement peuvent présenter une aptitude à l'écoulement différente [1]. C'est pourquoi des outils rhéométriques ont été développés. Ils sollicitent le matériau à différentes intensités de déformation et permettent d'obtenir des réponses représentatives d'un écoulement complexe à condition d'avoir été adaptés aux bétons en tant que suspensions à large échelle de grains.

La thèse s'inscrit dans le cadre de la modélisation numérique de l'écoulement des matériaux cimentaires à l'état frais. La modélisation proprement dite, qui consiste par exemple à prédire l'écoulement dans des conditions variées de mise en place, passe par la connaissance des paramètres qui décrivent cet écoulement. Il est donc primordial de développer avant tout un outil d'identification de ces paramètres. C'est l'objet de ce travail de thèse que de mettre en place une stratégie d'identification des paramètres rhéologiques qui peuvent être atteints à partir d'expériences rhéométriques.

Le mémoire est organisé en trois chapitres. Le premier chapitre est une synthèse bibliographique qui recense d'abord les outils rhéométriques utilisés pour la caractérisation des suspensions cimentaires. A cette étape, le passage des données macroscopiques mesurées (couple, vitesse) à celles locales (contrainte ; gradient de vitesse) exprimant la signature rhéologique des suspensions est mis en avant ; l'analyse de ce changement de plan est distinguée selon que le champ d'écoulement est analytiquement connu ou non. Puis, une analyse comparative est faite entre les différents outils recensés qui devraient conduire à l'identification unique des paramètres d'une loi supposée pour une même formulation de béton. Le premier chapitre pose ensuite les étapes de l'identification des paramètres constitutifs par analyse inverse ainsi que les familles et les principes des algorithmes d'optimisation nécessaires. Enfin, une synthèse est faite des études qui ont développé des stratégies d'identification pour la caractérisation de matériaux majoritairement non cimentaires. Cette dernière synthèse distingue le cas où les données locales sont connues et le cas où elles ne le sont pas ; elle met en avant l'efficacité des outils utilisés sur les plans de la physique des solutions trouvées et du coût impliqué du calcul.

Les constats faits à partir du premier chapitre permettent de définir les actions à mener dans les deux derniers chapitres de ce mémoire. Ces actions consistent à mettre en place une stratégie d'identification fiable et objective des paramètres rhéologiques des matériaux cimentaires, à partir des données expérimentales brutes (couple, vitesse), qui s'applique à toutes les géométries de cisaillement, qu'il y ait ou non des relations analytiques de passage entre les données globales et les données locales. Le deuxième chapitre développe la mise en place de la stratégie. Les étapes qui la composent ainsi que le choix des algorithmes d'optimisation utilisés sont d'abord définis et motivés. Afin de limiter le temps de calcul, la méthode est testée dans ce chapitre à partir de la simulation éléments finis en 2D d'une des géométries de cisaillement employées au laboratoire et avec des données synthétiques dont la solution est connue. Les hypothèses de la simulation, le choix de la loi de comportement rhéologique des matériaux cimentaires à l'état frais et de l'espace des paramètres sont donc justifiés ensuite. Enfin, les résultats sont obtenus à partir de deux comportements reconnus pour les matériaux cimentaires, à savoir les comportements viscoplastiques rhéofluidifiant et rhéoépaississant. Les résultats reposent sur un critère d'arrêt des algorithmes d'optimisation, lui-même basé sur une fonction objectif comparant les données numériques et expérimentales de couple obtenus pour des vitesses de rotation imposées au mobile de cisaillement. Ces résultats sont discutés sur la base de l'efficacité des algorithmes d'optimisation en fonction du degré de connaissances que l'utilisateur peut disposer sur les paramètres à identifier.

Le troisième et dernier chapitre applique la méthode d'identification à des données expérimentales réelles, obtenues à partir de fluides modèles. Ce chapitre constitue réellement une étape nécessaire, avant d'aborder la caractérisation rhéologique des suspensions cimentaires, du fait de l'adéquation, a priori, des propriétés des fluides modèles aux hypothèses de la simulation. Le choix des fluides modèles et de leur préparation est d'abord justifié. Les protocoles de mesures rhéométriques sont ensuite développés. La simulation en trois dimensions est également définie. Enfin, les résultats expérimentaux sont confrontés aux résultats numériques. La confrontation est analysée selon le mode d'obtention des résultats numériques :

- par un schéma direct dans lequel l'écoulement des fluides testés est simulé à partir des paramètres rhéologiques déduits des mesures en rhéométrie absolue ;
- par l'analyse inverse, en prenant en compte les différentes procédures définies au chapitre 2, déclinées en fonction des connaissances de l'utilisateur au sujet du matériau étudié. La confrontation est faite en détail sur un fluide sans seuil et abordée sur un fluide à seuil.

Une conclusion générale vient clore ce travail en orientant l'utilisateur sur la manière d'identifier les paramètres rhéologiques et pose les perspectives centrées sur la caractérisation des suspensions cimentaires.

## Chapitre I

# Synthèse bibliographique : Identification des paramètres appliquée aux suspensions cimentaires

## I.1 Introduction

Ce chapitre est une synthèse des travaux exposés dans la littérature au sujet de la caractérisation rhéologique des matériaux, en particulier celle des matériaux cimentaires à l'état frais. Le processus de la caractérisation (figure I.1) est constitué de plusieurs étapes.

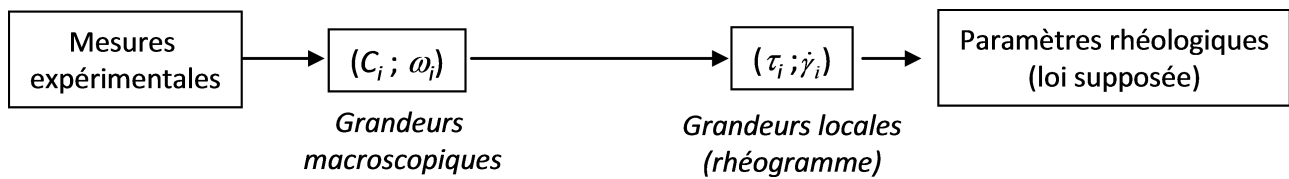


FIGURE I.1 – Étapes de la caractérisation rhéologique des matériaux cimentaires à l'état frais.

La caractérisation débute par des mesures qui ont toujours pour base le couple  $C_i$  sur l'axe du moteur et la vitesse de rotation correspondante  $\omega_i$  du mobile de cisaillement. Ce sont d'ailleurs les seules données disponibles en rhéométrie non absolue et avec géométrie de cisaillement non conventionnelle, les grandeurs locales  $\tau_i$ , la contrainte de cisaillement, et  $\dot{\gamma}_i$ , le gradient de vitesse, n'étant pas constantes dans l'entrefer. Ces grandeurs représentent respectivement la contrainte exercée sur les particules fluides parallèlement à la déformation subit par le fluide et la variation spatiale de la vitesse dans la direction de la déformation. Cependant, les modèles de comportement des matériaux, et par conséquent les paramètres constitutifs de ces modèles, sont décrits dans le plan  $(\tau ; \dot{\gamma})$ . La caractérisation passe donc par une deuxième étape, celle qui consiste à transformer les grandeurs macroscopiques  $(C ; \omega)$  en grandeurs locales  $(\tau ; \dot{\gamma})$  ; puis par une troisième étape qui vise à identifier les paramètres de la loi supposée qui doit décrire le nuage de points dans le plan  $(\tau ; \dot{\gamma})$ .

Ce chapitre vise donc à faire l'état des connaissances de la caractérisation des matériaux cimentaires à l'état frais. Il débute d'abord en dissociant les cas où les relations analytiques de passage existent ou non, selon la géométrie de cisaillement qui équipe le rhéomètre. Dans le premier cas, les géométries conventionnelles sont rappelées, les adaptations de ces géométries aux matériaux cimentaires sont synthétisées en mettant notamment en évidence les précautions prises pour développer ces adaptations. Dans le deuxième cas, celui des géométries non conventionnelles, les méthodes de calibration sont brièvement rappelées puis leur validité est discutée. Ensuite, une analyse comparative est faite au sujet des valeurs obtenues sur les paramètres rhéologiques d'une loi supposée, à partir de mesures sur différents rhéomètres à bétons, équipés de géométrie de cisaillement conventionnelles ou non ; les possibles causes sur les écarts constatés sont notamment discutées. Enfin, les stratégies d'identification des paramètres rhéologiques par analyse inverse sont relevées, même si, majoritairement et pour les plus complexes, elles ne s'appliquent pas directement au contexte des matériaux cimentaires. Un bilan vient clore ce chapitre et met en évidence les actions à mener dans le cadre de la thèse.

## I.2 Cas où des relations analytiques de passage existent

### I.2.1 Rhéomètre à géométrie conventionnelle

Dans cette partie nous nous plaçons dans le cas où il existe des relations permettant de passer des données rhéométriques (couple ; vitesse de rotation)  $(C ; \omega)$  aux données rhéologiques (contrainte de cisaillement ; gradient de vitesse)  $(\tau ; \dot{\gamma})$  (figure I.2).

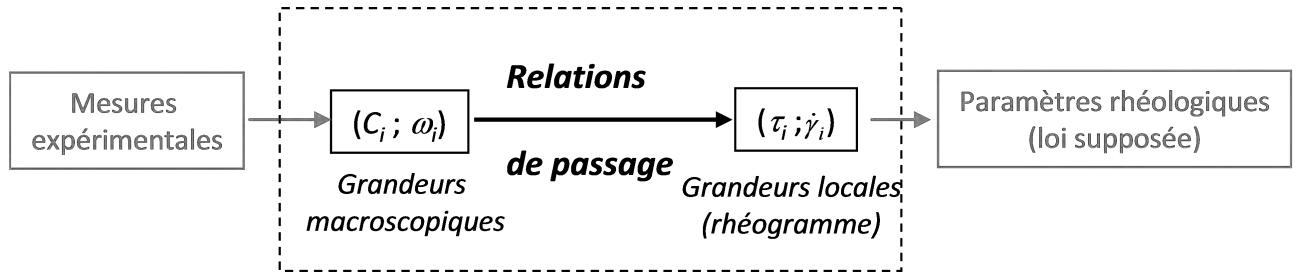


FIGURE I.2 – Obtention des grandeurs locales depuis les grandeurs globales, au moyen de relations de passage, avant l'identification des paramètres.

L'existence de telles relations est possible avec des rhéomètres rotatifs très utilisés en laboratoire. Les rhéomètres à géométries conventionnelles se rapprochent le plus possible d'une géométrie idéale de deux plans infinis parallèles mis en mouvement relatif. Les effets de bord deviennent donc négligeables. Le milieu étudié est considéré comme continu et le régime permanent supposé de l'écoulement comme atteint. De plus, en limitant le glissement aux parois, les contraintes de cisaillement sont uniformes pour tout plan parallèle à celui en mouvement et les couples sont égaux en tout point du fluide, ce qui permet d'atteindre les paires  $(\tau ; \dot{\gamma})$ . Les rhéomètres rotatifs conventionnels sont maintenant référencés, et pour chacun, les hypothèses d'inversions sont développées, et les expressions analytiques sont présentées.

#### I.2.1.i. Rhéomètre à cylindres coaxiaux

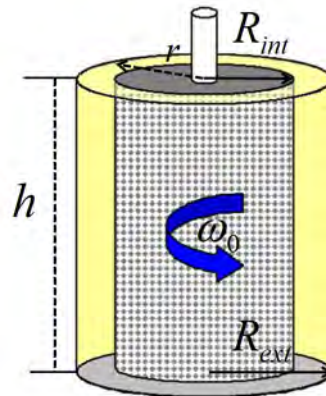


FIGURE I.3 – Schéma de la géométrie de cisaillement par des cylindres coaxiaux [2].

Pour effectuer les mesures, en cylindres coaxiaux (figure I.3), on fait tourner un des cylindres, appelé rotor, à une vitesse de rotation  $\omega_0$ , pendant que l'autre cylindre reste immobile (le stator est le plus souvent le cylindre extérieur). Pendant que le rotor est en mouvement, le couple résistant  $C$  s'exerçant sur le cylindre en mouvement est mesuré. Les données macroscopiques  $(C ; \omega_0)$  sont à relier à la contrainte  $\tau$  et au taux de cisaillement  $\dot{\gamma}$ .

Puisque les effets de bord sont négligés et la géométrie étant cylindrique, les grandeurs intrinsèques dépendent uniquement du rayon  $r$  (distance à l'axe de rotation du mobile, dans l'entrefer) et il est possible d'écrire que :

$$\dot{\gamma} = r \frac{d\omega(r)}{dr} \quad \text{et} \quad \tau = \frac{C}{2\pi r^2 h}, \quad (\text{I.1})$$

avec  $h$  la hauteur effective en cisaillement des cylindres.

Ces expressions dépendantes de  $r$  ne suffisent pas à obtenir les paires  $(\dot{\gamma}; \tau)$ . Pour s'affranchir de cette dépendance, l'approximation d'entrefer étroit est posée. Pour ce faire, les rayons intérieur ( $R_{int}$ ) et extérieur ( $R_{ext}$ ) doivent respecter la condition :  $R_{ext}/R_{int} < 1,05$  [2, 3]. Avec ces dispositions, on considèrera la contrainte de cisaillement constante dans l'entrefer et égale à la moyenne des contraintes sur les deux cylindres. Puisque le gradient de vitesse ne dépend que de la contrainte pour n'importe quel comportement rhéologique, il sera également constant dans l'entrefer. Finalement, cette dernière hypothèse nous permet d'écrire les relations de passage :

$$\dot{\gamma} = \frac{\omega_0 R_{int}}{R_{ext} - R_{int}} \quad \text{et} \quad \tau = \frac{C}{4\pi h} \frac{R_{int}^2 + R_{ext}^2}{R_{int}^2 R_{ext}^2}, \quad (\text{I.2})$$

Dans le cas où on voudrait utiliser un entrefer plus large, une autre manière de calculer est de présupposer une loi de comportement (équation de Newton, loi puissance, équation de Bingham, etc.) et de vérifier a posteriori que celle-ci correspond aux résultats enregistrés  $(C; \omega)$ . Des méthodes de correction basées sur des développements en série peuvent aussi être utilisées. Un état de l'art de ces développements en série est donné par Estellé et al. [4].

### I.2.1.ii. Rhéomètre cône-plan

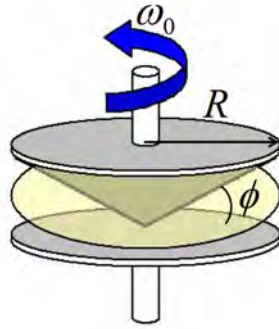


FIGURE I.4 – Schéma de la géométrie de cisaillement cône-plan [2].

Dans cette géométrie (figure I.4) et pour des angles faibles ( $\phi \leq 5^\circ$  [2, 3]) entre le plateau du bas et le cône, les contraintes et le taux de cisaillement peuvent être considérés comme constants avec une très bonne précision.

Les relations donnant la contrainte et le taux de cisaillement sont :

$$\tau = \frac{3C}{2\pi R^3} \quad \text{et} \quad \dot{\gamma} = \frac{\omega_0}{\phi} \quad (\text{I.3})$$

avec  $R$  le rayon du plateau.

A noter que, contrairement au cas des cylindres coaxiaux supposant l'existence d'une relation entre  $\dot{\gamma}$  et  $\tau$ , les relations (I.3) peuvent être utilisées sans aucune hypothèse sur le comportement du fluide.



## I.2.1.iii. Rhéomètre plan-plan

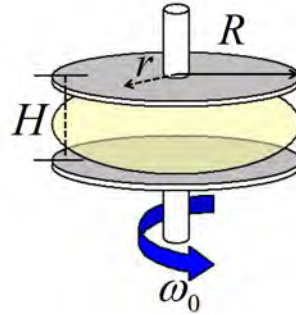


FIGURE I.5 – Schéma de la géométrie de cisaillement plan-plan [2]

Cette géométrie (figure I.5) ne permet pas de poser l'hypothèse de constance de la contrainte et du gradient de vitesse car il existe une dépendance en  $r$  ( $r$ , distance à l'axe de rotation des plaques figure I.5). Les relations d'inversion dans ce cas sont :

$$\dot{\gamma} = \frac{\omega_0 r}{H} \quad \text{et} \quad \tau(\dot{\gamma}_R) = \frac{3C}{2\pi R^3} + \frac{\dot{\gamma}_R}{2\pi R^3} \frac{dC}{d\dot{\gamma}_R} \quad (\text{I.4})$$

où  $H$  est la hauteur entre les deux plaques (voir figure I.5).

Cette expression ressemble à celle du rhéomètre cône-plan à un terme correctif près. Il faut avoir mesuré un ensemble de paires  $(C; \omega)$  afin de permettre une extrapolation de la dérivée :  $\frac{dC}{d\omega}$ .

## I.2.1.iv. Avantages et limites

Ces rhéomètres permettent d'obtenir les données locales  $(\dot{\gamma}; \tau)$  de l'écoulement sans présupposer de loi de comportement reliant  $\dot{\gamma}$  à  $\tau$ , tant que l'hypothèse d'entrefer étroit est respectée. L'entrefer étroit peut poser problème si la structure du matériau est fragile au point d'être détruite, ce qui est particulièrement le cas en géométrie cône-plan. Une autre limite de ces appareils est le glissement aux parois ; celui-ci est le plus souvent provoqué par la décroissance de la concentration des particules à l'approche des parois. Les particules ne peuvent pas s'imbriquer librement, la paroi gêne leur organisation. Pour les cylindres coaxiaux, le frottement de la partie basse du cylindre, si elle n'est pas tronquée en forme conique ou si elle n'est pas creuse, peut fausser la valeur mesurée du couple. En plus de ces limites valables pour tous les matériaux, des contraintes propres aux matériaux cimentaires s'ajoutent.

## I.2.2 Application aux matériaux cimentaires

Les rhéomètres conventionnels présentés ne peuvent pas être utilisés tels quels pour tous les matériaux cimentaires. Dans cette partie, nous allons présenter les problèmes spécifiques à ce type de suspensions et voir comment ils ont été contournés afin de concevoir des rhéomètres adaptés.

## I.2.2.i. Précautions pour la caractérisation des matériaux cimentaires à l'état frais

Dans le cas des matériaux cimentaires, l'hypothèse d'un milieu continu est difficile à assurer. Pour s'approcher de cette hypothèse dans le cas de suspension, la dimension caractéristique de l'écoulement doit être au moins dix fois plus grande que le diamètre de la plus grande particule [2, 3, 5, 6], selon Ferraris on obtient des résultats satisfaisants avec un ratio de cinq [7], lorsque ce ratio est inférieur à quatre les paramètres identifiés ne sont plus représentatifs du matériau [8].

Or cette hypothèse est coûteuse en matériau et, dans les faits, les rhéomètres à matériaux cimentaires

en géométrie conventionnelle (section I.2.2.ii.) ou non (section I.3.1) ont des ratios allant le plus souvent de 2 à 4 (section I.4).

Selon Bombed ([9] cité par [2, 10]), ils peuvent être négligés en première approximation si la concentration en gros éléments est faible, or, c'est rarement le cas sur des matériaux cimentaires réels tels que les mortiers et bétons.

Si les entrefers sont trop étroits, des blocages peuvent se produire, même si des gros éléments sont en faible quantité ; à des concentrations plus importantes, des structures peuvent même se former dans les entrefers. Ce phénomène de blocage empêche totalement l'adaptation des rhéomètres cône-plan pour les matériaux cimentaires aux échelles du mortier et du béton.

A contrario, un entrefer large peut entraîner l'hétérogénéité de la suspension en cisaillement ; en effet, des séparations de phases peuvent apparaître. La continuité doit alors être validée a posteriori. De plus, le volume en écoulement peut être différent du volume réel de la suspension en raison de zones mortes.

Une autre problématique posée par les matériaux cimentaires est la possibilité de migration de particules due aux différences de volume et de densité dans la suspension lors du cisaillement. Par conséquent, si ces phénomènes se produisent, les rhéogrammes obtenus ne seront pas représentatifs du matériau.

Les glissements aux parois des suspensions concentrées sont importants, et sont le plus souvent provoqués par la décroissance de la concentration des particules à l'approche des parois. Les particules ne peuvent pas s'imbriquer librement, la paroi gêne leur organisation.

Les frottements seront moins forts sur cette zone et à contrainte égale, les particules sont plus entraînées, et donc le taux de cisaillement sera plus grand. Par conséquent, la viscosité mesurée sera plus faible que la viscosité réelle. Si le glissement est fort, il peut même masquer l'existence d'un seuil de cisaillement [6, 8].

La forte concentration particulière des suspensions cimentaires demande de mieux contrôler les glissements ; des rugosités doivent donc être adaptées aux suspensions cimentaires, selon l'échelle, de la pâte au béton.

En prenant en considération les difficultés de caractérisation des suspensions cimentaires, des rhéomètres basés sur les rhéomètres conventionnels ont été développés.

On présente maintenant et brièvement les différents rhéomètres mis au point pour ces matériaux ainsi que la justification et l'analyse de leur conception.

### **I.2.2.ii. Rhéomètres conçus pour les matériaux cimentaires**

#### **I.2.2.ii.a) Cylindres coaxiaux et assimilés**

Les premières géométries à avoir été adaptées aux matériaux cimentaires sont les cylindres coaxiaux. Pour certains matériaux spécifiques, les cylindres coaxiaux conventionnels peuvent être utilisés sans adaptation. C'est le cas des pâtes cimentaires ou coulis contenant uniquement des particules de petite taille ( $< 100 \mu m$ ) [4, 11] caractérisés tout en satisfaisant la condition d'un entrefer dix fois plus grand que la plus grosse particule [5, 6].

Pour les autres échelles, (mortiers et bétons), satisfaire cette condition amène à des volumes de matériaux très importants ainsi qu'à des appareillages très imposants.

Le CEMAGREF-IMG, présenté en figure I.6, est un rhéomètre qui répond à ce ratio. Il demande un volume de matériau de cinq cent litres et a un diamètre d'un mètre vingt. Malgré ces dimensions impressionnantes, l'entrefer de ce rhéomètre ne répond pas aux conditions d'un entrefer étroit (section I.2.2.i.). Le rapport entre le rayon extérieur et le rayon intérieur est en effet de 1,58. Répondre aux deux conditions d'un entrefer étroit et d'un ratio de 10 amènerait à des dimensions encore plus



FIGURE I.6 – Rhéomètre CEMAGREF-IMG [8]

colossales. Pour ces raisons pratiques, tous les autres rhéomètres à matériaux cimentaires ne répondent pas au critère de taille d'entrefer en relation avec la dimension maximale de la suspension.

En revenant aux premières études rhéologiques sur les bétons, dans les années 1970, ce sont des cylindres coaxiaux à large entrefer qui sont utilisés. Les données sont dépouillées avec une hypothèse de loi de comportement suivie par les bétons étudiés, ce qui permet d'écrire des relations analytiques donnant les paramètres rhéologiques en s'affranchissant de la condition d'entrefer étroit. La loi de comportement choisie pour cette analyse est la loi de Bingham qui décrit un fluide à seuil de viscosité plastique  $\eta_{pl}$  constante ( $\tau = \tau_0 + \eta_{pl}\dot{\gamma}$ ). Les effets de bord (l'écoulement ne dépendant que de la distance à l'axe de rotation) et les glissements sont négligés, l'écoulement est en régime permanent. Finalement le couple exercé sur le cylindre intérieur est écrit de la manière suivante :  $C = C_0 + HN$  avec  $N$  la vitesse de rotation en tour par seconde.

Cette écriture du couple permet de retrouver une expression d'inversion des équations de Reiner-Riwlin qui sont :

$$\tau_0 = \frac{C_0}{4\pi h} \left( \frac{1}{R_{ext}^2} - \frac{1}{R_{int}^2} \right) \ln \left( \frac{R_{int}}{R_{ext}} \right) \quad \text{et} \quad \eta_p = \frac{H}{8\pi^2 h} \left( \frac{1}{R_{int}^2} - \frac{1}{R_{ext}^2} \right), \quad (I.5)$$

Ces relations sont les premières utilisées pour étudier les paramètres rhéologiques des matériaux cimentaires. Une des premières études de la rhéologie des bétons est réalisée par Uzomaka [12] avec un viscosimètre. Les glissements sont contrôlés avec des lamelles. Elles évitent la baisse des concentrations particulières en paroi, le but étant de créer une nouvelle paroi de fluide qui se retrouve emprisonnée dans les lames ou les grilles. Cependant ce rhéomètre ne respecte pas les recommandations sur le ratio entre le diamètre de la plus grosse particule et la taille de l'entrefer. Ce ratio n'est que de 1,65.

Plus tôt, Murata ([13] cité par [11, 5, 14]) utilise le même type de rhéomètre mais observe des zones mortes et des glissements qu'il prend en considération dans ses calculs à l'aide de billes à la surface du matériau, celles-ci permettant de calculer approximativement les champs de vitesses. Il montre que les paramètres trouvés changent significativement si l'on prend en compte ces phénomènes. Sakuta ([15] cité par [5, 14]) a également travaillé sur un rhéomètre comparable à ceux utilisés par Murata ([13] cité par [11, 5, 14]) et Uzomaka [12], pour des bétons présentant des caractéristiques d'écoulement

comparables (forte ouvrabilité). De l'ensemble de ces premières études, il ressort que les trois auteurs mesurent des intervalles de paramètres rhéologiques qui ne sont pas dans les mêmes ordres de grandeur [5].

Les zones mortes qui semblent jouer un rôle important sont également prises en compte par le logiciel de traitement des données du CEMAGREF-IMC. Si ces zones mortes ne sont pas prises en compte, il est démontré que les paramètres rhéologiques identifiés ne sont pas représentatifs du matériau cisailé [16].

Les relations analytiques permettant d'obtenir les paramètres rhéologiques en géométrie des cylindres coaxiaux ne tiennent pas compte des effets de bord. Le bas du cylindre intérieur peut rendre l'écoulement très différent d'un écoulement à deux dimensions. Pour le CEMAGREF-IMG, les effets de fond sont évités par la présence de joints en caoutchouc fixés sur le bas du cylindre intérieur. Le BML (figure I.7) permet de s'affranchir de ce problème avec un anneau qui est positionné sur le bas de la cuve. Il empêche les écoulements et les frottements sur le bas du cylindre. Cependant, le logiciel de traitement de donnée du BML ne prend pas en compte les zones mortes potentiellement présentes.



FIGURE I.7 – ConTec BML Viscometer 3 [8]

La géométrie vane ou à ailettes (figure I.8), dérivée de celle en cylindres coaxiaux est également utilisée pour caractériser les bétons. Le rhéomètre ICAR (rapport de 1,6 entre les rayons du mobile et du stator) en est l'illustration [17]. Cette géométrie entraîne, durant le cisaillement, la formation d'un cylindre de matériau mobilisé dans l'espace entre les pales. On retrouve alors la géométrie en cylindres coaxiaux à la différence que l'interface entre le mobile et l'échantillon est le matériau lui-même, ce qui limite le glissement. Cette géométrie nécessite la prise en compte des deux extrémités du mobile afin d'évaluer la relation entre le couple et la contrainte de cisaillement. Pour ce faire, une distribution des contraintes de cisaillement doit être supposée à ces deux extrémités. Une distribution uniforme apparaît valide pour les fluides plastiques et viscoélastiques qui présentent un seuil de cisaillement [18].

### I.2.2.ii.b) Géométrie plan-plan

Les cylindres coaxiaux ne sont pas la seule adaptation des rhéomètres conventionnels pour les matériaux cimentaires. Le principe des rhéomètres plan-plan a été repris par de Larrard et al pour concevoir le BT RHEOM [19] (figure I.9).

L'obtention des paramètres rhéologiques se fait là aussi à partir de la supposition d'une loi de comportement des matériaux cimentaires. On suppose que le champ de vitesse est indépendant de la loi de comportement entre les deux disques, au vu des symétries la vitesse est angulaire,  $v_\theta$ , et s'écrit :  $v_\theta = \frac{\Omega}{h} z r$ , avec  $\Omega$  la vitesse de rotation du disque supérieur,  $h$  la hauteur entre les deux plans,  $r$  la distance à l'axe vertical  $Oz$ .



FIGURE I.8 – Géométrie Vane – Rhéomètre ICAR [17]

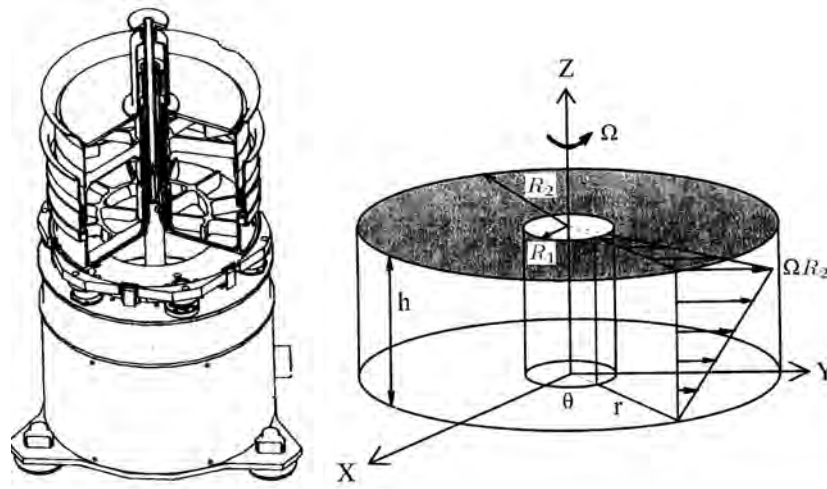


FIGURE I.9 – Représentation du BT RHEOM (à gauche) [19] et schéma de la géométrie de cisaillement (à droite) [14].

De cette expression de la vitesse, on déduit le gradient de vitesse :  $\dot{\gamma} = \frac{\Omega}{h}r$ . On intègre ensuite la contrainte de cisaillement sur une des parois pour obtenir le couple exercé sur un des plateaux. Le couple est écrit :  $C = C_0 + HN$  (le matériau est supposé binghamien), après une analyse numérique, un terme correctif est défini, on obtient finalement les relations inverses :

$$\tau_0 = \frac{3C_0}{2\pi(R_2^3 - R_1^3)} \quad \text{et} \quad \eta_{pl} = \frac{0,9Hh}{\pi^2(R_2^4 - R_1^4)} \quad (\text{I.6})$$

Sur les deux plans parallèles du rhéomètre, des motifs à ailettes sont mis en place pour éviter les glissements. Les perturbations dues à la présence de parois confinant le matériau et les frottements des joints entre les parois sont pris en compte. Différentes simulations d'expériences ont permis de proposer des corrections sur les paramètres pour prendre en compte le glissement et la présence des parois. L'avantage de la configuration plan-plan est de limiter les zones mortes de par un champ de cisaillement égal dans les plans horizontaux, même si dans une section cisailée, le gradient de vitesse n'est pas uniforme. Une fois qu'un couple suffisamment élevé permet au matériau de s'écouler pour toute la section supérieure, alors c'est le volume total de l'échantillon qui est mis en écoulement. L'hydrodynamique alors développée permet aux plus gros agrégats d'avoir un mouvement ascendant, ce qui permet de limiter leur sédimentation et ainsi de minimiser l'hétérogénéité du matériau.

### I.3 Cas où des relations analytiques de passage n'existent pas

#### I.3.1 Contexte

D'autres rhéomètres que ceux présentés en section I.2.2.ii. ont été conçus dans le but d'éviter la ségrégation [5, 6], ce qui sous-entend que le cisaillement du volume introduit du matériau conserve son homogénéité initiale (obtenue par exemple au malaxage), avec peu ou pas de zones mortes dans le volume cisailé. Ces rhéomètres sont équipés d'agitateurs complexes, de géométrie non-conventionnelle par opposition à celles présentées en section I.2.2.ii.. Les géométries complexes permettent un bon mélange du matériau, le plus souvent en créant des cellules de recirculation.

Il existe un très grand nombre d'agitateurs complexes : ancrés, rubans hélicoïdaux, fouets, etc. [17, 5, 16]. Ils induisent des vitesses axiales et des vitesses radiales qui peuvent faire migrer les gros agrégats dans les zones mortes [8]. Si les vitesses radiales sont préférées, les mesures peuvent être plus représentatives du liquide interstitiel que du matériau lui-même. Pour assurer un bon mélange du matériau il faut que les vitesses axiales soient assez fortes pour créer une recirculation dans la cuve [17, 5, 20]. Les champs de vitesse complexes créés dans la cuve ne permettent pas l'obtention de paramètres rhéologiques intrinsèques. Les paramètres obtenus avec ces rhéomètres sont des paramètres macroscopiques (couple, vitesse) qui n'autorisent que des études comparatives. En plus de la complexité du champ d'écoulement pour lequel il n'existe pas de relations analytiques entre les paramètres macroscopiques et locaux de l'écoulement, les glissements et les zones mortes dans ces rhéomètres peuvent être mal contrôlés [8, 21]. Pour obtenir des paramètres rhéologiques avec les géométries non-conventionnelles, il faut passer par des méthodes de calibration qui vont être rappelées et analysées dans les sous-sections suivantes de cette section I.3.

Les rhéomètres à géométrie non conventionnelle les plus utilisés dans la caractérisation des bétons frais sont le rhéomètre IBB (figure I.10) avec un agitateur en forme de H, et le rhéomètre à deux points ou "two-point test", le MK II (figure I.11), dont l'agitateur est hélicoïdal tronqué.

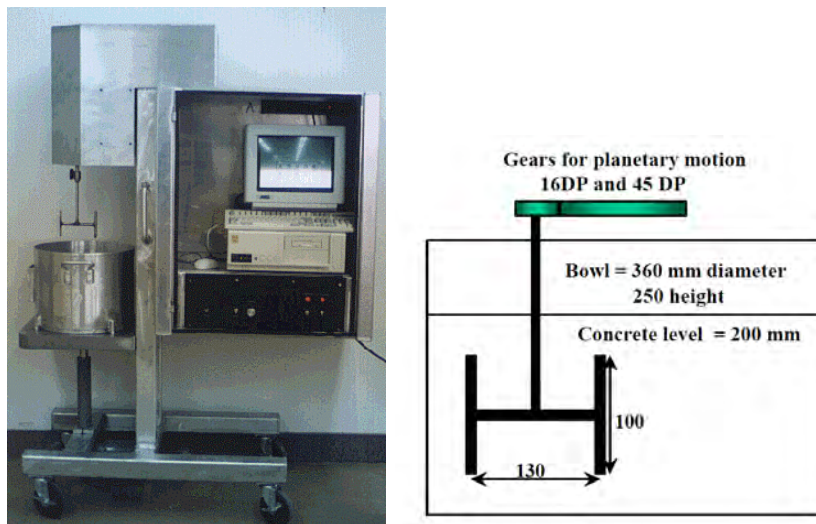


FIGURE I.10 – Photographie de l'IBB (à gauche) et schéma de la géométrie de cisaillement (à droite) [8].

Ils fonctionnent en imposant une vitesse au mobile de cisaillement et en mesurant le couple résistant du matériau.

Le rhéomètre RhéoCAD [22], développé par la société CAD Instrumentation, peut intégrer des

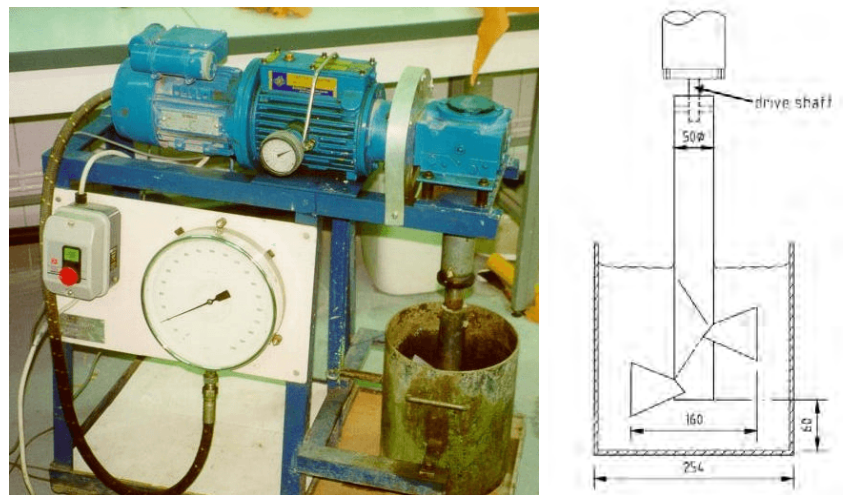


FIGURE I.11 – Photographie du MK II [8] (à gauche) et schéma de la géométrie de cisaillement [5] (à droite).

géométries non conventionnelles pour la caractérisation des matériaux cimentaires, de la pâte au béton. C'est cet appareil, équipé d'un dispositif à ancre, qui sera utilisé dans ce mémoire pour l'identification des paramètres rhéologiques. Il sera donc présenté ensuite (cf. Chapitres II et III).

### I.3.2 Méthodes de calibration

Dans cette section, sont présentées les méthodes de calibration développées dans un autre contexte que celui des matériaux cimentaires mais, pour certaines, appliquées aux matériaux cimentaires.

Elles consistent à passer des grandeurs macroscopiques mesurées (couple-vitesse) aux grandeurs locales (contrainte–gradient de vitesse) de l'écoulement (figure I.12).

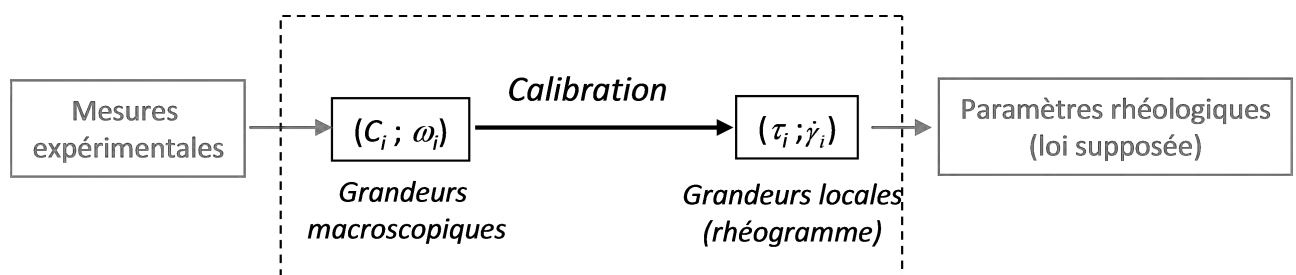


FIGURE I.12 – Etape de calibration avant l'identification des paramètres.

#### I.3.2.i. Rushton (1950)

La puissance consommée par un agitateur est un indicateur important en ingénierie des procédés. En effet, un compromis est recherché de manière à permettre une agitation correcte tout en minimisant la consommation énergétique de l'agitation. Cette grandeur a donc été étudiée très tôt avec attention. Comme on s'y attend, cette grandeur dépend du système d'agitation (géométrie, vitesse de rotation...), de grandeurs physiques telles que la pesanteur, et de caractéristiques intrinsèques aux fluides (viscosité, densité...). Le nombre adimensionnel associé à la puissance consommée est le nombre de puissance  $N_p$  :

$$N_p = \frac{P}{N^3 D^5 \rho}, \tag{I.7}$$

avec  $P$  la puissance d'agitation,  $N$  la vitesse de rotation de l'agitateur,  $D$  le diamètre de l'agitateur, et  $\rho$  la masse volumique du fluide.

Pour un fluide newtonien et lorsque les effets de surface libre sont négligeables, le nombre adimensionnel ayant le plus d'importance pour décrire l'écoulement est le nombre de Reynolds.

$$Re = \frac{\rho N D^2}{\mu}, \tag{I.8}$$

Avec  $\mu$  la viscosité dynamique.

Ces nombres étant importants dans la description des écoulements en cuve agitée, des corrélations les reliant ont été recherchées dès la moitié du vingtième siècle. Rushton et al. ([23] cité par [24, 25]) ont observé des relations entre  $N_p$  et  $Re$  pour des fluides newtoniens, présentées en figure I.13.

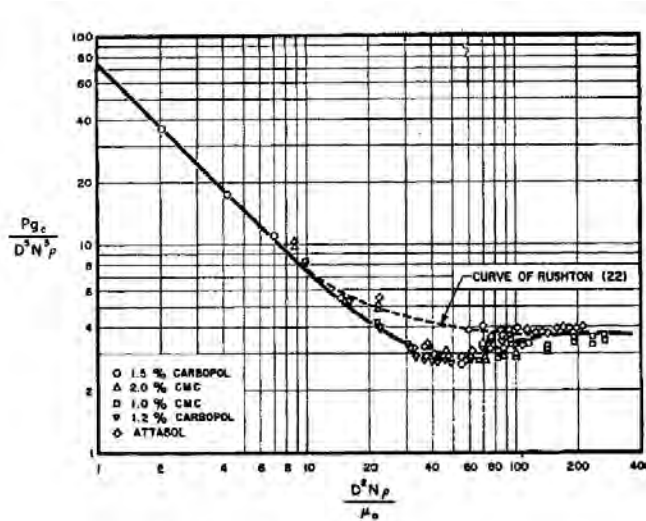


FIGURE I.13 – Nombre de puissance  $N_p$  versus nombre de Reynolds  $Re$  pour des fluides newtoniens et d'Ostwald–de Waele [25]

En régime laminaire, pour  $Re < 10$ , ils mettent en évidence une relation simple qui s'écrit :

$$N_p \cdot Re = K_p, \tag{I.9}$$

avec  $K_p$  la constante de puissance.

Dans cette configuration,  $K_p$  est une constante qui ne dépend que de la géométrie de l'agitation. Cette corrélation permet d'identifier la viscosité d'un fluide newtonien inconnu avec une simple calibration du système d'agitation. Pour cela, il suffit de disposer d'un fluide newtonien de référence avec une viscosité connue. La méthode de calibration se compose des différentes étapes citées ci-dessous :

- R 1) On trace une courbe représentative de la relation entre  $N_p$  et  $Re$  pour un fluide de référence, classiquement on trace  $\log(N_p)$  en fonction de  $\log(Re)$ .
- R 2) On calcule le nombre de puissance du fluide à caractériser pour une vitesse de rotation donnée.



- R 3) A partir du nombre de puissance, on trouve le nombre de Reynolds correspondant sur la courbe, et donc finalement la viscosité du fluide inconnu.

### I.3.2.ii. Metzner et Otto (1957)

En 1957, Metzner-Otto [24] observent cette même corrélation pour des fluides plus complexes de type d'Ostwald-de Waele. La viscosité de ces fluides s'exprime de la manière suivante :

$$\mu = K\dot{\gamma}^{n-1}, \quad (\text{I.10})$$

où  $K$  est l'indice de consistance, et  $n$  l'indice de comportement.

On se heurte dans ce cas à un obstacle dans le fait qu'il n'y a pas un seul nombre de Reynolds bien défini pour décrire l'écoulement car le fluide n'a pas de viscosité unique. Pour outrepasser ce problème, Metzner et Otto font l'hypothèse qu'il existe une viscosité apparente effective décrivant l'état du fluide pour une vitesse de rotation donnée. La loi de comportement du fluide relie cette viscosité effective à un gradient de vitesse effectif de telle manière que pour un système d'agitation donné, les courbes nombre de puissance-nombre de Reynolds sont identiques en régime laminaire, que le fluide soit newtonien ou non-newtonien. C'est le concept de Metzner et Otto à partir duquel la constante de Metzner-Otto  $K_s$  est définie de telle manière que le gradient de vitesse effectif vérifie la propriété suivante :

$$\dot{\gamma}_{\text{eff}} = K_s N \quad (\text{I.11})$$

Selon l'hypothèse de Metzner-Otto,  $K_s$  existe et ne dépend que de la géométrie de l'agitation. Le nombre de Reynolds effectif peut alors être défini en fluide d'Ostwald-de Waele (équation (I.12)) :

$$Re_{\text{eff}} = \frac{\rho N^{2-n} D^2}{K K_s^{n-1}} \quad (\text{I.12})$$

La calibration du système d'agitation pour un fluide d'Ostwald-de Waele demande donc des étapes supplémentaires afin de déterminer la constante  $K_s$ , par comparaison aux fluides newtoniens pour lesquels la viscosité est une constante. La marche à suivre pour réaliser une calibration de Metzner-Otto est la suivante :

- MO 1) On trace une courbe représentative de la relation entre  $N_p$  et  $Re$  pour un fluide newtonien connu.
- MO 2) On mesure le rhéogramme du fluide non-newtonien de référence.
- MO 3) On calcule le Nombre de puissance du fluide non-newtonien de référence dans le système d'agitation à calibrer.
- MO 4) On lit sur la courbe tracée en MO 1) les nombres de Reynolds effectifs correspondant aux différentes vitesses de rotation, et on en déduit les viscosités effectives en généralisant le nombre de Reynolds.
- MO 5) On lit ensuite sur le rhéogramme mesuré en MO 2) les gradients de vitesses effectifs correspondant au nombre de Reynolds effectif.
- MO 6) On détermine  $K_s$  en traçant la droite représentant les gradients de vitesse effectifs en fonction des vitesses de rotation. La constante de Metzner Otto  $K_s$  est la pente de cette droite.
- MO 7) On mesure  $N_p$  pour le fluide inconnu et on lit  $Re_{\text{eff}}$  sur le graphique tracé en MO 1). On a donc  $\mu_{\text{eff}}$ , puis avec l'obtention de  $K_s$  on détermine  $\dot{\gamma}_{\text{eff}}$ , et on peut tracer le rhéogramme effectif du fluide.

**I.3.2.iii. Bloomer (1979)**

Dans le cadre des suspensions cimentaires qui ont un comportement viscoplastique, les relations précédentes doivent être adaptées. Bloomer et Tatterstall [5, 26] pour ce qui concerne le rhéomètre MK II, mettent au point une méthode de calibration se basant sur la corrélation de Rushton et le concept de Metzner et Otto. En s'inspirant des équations de Reiner-Riwlin en comportement binghamien, ces auteurs postulent une relation linéaire entre le couple  $C$  mesuré et la vitesse de rotation  $N$  imposée au mobile :  $C = C_0 + HN$  ( $C_0$  = couple seuil,  $H$  = coefficient relié aux propriétés visqueuses du matériau), et ils supposent que des relations de proportionnalité existent entre  $C_0$  et le seuil de cisaillement  $\tau_0$  d'une part, et entre  $H$  et la viscosité plastique de Bingham  $\eta_{pl}$  d'autre part. Ils font ensuite l'hypothèse qu'il existe un gradient de vitesse effectif de la cuve agitée qui s'écrit selon l'expression définie par Metzner et Otto (équation (I.11)). Bloomer et Tatterstall ont mis au point une méthode de calibration à l'aide du principe de Metzner et Otto. Ils expriment également un nombre de Reynolds généralisé pour les fluides de Bingham :

$$Re_{gBi} = \frac{D^2 N \rho}{\frac{\tau_0}{K_s N} + \eta_{pl}} \quad (\text{I.13})$$

En reprenant la définition de  $N_p$  (équation (I.7)) et en utilisant la corrélation de Rushton (équation (I.9)), on peut exprimer le seuil de contrainte et la viscosité plastique en fonction de  $C_0$  et  $H$  (équation (I.14)).

$$\tau_0 = \frac{K_s}{K_p D^3} C_0 \quad \text{et} \quad \eta_{pl} = \frac{1}{K_p D^3} H \quad (\text{I.14})$$

À l'aide d'un fluide newtonien de viscosité connue, le produit  $K_p D^3$  est obtenu ; il correspond à la pente de la droite du couple versus la vitesse de rotation fois la viscosité du fluide newtonien. Ici, ce sont des huiles qui ont été utilisées. Une fois cette constante déterminée, Bloomer utilise des solutions de CMC pour déterminer  $K_s$ . La méthode de détermination de  $K_s$  est celle décrite dans la partie précédente, des étapes MO 2) à MO 6). Ainsi les deux constantes de proportionnalité entre les paramètres locaux et macroscopiques peuvent être déterminées. Cependant, l'utilisation de fluides pseudoplastiques qui n'ont pas le même comportement rhéologique que les matériaux cimentaires peut poser des problèmes pour la détermination de  $K_p$ , car comme on va le voir,  $K_p$  dépend du comportement des fluides. De plus, selon Ferraris [7], tout le fluide servant à la calibration n'est pas cisailé.

**I.3.2.iv. Rieger et Novak (1973)**

Rieger et Novak ([27] cité par [28]) observent que, pour des fluides d'Ostwald-de Waele, la constante  $K_p$  décrite par Rushton et Metzner et Otto dépend en réalité de l'indice de comportement. Ils proposent donc une autre méthode de calibration en posant un nombre de Reynolds généralisé pour les fluides d'Ostwald-de Waele (équation (I.15)) :

$$Re_g = \frac{\rho N^{2-n} D^2}{K} \quad (\text{I.15})$$

Avec cette définition, la nouvelle constante reliant le nombre de Reynolds généralisé au nombre de puissance n'est plus indépendante du fluide. On a :  $N_p \cdot Re_g = K_p(n)$ . En conservant l'écriture du nombre de Reynolds effectif selon Metzner-Otto (équation (I.12)), on obtient une relation entre  $K_p$  (constante de puissance dans le cas d'un fluide de Newton, donc lorsque  $n = 1$ ),  $K_p(n)$  (constante de puissance dans le cas d'un fluide d'Ostwald-de Waele) et  $K_s$  (constante de Metzner et Otto pour le fluide pseudoplastique considéré). Cette relation s'écrit :

$$K_p(n) = K_p \cdot K_s^{n-1} \quad (\text{I.16})$$

On peut donc trouver  $K_s$  en calibrant le système d'agitation avec un fluide d'Ostwald-de Waele connu, (avec l'étape MO 2),  $K$  et  $n$  peuvent être identifiés). La méthode de détermination de  $K_s$  la plus courante à partir de l'équation (I.16) est appelée méthode des pentes. On trace  $\ln(K_p(n))$  en fonction de  $(1 - n)$ , la pente de la droite obtenue est  $\ln(K_s)$  (figure I.14). Cette méthode de détermination de  $K_s$  remplace les étapes MO 3), MO 4), MO 5), MO 6) de la méthode de Metzner et Otto.

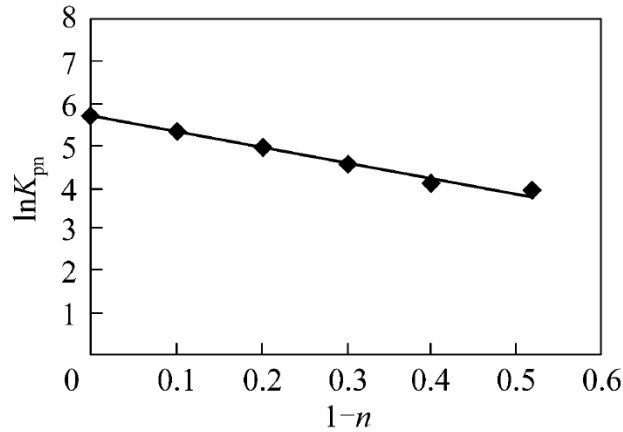


FIGURE I.14 –  $\ln(K_p(n))$  en fonction de  $(1 - n)$  pour des cas numériques de fluide pseudoplastique [28]

Les méthodes de calibration que nous venons d'exposer considèrent toutes que  $K_s$  est une constante ; or il a été démontré par la suite que  $K_s$  dépendait de la nature du fluide [25, 29]. Les analyses des écoulements de Couette montrent en effet que pour cette géométrie moins complexe  $K_s$  est dépendant des propriétés du fluide et non pas seulement de celles de la géométrie [30]. Pour palier cette dépendance de  $K_s$  au type de fluide et à la géométrie, la méthode de calibration du système Couette équivalent a été établie.

### I.3.2.v. Couette équivalent

La méthode décrite ici en six étapes est une analyse mathématique qui s'appuie sur l'hypothèse selon laquelle à chaque système non conventionnel d'agitation il correspond un rayon équivalent  $R_{eq}$  pour lequel un mobile cylindrique subirait le même couple que l'agitateur non conventionnel à la même vitesse de rotation. Cette calibration a d'abord été élaborée pour les fluides pseudoplastiques [31, 32].

- CE 1) Les expressions du gradient de vitesse et de la contrainte de cisaillement en cylindres coaxiaux équivalents sont exprimées simplement de par la géométrie cylindrique (équations (I.1))
- CE 2) La vitesse angulaire est exprimée en fonction du couple et des paramètres géométriques du fluide.
- CE 3) La vitesse angulaire est intégrée du rayon intérieur équivalent, au rayon extérieur de la cuve.
- CE 4) Le gradient de vitesse est réintroduit à travers le couple et la loi de comportement ; le gradient de vitesse équivalent est ainsi obtenu. L'équation du gradient de vitesse en  $r = R_{eq}$  donne l'expression du rayon intérieur équivalent en fonction des caractéristiques géométriques, de l'indice de comportement, du fluide et du couple :

$$R_{eq} = \frac{R_{ext}}{\left[ 1 + \frac{4\pi N}{n} \left( \frac{2\pi K h R_{ext}^2}{C} \right)^{1/n} \right]^{n/2}}, \quad (I.17)$$

avec  $h$  la hauteur de fluide dans les cylindres coaxiaux.

CE 5) Le gradient de vitesse effectif est enfin exprimé en remplaçant le couple par son expression en fonction du gradient de vitesse :

$$\dot{\gamma}_{\text{eff}}(R_{\text{eq}}) = K_s N = \frac{4N\pi}{n} \frac{s^{2/n}}{(1 - s^{2/n})} \quad \text{avec} \quad s = \frac{R_{\text{eq}}}{R_{\text{ext}}} \quad (\text{I.18})$$

La constante de Metzner et Otto est donc également utilisée ici, mais son expression dépend des caractéristiques du fluide ainsi que du système d'agitation.

Une fois cette base théorique posée, la méthodologie de la calibration est la suivante.

On détermine  $R_{\text{eq}}$  avec des paires  $(C; N)$  (équation (I.17)) et les caractéristiques d'un fluide de référence. Une fois  $R_{\text{eq}}$  obtenu, on calcule  $K_s$ , équation (I.18). Avec cette constante  $K_s$  on peut calculer  $\dot{\gamma}_{\text{eff}}$ , équation (I.18). En utilisant la relation de la contrainte (I.1) on peut finalement calculer  $\tau_{\text{eff}}$ . Ainsi, un rhéogramme effectif du fluide testé est déterminé dans le système d'agitation non conventionnel.

### I.3.3 Discussion de la validité de ces méthodes

Metzner et Otto ont eux-mêmes recherché et discuté des limitations à leur concept [25]. Des déviations sur le nuage de points des  $K_s$  sont mises en évidence et peuvent aller jusqu'à 20%. Ces déviations sont particulièrement observées lorsque l'agitateur est proche des rebords de la cuve, que le nombre de puissance est grand et que l'agitateur est très petit devant le diamètre de la cuve. De plus, lorsque les indices de comportement des fluides à identifier varient beaucoup, on ne peut plus négliger les variations de  $K_s$ . De plus, ces techniques de calibration ont été développées pour des fluides pseudoplastiques. Transposer leur principe aux fluides viscoplastiques est difficile car ces derniers induisent, en raison de l'existence d'un seuil de cisaillement, une inconnue supplémentaire, à savoir l'interface entre la zone morte et la zone cisailée.

Les paramètres  $K_s$  déterminés analytiquement pour des fluides de Bingham, de Casson et d'Herschel-Bulkley dans des cylindres coaxiaux ne sont pas des constantes (figure I.15). Il n'y a que la loi de Bingham avec l'absence de zone morte dans l'entrefer des cylindres coaxiaux qui conduit à un  $K_s$  constant [33].

Le nombre adimensionnel de Bingham, noté  $Bi$ , permet de quantifier la rigidité des fluides. Plus ce nombre est grand et plus il y aura des zones mortes dans l'entrefer (voir la définition de ce nombre à l'équation (II.9) section II.2.2.iv. du Chapitre II). Les paramètres  $K_s$  dépendent non plus seulement de l'indice de comportement mais aussi du seuil.

Dans des cas plus complexes de cuves agitées, les simulations donnent des allures de  $K_s$  comparables [33]. On peut cependant faire l'hypothèse d'un  $K_s$  constant pour un nombre de Bingham  $Bi < 1$  [33, 34]. Pour les matériaux cimentaires, cette condition sur  $Bi$  n'est pas toujours remplie. La méthode de calibration du rayon Couette équivalent montre aussi des limites, les rhéogrammes obtenus pour les mêmes fluides dans des systèmes d'agitation différents peuvent être très différents [35], notamment dans le cas où le fluide est viscoplastique. C'est ce que montre la figure I.16.

Toutes les méthodes présentées évaluent un gradient de vitesse effectif à chaque vitesse de rotation, ce qui permet d'évaluer un cisaillement global ou moyen du système. Cependant, la réalité physique est une présence d'un champ de taux de cisaillement non uniforme dans la cuve pour une même vitesse de rotation. Il y a donc également une distribution de viscosité dans le système d'agitation.

Par conséquent, associer un seul gradient et une seule viscosité à chaque vitesse de rotation ne dépend pas seulement de la loi de comportement du fluide mais aussi du système d'agitation.

Ces méthodes ne reposent donc pas sur une réalité physique. Pour aller plus loin dans la caractérisation des matériaux cimentaires à l'état frais, il apparaît pertinent de passer par une analyse inverse qui permet d'identifier leurs paramètres rhéologiques intrinsèques. Sur ce point, une revue de la littérature

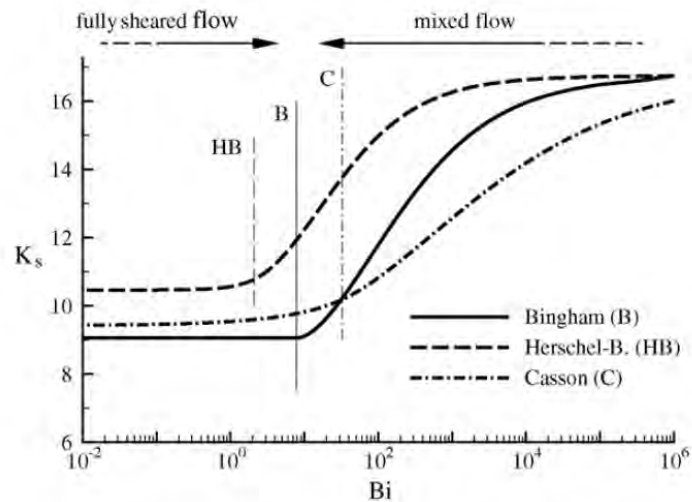


FIGURE I.15 – Paramètre de Metzner et Otto  $K_s$  pour des fluides viscoplastiques dans des écoulements Couette. Les lignes verticales représentent la transition entre un écoulement total du fluide et un écoulement présentant une zone morte. ( $s$  est pris à 0,5, et pour Herschel-Bulkley  $n = 0,5$ ) [33].

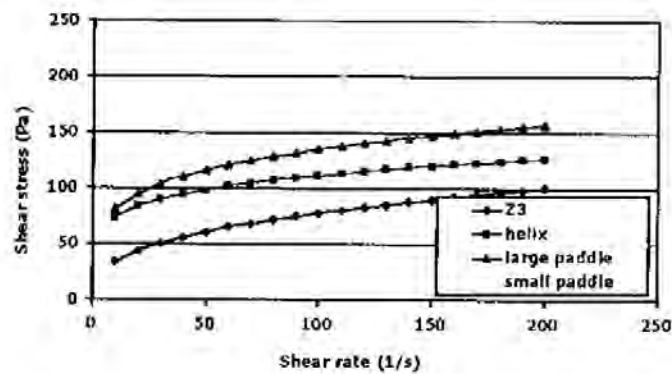


FIGURE I.16 – Différents rhéogrammes effectifs correspondant à une même solution de sauce tomate diluée à 50% et cisailée dans différents systèmes ( $Z3$  : cylindres coaxiaux à entrefer large, *helix* : Mobile à ruban hélicoïdal simple, *large paddle* *small paddle* : Mobile à ailettes larges et étroites) [35].

sera faite en section I.5. La section I.4 qui suit étaye un peu plus la nécessité d'une identification des paramètres rhéologiques par analyse inverse dans le cas des rhéomètres à béton.

## I.4 Discussion sur la validité des résultats des rhéomètres à béton

Malgré les adaptations faites sur les rhéomètres conventionnels pour qu'ils puissent caractériser les suspensions cimentaires et le développement de géométries non conventionnelles, les paramètres identifiés diffèrent selon les appareillages. Une étude comparative recense les paramètres obtenus sur plusieurs formulations de béton au moyen des différents rhéomètres les plus utilisés, parmi ceux explicités en sections I.2.2.ii. et I.3.1 [8, 16]. Les résultats essentiels de cette étude et leur analyse sont maintenant présentés.

### I.4.1 Comparaison entre les paramètres obtenus

Les deux paramètres choisis ici pour décrire les matériaux cimentaires à l'état frais sont le seuil de contrainte et la viscosité plastique de la loi de Bingham. Les différents paramètres obtenus pour douze mélanges différents sont présentés sur la figure I.17.

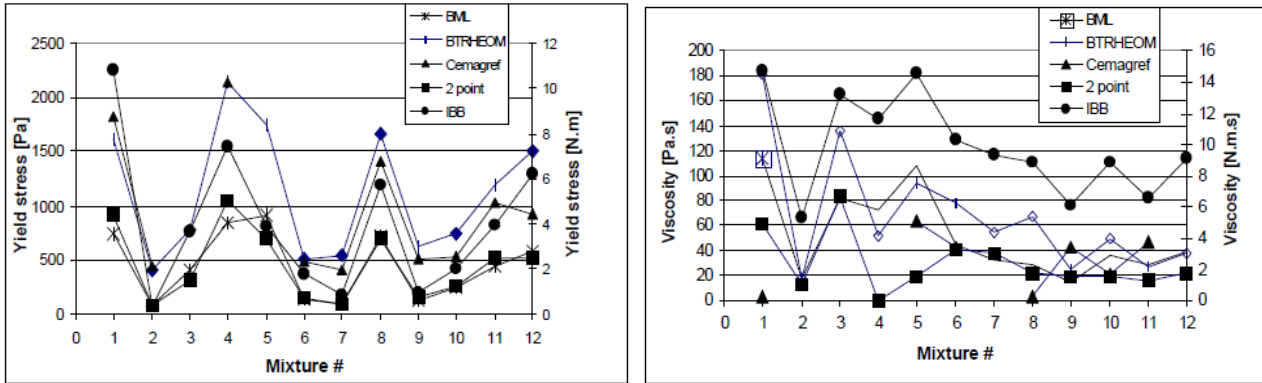


FIGURE I.17 – Seuil de contrainte (à gauche) et viscosité plastique (à droite) donnés par les différents rhéomètres pour 12 matériaux cimentaires [8].

On peut voir que les seuils de contrainte suivent les mêmes tendances pour tous les rhéomètres à quelques exceptions près. Cependant, d'un rhéomètre à l'autre, les valeurs de seuil sont très différentes. Pour le premier mélange, on a par exemple une variation de plus de  $1000 Pa$  entre le seuil donné par le BML et celui donné par le CEMAGREF-IMG. Concernant la viscosité plastique, on remarque que les tendances ne sont pas respectées lorsque l'on passe d'un rhéomètre à un autre. Pour ce paramètre aussi les valeurs données pour les mêmes mélanges par les différents rhéomètres peuvent énormément varier. Par exemple, pour le premier mélange, cette différence peut aller jusqu'à  $100 Pa.s$ . Les auteurs ont également recherché les corrélations existantes (tau de Kendall) entre les différents rhéomètres pour ces deux paramètres. D'après le tableau I.1, des corrélations existent bien entre les différents rhéomètres concernant le seuil. Pour la viscosité plastique (tableau I.2), on constate également des corrélations, même si elles sont moins marquées que pour le seuil de contrainte. Cependant, la dispersion des données est forte et il n'y a pas assez de tests pour trouver des relations entre les différents paramètres fournis par les différents rhéomètres.

	BML	BT RHEOM	CEMAGREF-IMG	IBB	Deux points-MK II
BML	—	0,97	0,95	0,81	0,94
BT RHEOM	—	—	0,94	0,82	0,97
CEMAGREF-IMG	—	—	—	0,90	0,99
IBB	—	—	—	—	0,90

TABEAU I.1 – Corrélation (tau de Kendall) entre les différents rhéomètres testés pour le seuil de cisaillement [8].

Le but de ces rhéomètres étant de donner des grandeurs intrinsèques de l'écoulement des matériaux et donc indépendantes de l'appareillage utilisé, et même si les corrélations entre elles sont significatives, les variations des paramètres vont très souvent au-delà de la dispersion qui serait obtenue par un opérateur sur un même appareil. Il est donc intéressant de se pencher sur les caractéristiques de chacun de ces rhéomètres afin de mieux cerner les disparités observées.

	BML	BT RHEOM	CEMAGREF-IMG	IBB	Deux points–MK II
BML	—	0,84	0,98	0,96	0,45
BT RHEOM	—	—	0,91	0,86	0,82
CEMAGREF-IMG	—	—	—	0,98	0,75
IBB	—	—	—	—	0,65

TABLEAU I.2 – Corrélation (tau de Kendall) entre les différents rhéomètres testés pour la viscosité plastique [8].

### I.4.2 Comparaison entre les caractéristiques de ces rhéomètres

Le tableau I.3 recense les principales caractéristiques géométrique et physique des rhéomètres explicités aux sections I.2.2.ii. et I.3.1.

Rhéomètres	Volume total [L]	Ratio volume cisailé/total	Risque de glissement	Entrefer [mm]	Ratio entrefer/ $\phi_{\max}$	Ratio $R_{\text{ext}}/R_{\text{agit}}$
BML	17	0,3	Faible	45	1,8	1,45
BT RHEOM	7	0,6	Faible	100	4	—
CEMAGREF-IMG	500	1*	Moyen	220	10	1,58
IBB	50	0,4	Élevé	50	2	1,16
Deux points–MK II	50	0,2	Élevé	50	2	1,59

TABLEAU I.3 – Caractéristiques géométriques et physiques des rhéomètres à matériaux cimentaires [8, 17]

(\* les zones mortes existent mais sont prises en compte dans les calculs des paramètres rhéologiques)

On analyse maintenant les données récapitulées dans le tableau I.3 sous différents angles, notamment les phénomènes physiques qui peuvent apparaître en cisaillement et entraîner la disparité sur les valeurs des paramètres.

#### I.4.2.i. Taille de l'entrefer : implication sur l'existence de zones mortes, sur la représentativité et la continuité du matériau cisailé

Aucun des rhéomètres ne répond aux conditions d'entrefer étroit. En cylindres coaxiaux, on peut s'affranchir analytiquement de cette condition en supposant une loi de comportement. Pour les autres géométries, des calibrations dont on a relevé les limites, ou des hypothèses plus fortes comme la totalité du volume cisailé doivent être faites pour atteindre les paramètres.

Notamment, pour ne pas être confronté à des zones mortes, il faut que le ratio  $R_{\text{ext}}/R_{\text{agit}}$  soit au plus de 1,2 selon Tattersall et Banfill [5] et Bhatta [20] ou au plus de 1,1 selon Ferraris [7]. Ce critère n'est pas rempli pour l'ensemble des rhéomètres étudiés. Par conséquent, des zones mortes sont observées et évaluées par Beaupré et al. [16]. Les valeurs du rapport entre le volume cisailé et le volume total permettent également de supposer l'existence de telles zones mortes.

Ces zones sont prises en compte dans les calculs de paramètres uniquement dans le cas du CEMAGREF-IMG. L'effet de ces zones mortes lorsqu'elles ne sont pas prises en considération est de sous-estimer les valeurs de seuils et de surestimer les valeurs de viscosités plastiques [17].

En plus des complications analytiques engendrées par les géométries non conventionnelles, l'existence de telles zones entraîne le piégeage des grosses particules qui y migrent durant le cisaillement. L'agitateur est alors en rotation dans un milieu différent du mélange, et qui possède des caractéristiques plus proches du milieu interstitiel. Cette migration amène à un couple plus bas que celui de la suspension homogène.

Le matériau peut aussi se comporter comme un fluide rhéofluidifiant même s'il est binghamien [14]. Pour limiter les risques de non représentativité et de discontinuité dans le milieu, une précaution d'un ratio entre l'entrefer et le diamètre du plus gros agrégat de 10 est conseillée [5, 6]. Cette condition n'est remplie que par le CEMAGREF-IMG. Ferraris montre qu'un ratio d'au moins 4 est suffisant [8]. Cette condition moins stricte n'est respectée uniquement que par le BT RHEOM. La taille de l'entrefer est donc un facteur essentiel et il est clair qu'il est délicat de trouver un compromis entre un entrefer ni trop large pour éviter les zones mortes, ni trop étroit pour assurer l'hypothèse de représentativité et de continuité du milieu cisailé.

#### **I.4.2.ii. Glissements**

Les glissements sont évités ou limités dans le cas du BML par l'insertion de pales sur les deux cylindres, dans le cas du BT RHEOM par des plans constitués de pales. Pour le CEMAGREF-IMG, des pales sont présentes uniquement sur le cylindre extérieur, le cylindre intérieur tournant étant tapissé par une grille. Le risque de glissement dépend dans ce dernier cas de la suspension étudiée, notamment de la taille des grains. L'insertion de pales ou grilles peut perturber l'écoulement et entraîner localement des zones mortes, d'autant plus marquées que l'entrefer est grand.

L'IBB et le rhéomètre à deux points n'ont pas de rugosités pour prévenir les glissements. Le risque de glissement est donc fort.

Le glissement induit aussi une mesure de seuil de contrainte sous-estimée et une surévaluation de la viscosité [8, 14, 6].

#### **I.4.2.iii. Effets de structuration**

Les matériaux cimentaires sont des matériaux qui peuvent se structurer et se déstructurer de plusieurs manières. Ils peuvent former des flocs, des amas de particules, une structure de granulats induisant du frottement, des agrégats peuvent être entraînés sur les bords avec la rotation du fluide, ou vers le fond à cause des différences de densité ou de volume. Ces phénomènes peuvent être accentués lorsque la suspension est très fluide.

Le rhéoépaississement observé pour certains bétons pourrait être dû à ces changements de structure [36, 37].

L'écoulement pourrait ne pas être en régime permanent pendant les mesures. Le temps de relaxation des bétons peut être long et doit être pris en compte dans les procédures de mesures [36]. Si la thixotropie est marquée, deux configurations sont possibles, soit le matériau est trop structuré et on verra le couple baisser pour une même vitesse de rotation, soit il est trop déstructuré et à l'inverse il résiste à l'écoulement en se réarrangeant. Le premier phénomène surestime le rhéoépaississement et doit être éliminé par un cisaillement fort avant les expériences [37]. Le second phénomène peut avoir lieu pour les vitesses de rotation faibles. Dans tous les cas si le fluide n'est pas à l'équilibre, le point correspondant doit être rejeté sans prolonger les paliers pour atteindre l'équilibre, car si on prolonge la durée de l'expérience on risque de produire de la ségrégation.

#### **I.4.2.iv. Migration et sédimentation en géométries conventionnelles**

Si les rhéomètres conventionnels ont l'avantage de donner des valeurs de paramètres exprimés par des relations connues, les géométries utilisées ont le désavantage de ne pas favoriser le mélange du matériau.

Le matériau par essence n'étant pas homogène, des migrations de particules denses se produisent dans la direction du gradient de vitesse. À cette migration, s'ajoute la sédimentation due au poids des particules [8, 16, 14, 36]. Dans le cas des cylindres coaxiaux, la migration se fait donc de manière radiale vers l'extérieur [36, 37], alors que pour le système plan-plan tel qu'il existe dans le BT RHEOM, la



migration se fait à la fois vers le haut et vers l'extérieur [8, 14]. Les effets contradictoires entre la migration verticale et la sédimentation dans le rhéomètre plan-plan peuvent dans une certaine mesure se compenser [14]. La migration radiale existant dans la géométrie des cylindres coaxiaux ne peut être compensée. Les mouvements des grosses particules modifient les couples s'exerçant sur les surfaces où ils sont mesurés.

Dans les cylindres coaxiaux réels, les effets de bord entraînent des vitesses axiales non négligeables [38, 39].

Si ces perturbations entraînent des difficultés d'analyse et faussent l'identification directe des paramètres, elles permettent une recirculation qui tend à homogénéiser le fluide, surtout en entrefer large. Cependant cette recirculation n'est pas suffisante pour empêcher la sédimentation. Il faut des agitateurs plus complexes et qui impliquent de plus grandes vitesses axiales pour limiter les hétérogénéités [20]. Les stries ou les rainures présentes sur les parois pour éviter les glissements intensifient cet effet de recirculation [21].

#### I.4.2.v. Nécessité d'agitateurs complexes

Pour éviter les problèmes de migration, des agitateurs complexes créant des boucles de recirculation doivent être utilisés (tableau I.4). Cette recirculation a pour but, d'une part de ramener les agrégats des zones mortes extérieures vers le centre du rhéomètre, et d'autre part de faire remonter les agrégats plus lourds vers le haut de la cuve. Ainsi les boucles de recirculation équilibrent les migrations dues au gradient de vitesse et aux différences de densités au sein de la suspension.

Agitateurs	Ancre [40, 41]	Vanes [17, 42]	Hélices tronquées [5]	Hélices [28, 43, 44]	Turbines [45]
Recirculation	+	–	++	+++	++
Dissipation des zones mortes	+	--	–	++	–

TABLEAU I.4 – Caractéristiques des différents agitateurs utilisés pour les matériaux cimentaires

C'est pourquoi des agitateurs complexes sont utilisés avec certains rhéomètres à bétons : ancre (IBB et RhéoCAD), géométries hélicoïdales (two-point test et RhéoCAD). Ces agitateurs ont été étudiés soit visuellement soit à l'aide de simulation numérique. Mais, une attention particulière doit être portée à leurs dimensions en relation avec celles de la cuve car ces géométries peuvent amener à des coincements dus à leurs formes. C'est cette raison qui a amené Tattersall à mettre au point une hélice tronquée [5]. Les champs de vitesse complexes créés dans la cuve avec de telles géométries ne permettent pas l'obtention analytique des paramètres rhéologiques recherchés. Les paramètres obtenus par les différents rhéomètres ne permettent uniquement que des études comparatives. Le passage des données (couple ; vitesse) aux grandeurs locales (contrainte ; gradient de vitesse) au moyen de méthodes de calibration dont la limite physique est avérée (section I.3.3) peut constituer une des causes des écarts observés sur les paramètres rhéologiques identifiés. Si l'on souhaite s'affranchir de la calibration, il est incontournable de définir une stratégie d'identification des paramètres rhéologiques au moyen d'une analyse inverse qui peut très bien être étendue aux rhéomètres à béton équipés d'une géométrie conventionnelle.

La section I.5 suivante fait une synthèse d'une telle stratégie à partir des études relevées dans la littérature.

## I.5 Analyse Inverse

Du moment qu'il est possible de procéder à une simulation analytique ou numérique de la réponse du matériau, l'analyse inverse permet l'identification des paramètres de toute expérience et pour tout modèle constitutif introduisant des paramètres avec ou sans signification physique.

Son objectif est de déterminer les valeurs inconnues des paramètres constitutifs en minimisant la différence entre les données expérimentales et les prédictions analytiques ou numériques en utilisant un algorithme d'optimisation.

### I.5.1 Principe

L'analyse inverse est basée sur la formulation et la résolution d'un problème d'optimisation, ce qui rend cette méthode relativement objective. Cependant, bien que la résolution soit indépendante de l'utilisateur, la formulation du problème et l'interprétation des résultats exigent l'expertise mathématique et rhéologique de l'utilisateur. Même avec de nombreuses précautions que l'on détaillera plus loin, la formulation de l'analyse inverse conduit généralement à un problème mathématique mal posé. Ni l'existence, ni l'unicité de la solution ne peuvent être garanties [46, 47, 48]. Cela est dû aux incertitudes expérimentales et numériques inhérentes, ainsi qu'à la reproduction imparfaite du comportement des matériaux par des modèles constitutifs.

Le processus d'analyse inverse est décrit comme une méthode itérative pilotée par un algorithme.

Les différentes étapes itératives de ce processus d'identification sont présentées en figure I.18.

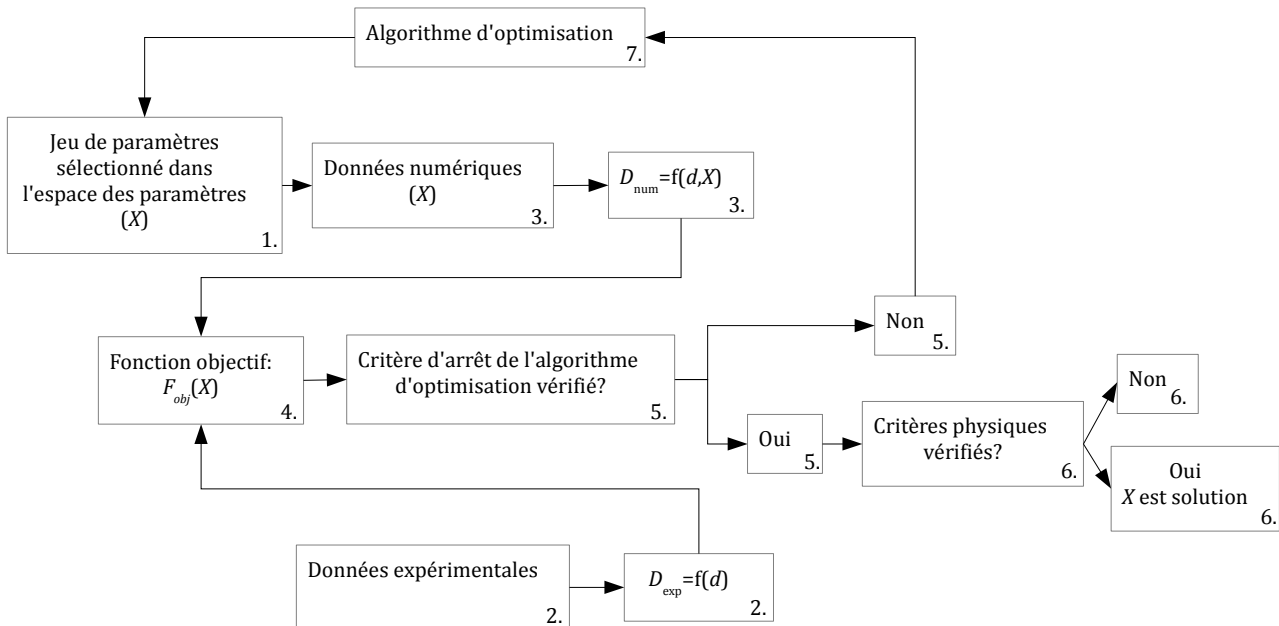


FIGURE I.18 – Principe général d'une identification pilotée par un algorithme d'optimisation.

1. Dans un premier temps, l'utilisateur doit définir un espace de paramètres constitutifs dans lequel le jeu de paramètres solution  $X$  sera recherché. Certains algorithmes d'optimisation recherchent une solution sur une grille discontinue de valeurs de paramètres. Les pas de cette grille doivent être choisis de manière à avoir un bon compromis entre précision et temps de calcul.
2. Les données d'entrées sont les données expérimentales  $D_{\text{exp}}$  qui dépendent des conditions dans lesquelles l'expérience est menée, appelées  $d$ .

3. À partir d'un jeu de paramètres initial ( $X$ ), l'essai est simulé et la courbe correspondante à l'essai est obtenue numériquement ou calculée analytiquement. Pour certains algorithmes d'optimisation, le résultat final de l'identification peut dépendre de cette initialisation.
4. Une fonction objectif ( $F_{obj}$ ) est ensuite définie afin de quantifier l'écart entre les données de référence  $D_{exp}$  et les données numériques simulées ou calculées analytiquement ( $D_{num}$ ) en 3.
5. La procédure itérative est contrôlée par l'algorithme d'optimisation qui possède un critère d'arrêt qui lui est propre. Une fois ce critère d'arrêt atteint, la procédure s'arrête. Le résultat de l'identification est retourné.
6. Le résultat donné par la procédure d'identification n'est pas forcément une solution au problème inverse. Si l'on se place d'un point de vue mathématique, il n'y a qu'une solution unique au problème inverse qui est le jeu de paramètres permettant d'obtenir la valeur de la fonction objectif la plus faible possible dans l'espace donné des paramètres. Du point de vue physique, tous les jeux de paramètres donnant une courbe entrant dans les erreurs expérimentales sont des solutions. Certains algorithmes d'optimisation ne peuvent prendre en considération certaines contraintes sur les paramètres, il faudra vérifier a posteriori que ces contraintes sont respectées.
7. Jusqu'à ce que la convergence soit atteinte, l'algorithme d'optimisation génère de nouveaux jeux de paramètres résultant des valeurs de fonction objectif antérieurement calculées. Les algorithmes d'optimisation sont nombreux et leur efficacité dépend des critères choisis et du problème en lui-même.

Les étapes générales de l'identification de paramètres par méthode itérative ont été présentées. Avant de faire état des procédés d'analyse inverse appliqués à la rhéologie et relatés dans la littérature (section I.5.3), il est nécessaire de faire un point général sur les algorithmes d'optimisation dans la section qui suit.

## I.5.2 Algorithmes d'optimisation

### I.5.2.i. Algorithmes déterministes

#### I.5.2.i.a) Méthodes de descente

Les méthodes d'identification les plus communément mises en place utilisent ces algorithmes. Le but est de trouver les paramètres  $X$  minimisant la fonction objectif  $F_{obj}$ . Voici les étapes itératives générales de l'identification de paramètres par des méthodes de descente :

1. Choisir un vecteur de paramètre initial,  $X_0$
2. Trouver la direction de descente aussi appelée le vecteur de descente,  $\delta_k$  à l'itération  $k$
3. Choisir la longueur du pas,  $\beta_k$  à l'itération  $k$
4. Mettre à jour avec les nouveaux paramètres, calculer la valeur de la fonction objectif :

$$F_{obj}(X_{k+1}) \quad \text{avec} \quad X_{k+1} = X_k + \beta_k \delta_k \quad (\text{I.19})$$

5. Si la valeur en 4. est trop grande par rapport à celle de l'itération précédente, reprendre en 2., arrêt s'il n'y a plus d'amélioration  $F_{obj}(X_{k+1}) \approx F_{obj}(X_k)$

Ce qui changera d'une méthode à l'autre sera soit la manière de trouver le vecteur de descente, soit la longueur du pas qui lui est associée. La recherche du vecteur de descente se fait à travers des dérivées, elle suppose donc que la fonction objectif est continue et dérivable.

Il faudra être prudent sur le minimum trouvé, selon le point de départ choisi il peut s'agir d'un minimum local. Il faudra prendre un point de départ relativement près du minimum à trouver, pour cela on utilise le plus souvent les connaissances physiques du problème [49]. Nous allons détailler dans un premier temps les directions de descente  $\delta_k$  choisies pour les méthodes de descente les plus connues. La question du choix du pas  $\beta_k$  sera abordée dans un second temps.

### Méthode de la plus grande pente

Pour cette méthode la direction de descente est simplement choisie à l'opposé du gradient de la fonction objectif. On a donc :

$$\delta_k = -\text{grad}F_{obj}(X_k)$$

Pour optimiser l'algorithme, le choix de  $\beta_k$  est fait tel que  $F_{obj}(X_{k+1})$  soit minimal. Autrement dit :

$$\begin{aligned} \frac{\partial F_{obj}(X_{k+1})}{\partial \beta^k} &= 0 \\ \Rightarrow \frac{\partial F_{obj}(X_k + \beta_k \delta_k)}{\partial \beta_k} &= 0 \\ \Rightarrow \text{grad}F_{obj}(X_{k+1}) \cdot \frac{\partial (X_k + \beta_k \delta_k)}{\partial \beta_k} &= 0 \\ \Rightarrow \delta_{k+1} \cdot \delta_k^T &= 0 \end{aligned}$$

On a donc  $\delta_k$  qui est orthogonal à  $\delta_{k+1}$ , la convergence se fait donc en *louvoyant* et est assez lente. On peut aussi choisir un coefficient  $\beta$  fixe, mais cela peut entraîner une convergence encore plus ralentie, il est très difficile de choisir ce scalaire [50, 49].

### Méthode des gradients conjugués

Cette méthode peut être considérée comme une amélioration de la méthode de la plus grande pente. La direction de descente est améliorée. Pour la première itération, la direction est la même, puis les pas suivants sont déterminés avec une combinaison du gradient de la fonction objectif et de la direction de descente du pas précédent comme suit :

$$\begin{aligned} \delta_0 &= -\text{grad}F_{obj}(X_0) \\ \delta_{k+1} &= -\text{grad}F_{obj}(X_{k+1}) + \beta_{k+1} \delta_k \end{aligned}$$

Cette méthode a d'abord été créée pour des fonctions quadratiques du type :

$$F_{obj}(X) = 1/2 X^T \mathbf{A} X + b^T X + c,$$

avec  $\mathbf{A}$  une matrice symétrique de dimension  $n_p \times n_p$ ,  $b$  un vecteur constant à  $n_p$  composantes et  $c$  un scalaire.

Dans ces conditions, la minimisation de  $F_{obj}(X_{k+1})$  amène à :

$$\beta_{k+1} = \frac{\text{grad}F_{obj}(X_{k+1}) \mathbf{A} \delta_k}{\delta_k^T}$$

Le nom de la méthode provient du fait que dans ces conditions, les vecteurs de directions de déplacements  $\delta_k$  sont conjugués à la matrice  $\mathbf{A}$ , c'est à dire que  $\delta_i^T \mathbf{A} \delta_j = 0$ , pour tout  $i$  différent de  $j$ . La convergence théorique dans ce cas est obtenue en  $n_p$  itérations [51, 49]. Pour les fonctions quelconques des modifications ont été apportées, Fletcher-Reeves [52] par exemple proposent un coefficient de  $\beta_{k+1}$  qui s'exprime :

$$\beta_{k+1} = \frac{\|\text{grad}F_{obj}(X_{k+1})\|^2}{\|\text{grad}F_{obj}(X_k)\|^2}$$

### Méthode de Newton

Historiquement, cette méthode se fonde sur des travaux de Newton, Raphson et Simpson, qui ont mis au point un algorithme capable de résoudre des problèmes polynomiaux [53]. Elle a ensuite été généralisée.

La méthode se base sur un développement de Taylor à l'ordre 2 de la fonction objectif faisant apparaître sa matrice Hessienne  $\mathbf{H}_{F_{obj}}$ .

$$X_{k+1} = X_k - \text{grad}F_{obj}(X_k)\mathbf{H}_{F_{obj}}^{-1}(X_k).$$

Pour une fonction quadratique, la convergence se fait en une seule itération. Il faut remarquer que si la matrice hessienne n'est pas définie positive, la direction de  $\delta_k$  n'est pas une direction de descente [54, 55, 49].

### Méthode de Levenberg-Marquardt

Pour échapper à ce problème, Marquardt [56] propose d'utiliser comme vecteur de descente une combinaison linéaire de ceux obtenus par les méthodes de la plus grande pente et de Newton.

$$X_{k+1} = X_k - (1 - \alpha_k)\text{grad}F_{obj}(X_k) - \alpha_k\text{grad}F_{obj}(X_k)\mathbf{H}_{F_{obj}}^{-1}(X_k),$$

avec  $\alpha_k$  compris entre  $[0; 1]$  et qui croît avec  $k$ .

Les pondérations sont choisies de sorte qu'en début d'optimisation le poids du vecteur de la plus grande pente soit plus fort que celui de Newton, puis inversement vers la fin de l'optimisation lorsqu'on atteint une région de confiance [56, 57].

### Les méthode quasi-newtoniennes

Ces méthodes utilisent le même algorithme que la méthode de Newton mais approximent la matrice hessienne et son inverse plutôt que de la calculer. Cela permet de réduire énormément les coûts de calcul car la détermination de la matrice hessienne est un processus très lourd, et donc même si le nombre d'itérations n'est pas trop élevé, le temps de calcul de la méthode de Newton est long [49].

#### I.5.2.i.b) Méthodes géométriques

##### Méthode du simplexe

Cet algorithme a été proposé par Nelder et Mead [58], il est basé sur la topologie de la fonction objectif définie dans un espace à  $n_p$  dimensions (avec  $n_p$  le nombre de paramètres à identifier). Un simplexe initial (c'est-à-dire un polyèdre de  $(n_p + 1)$  sommets) est défini sur la surface de la fonction objectif, avec une initialisation soit choisie par l'utilisateur, soit déterminée aléatoirement. En fonction des valeurs de la fonction objectif aux sommets du simplexe, des opérations modifient ces derniers afin de les diriger vers le minimum de la fonction objectif. L'optimisation est arrêtée lorsque les valeurs de la fonction objectif aux sommets sont suffisamment proches les unes des autres selon une tolérance définie par l'utilisateur. Si la fonction objectif est plane, cette valeur de tolérance peut-être atteinte avant que l'algorithme n'ait atteint le minimum [58].

Les auteurs montrent que la position, l'orientation, la longueur des côtés et la forme du simplexe initial influent beaucoup sur la vitesse de convergence. On peut remarquer aussi que cette méthode a l'avantage de ne nécessiter aucun calcul de dérivée.

### Méthode de Fibonacci

Cette méthode d'optimisation est valable pour identifier un seul paramètre, elle n'assure la convergence vers un minimum global uniquement dans le cas où la fonction est unimodale, c'est-à-dire qu'elle admet un minimum unique dans l'intervalle de recherche. À chaque itération l'intervalle de paramètres est découpé en trois intervalles. Considérons que l'intervalle de paramètre de départ soit l'intervalle  $[x_1; x_2]$ , une première évaluation de la fonction objectif est faite en  $x_3$  (avec  $x_1 < x_3 < x_2$ ). Dans le cas illustré en figure I.19 on a :  $F_{obj}(x_3) < F_{obj}(x_2) < F_{obj}(x_1)$ . On évalue la fonction objectif en un point  $x_4$  compris entre  $x_3$  et  $x_2$  dans le but de réduire l'intervalle selon la valeur de la fonction.

- Cas A :  $F_{obj}^A(x_4) < F_{obj}(x_3)$ , le minimum se trouve dans l'intervalle  $]x_3; x_2[$
- Cas B :  $F_{obj}^B(x_4) > F_{obj}(x_3)$ , le minimum se trouve dans l'intervalle  $]x_1; x_4[$

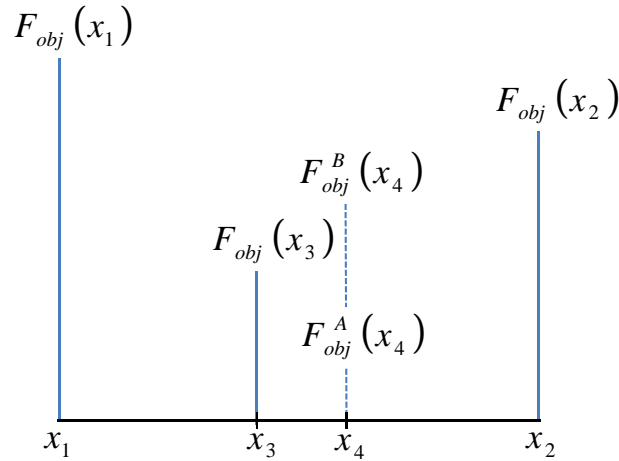


FIGURE I.19 – Exemple d'une itération de la méthode de Fibonacci.

On réitère ensuite l'opération sur l'intervalle précédemment sélectionné. La position de la sonde  $x_4$  est choisie telle que la distance entre  $x_1$  et  $x_4$  soit la même que celle entre  $x_3$  et  $x_2$ . Cela amène à un rapport :

$$\frac{x_1 x_3}{x_3 x_2} = \phi \quad \text{avec} \quad \phi = \frac{1 + \sqrt{5}}{2}$$

$\phi$  étant le nombre d'or, cette méthode est également appelée la méthode de la section d'or. Cette méthode est une méthode de grille au même titre que la dichotomie utilisant un rapport de 2 plutôt que le nombre d'or. L'utilisation du nombre d'or permet une convergence plus rapide [59].

#### I.5.2.i.c) Réseau de neurones artificiels

Comme le nom de la méthode l'indique [60], celle-ci est basée sur une simplification du fonctionnement d'un réseau de neurones. Le fonctionnement d'un neurone va donc être brièvement exposé pour comprendre la transposition à la méthode étudiée par la suite.

Un neurone est composé d'un noyau, de dendrites, et d'un axone (voir figure I.20), le flux nerveux est détecté par les dendrites. S'il atteint un certain seuil, il est transmis à l'axone qui à son tour le transmet soit à un élément moteur, soit à d'autres dendrites à travers les synapses.

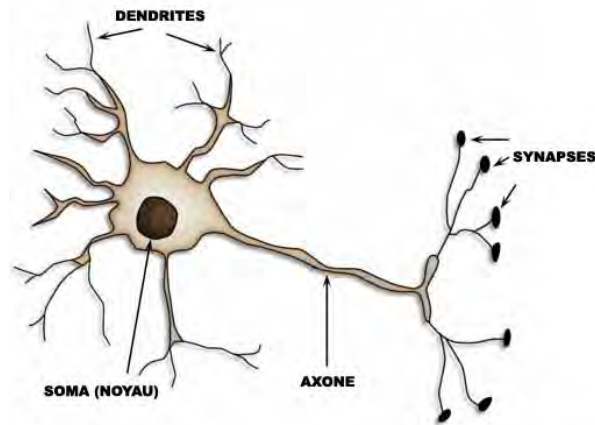


FIGURE I.20 – Schéma d'un neurone et des synapses.

Les réseaux de neurones les plus utilisés de nos jours sont les réseaux multi-couches. Il en existe plusieurs, on prendra ici l'exemple d'un réseau de neurones à deux couches non bouclés (un seul sens de transmission est autorisé) à apprentissage non adaptatif (on connaît les exemples d'apprentissage).

Pour modéliser un neurone, on choisit une fonction seuil ou en "s" appelée fonction d'activation. La somme des impulsions reçues par le neurone est limitée par un nombre de synapses excitées fixé pendant le temps latent, c'est le seul temps qui compte dans le réseau. La structure du réseau de neurones ne doit pas changer.

Pour chaque neurone, la variable de sortie s'écrit :

$$O = f(\sum_{i=1}^n w_i X_i + w_0),$$

avec  $X_i$  les paramètres d'entrées à identifier, le nombre de synapses mobilisées est remplacé dans le modèle par les poids  $w_i$ , appelés poids synaptiques. L'identification des paramètres avec un réseau de neurones se fait en deux temps : il y a d'abord une période d'apprentissage, durant laquelle on donne des paramètres d'entrée, les données d'une expérience, pour lesquels on connaît les paramètres de sortie, les paramètres à identifier.

Les poids synaptiques sont ensuite optimisés en utilisant la somme des fonctions objectif au sens des moindres carrés. On peut vérifier l'efficacité de l'apprentissage en proposant un nouvel exemple au réseau et en comparant les paramètres de sorties trouvés et les sorties exemples. Si les écarts entre les résultats sont trop grands, on pourra proposer d'autres exemples au réseau.

Une fois l'apprentissage effectué, les poids synaptiques sont fixés, il suffit de donner les paramètres d'entrée au réseau et celui-ci nous donne les paramètres de sortie correspondants.

On voit que le réseau de neurones nous donne un seul jeu de paramètres de sortie pour un jeu de paramètres d'entrée, il faudra prendre des précautions avec cette méthode lorsque la solution n'est pas unique. Cette démarche n'est pas vraiment une méthode d'optimisation, mais une méthode d'identification des paramètres complète. Elle est ici considérée comme une méthode déterministe car le réseau est entièrement défini à la fin de l'apprentissage.

### I.5.2.ii. Algorithmes stochastiques

#### I.5.2.ii.a) Recuit simulé

Cet algorithme [61] a été construit grâce à une analogie avec le phénomène physique de recuit, i.e. le chauffage progressif, le maintien à une certaine température puis le refroidissement d'un métal.

Cette technique permet une meilleure cristallisation.

Pour cet algorithme, on choisit une variable  $T$  qui jouera le même rôle que la température. Cette variable doit être décroissante, elle contrôle l'avancement du processus. On initialise l'algorithme en choisissant un jeu de paramètres  $X_0$ , à l'itération  $k$  on construit le vecteur de paramètre  $X_{k+1}$  de la manière suivante. On détermine tout d'abord  $X_k^{trial}$  tel que :

$$X_k^{trial} = X_k + \Delta X_k^{trial},$$

avec  $\Delta X_k^{trial}$  généré aléatoirement.

On compare l'erreur commise pour  $X_k^{trial}$  et  $X_k$  :

- Si  $F_{obj}(X_k^{trial}) < F_{obj}(X_k)$  alors  $X_k^{trial}$  est retenue, c'est-à-dire  $X_{k+1} = X_k^{trial}$ .
- Sinon on évalue la probabilité d'accepter la modification avec la loi suivante :

$$P(\Delta F_{obj}, T) = \exp\left(-\frac{F_{obj}(X_k^{trial}) - F_{obj}(X_k)}{T}\right)$$

- Si cette probabilité est forte, on garde  $X_k^{trial}$
- Sinon on génère un nouveau  $\Delta X_k^{trial}$  et on recommence le processus.

Le principal intérêt de l'introduction de ce pas aléatoire est de permettre à l'algorithme de s'échapper d'un minimum local.

### I.5.2.ii.b) Algorithmes génétiques

Les algorithmes génétiques sont basés sur une méthode stochastique utilisant une analogie avec la théorie de l'évolution de Darwin [62, 63]. Ces algorithmes reproduisent les procédés biologiques de sélection naturelle. Dans ce contexte, le vocabulaire utilisé est calqué sur celui de la biologie de la reproduction. Un paramètre représente un gène, un jeu de paramètres correspond à un individu, une collection d'individus décrit une population, et les individus performants sont les jeux de paramètres avec des valeurs de fonction objectif faibles. La stratégie des algorithmes génétiques consiste à 1. garantir l'émergence d'individus compétitifs et 2. préserver la diversité génétique de la population tout en limitant le nombre d'itérations. Pour cela, une population initiale est tout d'abord prélevée aléatoirement dans l'espace des paramètres. À chaque itération, appelée génération dans cette analogie, une nouvelle population est créée à l'aide d'opérations probabilistes basées sur la valeur de la fonction objectif.

Pour une meilleure compréhension, voici les cinq étapes itératives suivies par les algorithmes génétiques :

1. Évaluation de la population (Évaluation des valeurs de la fonction objectif des individus)
2. Reproduction des individus (Sélection des vecteurs performants d'un point de vue probabiliste)
3. Croisement des individus (Ex : combinaisons linéaires des vecteurs performants)
4. Mutation des individus (Ex : perturbation gaussienne)
5. Sélection d'une nouvelle population (Ex : enfants les plus performants, mélange parents/enfants)

L'enjeu de cette méthode est de trouver un équilibre entre les processus d'exploitation, basés sur les résultats des calculs précédents et ceux d'exploration basés sur une part de hasard. Les processus d'exploitation permettent une convergence plus rapide, ce sont par exemple la sélection et certains types de croisement. Les mécanismes d'exploration balayent l'espace des paramètres, ils sont garants



de la diversité dans la génération finale. Les opérations à l'origine de cette pluralité sont les mutations et les croisements. Lorsque la procédure est terminée, les algorithmes génétiques donnent une collection de jeux de paramètres. Cela permet de détecter d'éventuel minima secondaires.

Les algorithmes évolutionnaires sont réputés peu sensibles à la forme de la fonction objectif [47] et à l'initialisation [48]. En termes de calcul, le coût des algorithmes génétiques est plus élevé que celui des méthodes déterministes, mais d'un autre côté la dépendance des résultats d'optimisation par rapport à l'initialisation fait que l'on doit le plus souvent multiplier les essais et donc augmenter le coût de calcul.

### I.5.3 Les analyses inverses rencontrées dans la littérature

#### I.5.3.i. Identification des paramètres à partir des données $(\tau; \dot{\gamma})$

Dans la littérature, les cas d'identification des paramètres d'une loi de comportement les plus rencontrés se font à partir des données rhéologiques  $(\tau; \dot{\gamma})$  (figure I.22)

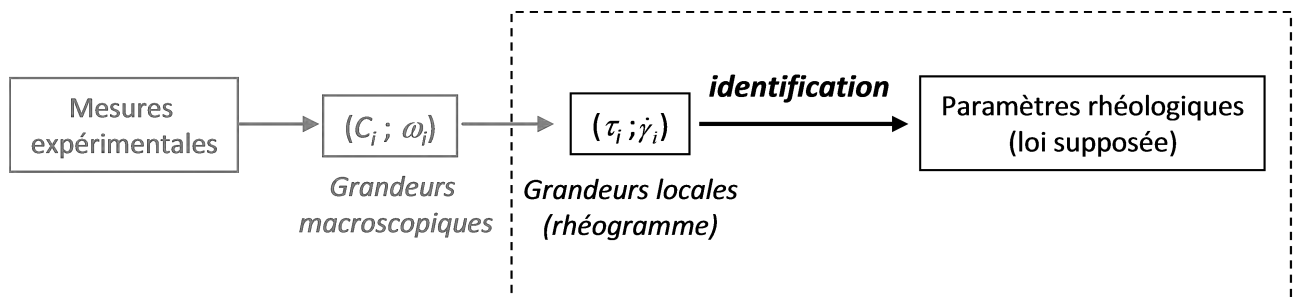


FIGURE I.21 – Identification à partir des grandeurs locales.

Les grandeurs locales sont déterminées soit avec l'utilisation de rhéomètres lorsque la géométrie est conventionnelle, soit à l'aide de calibrations lorsque la géométrie est non-conventionnelle. La technique d'optimisation classiquement appliquée à ces données est "*la méthode des moindres carrés*".

Cette méthode d'optimisation allie une fonction objectif basée sur une norme  $L^2$ , et un algorithme de descente qui s'appuie sur les gradients [64]. Pour être plus précis, la fonction objectif utilisée dans le cas de cette méthode est de la forme :

$$F_{obj}(X) = \sum_{i=1}^N |D_{exp}^i - D_{num}^i(X)|^2, \quad (I.20)$$

les grandeurs intervenant dans cette équation ont été définies à la figure I.18 en section I.5.1.

Cette fonction objectif est conseillée dans le cas où les données à ajuster sont obtenues dans des conditions contrôlées [65]. Les méthodes d'optimisation les plus connues basées sur les gradients sont les algorithmes de Gauss-Newton, de Newton-Raphson, de Levenberg-Marquardt ou encore celui des gradients conjugués. Il existe cependant beaucoup d'autres méthodes construites à partir de celles-ci. Dans les faits, les méthodes de Newton et de Gauss sont peu utilisées car elles sont coûteuses en temps de calcul. Dans le cadre des matériaux cimentaires, les paires  $(\tau; \dot{\gamma})$  sont produites par des rhéomètres conventionnels. Ce sont donc des pâtes cimentaires [21, 66, 67] ou des coulis qui sont étudiés [68, 69]. On trouve également les mêmes démarches dans le cadre d'autres fluides complexes tels que les polymères [70], ou les boues de forage [71] ayant des propriétés rhéologiques proches des matériaux cimentaires.

L'utilisation d'algorithmes d'optimisation dans le cas de la méthode des moindres carrés est souvent

proposée afin d'obtenir une solution physique unique [21, 72, 70, 73, 66, 67, 68, 69, 71, 74, 46]. Cependant, plus le nombre de paramètres à optimiser croît et plus la non-unicité de la solution est accentuée [75, 70]. Un nombre élevé de paramètres  $n_p$  à optimiser ( $n_p \geq 3$ ) et l'utilisation d'une méthode de gradient ou de simplexe peut conduire à une solution unique sans aucune signification physique, par exemple à un seuil de contrainte négatif dans le cas de suspensions de bentonite [72, 71]. Dans le cas de coulis industriels variés, Turian et al. [75] ont fait le choix d'un calage manuel qui ne lève pas le problème d'unicité, mais qui leur permet de contrôler que les paramètres choisis ont un sens physique. Les auteurs reconnaissent que cette méthode, en plus d'être fastidieuse, est ambiguë, au sens où les paramètres obtenus dépendent fortement de l'utilisateur. Or, l'intérêt d'une analyse inverse est qu'elle soit indépendante de l'utilisateur.

Une autre approche proposée est de restreindre la dimension de l'espace des paramètres en procédant à une identification de paramètres en 2 étapes. C'est ce que proposent Khataniar et al. [73], en effectuant une identification des paramètres de Bingham dans un premier temps. Cette étape permet notamment l'identification du seuil de cisaillement. Connaissant ce dernier, la deuxième étape est l'identification des deux autres paramètres du modèle initial à 3 paramètres, à l'aide d'une méthode des moindres carrés. Dans le cas des boues de forage, Kelessidis et al. [71] proposent une combinaison de deux procédures d'identification. Le seuil de contrainte est déterminé par la méthode de Fibonacci dans un intervalle sélectionné auparavant. Puis la méthode des moindres carrés est mise en œuvre pour identifier les deux autres paramètres. Cette méthode en deux étapes est comparée aux résultats donnés par une identification à une seule étape avec la méthode des moindres carrés classique (une seule étape) et avec une méthode permettant de pénaliser les seuils de contrainte négatifs. Cette dernière méthode donne un seuil nul là où la méthode classique donnait un seuil négatif. L'identification est stoppée prématurément sans prendre un chemin de descente différent. La méthode mise en place par Kelessidis et al. [71] permet d'avoir une meilleure corrélation entre les points expérimentaux et numériques que la méthode des moindres carrés avec contrainte. Les corrélations sont meilleures dans le cas d'une méthode des moindres carrés sans contrainte imposée, mais celle-ci autorise des seuils de contrainte négatifs.

Toutes les méthodes employées dans les études citées utilisent des algorithmes déterministes, que ce soit des algorithmes basés sur les gradients ou sur des considérations géométriques. Ces méthodes ne donnent qu'une seule solution pouvant correspondre à un minimum secondaire de la fonction objectif dont la détection peut dépendre de l'initialisation. Ceci est vrai autant pour la méthode classique des moindres carrés [70, 74, 46] que pour les méthodes géométriques [58, 46]. Pour pallier ce problème, l'optimisation peut être effectuée à partir de différents jeux de paramètres initiaux. En étudiant des suspensions viscoplastiques, Tang et Kalyon [70] ont procédé de façon systématique en divisant l'espace de recherche de paramètres en un grand nombre de sous-domaines, et en exécutant une optimisation sur chaque sous-domaine.

Les alternatives proposées pour contourner les problèmes de non-unicité et de minima secondaires peuvent être fastidieuses. Afin d'améliorer les identifications et d'en simplifier la mise en place, des algorithmes stochastiques peuvent être utilisés. Les algorithmes stochastiques sont des algorithmes incluant une part probabiliste. Ici, on se concentrera sur les algorithmes génétiques qui sont souvent utilisés dans la recherche des paramètres rhéologiques à partir des données  $(\tau; \dot{\gamma})$  pour leur capacité à explorer un large espace de paramètres [74, 46]. Un des avantages des algorithmes génétiques est qu'ils donnent une collection de jeux de paramètres solutions [62, 63]. Chaudhuri et al. [74] utilisent cet algorithme d'optimisation sur des rhéogrammes de fluide ferromagnétique. L'obtention d'une collection de jeux solutions leur permet de sélectionner les solutions adéquates sur le plan physique, ce qui n'est pas possible avec les méthodes déterministes. Les auteurs ont comparé les paramètres obtenus par les algorithmes génétiques et leur sélection, avec ceux obtenus avec une méthode des moindres carrés. En plus d'une meilleure adéquation physique, les données numériques collent mieux à la courbe expérimentale dans 80 % des cas.

Rooki et al. [46] appliquent les algorithmes génétiques sur les mêmes données rhéologiques de boues de forage que Kelessidis et al. [76], ce qui permet une comparaison avec la technique des moindres carrés et de la méthode de Fibonacci. Dans le cas où des seuils de contrainte négatifs étaient obtenus par la méthode des moindres carrés, les algorithmes génétiques permettent d'obtenir des paramètres avec des seuils positifs mais n'offrent pas une meilleure corrélation entre les résultats expérimentaux et numériques que celle obtenue avec la méthode des moindres carrés. Cette corrélation est meilleure avec les algorithmes génétiques qu'avec la méthode de Fibonacci.

### I.5.3.ii. Identification des paramètres à partir des données brutes

Les méthodes d'identification présentées dans la section I.5.3.i. sont réalisées sur les paires  $(\tau; \dot{\gamma})$  obtenues par des formules analytiques en rhéométrie conventionnelle.

Dans le cadre de géométries non conventionnelles, ces grandeurs locales ne peuvent être obtenues que de manière effective avec des calibrations dont la base physique n'est pas claire (section I.3). On aura donc une erreur due à la calibration (cf. figure I.16) qui s'ajoutera aux erreurs expérimentales et à celles dues à l'hypothèse d'une loi de comportement. L'intérêt est alors de traiter directement les données macroscopiques de couples versus vitesses de rotation comme seules accessibles. Dans de telles circonstances, les données à comparer ( $D_{\text{exp}}$  et  $D_{\text{num}}$ ) du schéma de principe de l'analyse inverse (figure I.18) ne sont plus les contraintes en fonction des gradients de vitesse mais les couples en fonction des vitesses de rotation.

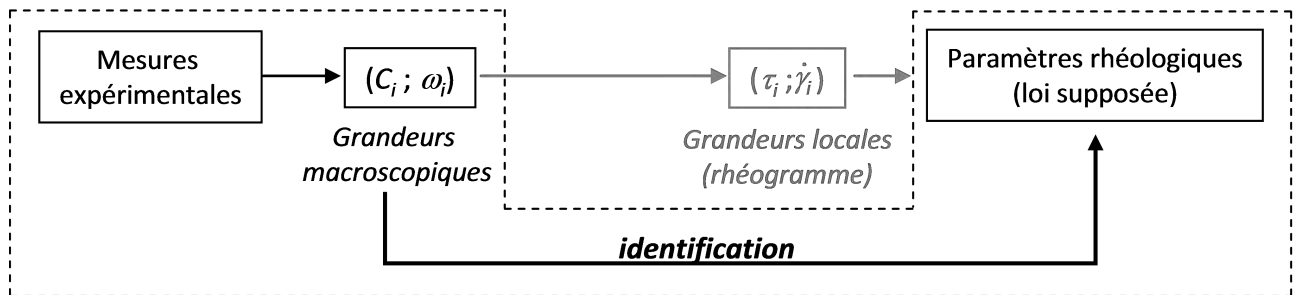


FIGURE I.22 – Identification à partir des grandeurs macroscopiques.

Dans ce contexte, il devient nécessaire de passer par une simulation numérique permettant d'obtenir des couples numériques ( $D_{\text{num}}$ ) en fonction des paramètres rhéologiques d'entrée ( $X$ ). La littérature relative à l'analyse inverse dans le domaine de la rhéométrie des suspensions est restreinte. Dans les cas présentés ci-dessous, les données expérimentales ne sont donc pas seulement issues d'essais sur suspensions. Des essais de rhéologie sur métaux à hautes températures sont également étudiés. Dans tous les cas, bien que plus complexes, les identifications concernent, entre autres, des paramètres constitutifs semblables à ceux représentant le comportement des matériaux cimentaires. Les tests rhéologiques étudiés sont des essais de torsion, de traction, de compression, et de cisaillement simple. Les identifications basées sur les données expérimentales brutes peuvent être comparées à des données de simulation [47, 70, 77, 78, 79, 48] et peuvent également s'appliquer lorsque des relations entre les paramètres à identifier et ces données existent et sont connues mais ne sont pas inversibles [80].

Pour ce qui est des identifications de paramètres constitutifs rhéologiques d'une suspension à partir de données macroscopiques, nous pouvons nous référer à Tang et Kalyon [70]. Les données exploitées sont issues d'essais de compression, comme dans le cas de Perrot et al. [80]. Ces derniers exploitent des données de back-extrusion pour obtenir un rhéogramme équivalent sur des suspensions viscoplastiques. Dans les deux études, les procédures d'identification sont basées sur une méthode des moindres carrés. Dans le cas de deux paramètres à identifier, les algorithmes d'optimisation basés sur une méthode

des gradients sont capables d'identifier les paramètres. Dans le cas de trois paramètres à identifier, les résultats obtenus sont satisfaisants [70, 80], cependant la solution donnée peut être un minimum secondaire [70]. Dans le cas où il y a plus de 3 paramètres à identifier, les algorithmes de gradients classiques ne sont plus assez globaux au sens où les solutions obtenues sont dépendantes de l'initialisation et correspondent à des minima locaux de la fonction objectif [70]. La même stratégie que pour le cas des données locales  $(\tau; \dot{\gamma})$  (présentée en section I.5.3.i.) est mise en place. Des sous-domaines sont créés et des identifications sont exécutées pour chaque sous domaine, la meilleure solution en termes de fonction objectif est considérée comme la solution au problème d'identification. Le jeu de paramètres amenant à la plus petite valeur de la fonction objectif est considéré comme le jeu solution.

En ce qui concerne la rhéologie des métaux à hautes températures, le nombre de paramètres constitutifs varient de 2 à 16 selon le modèle choisi et les hypothèses posées. Dans le cas d'un essai de torsion, dans certains cas, les auteurs ne notent pas de difficulté à l'identification de 4 paramètres constitutifs du matériau avec une méthode des moindres carrés [77]. La solution est unique et connue, et est obtenue avec des initialisations différentes. Dans une autre étude qui concerne des essais de traction et de cisaillement simple, la méthode des moindres carrés est fortement dépendante de l'initialisation alors qu'il n'y a que 3 paramètres au maximum à identifier. Les jeux obtenus ne sont pas tous acceptables [48]. Lorsqu'il y a plus de 4 paramètres à identifier, la méthode des moindres carrés est dépendante de l'initialisation [47, 77, 78, 79]. Les résultats peuvent être satisfaisants [47, 77, 78, 79], mais rien ne garantit que les solutions trouvées soient les meilleures solutions de l'espace des paramètres. Dans un cas où les méthodes de gradient sont très sensibles à l'initialisation, Szeliga et al. [47] ont testé deux algorithmes géométriques dont l'algorithme du simplexe. Ils notent que ces algorithmes ont permis une exploration plus grande de l'espace des paramètres, mais qu'ils restent sensibles à la forme de la fonction objectif et donc à l'initialisation. Par ailleurs, la forme complexe de la fonction a conduit à des problèmes de calcul de gradient lors de l'optimisation avec la méthode des moindres carrés classique.

Finalement une comparaison est également effectuée avec des algorithmes évolutionnaires de type algorithmes génétiques. Ces derniers sont moins dépendants de la forme de la fonction objectif, constat partagé par Chaparro et al. [48]. Les solutions obtenues avec les algorithmes évolutionnaires ont des valeurs de la fonction objectif plus faibles que celles obtenues avec des méthodes de gradient. Étant donné la capacité de ces algorithmes à explorer de larges espaces de paramètres, on peut supposer que les solutions données correspondent aux minimums globaux des fonctions objectif [47, 78, 79, 48]. Cependant les algorithmes évolutionnaires coûtent plus cher en termes de calcul [47, 78, 79, 48]. Le nombre de simulations nécessaires peut être multiplié par dix [78].

Des combinaisons entre les algorithmes évolutionnaires et les algorithmes de gradient peuvent être proposées afin d'améliorer la convergence. Ces combinaisons peuvent être plus ou moins complexes et leur efficacité dépend du problème en lui-même, c'est-à-dire de la forme de la fonction objectif [79, 48]. Pour illustrer cette difficulté, on se penchera sur le cas où les deux méthodes sont appliquées l'une après l'autre. Dans le cadre de l'étude de Carvalho et al. [79], la séquence "algorithmes génétiques puis méthode de gradient" n'améliore pas la solution de façon significative alors qu'elle procure une nette amélioration dans le cas de Chaparro et al. [48]. Ceci est dû au fait que dans le cas de Carvalho et al. [79], la fonction objectif est très accidentée avec des minima locaux très proches les uns des autres. Lorsque la méthode de gradient est appliquée avant les algorithmes génétiques, elle permet de se rapprocher de la vallée dont la pente est la plus prononcée. Par la suite, les algorithmes génétiques permettent de sélectionner le minimum global dans la zone précédemment déterminé par la méthode des gradients. À l'inverse, dans le cas de Chaparro et al. [48], la fonction objectif est globalement plus lisse et régulière mais avec des minima locaux qui empêchent une bonne convergence de la méthode des gradients. Ainsi, les algorithmes génétiques sont utilisés pour initialiser la méthode des gradients dans une zone proche du minimum global. De cette manière, aucun minimum local ne vient perturber le processus de minimisation. Une solution équivalente à celle donnée par les algorithmes génétiques seuls est obtenue avec un coût de calcul inférieur.

## I.6 Bilan et actions à mener

L'objectif de ce chapitre était de synthétiser la littérature au sujet de la caractérisation rhéologique des suspensions cimentaires. Cette caractérisation contient plusieurs étapes, depuis la mesure qui donne toujours les grandeurs globales (couple ; vitesse de rotation) jusqu'à l'identification des paramètres d'une loi de comportement supposée définissant une relation entre les grandeurs locales (contrainte de cisaillement ; gradient de vitesse). Un certain nombre de points soulevés lors de cette synthèse bibliographique sont à retenir.

- Des rhéomètres à béton existent, basés sur des géométries conventionnelles autorisant une formulation analytique du champ d'écoulement et ainsi des relations de passage entre les grandeurs globales et celles locales. Les adaptations se heurtent néanmoins à la nécessité de volumes élevés des échantillons pour assurer la représentativité de la suspension de béton et à l'existence implicite de zones mortes et d'hétérogénéités en cisaillement. Légitimement, des limites physiques apparaissent dans la mesure où une vitesse de rotation donnée peut entraîner une variété de gradients de vitesse au sein de l'entrefer.
- Les paramètres identifiés d'une loi supposée pour le béton varient significativement d'un rhéomètre à l'autre, qu'il soit à géométrie conventionnelle ou non, alors que ces paramètres devraient rendre compte de la signature rhéologique du matériau. Parmi les causes associées à cette variabilité, le passage du plan global au plan local peut être mis en avant (calibrations notamment), sans oublier la conception même des rhéomètres qui présente une diversité dans le volume testé, dans la taille de l'entrefer, dans la prise en compte des effets de paroi (rugosité ou non).
- L'identification des paramètres rhéologiques par analyse inverse est le plus souvent établie lorsque le plan local est atteint, aussi bien pour la caractérisation des suspensions fines (pâtes de ciment, coulis) en rhéométrie absolue et géométrie conventionnelle que pour la caractérisation des suspensions plus larges (mortiers et bétons) en rhéométrie absolue ou non et en géométrie conventionnelle ou non. L'identification se base sur des algorithmes d'optimisation déterministes qui reposent sur la méthode des moindres carrés et qui peuvent amener à des solutions qui n'ont pas de sens physique.
- L'identification des paramètres rhéologiques à partir des données brutes mesurées n'est que très peu traitée dans le contexte des suspensions. La revue bibliographique fait état de plus d'information à ce sujet dans le cadre des métaux à hautes températures. Réputées plus complexes et plus coûteuses en temps de calcul car une simulation numérique est incontournable et des algorithmes stochastiques peuvent être mis en place, les méthodes d'identification relevées apparaissent efficaces.

Compte tenu de ces constats, il nous apparaît pertinent de mener une identification des paramètres rhéologiques des suspensions cimentaires à partir des données brutes que sont les couples mesurés sur l'axe du moteur en fonction des vitesses de rotation imposées au mobile de cisaillement. Cette stratégie est impartiale dans le sens où elle s'applique à toutes les géométries de cisaillement, qu'il y ait ou non des relations de passage entre le plan global et le plan local. C'est donc l'objet de cette thèse que de mettre en place une telle stratégie à partir d'un rhéomètre à mortiers et bétons équipé d'une géométrie non conventionnelle. La méthode d'identification sera d'abord développée et testée en 2D (Chapitre II) avec justification des algorithmes d'optimisation utilisés. Le test sera effectué à partir de données générées numériquement et en fonction du degré de connaissance que l'utilisateur peut avoir sur le matériau caractérisé.

Dans le troisième et dernier chapitre, la méthode sera appliquée à des cas réels de fluides modèles. L'étape de validation sur des cas tests modèles est incontournable avant d'aborder et de poursuivre avec la caractérisation des suspensions cimentaires en perspective à ce travail.



# Chapitre II

## Mise en place de la méthode d'identification

### Sommaire

---

<b>I.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>4</b>
<b>I.2</b>	<b>Cas où des relations analytiques de passage existent</b>	<b>5</b>
I.2.1	Rhéomètre à géométrie conventionnelle	5
I.2.2	Application aux matériaux cimentaires	7
<b>I.3</b>	<b>Cas où des relations analytiques de passage n'existent pas</b>	<b>12</b>
I.3.1	Contexte	12
I.3.2	Méthodes de calibration	13
I.3.3	Discussion de la validité de ces méthodes	18
<b>I.4</b>	<b>Discussion sur la validité des résultats des rhéomètres à béton</b>	<b>19</b>
I.4.1	Comparaison entre les paramètres obtenus	20
I.4.2	Comparaison entre les caractéristiques de ces rhéomètres	21
<b>I.5</b>	<b>Analyse Inverse</b>	<b>24</b>
I.5.1	Principe	24
I.5.2	Algorithmes d'optimisation	25
I.5.3	Les analyses inverses rencontrées dans la littérature	31
<b>I.6</b>	<b>Bilan et actions à mener</b>	<b>35</b>

---

## II.1 Introduction

Afin de valider la faisabilité de l'analyse inverse et d'évaluer l'efficacité des différents algorithmes d'optimisation sur l'identification, la construction de la méthode est d'abord simplifiée. Pour ce faire, la modélisation est effectuée dans une coupe horizontale du rhéomètre RhéoCAD utilisé. Les données de couples versus vitesses servant à l'identification proviennent d'une simulation de référence dont on connaît les paramètres rhéologiques d'entrée. De cette manière, la solution au problème inverse existe, et est unique. La structure du chapitre est établie comme suit. Le processus qui nous a permis d'établir et de valider la modélisation à deux dimensions utilisée dans les procédures d'analyse inverse de l'étude de faisabilité est d'abord présenté dans le contexte d'une géométrie de cisaillement simple et à l'hydrodynamique connue analytiquement. Le choix de la loi de comportement est notamment justifié. Ensuite, la méthode d'identification en elle-même est mise en place avec l'une des géométries utilisées au RhéoCAD. La définition de l'espace des paramètres constitutifs ainsi que la sensibilité de la simulation à ces paramètres sont développés avec les algorithmes d'optimisation sélectionnés. Les résultats sont présentés dans le cadre de deux fluides viscoplastiques de référence dont le comportement (rhéofluidifiant et rhéoépaississant) appartient à l'espace des paramètres étudié. Les résultats sont alors discutés en fonction du degré de connaissance qu'a l'utilisateur sur les matériaux à caractériser. La discussion porte notamment sur l'efficacité des algorithmes d'optimisation testés. Le modèle à deux dimensions défini servira également de base au développement de la simulation finale à trois dimensions (Chapitre III).



## II.2 Mise en place de la simulation numérique 2D

### II.2.1 Présentation de la simulation

#### II.2.1.i. Présentation du RhéoCAD

##### II.2.1.i.a) Avantages

Le RhéoCAD est un rhéomètre spécialement conçu pour les matériaux cimentaires (pâtes de ciments, mortiers, et bétons) [22]. La ségrégation et la migration des agrégats sont des artefacts importants très fréquemment rencontrés au cours des essais rhéométriques de ces matériaux [6, 36, 20]. Afin d'optimiser les mesures, les agitateurs du RhéoCAD ont été construits pour induire des champs de vitesse complexes qui entraînent une bonne homogénéisation [81]. Par exemple, le LMDC est équipé d'agitateurs à ancres et à rubans hélicoïdaux (voir figure II.1). Les rubans hélicoïdaux impliquent des vitesses axiales et radiales importantes [43, 28], les agitateurs à ancres génèrent également des écoulements axiaux et radiaux mais en moindre intensité en comparaison aux rubans hélicoïdaux [40, 41]. Pour obtenir des grandeurs caractéristiques de la suspension étudiée, les mesures doivent être réalisées sur un volume représentatif. Ce volume représentatif permet de considérer (a priori) le milieu comme continu. Il dépend à la fois de la taille des agrégats et de la dimension des agitateurs. En cela, le RhéoCAD est plus "rentable" que les rhéomètres utilisés classiquement. Il ne demande qu'entre 5 et 7 litres de matériau, même pour des bétons, contre environ 20 litres dans des rhéomètres à béton plus conventionnels (par exemple le BML Viscometer, l'IBB ou le rhéomètre à deux points [16]).

##### II.2.1.i.b) Inconvénients

Les champs de vitesses induits par les géométries utilisées ne permettent pas d'obtenir les grandeurs physiques définissant l'écoulement du fluide de façon directe. Ainsi, les résultats disponibles sont le couple exercé sur l'agitateur en fonction de la vitesse de rotation qui lui est imposée.

##### II.2.1.i.c) Procédure d'acquisition et historique de cisaillement employé

Afin de rendre les mesures reproductibles, ces paires (couples ; vitesses de rotation) sont recherchées en régime permanent. Pour cela, on commence par s'affranchir des propriétés dépendantes du temps (fausse thixotropie [10]) en augmentant rapidement la vitesse du mobile. Une fois le matériau suffisamment déstructuré, on réalise les mesures de couple par palier de vitesse décroissant. Pour chaque palier de vitesse, le régime permanent d'écoulement est atteint lorsque le couple est stable [36, 37]. Il est alors possible de sélectionner la vitesse inférieure. La figure II.2 illustre l'historique de cisaillement typique testé :

- Montée rapide jusqu'à  $100 \text{ tr.min}^{-1}$  ;
- Paliers de vitesse décroissants de  $100 \text{ tr.min}^{-1}$  à  $10 \text{ tr.min}^{-1}$ .

Les vitesses de rotation sont testées dans un large intervalle qui est représentatif de l'ensemble des valeurs appliquées en fonction de l'échelle des suspensions cimentaires déjà caractérisées (pâtes, mortiers et bétons), et en fonction de leur consistance (ferme, plastique ou fluide). Cet historique sera également appliqué sur des fluides modèles réels en tant que tests de la méthode d'identification (Chapitre III).

Les données macroscopiques obtenues permettent uniquement de mener des études comparatives des suspensions. L'intérêt de proposer une analyse inverse est de passer de ces études qualitatives à des études quantitatives en déterminant les paramètres constitutifs du matériau. Grâce à ce passage, l'affinement de la formulation devient possible afin de mieux appréhender un contexte de mise en



FIGURE II.1 – Rhéomètre RhéoCAD et agitateur à ancre utilisés au LMDC

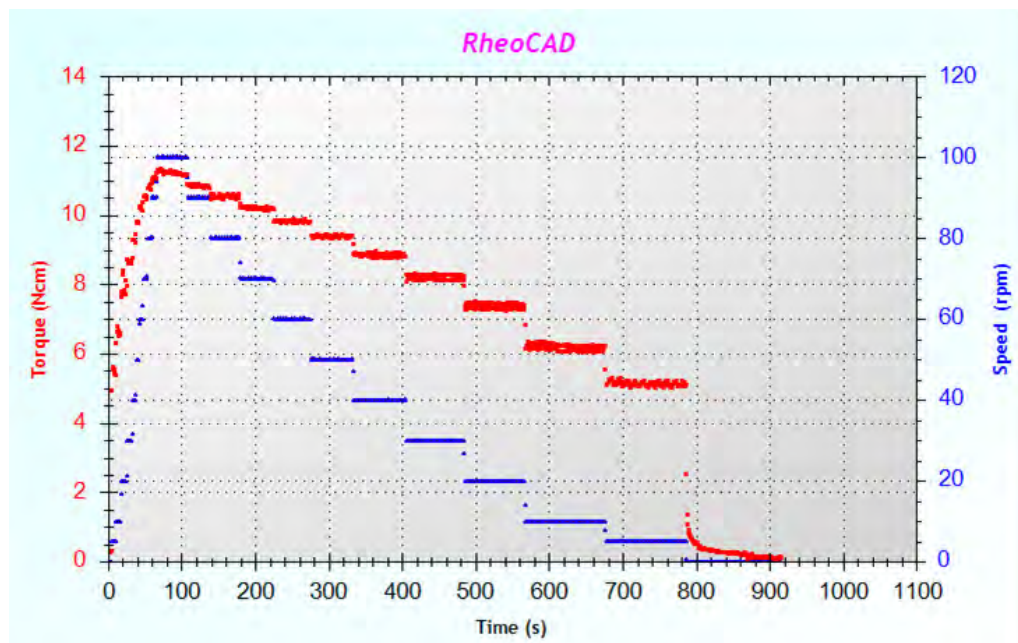


FIGURE II.2 – Historique de cisaillement typique appliqué

œuvre du matériau cimentaire projeté. Ou tout autre procédé, mettant en jeu d'autres fluides que les suspensions cimentaires, peut alors être optimisé.

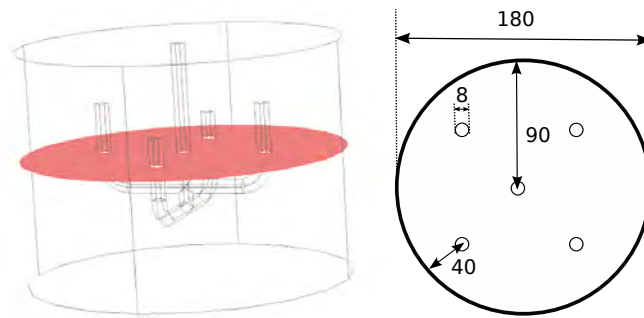


FIGURE II.3 – À gauche une représentation de la coupe horizontale simulée du RhéoCAD et à droite les dimensions de cette coupe en millimètres.

### II.2.1.ii. Présentation de la simulation 2D avec la géométrie double ancre

Nous présentons à la figure II.3 la coupe du RhéoCAD qui est modélisée pour l'étude de faisabilité de l'analyse inverse par l'intermédiaire du logiciel aux éléments finis COMSOL Multiphysics. La géométrie est constituée d'une ancre double qui tourne dans un bol cylindrique.

#### II.2.1.ii.a) Hypothèses de bases

Le modèle 2D retenu doit offrir un bon compromis entre la capacité à modéliser l'écoulement des matériaux cimentaires dans le rhéomètre et le temps de calcul. À ces fins, des hypothèses simplificatrices sont posées.

- Tout d'abord, le fluide est estimé comme incompressible. Cette assertion est réaliste lorsque l'on modélise des liquides ou des liquides pâteux que sont les suspensions cimentaires à l'état frais.
- Une seconde hypothèse est que l'écoulement est isotherme. Les matériaux cimentaires développent une exothermie durant la prise du ciment mais leur caractérisation rhéologique à l'état frais s'effectue toujours durant les trente premières minutes qui suivent le malaxage et qui sont incluses dans la période dormante du processus d'hydratation du ciment. De plus, un suivi de la température durant un essai a montré de faibles variations, toujours inférieures à  $0,5^{\circ}\text{C}$ , induites par la dissipation visqueuse en cisaillement.
- On supposera également les matériaux comme monophasiques et homogènes car bien agités et dans un volume représentatif. En plus d'une simplification de modélisation, ce postulat nous permettra d'établir une même loi de comportement pour tous les matériaux, et ce, indépendamment de leur composition. Ainsi, les paramètres constitutifs émanant des identifications seront comparables.
- L'écoulement dans le RhéoCAD est supposé en régime permanent. Cette assertion est justifiée par la procédure de mesure décrite précédemment (section II.2.1.i.). Le régime d'écoulement est pris comme laminaire, dans le cadre des cuves agitées, cette hypothèse est réaliste lorsque  $Re < 10$  [82, 45]. On suppose que la surface libre est plane, cette hypothèse étant en cohérence avec un régime intégralement laminaire qui ne permet pas de vorticit . De manière plus g n rale, on peut n gliger les d formations   la surface libre en r gime laminaire ou partiellement turbulent, autrement dit lorsque  $Re < 1000$  pour les syst mes d'agitation [82]. Dans nos conditions exp rimentales,  $Re_{\max}$  est d'environ 40   l'exception pr s de quelques p tes de ciment tr s fluides o  cette valeur peut monter   630 [83] (comme on le verra plus en d tail   la section II.2.2.iv.), ce qui est proche d'un r gime exclusivement laminaire.

Quand bien m me, lors des essais, des d formations   la surface dont l'importance d pend du

matériau seraient observées, on aurait pu restreindre ces déformations en utilisant une cuve comportant des chicanes qui limitent les contraintes normales. En contrepartie, cette technique entraîne des zones mortes pouvant altérer l'homogénéité du matériau et rendre les mesures plus difficilement exploitables. Ainsi, le choix d'une géométrie simple du stator est un compromis entre la facilité de la modélisation et l'obtention de données cohérentes dans le cadre des matériaux significativement visqueux tels que les suspensions cimentaires. Dans ce cas, les déformations en surface libre restent faibles [82, 84].

- Finalement, les glissements aux parois ne seront pas pris en compte. Une manière de réduire ces glissements est d'apporter des rugosités sur les surfaces. Or, l'influence de ces rugosités est mal comprise. La taille des rugosités nécessaires dépend notamment de la taille maximale des particules en suspension [2], ce qui complique la mise en place expérimentale et la modélisation. En conditions réelles, les glissements sont difficiles à évaluer, et les modèles permettant de les prendre en considération sont très nombreux et dépendent des propriétés du fluide étudié. C'est pourquoi le choix a été fait de ne pas ajouter de rugosité aux parois de la cuve. Par conséquent, le but de cette étude est de se placer dans des cas neutres où la simulation ne dépend pas du fluide, doit être accessible et facilement transposable à d'autres études. Il n'est alors pas étonnant de constater que les hypothèses définies sont classiquement pratiquées dans le cas des fluides en cuve agitée [43, 28, 40, 45, 85] et ont été validées pour des suspensions proches de nos matériaux. On peut prendre pour exemple une étude sur la gomme de xanthane, qui est un fluide pseudoplastique, avec des Nombres de Reynolds compris entre 3 et 300. Les couples simulés concordent à plus de 4,1 % à l'expérience [86] alors que la gomme de xanthane est par ailleurs connue pour son fort glissement [87].

### II.2.1.ii.b) Équations utilisées

Toujours dans le but de simplifier la simulation, on modélise l'écoulement dans le repère de l'agitateur. La cuve tourne virtuellement tandis que l'ancre reste immobile. Ce choix nous permet de rendre l'implémentation des conditions aux limites indépendante des agitateurs simulés. Un changement de repère nous donne le champ des vitesses dans la cuve. Pour ce qui est du couple, il reste inchangé de par le principe de conservation de l'énergie.

Si on prend en compte les hypothèses simplificatrices et le changement de repère, les équations de conservation de la masse et de quantité de mouvement deviennent :

$$\operatorname{div} \vec{V} = 0, \quad (\text{II.1})$$

$$\rho \vec{V} \cdot \overline{\overline{\operatorname{grad} \vec{V}}} = -\overline{\overline{\operatorname{grad} p}} + \overline{\overline{\operatorname{div} \vec{\tau}}} + \vec{f}, \quad (\text{II.2})$$

Avec  $\rho$  la masse volumique,  $\vec{V}$  le vecteur de vitesse,  $p$  la pression,  $\vec{\tau}$  le tenseur déviatorique des contraintes, et  $\vec{f}$  les forces volumiques.

Ici les forces volumiques ( $\vec{f}$ ) sont les forces de Coriolis et d'entraînement dues au changement de repère (voir la section A.1 en annexe). Les forces volumiques ( $\rho \vec{g}$ ) de pesanteur n'entrent pas en compte dans la coupe horizontale.

Pour finaliser la modélisation des matériaux cimentaires et permettre l'identification des paramètres constitutifs, il est nécessaire de définir la loi de comportement à implémenter pour décrire les fluides cimentaires, c'est l'objet de la prochaine partie.

## II.2.2 Choix de la loi de comportement

### II.2.2.i. Généralité de mécanique des fluides

Les lois de comportement des fluides complexes sont basées sur une généralisation des fluides de Newton. Le tenseur déviatorique des contraintes ( $\bar{\bar{\tau}}$ ) est exprimé en fonction du tenseur des taux de déformation ( $\bar{\bar{D}}$ ) à travers une viscosité scalaire  $\mu$ .

On a :

$$\bar{\bar{\tau}} = 2\mu\bar{\bar{D}}, \quad (\text{II.3})$$

La viscosité apparente  $\mu$  est définie à partir du rapport de la contrainte et du taux de cisaillement.

$$\mu = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (\text{II.4})$$

La contrainte et le taux de cisaillement sont définis à partir des seconds invariants des tenseurs déviatoriques des contraintes et de gradients de vitesse comme suit :

$$\tau = \sqrt{\frac{1}{2}\bar{\bar{\tau}} : \bar{\bar{\tau}}} \quad \text{et} \quad \dot{\gamma} = \sqrt{2\bar{\bar{D}} : \bar{\bar{D}}} \quad (\text{II.5})$$

### II.2.2.ii. Lois de comportement

Classiquement, la loi la plus utilisée pour modéliser les matériaux cimentaires est la loi de Bingham (voir tableau II.1) ; c'est une loi linéaire à seuil. Cette loi à deux paramètres est facile à manier mais elle ne correspond pas toujours aux observations.

Legrand a noté des comportements non linéaires dès les années 70 [10] ; dans certains cas, l'utilisation de cette loi amène à des seuils négatifs [6, 37, 88]. Cependant, l'utilisation de la loi de Bingham est toujours d'actualité, soit comme une simplification de loi plus complexe, soit pour pouvoir permettre des interprétations et des comparaisons des données de rhéomètres à matériaux cimentaires [16].

Pour être plus réaliste, la description des matériaux cimentaires doit se faire par des lois de comportement plus complexes. Une étude bibliographique montre qu'il faut au moins trois paramètres constitutifs pour bien représenter le comportement de ce type de matériaux [67, 66, 69]. Parmi les lois de comportement à trois paramètres étudiées par les auteurs cités précédemment, trois sortent particulièrement du lot en termes d'erreur type lorsque l'on cherche à reproduire numériquement des essais (voir tableau II.1).

Ici nous discutons des avantages et des inconvénients de ces lois de comportement ainsi que de la physique qu'elles contiennent.

Bien que la loi de Bingham ne permette pas de prendre en compte la non linéarité du comportement des matériaux cimentaires, elle est intéressante du point de vue du sens physique de ses paramètres. Elle permet d'obtenir directement un seuil de contrainte  $\tau_0$ , et une viscosité apparente limite lorsque le gradient de vitesse tend vers l'infini ; la viscosité plastique  $\eta_{pl}$ .

La loi de Robertson-Stiff est en meilleure corrélation avec les données expérimentales mais ses paramètres ont moins de contenu physique. Par exemple, le seuil de cisaillement défini par cette loi dépend de la courbure du rhéogramme (car dépendant à la fois des paramètres  $A$  et  $C$ ), cela rend difficilement comparable deux seuils identifiés par cette même loi.

Le modèle de De Kee est celui qui dispense les meilleures erreurs types. Elle donne un seuil  $\tau_0$  indépendamment de la courbure du rhéogramme qui, elle, est contrôlée par  $\eta_{pl}$  et  $\alpha$ . Le paramètre  $\alpha$  ne peut qu'être uniquement positif, ce comportement ne permet pas les comportements rhéoépaississants

Modèles	Lois de comportement	Définitions/Remarques
Bingham	$\tau = \tau_0 + \eta_{pl}\dot{\gamma}$	$\eta_{pl}$ : viscosité plastique, elle correspond à la viscosité apparente à l'infini
Herschel-Bulkley	$\tau = \tau_0 + K\dot{\gamma}^n$	$n$ : L'indice de comportement donne l'aspect rhéofluidifiant ( $n < 1$ ) ou rhéoépaississant ( $n > 1$ ) du fluide
Robertson-Stiff	$\tau = A(\dot{\gamma} + B)^C$	Avec $A$ , $B$ et $C$ constantes.
De Kee	$\tau = \tau_0 + \eta\dot{\gamma}e^{-\alpha\dot{\gamma}}$	$\alpha$ : paramètre pouvant dépendre de la température et l'historique de cisaillement.

TABLEAU II.1 – Lois de comportements adaptées aux matériaux cimentaires [67, 66, 69].

qui sont pourtant très fréquents dans le cas des matériaux cimentaires.

En ce qui concerne le modèle d'Herschel-Bulkley, le paramètre  $n$  donne l'aspect rhéofluidifiant ( $n < 1$ ) ou rhéoépaississant ( $n > 1$ ) du fluide ; c'est pourquoi on l'appelle indice de comportement. Le paramètre  $K$  accentue plus ou moins la courbure donnée par  $n$ , on l'appelle indice de consistance. Enfin le seuil de cisaillement est directement introduit dans la loi avec le paramètre  $\tau_0$ .

Pour ce qui est de l'aspect numérique, en plus de sa bonne corrélation avec les données expérimentales [66, 69, 67], la loi d'Herschel-Bulkley sort du lot par sa robustesse. Pour une même méthode d'optimisation, là où l'ajustement de données rhéologiques échoue avec d'autres lois de comportement, la loi d'Herschel-Bulkley parvient à une convergence dans 100 % des cas [89].

Pour toutes ces raisons de robustesse, de facilité d'utilisation et de significations physiques, c'est la loi d'Herschel-Bulkley qui nous paraît la plus à même de décrire nos matériaux cimentaires.

Les lois de comportement viscoplastique induisent forcément un seuil de contrainte, et donc une viscosité apparente infinie lorsque le gradient de vitesse s'approche de zéro. Afin d'éviter les problèmes de convergence numérique dus à cette singularité, des modèles de régularisation doivent être mis en place [90, 91, 92].

### II.2.2.iii. Régularisation

La régularisation adoptée pour cette étude est présentée en équation (II.6), la viscosité correspondante au modèle d'Herschel-Bulkley original et celle donnée par la régularisation sont représentées à la figure II.4. C'est donc un modèle à deux viscosités avec une valeur constante jusqu'au gradient critique  $\dot{\gamma}_c$  et une évolution selon Herschel-Bulkley au-delà de  $\dot{\gamma}_c$ .

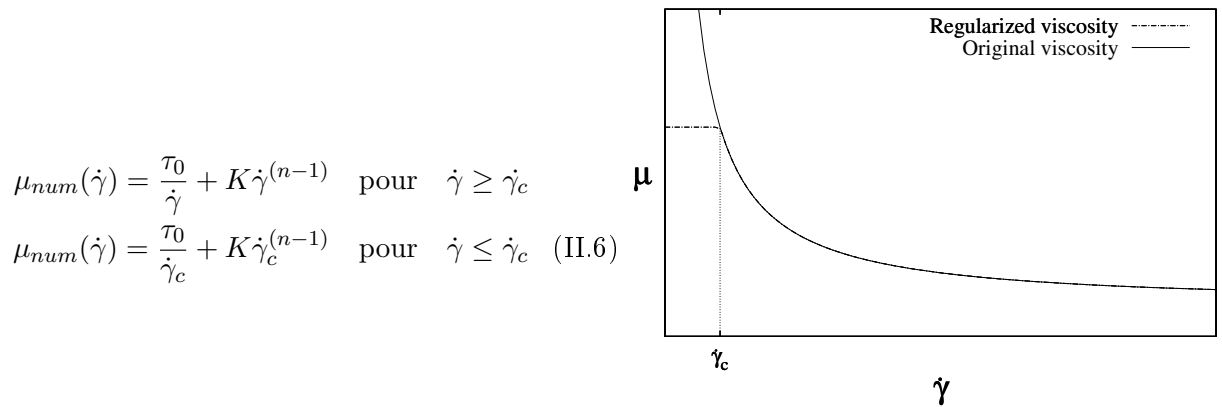


FIGURE II.4 – Viscosité donnée par la loi originale d’Herschel-Bulkley et celle donnée par la régularisation.

Une étude d’optimisation du paramètre  $\dot{\gamma}_c$  devra être menée afin de déterminer la valeur minimale de ce paramètre nous donnant une précision suffisante tout en offrant une convergence assez rapide (cf. section II.2.3).

### II.2.2.iv. Paramètres et nombres caractéristiques

#### II.2.2.iv.a) Espace des paramètres

Afin de modéliser et d’identifier les paramètres constitutifs des matériaux cimentaires, nous avons besoin de définir un espace de paramètres, c’est-à-dire des intervalles de paramètres d’Herschel-Bulkley décrivant les matériaux. Bien que la bibliographie pour les paramètres d’Herschel-Bulkley soit moins dense que celle de Bingham, elle permet tout de même de définir (au moins grossièrement) les espaces de paramètres correspondant aux différents types de matériaux. Ces intervalles de paramètres sont répertoriés dans le tableau II.2.

#### II.2.2.iv.b) Nombres adimensionnels

A partir de ces paramètres, des nombres adimensionnels nous permettent d’obtenir des informations primordiales concernant l’écoulement étudié.

Le nombre de Reynolds reflète le rapport entre les forces d’inertie et les forces visqueuses. La conséquence la plus importante des forces d’inertie est les phénomènes de turbulence.

Dans le cas de fluides de Newton dans un système d’agitation, le nombre de Reynolds est défini par :

$$Re = \frac{\rho N D^2}{\mu} \quad (\text{II.7})$$

Avec  $\rho$  la masse volumique [ $kg.m^{-3}$ ],  $N$  la vitesse de rotation du mobile [ $tr.s^{-1}$ ],  $D$  la dimension du mobile [ $m$ ], et  $\mu$  la viscosité [ $Pa.s$ ].

Dans le cas des fluides d’Herschel-Bulkley, il n’y a pas de viscosité unique, elle dépend du gradient de vitesse, il faut définir un nombre de Reynolds adapté. Ce nombre de Reynolds est appelé  $Re_{HB}$  et est défini comme suit (équation (II.8)).

$$Re_{HB} = \frac{\rho N^{2-n} D^2}{K} \quad (\text{II.8})$$

Avec  $n$  l’indice de comportement et  $K$  l’indice de consistance [ $Pa.s^n$ ].

Pour les fluides viscoplastiques, un autre nombre adimensionnel est important, c'est le nombre de Bingham. Il représente le rapport entre les contraintes plastiques et les contraintes visqueuses. Plus le nombre de Bingham est grand et plus le fluide a tendance à se comporter de manière rigide, il y aura des zones mortes dans l'entrefer. Dans le cas de fluide d'Herschel-Bulkley, le nombre de Bingham est exprimé par :

$$Bi_{HB} = \frac{\tau_0}{KN^n} \quad (\text{II.9})$$

Avec  $\tau_0$  le seuil de contrainte [ $Pa$ ].

Pour les intervalles de paramètres relevés dans la littérature, les nombres adimensionnels d'Herschel-Bulkley sont calculés et consignés dans le tableau II.2.

Matériaux cimentaires	$\tau_0$ [ $Pa$ ]	$K$ [ $Pa.s^n$ ]	$n$ [ $\emptyset$ ]	$Re_{HB}$	$Bi_{HB}$
Pâtes de ciment [83, 93]	[0; 630]	[0, 4; 150]	[0, 4; 1, 7]	[0, 10; 630]	[0; 5500]
Ciments [66]	[25; 45]	[1; 3]	[0, 7; 0, 9]	[0, 3; 50]	[2; 25]
Mortiers [83]	[60; 150]	[5; 190]	[0, 3; 1, 3]	[0, 009; 9, 5]	[0, 5; 100]
Bétons [37, 88, 94]	[15; 1900]	[3; 800]	[0, 8; 1, 8]	[0, 002; 1, 7]	[0, 065; 250]

TABLEAU II.2 – Intervalles des paramètres d'Herschel-Bulkley et des nombres adimensionnels pour différents matériaux cimentaires

Avant de définir et de justifier l'espace des paramètres à étudier, il nous faut déterminer le maillage optimum. Pour ce faire une étude sur l'influence du maillage est réalisée sur des fluides newtoniens et non-newtoniens.

## II.2.3 Validation par comparaison à des solutions analytiques

### II.2.3.i. Cylindres coaxiaux avec fluides newtoniens

#### II.2.3.i.a) Présentation de l'étude

Afin de déterminer le maillage optimum, le modèle est testé sur deux fluides de Newton dont les caractéristiques sont données dans le tableau II.3. De cette manière, l'impact du nombre de Reynolds sur l'exactitude de la simulation pourra être étudié.

Le cylindre extérieur correspond à la cuve du RhéoCAD tandis que le cylindre intérieur est positionné là où seraient placées les pales de l'ancre, comme le montre la figure II.5.

Comme indiqué en section II.3.3, l'implémentation des conditions aux limites est facilitée par un changement de repère. Celui-ci induit des forces volumiques (voir en Annexe section A.1) qui peuvent avoir un impact sur la finesse du maillage nécessaire à la stabilisation des vitesses et des couples numériques.

L'influence du changement de repère et du maillage est étudiée à partir de deux grandeurs que l'on peut calculer analytiquement : le champ de vitesse ( $V_{th}$ ), et le couple exercé aux parois ( $C_{th}$ ) (voir en annexe section A.2). Pour évaluer l'influence du changement de repère et du maillage sur les couples, on compare les erreurs relatives ( $Err_{rel}$ ) et absolue ( $Err_{abs}$ ) entre valeurs analytiques et valeurs expérimentales telles que définies à l'équation (II.10).

$$Err_{rel} = \left| \frac{(C_{th} - C_{num}) \times 100}{C_{th}} \right| \quad \text{et} \quad Err_{abs} = |C_{th} - C_{num}| \quad (\text{II.10})$$



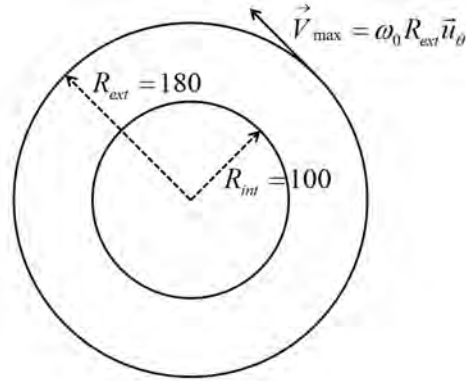


FIGURE II.5 – Géométrie des cylindres coaxiaux simulés pour la validations du modèle.

Grandeurs	Fluide 1	Fluide 2
$\rho$ [ $kg.m^{-3}$ ]	1000	1000
$\mu$ [ $Pa.s$ ]	0,1	35
$Re$ [ $\emptyset$ ]	6,67	0,23
$C_{th}$ [ $N.m$ ]	$2,66.10^{-3}$	1,11

TABLEAU II.3 – Caractéristiques des fluides de Newton étudiés et de leurs écoulements dans les cylindres coaxiaux.

L'impact des paramètres de modélisation sur la résolution de la vitesse est également évalué à travers un résidu en norme  $L^2$  (Res) et des erreurs relatives ( $\Delta$ ) qui sont donnés par les équations suivantes :

$$\Delta_{\max} = \left| \frac{\text{Max}[V_{th} - V_{num}]}{V_{\max}} \right| \quad \text{et} \quad \text{Res} = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (V_{th}(i) - V_{num}(i))^2}, \quad (\text{II.11})$$

avec  $V_{\max}$  définie comme à la figure II.5, et  $N$  le nombre de points d'évaluation.

La valeur des résidus nous donnera la capacité globale de la résolution numérique à s'approcher de la solution analytique, tandis que l'on s'intéressera à  $\Delta_{\max}$ , pour évaluer la plus grande erreur que le modèle autorise.

### II.2.3.i.b) Influence du changement de repère

Le changement de repère n'a pas de répercussion importante sur deux fluides considérés et de façon plus générale il ne modifie pas les tendances observées sur l'évolution des couples et des vitesses avec le maillage (voir les tableaux A.3, A.4 en Annexe A.1 et les tableaux II.4, II.5). Pour la suite, nous nous plaçons dans la configuration où la simulation est effectuée dans le repère de la cuve, ce qui correspond au choix final de la modélisation.

### II.2.3.i.c) Influence du maillage

Dès le premier maillage, qui est très grossier (866 éléments), on obtient des erreurs relatives sur les couples très faibles (inférieure à 0,03 %). On observe bien une diminution de cette erreur avec la finesse du maillage.

Le nombre de Reynolds ne semble pas avoir un impact significatif sur la précision des couples simulés

qui représentent la grandeur qui nous intéresse. Les erreurs relatives sur les couples sont du même ordre de grandeur (tableau II.4). On remarque que les améliorations des erreurs relatives des couples se retrouvent également sur les vitesses relatives maximales ( $\Delta_{\max}$ ) et sur les résidus (Res)(voir tableau II.5).

C'est donc la résolution, dans sa globalité, qui est améliorée et non pas seulement l'évaluation des couples (par intégration des contraintes sur le cylindre extérieur).

Les faibles erreurs relatives obtenues par la simulation sur les couples ont un impact non négligeable sur les erreurs absolues des couples, surtout dans le cas où le couple calculé est grand (et donc  $Re$  petit), ce qui est le cas dans nos conditions d'utilisation du RhéoCAD. Par exemple, pour le fluide 2 ayant un nombre de Reynolds de 0,23, une erreur relative de  $5,06.10^{-2}$  % sur les couples, ce qui paraît très suffisant a priori, se répercute par une erreur absolue de  $5,64.10^{-4}$  [ $N.m$ ] (voir tableau II.4). Or, l'erreur machine du RhéoCAD est de  $1.10^{-4}$  [ $N.m$ ] [22], les nombres de Reynolds pouvant être plus faibles dans les configurations réelles (voir en section II.2.2.iv.), les erreurs absolues pourraient être plus importantes. L'objectif est d'avoir des erreurs numériques inférieures à la sensibilité du couplemètre [22]. Ces erreurs sont calculées par rapport à une solution analytique répondant aux hypothèses de départ, en condition réelle d'autres erreurs s'y ajoutent. Pour toutes ces raisons, le maillage retenu dans le cas des cylindres coaxiaux devra comporter au minimum 6284 éléments, ce maillage donne une erreur relative d'un ordre de grandeur inférieur à la limite machine pour le fluide 2.

Influence du maillage sur les couples numériques pour le modèle avec changement de repère					
Nombre d'éléments		866	1270	6284	17644
<b>Fluide 1</b> ( $Re = 6,67$ )	Err <sub>rel</sub> [%]	$3,21.10^{-2}$	$1,61.10^{-2}$	$2,06.10^{-3}$	$5,47.10^{-4}$
	Err <sub>abs</sub> [ $N.m$ ]	$8,55.10^{-8}$	$4,27.10^{-8}$	$5,49.10^{-9}$	$1,46.10^{-9}$
<b>Fluide 2</b> ( $Re = 0,23$ )	Err <sub>rel</sub> [%]	$5,06.10^{-2}$	$3,41.10^{-2}$	$5,92.10^{-3}$	$5,58.10^{-4}$
	Err <sub>abs</sub> [ $N.m$ ]	$5,64.10^{-4}$	$3,80.10^{-4}$	$6,59.10^{-5}$	$6,22.10^{-6}$

TABLEAU II.4 – Erreurs relatives et absolues entre les couples analytiques et numériques en fonction du maillage pour les deux fluides newtoniens simulés dans le modèle avec changement de repère.

Influence du maillage sur le champ de vitesse numérique pour le modèle avec changement de repère					
Nombre d'éléments		866	1270	6284	17644
<b>Fluide 1</b> ( $Re = 6,67$ )	$\Delta_{\max}$ [ $\emptyset$ ]	$5,56.10^{-4}$	$2,71.10^{-4}$	$1,74.10^{-5}$	$5,73.10^{-6}$
	Res [ $m.s^{-1}$ ]	$4,29.10^{-6}$	$1,86.10^{-6}$	$1,32.10^{-7}$	$1,46.10^{-8}$
<b>Fluide 2</b> ( $Re = 0,23$ )	$\Delta_{\max}$ [ $\emptyset$ ]	$5,58.10^{-4}$	$2,71.10^{-4}$	$1,53.10^{-5}$	$5,51.10^{-6}$
	Res [ $m.s^{-1}$ ]	$5,22.10^{-5}$	$2,26.10^{-5}$	$1,60.10^{-6}$	$1,82.10^{-7}$

TABLEAU II.5 – Erreurs relatives maximales entre les vitesses analytiques et numériques et les résidus en norme  $L^2$  en fonction du maillage pour les deux fluides newtoniens simulés avec changement de repère.

### II.2.3.ii. Cylindres coaxiaux avec fluides binghamiens

#### II.2.3.ii.a) Présentation de l'étude

Grâce à cette première analyse sur fluides newtoniens, nous avons pu fixer le maillage d'étude. Dans cette partie, la répercussion de l'utilisation de la régularisation proposée à l'équation (II.6) va être examinée. Pour cela, différentes valeurs de gradient de vitesse critique  $\dot{\gamma}_c$  vont être testées sur deux fluides de Bingham différents.

Grandeurs	Fluide 3	Fluide 4
$\rho$ [ $kg.m^{-3}$ ]	1000	1000
$\eta_{pl}$ [ $Pa.s$ ]	0,1	35
$\tau_0$ [ $Pa$ ]	1	30
$Re_{HB}$ [ $\emptyset$ ]	6,67	0,23
$Bi_{HB}$ [ $\emptyset$ ]	150	1,08
$C_{ref}$ [ $N.m$ ]	$3,22.10^{-3}$	1,22

TABLEAU II.6 – Caractéristiques des fluides de Bingham étudiés et de leurs écoulements dans les cylindres coaxiaux.

Dans le cas des fluides de Bingham, on ne peut pas calculer les couples de manière théorique, or le couple est une donnée essentielle à la résolution analytique de la vitesse (voir en section A.3 de l'Annexe). Une vitesse semi théorique est donc évaluée en utilisant un couple numérique de référence,  $C_{ref}$ , correspondant au maillage le plus fin de la première étude (proposée en section II.2.3.i.) et avec un gradient de vitesse critique de  $0,01 s^{-1}$ . On calculera également les erreurs numériques et absolues sur les couples par rapport à ce couple de référence.

#### II.2.3.ii.b) Influence du nombre de Bingham

##### $Bi \approx 1$

Plus le nombre de Bingham est grand et plus le fluide s'opposera à l'écoulement provoquant des zones mortes dans l'entrefer. Lorsque le nombre de Bingham est proche de 1, cas du fluide 4, tout le fluide est en écoulement, les gradients de vitesse sont élevés et n'atteignent jamais le gradient de vitesse critique. La régularisation n'a donc aucune influence sur l'efficacité de la modélisation (tableaux A.5 et A.6). Comme le montre le tableau A.5, l'erreur relative sur les couples est de  $3,11.10^{-4} \%$ , ce qui est très faible. Les erreurs relatives maximales et les résidus sont du même ordre de grandeur que ceux du fluide 2 (voir tableaux II.5 et A.6).

##### $Bi \gg 1$

Avec un nombre de Bingham de 150, le fluide 3 nous permet d'étudier l'influence du paramètre de régularisation sur la précision de la simulation. Par ailleurs, les conditions d'utilisation de ce fluide sont les mêmes que dans la thèse de Marouche [95] ce qui permettra une comparaison et une validation du modèle.

On remarque au tableau A.6 qu'un ordre de précision sur  $\dot{\gamma}_c$  nous fait également gagner un ordre de grandeur sur les indicateurs  $\Delta_{max}$  et sur les résidus. Le champ de vitesse numérique est donc beaucoup plus précis.

Dans le cas des fluides newtoniens, les sauts d'ordre de grandeur de précision étaient impactés de la même manière sur l'erreur relative des couples ce qui n'est pas le cas ici. Les couplages sont plus complexes car la donnée du gradient de vitesse critique va également influencer sur la définition du contour de la zone morte qui a un rôle déterminant sur le couple exercé aux parois. On note tout de même des erreurs relatives sur les couples très petites qui atteignent largement les objectifs donnés.

Dans sa thèse, Marouche valide son modèle avec un  $\Delta_{\max}$  de l'ordre de  $2.10^{-2}$  et des résidus de l'ordre de  $3.10^{-3} m.s^{-1}$ . Afin d'obtenir une précision équivalente ou supérieure, on choisira un gradient de vitesse critique de  $0,1 s^{-1}$  car celui-ci nous donne une meilleure estimation globale des vitesses que le modèle de Marouche et des précisions sur les couples suffisantes par rapport à la sensibilité du RhéoCAD [22].

Influence du paramètre $\dot{\gamma}_c$ sur les couples numériques				
Paramètre de régularisation $\dot{\gamma}_c s^{-1}$		1	0,1	0,01
<b>Fluide 3</b> ( $Re_{HB} = 6,67, Bi_{HB} = 150$ )	Err <sub>rel</sub> [%]	16,1	1,13	$5,55.10^{-2}$
	Err <sub>abs</sub> [N.m]	$5,18.10^{-4}$	$3,65.10^{-5}$	$1,79.10^{-6}$
<b>Fluide 4</b> ( $Re_{HB} = 0,23, Bi_{HB} = 1,08$ )	Err <sub>rel</sub> [%]	$3,11.10^{-4}$	$3,11.10^{-4}$	$3,11.10^{-4}$
	Err <sub>abs</sub> [N.m]	$3,82.10^{-4}$	$3,82.10^{-4}$	$3,82.10^{-4}$

TABLEAU II.7 – Erreurs relatives et absolues entre les couples de référence et numériques en fonction des valeurs du paramètre de régularisation  $\dot{\gamma}_c$  pour les deux fluides binghamiens simulés.

Influence du paramètre $\dot{\gamma}_c$ sur le champ de vitesse numérique				
Paramètre de régularisation $\dot{\gamma}_c s^{-1}$		1	0,1	0,01
<b>Fluide 3</b> ( $Re_{HB} = 6,67, Bi_{HB} = 150$ )	$\Delta_{\max}$ [Ø]	$6,26.10^{-1}$	$7,63.10^{-2}$	$1,06.10^{-2}$
	Res [ $m.s^{-1}$ ]	$7,10.10^{-3}$	$8,27.10^{-4}$	$1,14.10^{-4}$
<b>Fluide 4</b> ( $Re_{HB} = 0,23, Bi_{HB} = 1,08$ )	$\Delta_{\max}$ [Ø]	$2,26.10^{-4}$	$2,26.10^{-4}$	$2,26.10^{-4}$
	Res [ $m.s^{-1}$ ]	$1,96.10^{-5}$	$1,96.10^{-5}$	$1,96.10^{-5}$

TABLEAU II.8 – Erreurs relatives maximales entre les vitesses de référence et numériques et les résidus en norme  $L^2$  en fonction des valeurs du paramètre de régularisation pour les deux fluides binghamiens testés.

La densité de maillage nécessaire ainsi que la valeur du paramètre de régularisation ont été fixées dans cette partie. Cette base va nous permettre de développer la simulation de la coupe présentée à la figure II.3 relative à l'ancre double. C'est ce modèle qui est utilisé dans la procédure d'identification dont les étapes et leurs implications sont maintenant détaillées.

## II.3 Mise en place de l'identification des paramètres

Du fait de l'impossibilité de formuler analytiquement les caractéristiques de l'écoulement dans le cas de la géométrie étudiée (figure II.3), le procédé d'identification final devra comparer des données macroscopiques expérimentales à des données de simulation. Pour l'étude de faisabilité à suivre, les paramètres constitutifs seront modifiés et ajustés en fonction de l'écart entre données simulées et de référence. Ces ajustements sont pilotés par un algorithme d'optimisation.

Avant de réaliser une identification, l'utilisateur doit faire des choix qui sont listés ci-dessous.

1. L'utilisateur doit définir un espace de paramètres constitutifs dans lequel le jeu de paramètres solution  $X$  sera recherché, dans notre cas  $X = (\tau_0; K; n)$ .
2. En général, les données d'entrée du processus d'identification sont des données expérimentales. Dans notre cas, il s'agit d'une courbe de couples versus vitesses de rotation produite par le RhéoCAD. Dans le cadre de cette étude de faisabilité, les données d'entrée sont synthétiques. La courbe de référence servant de base à l'identification provient de la simulation à deux dimensions.
3. Une fonction objectif ( $F_{obj}$ ) est ensuite définie afin de quantifier l'écart entre les données de référence  $C_{ref}$  et les données numériques simulées  $C_{num}$ .
4. L'algorithme d'optimisation doit être sélectionné et le critère d'arrêt défini.
5. Compte tenu des spécificités de l'analyse inverse décrites au paragraphe I.5.1, tous les jeux de paramètres donnant une valeur de la fonction objectif inférieure à une certaine erreur  $\varepsilon$  peuvent être considérés comme solution du problème. Dans la suite, ils seront désignés comme "satisfaisants". L'utilisateur doit fixer la valeur de cette erreur  $\varepsilon$ .

Les étapes générales de l'identification de paramètres par méthode itérative ont été rappelées, rentrons maintenant dans les détails de chaque étape.

### II.3.1 Espace des paramètres

L'étendue, relevée dans la littérature, des valeurs des paramètres d'Herschel-Bulkley correspondant aux matériaux cimentaires a été présentée dans le tableau II.2.

Dans l'étude présente, les intervalles des paramètres sont pris en accord avec les paramètres obtenus par Cyr [93] et apparaissent dans le tableau II.9. Ce sont des valeurs caractéristiques rencontrées au LMDC. Le seuil de contrainte est limité à 50 Pa car au-delà le matériau est vibré ce qui amène à une diminution du seuil et par la même permet l'écoulement. Les valeurs de seuil qui sont rencontrées dans les conditions d'utilisation sont donc proches de celles rencontrées dans les bétons autoplaçants (grossièrement comprises respectivement entre 0 et 50 Pa selon Wallevik [96]). On remarque que l'intervalle de l'indice de consistance choisi ici est également retrouvé par Wallevik [96]. La plage d'indice de comportement balayée va de 0,5 à 1,2. Dans la littérature  $n$  peut dépasser cette borne maximum de 1,2. Cependant, il a été observé que lorsque  $n$  dépasse cette valeur on ne mesure plus les caractéristiques d'un fluide homogène. Dans ce cas, une instabilité de la suspension cisailée se produit ce qui entraîne une ségrégation par sédimentation et migration des plus grosses particules [37].

	Bornes minimales	Bornes maximales	Pas
$\tau_0$ [Pa]	0	50	5
$K$ [Pa.s <sup><math>n</math></sup> ]	5	50	5
$n$ [∅]	0,5	1,2	0,05

TABLEAU II.9 – Espace de recherche des paramètres.

### II.3.2 Choix des triplets de référence

L'identification sera testée sur deux fluides, un rhéofluidifiant ( $n < 1$ ) et l'autre rhéoépaississant ( $n > 1$ ). Les seuils de cisaillement choisis sont représentatifs des bétons autoplaçants (20 et 45 [Pa]). Les indices de consistance sont ensuite calculés à partir d'une analogie avec les viscosités plastiques de Bingham. Les viscosités plastiques sont choisies en se basant sur le diagramme des zones de seuil de cisaillement en fonction des viscosités plastiques proposées par Wallevick [96]. Une fois les viscosités plastiques déterminées, les indices de consistance correspondants sont calculés avec une analogie. On

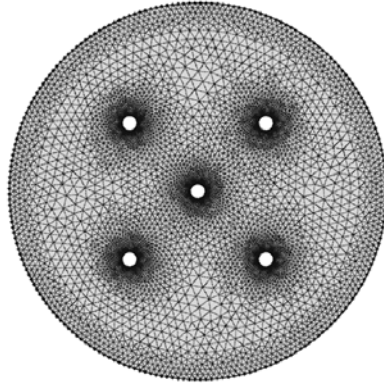


FIGURE II.6 – Maillage de la coupe horizontale du RhéoCAD

fait l'égalité entre la viscosité plastique et la viscosité apparente d'un fluide d'Herschel-Bulkley pour un gradient de vitesse ( $\dot{\gamma}_{\text{ana}}$ ) de  $3 \text{ s}^{-1}$ , ce gradient de vitesse est à la fois représentatif de la phase de mise en place et de l'agitation dans le RhéoCAD [97]. Les triplets finaux obtenus avec cette analogie ( $\eta_{pl} = nK\dot{\gamma}_{\text{ana}}^{n-1}$ ) sont donnés au tableau II.10.

	Triplet 1	Triplet 2
$\tau_0$ [Pa]	20	45
$K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]	30	45
$n$ [∅]	1, 1	0, 6

TABLEAU II.10 – Triplets de référence choisis.

### II.3.3 Présentation simulation 2D

La simulation finale est élaborée en accord avec le modèle validé sur les cylindres coaxiaux. Le maillage (présenté à la figure II.6) est construit de manière à avoir les mêmes caractéristiques que celui précédemment étudié, il est composé de 11742 éléments.

La masse volumique des fluides étudiés est fixée à  $2300 \text{ kg.m}^{-3}$  ce qui correspond aux bétons. La sensibilité est étudiée en faisant varier les paramètres d'Herschel-Bulkley d'un pas (tableau II.9) autour de la valeur de référence.

Les paramètres  $K$  et  $n$  influent sur la pente de la courbe du couple en fonction de la vitesse de rotation (figures II.7 et II.8), tandis que le paramètre  $\tau_0$  a pour effet une translation de cette courbe selon l'axe des ordonnées (figure II.9). Les courbes ne sont pas très sensibles au paramètre  $\tau_0$  en comparaison aux autres paramètres.

En regardant les réponses des simulations de plus près, on remarque un couplage entre  $K$  et  $n$  sur l'impact de la pente. En effet, quand  $K$  est faible l'influence d'un pas de paramètre  $\Delta n$  sur les couples est moins important que pour un  $K$  plus grand.

Tout comme De Larrard et al. [88] avec le BT RHEOM, on a pu constater un très bon ajustement des données de simulation à deux dimensions du rhéomètre avec une loi du type  $C = C_0 + k\Gamma^m$  avec  $C$  le couple en [N.m], et  $\Gamma$  la vitesse de rotation [tour par minute]. Par ailleurs, le temps de calcul d'une simulation à deux dimensions et l'espace des paramètres nous permettent d'effectuer des études exhaustives. L'ajustement des courbes simulées a donc été mené de manière systématique sur tout l'espace des paramètres. Les paramètres constitutifs correspondant à toutes les courbes étant

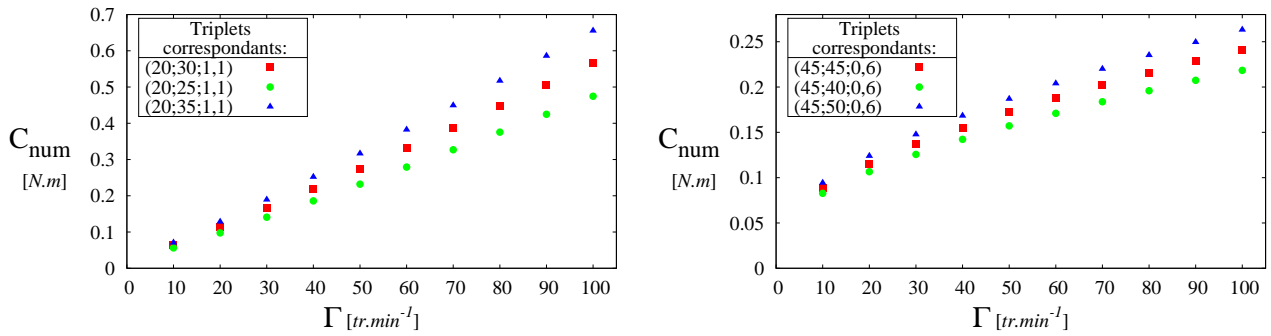


FIGURE II.7 – Sensibilité des courbes macroscopiques simulées au paramètre constitutif  $K$ .

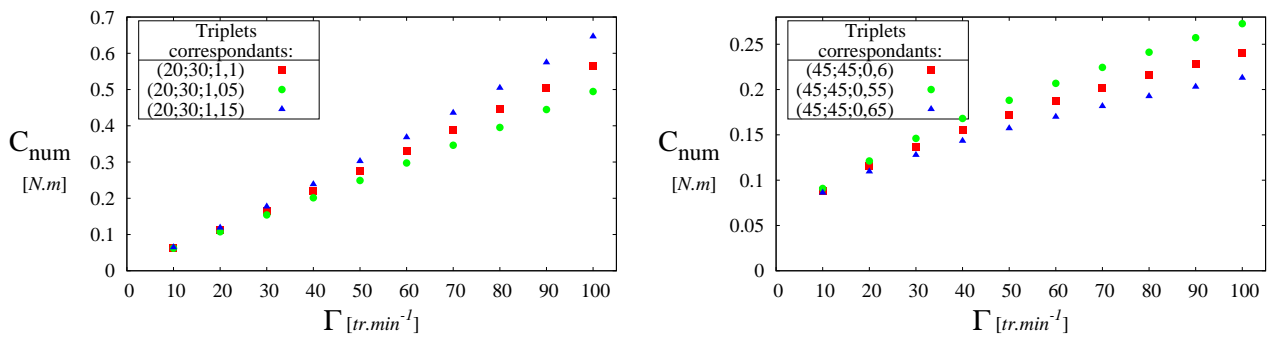


FIGURE II.8 – Sensibilité des courbes macroscopiques simulées au paramètre constitutif  $n$ .

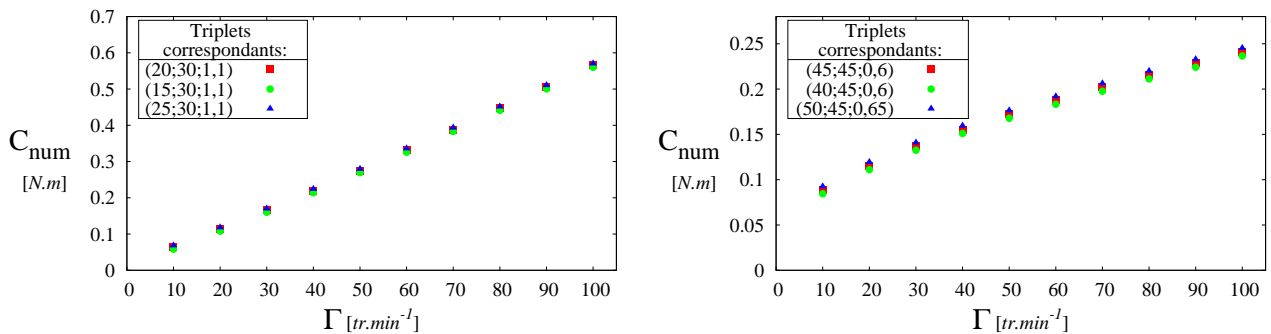


FIGURE II.9 – Sensibilité des courbes macroscopiques simulées au paramètre constitutif  $\tau_0$ .

connus, des corrélations entre ces paramètres et les paramètres macroscopiques peuvent être déduites. Les corrélations mises en évidence ici, et présentées en équations (II.12) (II.13) et (II.14), sont assez grossières mais permettent tout de même d'améliorer les procédures d'identification (comme on le verra dans la section II.4.1). Dans un cas réel, cette étude peut être faite pour chaque système en amont au moyen de bases de données de courbes macroscopiques obtenues avec des fluides tests de rhéologie connue. Les corrélations dépendent de chaque système d'agitation, de la géométrie et des types de fluides.

$$n[\emptyset] \approx m \quad (\text{II.12})$$

$$\tau_0 [Pa] \approx 1200 \times C_0 [N.m] \quad (\text{II.13})$$

$$\frac{K [Pa.s^n]}{k \left[ \frac{N.m}{tr^m} \right]} \approx 1200 \exp(1.8m) \quad (\text{II.14})$$

On note que la corrélation (II.12) (représentée figure II.10) a déjà été présupposée dans la littérature [88, 94] pour des matériaux cimentaires dans des rhéomètres de type cylindres coaxiaux. Les autres corrélations sont présentées en annexe aux figures A.3 et A.2.

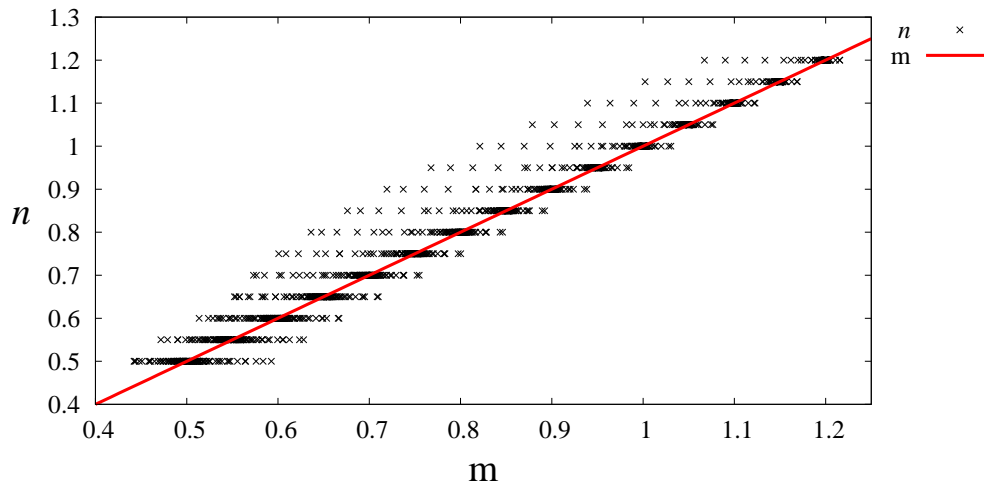


FIGURE II.10 – Corrélation obtenue entre  $n$  et  $m$  pour tous les points de l'espace des paramètres.

### II.3.4 Définition de la fonction objectif

Une fonction objectif permettant d'estimer l'erreur entre la courbe de référence et la courbe simulée doit être définie. Cette fonction est le plus souvent de la forme :

$$F_{obj}(X) = \sum_{i=1}^N |D_{exp}^i - D_{num}^i(X)|^h, \quad (\text{II.15})$$

où  $X$  est le vecteur de paramètres,  $D_{exp}^i$  la valeur expérimentale au point de mesure  $i$  et  $D_{num}^i$  la valeur numérique correspondante,  $h$  est un réel positif non nul et  $N$  est le nombre de mesures.

Plus  $h$  est grand, plus la sensibilité aux écarts est grande, même si ces erreurs sont peu nombreuses. Selon Al-Chalabi [65] en conditions très contrôlées (conditions expérimentales de laboratoire ou numériques), le critère des moindres carrés ( $h = 2$ ) offre le meilleur compromis.



Ce qui nous conduit à une fonction objectif définie de la manière suivante :

$$F_{obj}(X) = \sum_{i=1}^N [C_{ref}(\Gamma_i) - C_{num}(X, \Gamma_i)]^2, \quad (II.16)$$

avec  $\Gamma_i$  la  $i^{ième}$  vitesse de rotation imposée à l'agitateur,  $C_{ref}(\Gamma_i)$  la valeur du couple de référence pour une vitesse de rotation  $\Gamma_i$  et  $C_{num}(X, \Gamma_i)$  la valeur du couple numérique pour une vitesse de rotation  $\Gamma_i$  et pour le jeu de paramètres  $X$ .

La taille de la grille de paramètres et le temps de calcul d'une simulation à deux dimensions nous a également permis de calculer la fonction objectif du problème sur toute la grille de l'espace de recherche des paramètres. Une connaissance aussi approfondie de la fonction objectif du problème n'est évidemment pas possible dans un cas réel.

### II.3.5 Détermination de l'erreur admissible pour chaque triplet

Comme on l'a vu dans l'étape 6. de la procédure itérative (figure I.18, dans un cas réel, une certaine erreur par rapport à la courbe d'entrée doit être tolérée. Dans cette étude de faisabilité, les données expérimentales sont remplacées par des données synthétiques. La solution étant unique, cette erreur n'a pas besoin d'être prise en compte. Cependant, en anticipation aux futures études et aux stratégies à mettre en place, une erreur sera prise en considération dans l'interprétation des résultats.

Pour évaluer cette erreur, on trace le fuseau correspondant à la sensibilité machine et à une dispersion expérimentale de 5 %. La valeur de la fonction objectif correspondant à l'écart entre courbe de référence et courbe donnée par l'erreur maximum est ensuite calculée. Cette méthode nous conduit à des erreurs  $\varepsilon$  de  $5,44.10^{-4} [(N.m)^2]$  dans le cas du triplet rhéoépaississant et de  $2,50.10^{-4} [(N.m)^2]$  pour le triplet rhéofluidifiant.

### II.3.6 Algorithmes d'optimisation utilisés

Comme on l'a vu dans la partie bibliographique, les paramètres rhéologiques sont le plus souvent déterminés via des calibrations permettant d'obtenir des paires  $(\tau_i ; \dot{\gamma}_i)$ . C'est ensuite sur ces données que les identifications de paramètres sont faites. La technique d'optimisation classiquement appliquée est "*la méthode des moindres carrés*" qui allie une fonction objectif basée sur une norme  $L^2$  (c'est-à-dire du même type que celle que nous avons choisie ici) et un algorithme de descente (basé sur les gradients) [67, 66, 69, 21]. Comme expliqué au paragraphe I.5.3, cette méthode est moins efficace que d'autres utilisant des algorithmes d'optimisation géométriques [76] ou des principes stochastiques (c'est-à-dire des algorithmes incluant une part probabiliste) comme les algorithmes génétiques [74, 46].

Dans cette étude, nous utiliserons une méthode déterministe géométrique (algorithme du simplexe) et une méthode stochastique (algorithmes génétiques) parce qu'elles diffèrent de par leur stratégie (exploration/exploitation), leur coût de calcul et leurs opérateurs (déterministes/stochastiques).

La première méthode est basée sur la topologie de la fonction objectif définie dans un espace à  $n_p$  dimensions (avec  $n_p$  le nombre de paramètres à identifier). Un simplexe initial (c'est-à-dire un polyèdre de  $(n_p + 1)$  sommets) est défini sur la surface de la fonction objectif, des opérations modifiant les sommets du simplexe afin de les diriger vers le minimum de la fonction objectif. En fonction des valeurs de la fonction objectif aux sommets du simplexe, les opérations peuvent être une réflexion, une contraction, ou une expansion. Les différentes étapes sont détaillées sur le schéma de la figure II.11.

La première étape de la procédure est appelée réflexion et est appliquée au sommet correspondant à la plus mauvaise valeur en termes de fonction coût. Un nouveau jeu de paramètres et une nouvelle valeur de la fonction objectif sont déterminés. On peut s'attendre à ce que la direction opposée à une augmentation de la fonction objectif soit une direction de diminution de celle-ci. Plusieurs cas sont ensuite envisagés :

- Si la valeur de fonction objectif obtenue par cette réflexion est plus petite que toutes les valeurs de fonction objectif des autres sommets, une expansion est réalisée. Pour une procédure d'expansion, le sommet qui vient de subir une réflexion va être déplacé de manière plus prononcée sur l'axe de la réflexion, dans le but d'accentuer la diminution entraînée par la réflexion.
- Si la réflexion donne une valeur de fonction objectif plus petite que la valeur de la fonction objectif maximum du simplexe mais, que cette valeur n'est pas la plus petite obtenue aux sommets, la réflexion est conservée sans qu'une expansion ne soit réalisée sur ce sommet. La direction de ce sommet améliore la valeur de la fonction objectif, mais n'est pas la meilleure direction.
- Si la réflexion n'améliore pas la valeur de la fonction objectif du sommet, on considère que la diminution de la fonction objectif se produit à l'intérieur du simplexe. Une opération de contraction dans la direction de la réflexion est réalisée sur le sommet ayant la plus grande valeur de fonction objectif.
- Si cette opération ne permet toujours pas de diminuer la valeur de la fonction objectif, le simplexe est réduit de taille et le sommet dont la valeur de la fonction objectif est la plus grande est conservé.

L'optimisation est arrêtée lorsque l'erreur type de la moyenne entre les valeurs de la fonction objectif aux sommets atteignent une tolérance définie préalablement.

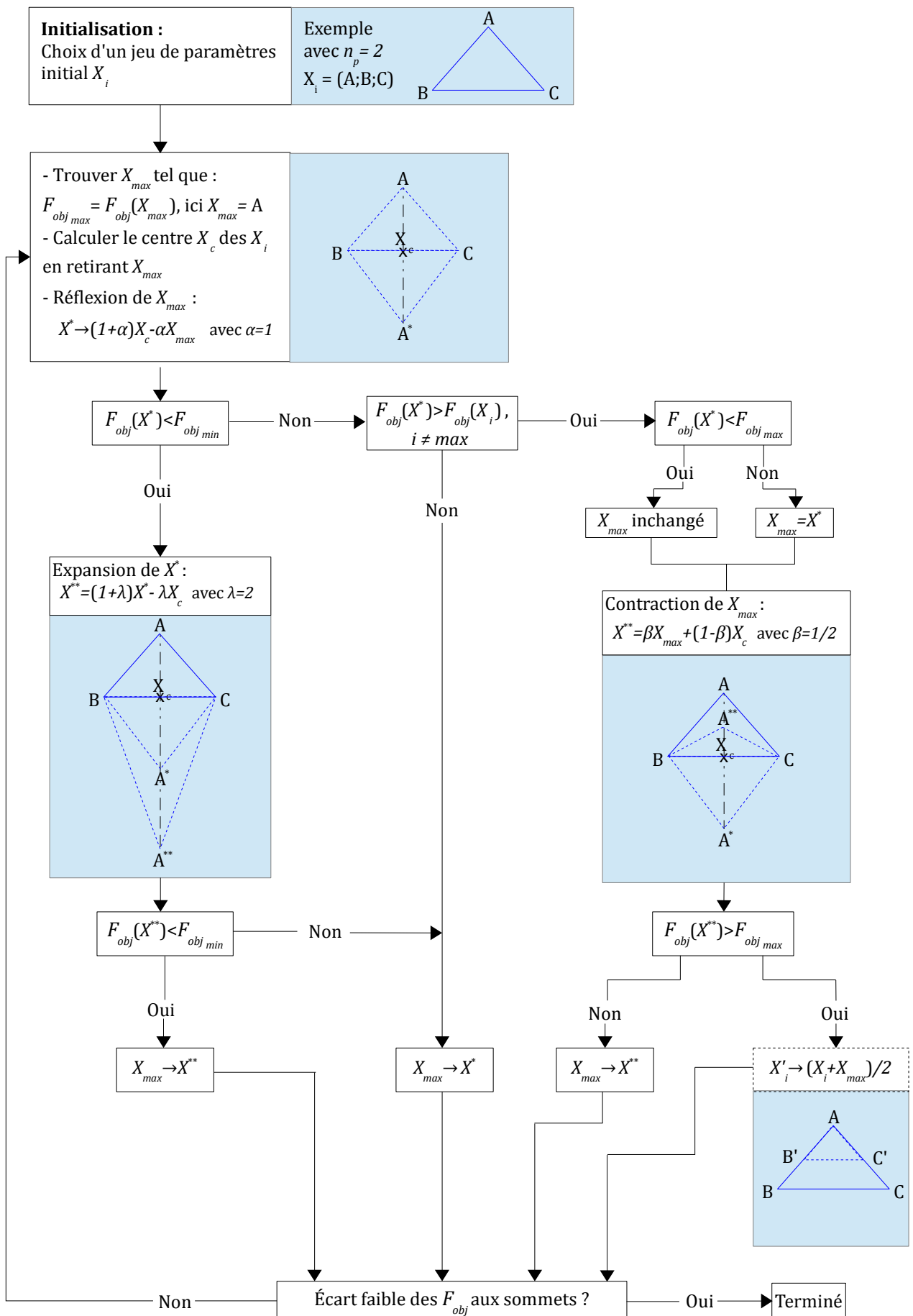


FIGURE II.11 – Différentes étapes et opérations d'une itération réalisée par la méthode du simplexe.

L'algorithme génétique sélectionné pour mener cette étude est MOGA-II, qui est une version améliorée de MOGA (Multi-Objective Genetic Algorithm), développé par Poloni et Pediroda [98]. Dans cet algorithme, les paramètres à identifier sont implémentés comme des séquences binaires [99, 100]. Les opérateurs spécifiques à MOGA-II sont détaillés ci-dessous avec les cinq étapes successives suivies par les algorithmes génétiques.

1. Évaluation de la population :  
Les valeurs de la fonction objectif de chaque individu sont calculées.
2. Reproduction des individus :  
Les vecteurs les plus performants d'un point de vue probabiliste sont sélectionnés. MOGA-II met en œuvre la sélection avec une méthode locale de tournois. Un tournoi repose sur une compétition entre plusieurs individus pris aléatoirement dans la population. Les meilleurs individus de chaque sous-domaine sont sélectionnés.
3. Croisement des individus :  
MOGA-II est équipé de deux techniques de croisement. Tout d'abord, le croisement classique à un point consiste à échanger le code binaire de deux parents à partir d'un point pour donner deux enfants (figure II.12) .

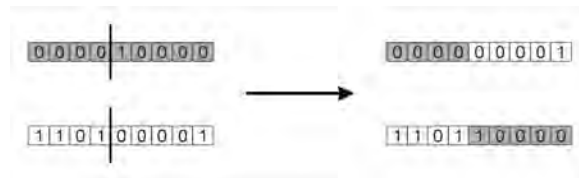


FIGURE II.12 – Croisement simple à un point sur deux parents en séquence binaire.

Ensuite, un nouvel opérateur de croisement appelé croisement directionnel ("directional crossover") vise à déterminer une direction d'amélioration en comparant la valeur de la fonction coût de deux individus. Ce nouvel opérateur accélère la convergence.

4. Mutation des individus :  
La mutation des gènes a pour but une légère modification aléatoire des gènes créant ainsi un nouvel individu original. Rien n'assure que cet individu sera performant, il s'agit ici de créer une certaine diversité. En codage binaire, la mutation consiste à remplacer certains bits par leur valeur complémentaire (voir figure II.13).



FIGURE II.13 – Mutation en séquence binaire.

5. Nouvelle population par sélection :  
MOGA-II est un algorithme génétique élitiste, c'est-à-dire que certains individus parmi les plus performants sont conservés d'une génération à l'autre.

Plusieurs critères d'arrêt peuvent être définis pour les algorithmes génétiques (nombre de génération maximum, distribution des jeux de paramètres performants semblables dans les dernières générations etc. [101]). Dans notre cas un nombre de génération est fixé. Une fois le processus d'identification arrêté, tous les jeux de paramètres ayant une valeur de la fonction objectif inférieure à l'erreur  $\varepsilon$  définie en paragraphe II.3.5 sont considérés comme solutions.

Il n'y a pas de règles d'or dans la littérature pour fixer la taille de la population, les probabilités des différents opérateurs (mutation, croisement....) et le critère de convergence. Pour rendre la procédure d'identification efficace, une phase d'optimisation de ces différents paramètres d'entrée doit être réalisée.

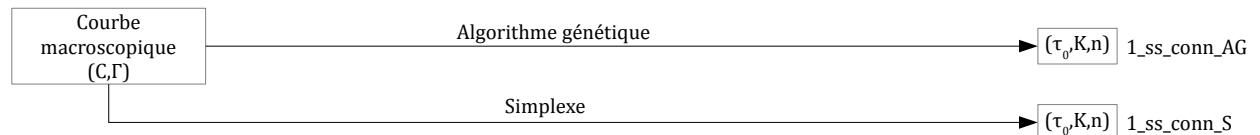
## II.4 Procédures et résultats d'identifications

Dans cette partie, différentes procédures d'identification, basées sur différents degrés de connaissance du matériau, sont présentées. On analysera ensuite les résultats obtenus avec ces procédures. L'efficacité des algorithmes en fonction du degré de connaissance et les nouvelles connaissances apportées par les identifications seront examinées et confrontées à la forme de la fonction objectif.

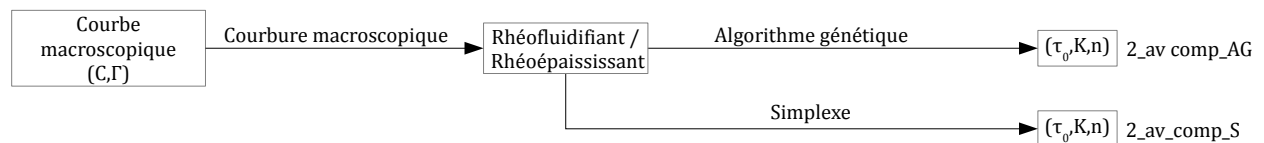
### II.4.1 Présentation des différentes procédures

Les différentes procédures mises en place pour l'évaluation de la méthode d'identification sont illustrées sur la figure II.14.

#### Procédure 1 : Aucune connaissance a priori n'est supposée (ss\_conn)



#### Procédure 2: La conservation du comportement entre les plans local et macroscopique est supposée (av\_comp)



#### Procédure 3: Utilisation des relations empiriques entre les paramètres macroscopiques et constitutifs (av\_n=m)

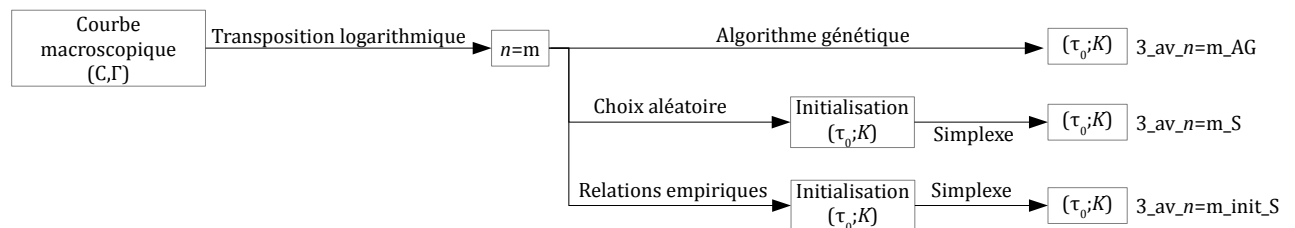


FIGURE II.14 – Présentation schématique des procédures d'identification en fonction des connaissances de l'utilisateur.

Dans une première approche, seule la loi de comportement du fluide est présumée. L'utilisateur ne possède aucune connaissance a priori du fluide. La procédure d'identification est réalisée une première fois avec les algorithmes génétiques (procédure 1\_ss\_conn\_AG) puis avec l'algorithme du simplexe (procédure 1\_ss\_conn\_S).

Pour la seconde approche, on suppose connu le comportement rhéofluidifiant ou rhéoépaississant du matériau et la conservation de cette propriété au passage du plan macroscopique au plan local. Pour les matériaux cimentaires, cette proposition est faite par Gieker et al [36]. L'espace de recherche des paramètres peut être réduit en fonction de ce comportement  $n \geq 1$  ou  $n \leq 1$ . Dans cette configuration, les deux algorithmes d'optimisation choisis sont également testés, procédure 2\_av\_comp\_AG pour les

algorithmes génétiques et 2\_av\_comp\_S avec la méthode du simplexe. La troisième approche met à profit les corrélations entre les courbes macroscopiques ( $C; \Gamma$ ) et les courbes locales ( $\tau; \dot{\gamma}$ ) préalablement obtenues (équations (II.14)(II.13) et (II.12)). Dans un premier temps, on utilise uniquement la relation  $n = m$  (II.12) qui nous permet de réduire le problème à deux paramètres. Les deux algorithmes d'optimisation sont employés sur cette configuration (procédures : 3\_av\_n=m\_AG et 3\_av\_n=m\_S). On utilise ensuite les autres corrélations donnant l'indice de consistance  $K$  et le seuil de contrainte  $\tau_0$  pour l'initialisation de la méthode du simplexe (procédure 3\_av\_n=m\_init\_S).

Le nombre de jeux de paramètres correspondant à l'espace de recherche de chaque procédure est présenté dans le tableau II.11. Dans notre étude, les procédures d'identification sont lancées avec modeFRONTIER [102]. Le nombre d'individus constituant l'initialisation des algorithmes génétiques est choisi uniquement en fonction de la dimension de l'espace de recherche (tableau II.9). Les effectifs sont en accord avec les intervalles donnés par Man [103].

Pour la procédure 3, la population initiale est de 16 individus, valeur minimale conseillée pour l'utilisation de l'algorithme dans ModeFRONTIER. Les individus des populations initiales sont générés aléatoirement avec une distribution uniforme, ce qui accroît la robustesse et prévient les convergences prématurées [104]. La taille de la population est gardée constante pendant le processus d'optimisation. La probabilité de croisement directionnel est fixé à 0,5, la probabilité de sélection à 0,05 et celle de mutation à 0,1. Ces valeurs sont celles préconisées par la documentation ModeFRONTIER [102] et sont similaires à celles trouvées dans la littérature [105]. Le critère d'arrêt (nombre de générations maximal) est fixé à 5, ce qui signifie qu'après 5 générations on considérera que MOGA-II a convergé.

	Nb de jeux de paramètres dans l'espace de paramètres	Nb d'individus dans la population
Procédure 1	1650	100
Procédure 2 rhéoépaississant	550	35
Procédure 2 rhéofluidifiant	1210	75
Procédure 3	110	16

TABLEAU II.11 – Nombre de jeux de paramètres dans les espaces de recherche associés à chaque procédure et nombre d'individus dans la population initiale des algorithmes génétiques.

Comme mentionné précédemment, les résultats d'optimisation donnés par la méthode du simplexe dépendent de l'initialisation. En anticipation, la méthode du simplexe est lancée trois fois pour chaque procédure avec des initialisations aléatoires générées avec une distribution uniforme. La valeur de tolérance du critère d'arrêt est prise à  $10^{-3}$ . Dans le cas où l'espace des paramètres est à trois dimensions (procédure 1 et procédure 2), le simplexe est composé de quatre sommets ; lorsque l'on réduit l'espace des paramètres à deux dimensions (procédure 3,) le simplexe est composé de 3 sommets. Dans le cas de la procédure 3\_av\_n=m\_init\_S, la méthode du simplexe est initialisée avec les corrélations (équations II.12, II.13 et II.14). Dans ce cas précis, il n'y aura qu'une seule initialisation. Ces sept procédures sont effectuées sur les deux triplets, le triplet rhéoépaississant (triplet 1) et rhéofluidifiant (triplet 2) donnés au tableau II.10.

## II.4.2 Résultats des identifications

Dans cette section, les résultats d'identification obtenus avec les trois approches décrites dans la section précédente sont présentés, discutés et comparés.

### II.4.2.i. Procédure 1 : Aucune connaissance a priori sur le matériau

Les jeux de paramètres initiaux et les résultats d'identification de la procédure `1_ss_conn_S` sont résumés dans les tableaux II.12 et II.13. Concernant le triplet rhéoépaississant  $(20;30;1,1)$ , aucun des lancements ne nous amène à la solution mathématique du problème. Du point de vue physique, deux des trois initialisations donnent des jeux de paramètres satisfaisants, c'est-à-dire avec des valeurs de fonction objectif inférieures au critère  $\varepsilon$  défini précédemment (section II.3.5). Afin de pouvoir comparer les résultats obtenus pour les deux matériaux étudiés, nous exprimerons ici les fonctions objectif normalisées par le critère d'erreur, c'est-à-dire :

$$F_{obj_{norm}} = \frac{F_{obj}}{\varepsilon} \quad (\text{II.17})$$

Les trois jeux de paramètres résultats présentent le même d'indice de comportement ( $n = 1,1$ ) et de consistance ( $K = 30 [Pa.s^{1,1}]$ ), seul le seuil de cisaillement varie. Ces informations confirment les sensibilités mises en évidence auparavant. On a une sensibilité forte des paramètres  $K$  et  $n$  sur la courbe rhéométrique, alors que le paramètre  $\tau_0$  n'a que très peu d'influence. Du point de vue mathématique, cela revient à dire que la fonction objectif a une pente au voisinage de la solution qui s'accroît fortement avec les paramètres  $n$  et  $K$  alors qu'elle est assez plane selon le paramètre  $\tau_0$ . On remarque également que malgré des initialisations très distribuées dans l'espace des paramètres, les jeux de paramètres résultats sont localisés dans le voisinage de la solution. Cela peut indiquer un minimum global de la fonction objectif très prononcé.

Triplets initiaux ( $\tau_0 [Pa]; K [Pa.s^n]; n [\emptyset]$ )	$F_{obj_{norm}}$ [ $\emptyset$ ]	Triplets résultats ( $\tau_0 [Pa]; K [Pa.s^n]; n [\emptyset]$ )	$F_{obj_{norm}}$ [ $\emptyset$ ]	Nbr <sub>eval</sub>	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(30;40;0,5) (0;15;1,05) (35;25;0,75) (45;10;0,85)	965,1 743,8 770,0 1157,1	(5;30;1,1)	0,4	29	85/1650
(15;40;1,15) (10;35;0,75) (5;40;0,45) (25;45;0,45)	417,0 588,7 1225,5 1010,1	(15;30;1,1)	0,5	21	
(30;35;1,15) (0;30;0,8) (30;50;1) (10;15;0,9)	322,6 7907,1 343,0 343,0	(25;30;1,1)	0,5	35	

TABLEAU II.12 – Résultats obtenus pour la Procédure `1_ss_conn_S` et le triplet  $(20;30;1,1)$ .

La même procédure est maintenant appliquée au matériau rhéofluidifiant correspondant au triplet  $(45;45;0,6)$  (tableau II.13). La solution exacte est obtenue pour un seul des lancements sur les trois effectués. Les autres jeux de paramètres résultats ne peuvent pas être considérés comme satisfaisants. Cela est encore plus vrai pour le premier lancement qui nous donne un résultat avec une fonction objectif dix fois plus élevée que les autres avec un nombre d'itérations moins important. Cette convergence prématurée peut provenir de la présence d'un plateau de la fonction objectif comme le précisent Nelder et Mead [58].

La procédure `1_ss_conn_GA` est appliquée successivement sur les deux triplets de référence. La population est fixée à 100 individus et la population initiale est générée aléatoirement parmi les 1650 triplets de l'espace de recherche. Pour les deux matériaux, le triplet solution émerge et quelques triplets

Triplets initiaux ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [∅])	$F_{obj_{norm}}$ [∅]	Triplets résultats ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [∅])	$F_{obj_{norm}}$ [∅]	Nbr <sub>eval</sub>	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(30 ; 35 ; 1, 15) (0 ; 30 ; 0, 9) (30 ; 50 ; 1) (10 ; 15 ; 0, 9)	3331, 6 46, 5 3108, 9 2219, 3	(0 ; 40 ; 0, 65)	62, 8	11	65/1650
(30 ; 40 ; 0, 6) (0 ; 15 ; 1, 1) (35 ; 25 ; 0, 8) (45 ; 10 ; 0, 8)	322, 3 843, 3 21, 3 217, 1	(45 ; 45 ; 0, 6)	0	33	
(45 ; 40 ; 0, 9) (45 ; 15 ; 0, 45) (25 ; 15 ; 0, 75) (50 ; 5 ; 0, 5)	666, 9 452, 6 321, 9 713, 2	(40 ; 30 ; 0, 75)	5, 7	21	

TABLEAU II.13 – Résultats obtenus pour la Procédure 1\_ss\_conn\_S et le triplet (45 ; 45 ; 0, 6).

satisfaisants sont détectés (tableaux II.14 et II.15). Le tableau II.16 résume le nombre d'individus de la dernière génération qui ont la valeur d'un paramètre en commun avec le triplet solution. Pour le matériau rhéoépaississant, les paramètres  $K$  et  $n$  semblent être essentiels pour atteindre une valeur basse de la fonction objectif. Pour le matériau rhéofluidifiant, c'est le paramètre  $n$  seul qui semble jouer le plus grand rôle. Cette interprétation concorde avec les résultats obtenus avec la méthode du simplexe.

Triplets satisfaisants ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [∅])	$F_{obj_{norm}}$ [∅]	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(20 ; 30 ; 1, 1) (10 ; 35 ; 1, 05) (25 ; 30 ; 1, 1) (15 ; 30 ; 1, 1) (40 ; 25 ; 1, 15)	0 0, 1 0, 5 0, 5 0, 6	(5 × 100)/1650

TABLEAU II.14 – Triplets satisfaisants pour la Procédure 1\_ss\_conn\_AG et le triplet (20 ; 30 ; 1, 1).

Triplets satisfaisants ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [∅])	$F_{obj_{norm}}$ [∅]	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(45 ; 45 ; 0, 6) (45 ; 40 ; 0, 65) (40 ; 45 ; 0, 6) (40 ; 40 ; 0, 65)	0 0, 4 0, 7 1, 0	(5 × 100)/1650

TABLEAU II.15 – Triplets satisfaisants pour la Procédure 1\_ss\_conn\_AG et le triplet (45 ; 45 ; 0, 6).

De manière à rendre le coût de calcul indépendant de la performance de l'ordinateur utilisé, l'unité de mesure choisie est le temps de calcul d'une simulation élémentaire. La procédure avec la méthode du simplexe amène à 85 simulations pour le matériau rhéoépaississant et 65 pour le matériau rhéofluidifiant. Les algorithmes génétiques sont stoppés après 500 simulations. Il apparaît très clairement



triplet n° 1	Nbr d'individus	triplet n° 2	Nbr d'individus
$\tau_0 = 20 \text{ Pa}$	15/100	$\tau_0 = 45 \text{ Pa}$	16/100
$K = 30 \text{ Pa.s}^{1,1}$	37/100	$K = 45 \text{ Pa.s}^{0,6}$	11/100
$n = 1, 1$	34/100	$n = 0, 6$	25/100

TABLEAU II.16 – Nombre d'individus ayant une valeur de paramètre en commun avec les triplets solution dans la dernière génération pour la Procédure 1\_ss\_conn\_AG.

que les algorithmes génétiques sont plus coûteux. Cependant, en plus de donner la solution exacte au problème, cette dernière méthode nous donne des jeux de paramètres satisfaisants et des informations sur la sensibilité des paramètres. La méthode du simplexe conduit rapidement à un triplet résultat mais celui-ci peut être insatisfaisant.

Pour aller plus loin dans l'analyse l'analyse des résultats d'identification, les valeurs de fonction objectif des deux matériaux sélectionnés ont été évaluées sur tout l'espace des paramètres. Les figures II.16 et II.15 représentent les valeurs de la fonction objectif normalisée, comme une fonction des trois paramètres constitutifs. Pour plus de visibilité, on ne représentera que les triplets ayant une valeur de fonction objectif normalisée inférieure à 14.

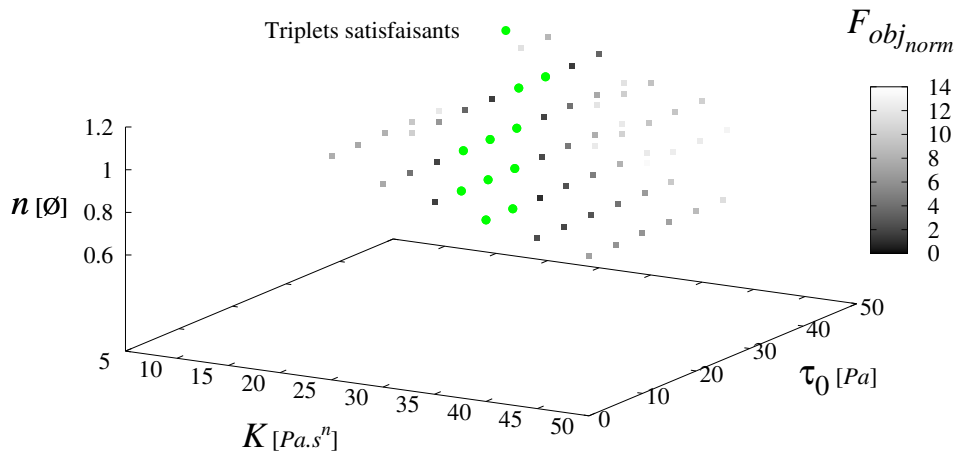


FIGURE II.15 – Valeurs de la fonction objectif normalisée inférieures à 14 pour le triplet (20;30;1,1), les triplets représentés en vert sont les triplets qui satisfont le critère d'erreur.

La grande sensibilité de la fonction objectif avec les paramètres  $n$  et  $K$  est visible sur les deux figures II.16 et II.15.

De plus, les sensibilités en termes de fonction objectif données dans le tableau II.17, montre qu'au voisinage du triplet solution, le minimum est plus prononcé pour le triplet rhéoépaississant que pour le triplet rhéofluidifiant. Les hypothèses émises auparavant sur le forme de la fonction objectif sont donc confirmées ici. Les figures II.17 et II.18 montrent les triplets satisfaisants dans les plans  $(K; n)$  et  $(\tau_0; n)$ . On voit clairement que pour les deux matériaux les effets des paramètres  $K$  et  $n$  sur les courbes rhéométriques s'équilibrent l'un l'autre, et que le paramètre  $\tau_0$  a un impact moindre.

Les figures II.18 et II.17, montrent que des jeux de paramètres très différents peuvent donner des courbes macroscopique proches. La figure II.19 montre se phénomène en détail, les courbes couples vs vitesse et les rhéogrammes sont tracés pour le triplet référence et un triplet satisfaisant ayant des paramètres éloigné. Le triplet satisfaisant représenté est le triplet (0,40,1), avec  $F_{obj\_norm} = 0,9$ . On y

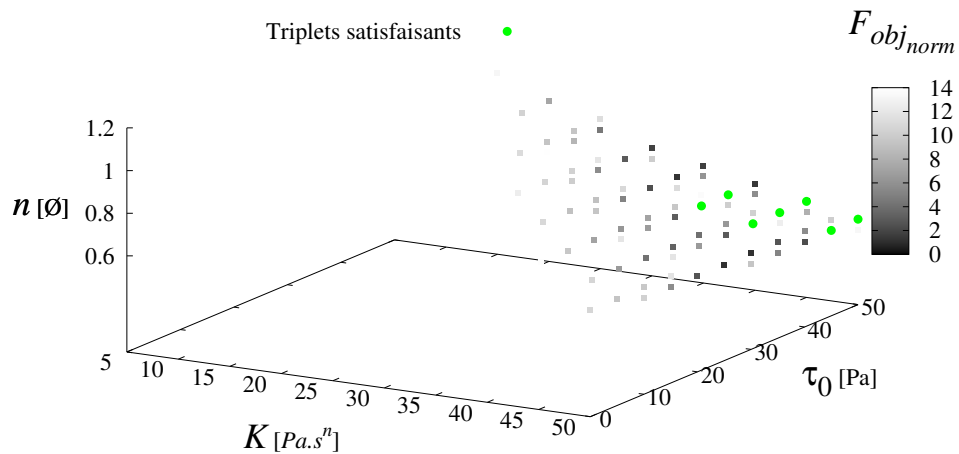


FIGURE II.16 – Valeurs de la fonction objectif normalisée inférieures à 14 pour le triplet  $(45;45;0,6)$ , les triplets représentés en vert sont les triplets qui satisfont le critère d'erreur.

voit nettement la proximité des courbes macroscopiques alors que les rhéogrammes sont éloignés.

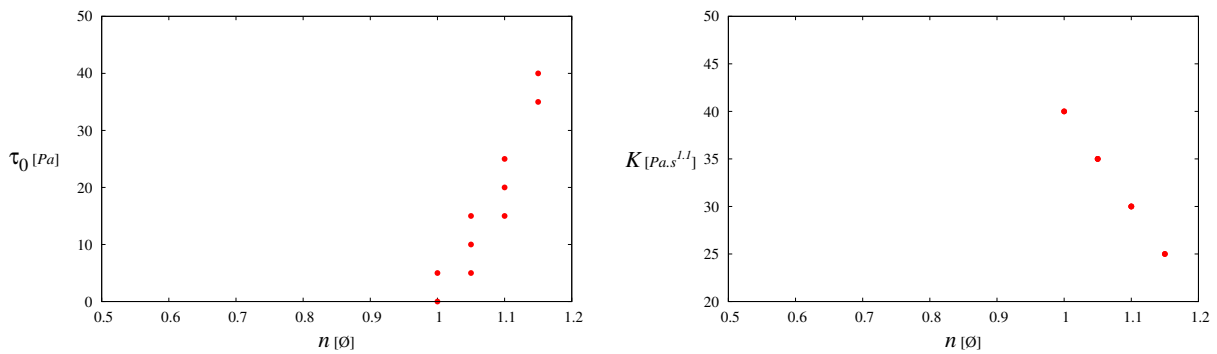


FIGURE II.17 – Triplets satisfaisants pour le triplet  $(20;30;1,1)$  dans le plan  $(K;n)$  à droite et dans le plan  $(\tau_0;n)$  à gauche.

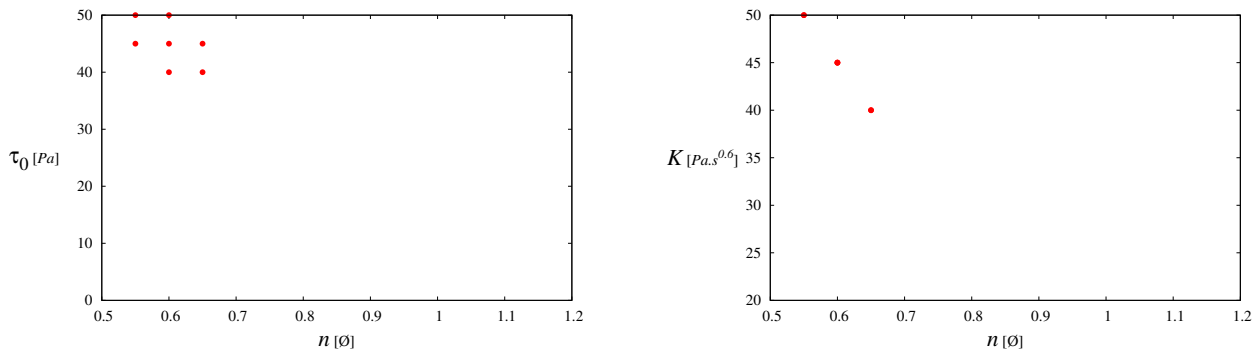


FIGURE II.18 – Triplets satisfaisants pour le triplet  $(45;45;0,6)$  dans le plan  $(K;n)$  à droite et dans le plan  $(\tau_0;n)$  à gauche.

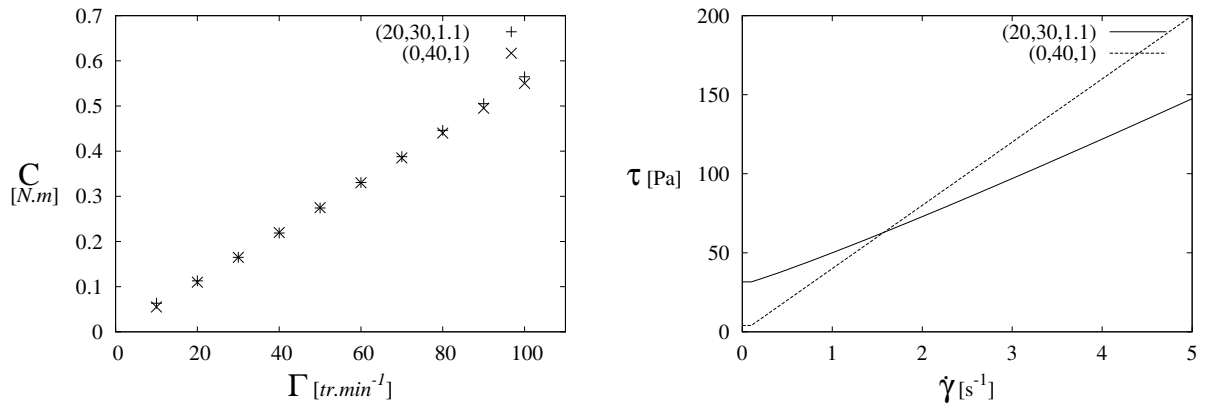


FIGURE II.19 – Courbes macroscopiques et rhéogrammes correspondant au triplet de référence (20;30;1,1) et au triplet satisfaisant (0;40;1).

Matériau rhéoépaississant	$F_{obj}$ [(N.m) <sup>2</sup> ]	$F_{obj_{norm}}$ [∅]	Matériau rhéofluidifiant	$F_{obj}$ [(N.m) <sup>2</sup> ]	$F_{obj_{norm}}$ [∅]
(20 ± Δτ <sub>0</sub> ;30;1,1)	2,5.10 <sup>-4</sup>	0,5	(45 ± Δτ <sub>0</sub> ;45;0,6)	1,8.10 <sup>-4</sup>	0,7
(20;30 ± ΔK;1,1)	3.10 <sup>-2</sup>	55	(45;45 ± ΔK;0,6)	2,5.10 <sup>-3</sup>	10
(20;30;1,1 ± Δn)	1,75.10 <sup>-2</sup>	32	(45;45;0,6 ± Δn)	3,5.10 <sup>-3</sup>	14

TABLEAU II.17 – Sensibilité en termes de fonction objectif pour les matériaux rhéofluidifiant et rhéoépaississant.

#### II.4.2.ii. Procédure 2 : Connaissance du comportement du matériau

Dans cette partie, le comportement rhéofluidifiant ou rhéoépaississant du matériau est considéré connu et on postule qu'il est observable sur la courbe macroscopique (C;Γ). Ces hypothèses permettent de réduire l'espace de recherche des paramètres. Pour le matériau rhéoépaississant,  $n$  est recherché dans l'intervalle de valeurs [1; 2]. Pour tester cette procédure, quatre triplets d'initialisation sont pris aléatoirement dans l'espace restreint des paramètres. Comme le montre le tableau II.18, la solution exacte est détectée une fois et les deux autres lancements nous donnent des triplets résultats satisfaisants. L'efficacité de la méthode du simplexe est augmentée avec cette procédure.

Pour le matériau rhéofluidifiant, l'intervalle des valeurs possibles pour  $n$  est restreint à [0,5; 1]. La solution exacte n'est jamais atteinte et seulement un triplet résultat peut être considéré comme satisfaisant (tableau II.19). Pour ce matériau, la restriction de l'espace de recherche n'améliore pas l'efficacité de la méthode d'identification. En effet, la restriction ne concernant que le paramètre  $n$ , elle n'empêche pas le simplexe de "rester coincé" dans la partie plane de la fonction objectif selon les axes  $\tau_0$  et  $K$  (voir figure II.16).

Les tableaux II.20 et II.21 résument les triplets satisfaisants obtenus avec les algorithmes génétiques. Pour le matériau rhéofluidifiant, on détecte plus de triplets satisfaisants avec la Procédure 2\_av\_comp\_AG qu'avec la Procédure 1\_ss\_comp\_AG sans restriction de l'espace des paramètres. La méthode d'identification avec les algorithmes génétiques est donc améliorée. Pour le matériau rhéoépaississant seulement trois triplets satisfaisants sont détectés par MOGA-II. Cela peut s'expliquer par le petit nombre d'individus dans la population qui peut conduire l'algorithme à une convergence prématurée.

Triplets initiaux ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [∅])	$F_{obj_{norm}}$ [∅]	Triplets résultats ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [∅])	$F_{obj_{norm}}$ [∅]	Nbr <sub>eval</sub>	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(30 ; 40 ; 1) (0 ; 15 ; 1, 2) (35 ; 25 ; 1, 1) (45 ; 10 ; 1, 1)	12, 3 339, 6 32, 6 715, 0	(20 ; 30 ; 1, 1)	0	25	71/550
(15 ; 35 ; 1, 2) (20 ; 35 ; 1, 15) (45 ; 5 ; 1, 1) (45 ; 40 ; 1, 1)	473, 6 207, 3 1168, 8 320, 7	(40 ; 25 ; 1, 15)	0, 6	29	
(30 ; 35 ; 1) (35 ; 30 ; 1, 15) (40 ; 25 ; 1, 2) (25 ; 10 ; 1, 1)	419, 7 981, 7 855, 9 53, 7	(25 ; 30 ; 1, 1)	0, 5	17	

TABLEAU II.18 – Résultats obtenus pour la Procédure 2\_ss\_conn\_S et le triplet (20 ; 30 ; 1, 1).

Triplets initiaux ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [∅])	$F_{obj_{norm}}$ [∅]	Triplets résultats ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [∅])	$F_{obj_{norm}}$ [∅]	Nbr <sub>eval</sub>	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(30 ; 40 ; 0, 45) (0 ; 15 ; 0, 9) (35 ; 25 ; 0, 65) (45 ; 10 ; 0, 75)	194, 5 308, 3 148, 6 368, 4	(20 ; 40 ; 0, 7)	71, 7	26	90/1210
(45 ; 40 ; 0, 7) (10 ; 35 ; 0, 45) (50 ; 15 ; 0, 55) (20 ; 50 ; 0, 9)	17, 9 367, 8 394, 8 1219, 8	(45 ; 35 ; 0, 7)	1, 3	35	
(15 ; 35 ; 0, 95) (20 ; 35 ; 0, 8) (45 ; 5 ; 0, 65) (45 ; 40 ; 0, 7)	436, 6 32, 6 652, 2 19, 4	(45 ; 40 ; 0, 65)	0, 4	29	

TABLEAU II.19 – Résultats obtenus avec la Procédure 2\_av\_comp\_S pour le triplet (45 ; 45 ; 0, 6).

Triplets satisfaisants ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [∅])	$F_{obj_{norm}}$ [∅]	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(15 ; 30 ; 1, 1)	0, 5	(5 × 35)/550
(40 ; 25 ; 1, 15)	0, 6	
(35 ; 25 ; 1, 15)	0, 7	

TABLEAU II.20 – Triplets satisfaisants pour la Procédure 2\_av\_comp\_AG et le triplet (20 ; 30 ; 1, 1).

### II.4.2.iii. Procédure 3 : Connaissance de l'indice de comportement du matériau

Dans cette partie, la relation  $n = m$  est supposée valide et l'espace de recherche des paramètres est réduit à un espace à deux dimensions :  $\tau_0$  et  $K$ . Pour le triplet rhéoépaississant, les résultats obtenus avec la Procédure 3\_av\_n=m\_S sont résumés dans le tableau II.22. La méthode du simplexe aboutit deux fois sur trois à la solution exacte. Le troisième triplet résultat est insatisfaisant. Au vu du nombre

Triplets satisfaisants ( $\tau_0$ [Pa]; K [Pa.s <sup>n</sup> ]; n [∅])	$F_{obj_{norm}}$ [∅]	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(45 ;45 ;0, 6)	0	(5 × 75)/1210
(45 ;40 ;0, 65)	0, 4	
(50 ;50 ;0, 55)	0, 7	
(40 ;45 ;0, 6)	0, 7	
(40 ;45 ;0, 6)	0, 7	
(40 ;40 ;0, 65)	1, 0	

TABLEAU II.21 – Triplets satisfaisants pour la Procédure 2\_av\_comp\_AG et le triplet (45;45;0,6).

d'itérations suivies par le simplexe, ce résultat provient d'une convergence prématurée certainement due à une forme complexe de la fonction objectif et d'une initialisation qui n'est pas adaptée. Pour le triplet rhéofluidifiant, la solution est satisfaisante deux fois sur trois (voir tableau II.23). La connaissance du comportement et les restrictions des espaces de recherche conséquents permettent d'améliorer les procédures d'identification avec la méthode du simplexe.

Triplets initiaux ( $\tau_0$ [Pa]; K [Pa.s <sup>n</sup> ]; n [∅])	$F_{obj_{norm}}$ [∅]	Triplets résultats ( $\tau_0$ [Pa]; K [Pa.s <sup>n</sup> ]; n [∅])	$F_{obj_{norm}}$ [∅]	Nbr <sub>eval</sub>	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(20 ;35 ;1, 1)	55, 1	(20 ;25 ;1, 1)	55, 0	8	54/110
(15 ;10 ;1, 1)	945, 0				
(10 ;10 ;1, 1)	951, 7				
(5 ;40 ;1, 1)	171, 0	(20 ;30 ;1, 1)	0	17	
(5 ;20 ;1, 1)	277, 5				
(20 ;20 ;1, 1)	238, 2				
(40 ;40 ;1, 1)	298, 7	(20 ;30 ;1, 1)	0	29	
(15 ;5 ;1, 1)	1428, 5				
(45 ;10 ;1, 1)	715, 0				

TABLEAU II.22 – Résultats obtenus avec la Procédure 3\_av\_n=m\_S pour le triplet (20;30;1,1).

Triplets initiaux ( $\tau_0$ [Pa]; K [Pa.s <sup>n</sup> ]; n [∅])	$F_{obj_{norm}}$ [∅]	Triplets résultats ( $\tau_0$ [Pa]; K [Pa.s <sup>n</sup> ]; n [∅])	$F_{obj_{norm}}$ [∅]	Nbr <sub>eval</sub>	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(30 ;40 ;0, 6)	32, 2	(50 ;45 ;0, 6)	0, 7	11	34/110
(10 ;10 ;0, 6)	798, 4				
(45 ;5 ;0, 6)	468, 6				
(25 ;35 ;0, 6)	93, 6	(35 ;45 ;0, 6)	2, 9	9	
(35 ;50 ;0, 6)	2, 7				
(15 ;25 ;0, 6)	312, 4				
(0 ;40 ;0, 6)	118, 5	(50 ;45 ;0, 6)	0, 7	14	
(25 ;5 ;0, 6)	837, 6				
(45 ;35 ;0, 6)	44, 1				

TABLEAU II.23 – Résultats obtenus avec la Procédure 3\_av\_n=m\_S pour le triplet (45;45;0,6).

Les algorithmes génétiques sont utilisés avec une population de 16 individus comme décrit dans la Procédure 3\_av\_n=m\_AG. Pour les deux comportements, la limitation du problème à deux para-

mètres entraîne une diminution du nombre de triplets satisfaisants présents dans l'espace de recherche et donc à une limitation de la non-unicité des solutions. Pour le matériau rhéoépaississant, tous les triplets satisfaisants ont été détectés (tableau II.24). Pour le matériau rhéofluidifiant, deux triplets satisfaisants sur trois ont été déterminés (tableau II.25).

Triplets satisfaisants ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup><i>n</i></sup> ]; $n$ [∅])	$F_{obj_{norm}}$ [∅]	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(20 ;30 ;1, 1)	0	5 × 16/110
(25 ;30 ;1, 1)	0, 5	
(15 ;30 ;1, 1)	0, 5	

TABLEAU II.24 – Triplets satisfaisants pour la Procédure 3\_av\_n=m\_AG et le triplet (20 ;30 ;1, 1).

Triplets satisfaisants ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup><i>n</i></sup> ]; $n$ [∅])	$F_{obj_{norm}}$ [∅]	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(45 ;45 ;0, 6)	0	5 × 16/110
(40 ;45 ;0, 6)	0, 7	

TABLEAU II.25 – Triplets satisfaisants pour la Procédure 3\_av\_n=m\_AG et le triplet (45 ;45 ;0, 6).

La différence observée entre les résultats obtenus avec la méthode du simplexe et avec l'algorithme génétique s'explique avec les figures II.20 et II.21 représentant les isovaleurs de la fonction objectif normalisée pour  $n$  fixé à 1, 1 et 0, 6, respectivement. Dans les deux cas on a bien un gradient sur  $\tau_0$  qui est inférieur au gradient sur  $K$ . On observe que, pour le triplet rhéoépaississant, les isovaleurs s'imbriquent les unes dans les autres à la manière de poupées russes. Dans le cas du triplet rhéofluidifiant, on observe un plateau de la fonction objectif correspondant à une isovaleur qui n'est pas autour de la solution.

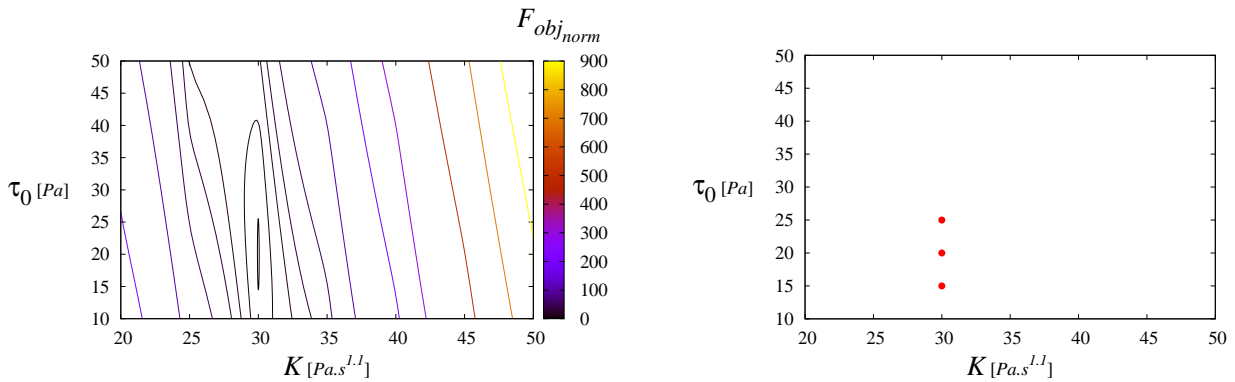


FIGURE II.20 – Contour de la fonction objectif pour le triplet (20 ;30 ;1, 1) à gauche et les triplets satisfaisants à droite.

La dernière procédure (3\_av\_n=m\_init\_S) suppose qu'il existe des relations empiriques entre les paramètres donnés par la courbe ( $\tau_i$ ;  $\dot{\gamma}_i$ ) et ceux donnés par la courbe ( $C_i$ ;  $\Gamma_i$ ). Les relations (II.13) et (II.14) correspondent à une tendance moyenne (voir figure II.10 et figures A.2 et A.3 en annexe) et sont étendues pour obtenir les différents triplets d'initialisation de la méthode du simplexe (tableau II.26).

Dans les deux cas, cette méthode permet d'arriver au triplet solution (tableaux II.27 et II.28).

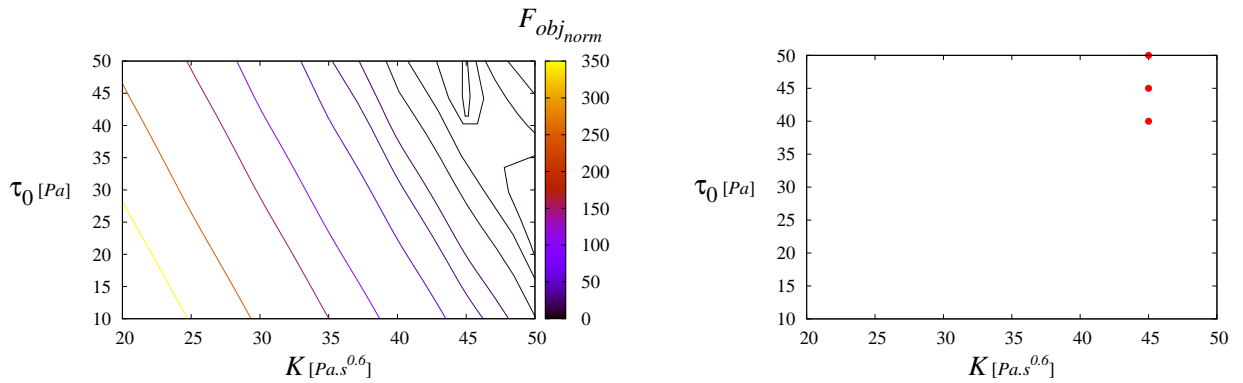


FIGURE II.21 – Contour de la fonction objectif pour le triplet (45;45;0,6) à gauche et les triplets satisfaisants à droite.

Sommet 1	(1200C <sub>0</sub> ;1200k.exp(1, 8m);m)
Sommet 2	(1000C <sub>0</sub> ;900k.exp(1, 7m);m)
Sommet 3	(1400C <sub>0</sub> ;1400k.exp(1, 8m);m)

TABLEAU II.26 – Détermination des simplexes initiaux de la Procédure 3\_av\_n=m\_init\_S.

Triplets initiaux ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [∅])	$F_{obj\_norm}$ [∅]	Triplets résultats ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [∅])	$F_{obj\_norm}$ [∅]	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(25;30;1,1)	46,9	(20;30;1,1)	0	16/110
(20;20;1,1)	238,2			
(35;30;1,1)	74,7			

TABLEAU II.27 – Résultats obtenus avec la Procédure 3\_av\_n=m\_init\_S pour le triplet (20;30;1,1).

Triplets initiaux ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [∅])	$F_{obj\_norm}$ [∅]	Triplets résultats ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [∅])	$F_{obj\_norm}$ [∅]	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(35;35;0,6)	64,2	(45;45;0,6)	0	8/110
(30;40;0,6)	32,2			
(45;45;0,6)	0			

TABLEAU II.28 – Résultats obtenus avec la Procédure 3\_av\_n=m\_init\_S pour le triplet (45;45;0,6).

#### II.4.2.iv. Comparaison des trois procédures

Les résultats donnés dans les trois approches sont résumés dans le tableau II.29.

Lorsque l'on n'a aucune connaissance a priori sur le matériau à tester et sur la forme de la fonction objectif (Approche 1), il apparaît que pour le matériau rhéoépaississant la méthode du simplexe est suffisante avec deux triplets satisfaisants détectés pour trois lancements de l'algorithme (section II.4.2.i.). Pour le triplet rhéofluidifiant, les algorithmes génétiques sont nécessaires à l'identification des paramètres. Comme montré en section II.4.2.ii. et II.4.2.iii., la réduction de l'espace des paramètres est avantageuse et particulièrement dans le cas de l'algorithme du simplexe qui est basé sur des considérations géométriques de la fonction objectif. Cette réduction de l'espace de recherche ne modifiant

		Méthode du simplexe $N_{\text{triplet satisf}} / N_{\text{optimisations}}$	Algorithmes génétiques $N_{\text{triplet satisf détect}} / N_{\text{triplet satisfaisant}}$	Algorithmes génétiques $N_{\text{triplet satisf détect}} / N_{\text{individus}}$
Procédure 1	$n = 1, 1$	3/3	5/10	5/100
	$n = 0, 6$	1/3	4/7	4/100
Procédure 2	$n = 1, 1$	3/3	3/10	3/35
	$n = 0, 6$	1/3	6/7	6/75
Procédure 3	$n = 1, 1$	2/3	3/3	3/16
	$n = 0, 6$	2/3	2/3	2/16
Procédure 3 (relations empiriques)	$n = 1, 1$	1/1		
	$n = 0, 6$	1/1		

TABLEAU II.29 – Récapitulatif des résultats obtenus pour les trois différentes approches.

pas la topographie de la fonction objectif, les difficultés rencontrées avec le simplexe pour le triplet rhéofluidifiant persiste et pour ce triplet la méthode génétique doit toujours être mise en place. Dans tous les cas, les algorithmes génétiques restent la méthode la plus fiable. Lorsque l'espace de recherche est réduit à deux paramètres, la forme de la fonction objectif est modifiée et se simplifie. Dans ce cas, la méthode du simplexe est aussi fiable que les algorithmes génétiques. Si on prend en compte le coût de calcul, la méthode du simplexe pourra être préférée.



## II.5 Bilan

Ce chapitre avait pour objectif de mettre en place une méthode d'identification des paramètres rhéologiques des suspensions cimentaires. Cette méthode permet de travailler directement à partir des données expérimentales brutes que sont les paires (couple, vitesse) en régime permanent d'écoulement. Afin de limiter le temps de calcul, la méthode a été développée à partir d'une simulation éléments finis en 2D de la géométrie de cisaillement (ancres doubles) et afin d'évaluer la faisabilité de l'analyse inverse, les méthodes d'optimisation sélectionnées ont été testées avec des données synthétiques dont la solution est connue. Les hypothèses de la simulation ainsi que le choix de la loi de comportement rhéologique des matériaux cimentaires à l'état frais (loi d'Herschel-Bulkley, à trois paramètres) ont été justifiés. La simulation a ensuite été validée à partir d'une géométrie de cisaillement dont l'expression analytique du champ d'écoulement est connue et pour deux types de fluides. La mise en place de la méthode d'identification a alors été développée en justifiant le choix de l'espace des paramètres ainsi que celui de deux algorithmes d'optimisation, l'un déterministe (méthode du simplexe), l'autre stochastique (algorithmes génétiques). Elle est basée sur une fonction objectif comparant les données numériques et expérimentales de couple obtenues pour les vitesses de rotation imposées au mobile de cisaillement. Les résultats de cette première étape de travail, obtenus à partir de deux fluides, rhéoépaississant et rhéofluidifiant, se basent sur le degré de connaissances qu'a l'utilisateur sur les paramètres à identifier. Pour les deux fluides, les algorithmes génétiques apparaissent adaptés (au moins un jeu satisfaisant de paramètres en un temps de calcul raisonnable) lorsque l'identification est faite sur les trois paramètres, tandis que la méthode du simplexe est efficace lorsque deux paramètres sont à identifier et lorsque l'initialisation du simplexe est bien configurée. Les deux algorithmes rencontrent plus de difficultés en fluide rhéofluidifiant qu'en fluide rhéoépaississant, ce qui a été confirmé par l'analyse de la forme de la fonction objectif. Enfin, la sensibilité des données rhéométriques est plus marquée aux indices de consistance et de comportement qu'au seuil de cisaillement dynamique. Il apparaît donc que plusieurs jeux de paramètres avec différentes valeurs du paramètre seuil de cisaillement pourraient convenir. La deuxième étape du travail consiste à utiliser des données expérimentales réelles, obtenues à partir de fluides modèles. Cela impose également de travailler avec une simulation 3D de la géométrie employée. C'est l'objet du Chapitre III qui suit.



# Chapitre III

## Application sur cas réels

### Sommaire

---

<b>II.1</b>	<b>Introduction</b>	<b>38</b>
<b>II.2</b>	<b>Mise en place de la simulation numérique 2D</b>	<b>39</b>
II.2.1	Présentation de la simulation	39
II.2.2	Choix de la loi de comportement	43
II.2.3	Validation par comparaison à des solutions analytiques	46
<b>II.3</b>	<b>Mise en place de l'identification des paramètres</b>	<b>50</b>
II.3.1	Espace des paramètres	51
II.3.2	Choix des triplets de référence	51
II.3.3	Présentation simulation 2D	52
II.3.4	Définition de la fonction objectif	54
II.3.5	Détermination de l'erreur admissible pour chaque triplet	55
II.3.6	Algorithmes d'optimisation utilisés	55
<b>II.4</b>	<b>Procédures et résultats d'identifications</b>	<b>59</b>
II.4.1	Présentation des différentes procédures	59
II.4.2	Résultats des identifications	61
<b>II.5</b>	<b>Bilan</b>	<b>71</b>

---

### III.1 Introduction

Dans le chapitre précédent, l'analyse inverse a été mise en place et testée à partir d'une simulation 2D de la géométrie de cisaillement, et dans le cas où la solution exacte existait et était connue. Dans le présent chapitre, on se propose d'appliquer les techniques d'identification mises en place à partir de fluides réels. En première étape, objet de ce chapitre, l'identification est faite sur des fluides modèles homogènes afin de rester proche des hypothèses faites dans la simulation. Ainsi, on se propose de faire une première campagne expérimentale sur la géométrie ancre double utilisée au rhéomètre RhéoCAD avec des fluides modèles dont on pourra par ailleurs déterminer les paramètres rhéologiques. Le présent chapitre débute par une justification du choix des fluides modèles et de leur préparation. Les protocoles de mesures rhéométriques sont ensuite développés, pour la détermination des paramètres rhéologiques des fluides en rhéométrie absolue ainsi que pour leur caractérisation macroscopique au RhéoCAD. Après une observation des résultats expérimentaux, la simulation en trois dimensions est définie avec une étude de sensibilité aux paramètres de la loi Herschel-Bulkley. Enfin, dans une dernière partie, les résultats expérimentaux sont confrontés aux résultats numériques. La confrontation est analysée selon que les résultats numériques sont obtenus par schéma direct ou par l'existence de relations empiriques entre les paramètres rhéologiques qui relient contrainte et gradient de vitesse d'une part, et les paramètres macroscopiques qui relient couple et vitesse de rotation d'autre part, ou enfin obtenus par analyse inverse, dans ce dernier cas en prenant en compte les différentes procédures définies au Chapitre II, en fonction des connaissances de l'utilisateur au sujet du matériau étudié. La confrontation est faite en détail sur un fluide sans seuil, et abordée sur un fluide à seuil. Le chapitre se termine par un bilan qui oriente notamment l'utilisateur dans la manière d'identifier les paramètres rhéologiques.

## III.2 Résultats expérimentaux sur des fluides modèles

### III.2.1 Fluides étudiés

#### III.2.1.i. Cahier des charges et choix

La procédure d'identification, décrite dans le Chapitre II, et qui s'appuie dans le présent chapitre sur la simulation en trois dimensions d'une géométrie de cisaillement utilisée au RhéoCAD (section III.3) va être appliquée pour la caractérisation de fluides modèles. Dans la mesure où il s'agit de tester l'efficacité de la procédure, les fluides à sélectionner doivent répondre à un certain nombre de critères.

- Ils doivent permettre de balayer une variété de comportements rhéologiques, du plus simple (fluide newtonien) au plus complexe (fluide non-newtonien viscoplastique). Le comportement pourra toujours être décrit par la loi d'Herschel-Bulkley.
- Les fluides doivent être homogènes pour permettre leur caractérisation absolue avec un rhéomètre de laboratoire à faible entrefer.
- Ils doivent être stables chimiquement durant les temps de caractérisation.
- Ils doivent présenter un faible caractère thixotrope afin de faciliter la caractérisation en régime permanent d'écoulement.
- Ils ne doivent pas être coûteux puisque chaque essai nécessite jusqu'à cinq litres de solution.
- Ils doivent être mis en solution aisément et ne présenter aucune toxicité.
- Enfin les matériaux choisis doivent permettre d'obtenir des solutions transparentes.

Compte tenu du cahier des charges développé, la sélection des matériaux de base destinés à la réalisation de solutions est possible à partir de la littérature traitant ou non des matériaux cimentaires. En effet des études visant à étudier des phénomènes physiques tels que l'agitation et le mélange de fluides très visqueux dans l'industrie agro-alimentaire [84], l'écoulement du manteau terrestre en géologie [106], ou encore l'écoulement du béton [107] et la calibration de rhéomètres à béton [5] ont déjà défini des fluides modèles et la manière de les obtenir. On s'inspirera ici de ces études pour finalement retenir les matériaux de base que sont le sirop de glucose, le carboxyméthyl cellulose (CMC), la gomme d'adragante (GA), l'alginate de sodium (AS) et le Carbopol. La préparation des fluides modèles est maintenant brièvement développée. Toutes les concentrations sont données en pourcentage massique.

#### III.2.1.ii. Préparation des solutions

L'appui de la littérature et les essais préliminaires menés ont permis de fixer :

- les concentrations pour lesquelles les solutions sont suffisamment visqueuses pour dépasser la limite basse de détection du RhéoCAD ;
- un protocole de préparation des solutions qui peut varier en fonction de la nature des matériaux de base.

##### III.2.1.ii.a) Fluide newtonien : solution de sirop de glucose

Le sirop de glucose est un sucre fabriqué à partir de l'amidon de maïs, de pomme de terre, de blé, ou d'orge. En pâtisserie, il est utilisé pour éviter la cristallisation du sucre. Le sirop de glucose est transparent même s'il peut présenter une légère coloration jaune-blanche [108]. Schellart [108] n'observe pas d'effet dépendant du temps autre que la déshydratation. A l'aide d'essais préliminaires et d'un modèle exponentiel des viscosités en fonction des concentrations, établi par Shellart [108], on a défini une solution avec une concentration de 7,5 % de sirop de glucose afin de viser une viscosité de l'ordre de 7 Pa.s, valeur en accord avec les viscosités d'huiles newtoniennes testées auparavant sur

le RhéoCAD par Mouret [109]. Pour obtenir la solution de glucose, de l'eau déminéralisée est ajouté au sirop de glucose agité. L'agitation de l'ensemble est ensuite maintenue durant trente minutes à la température ambiante du laboratoire ( $21^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ ). On obtient alors un fluide transparent, même si on note une très légère couleur blanche, dont la rhéologie est directement caractérisée.

### III.2.1.ii.b) Fluides pseudoplastiques : solutions de CMC, de GA et de AS

Les matériaux bruts sont des polymères d'origine synthétique (CMC) ou d'origine naturelle (GA et AS).

- Le CMC est utilisé comme additif alimentaire, larme de substitution ou comme résine d'échange de cation en chromatographie à échange d'ions. En dehors de ces applications industrielles, il est également très utilisé comme fluide modèle pseudoplastique, notamment afin de réaliser des calibrations de Metzner-Otto. C'est d'ailleurs ce fluide que Tattersall a utilisé pour la calibration du rhéomètre "two-point test" [5]. À basse concentration, le fluide se comporte comme un fluide newtonien, puis plus la concentration augmente et plus l'indice de comportement  $n$  diminue tandis que l'indice de consistance  $K$  augmente. Pour éviter toute dépendance au temps, une concentration inférieure à 4 % doit être maintenue [110, 111]. Nous avons arrêté le choix d'une solution à 3 %. Ce fluide est entre autres, modélisé par la loi d'Ostwald-de Waele (loi puissance sans seuil) avec de très bonnes corrélations [84, 110].
- Les alginates sont des polymères biodégradables qui proviennent d'algues brunes. Ils sont souvent utilisés pour leurs propriétés de gélification. Ils sont principalement employés dans les industries agro-alimentaires, biomédicales et pharmaceutiques, ainsi que dans le traitement des eaux résiduelles d'origine industrielle [112]. Ils présentent l'avantage de se diluer dans de l'eau même à température ambiante. Les solutions d'alginate peuvent être décrites par la loi d'Ostwald-de Waele [84, 112] et par le modèle de Cross [113]. Nous avons choisi de fabriquer une solution d'alginate de sodium diluée à 3 %. Ma et al. [113] notent une légère thixotropie des solutions AS qui augmente avec la concentration. Le protocole expérimental (section III.2.2) devra permettre d'évaluer si des changements de rhéologie se sont produits au cours du temps.
- La gomme d'adragante (GA) est un polymère qui provient de la sève de certaines plantes du genre *Astragalus* [114]. Elle est connue pour sa viscosité qui peut être très haute même à des concentrations basses. Les solutions de GA sont transparentes avec une teinte qui dépend des espèces de plante [114]. Les rhéogrammes des solutions sont convenablement décrits par la loi d'Ostwald-de Waele [84, 114], mais ils peuvent aussi être décrits par les lois de Carreau et de Cross [115]. Nous avons choisi une concentration massique de 2 % pour réaliser notre solution d'étude.

Les polymères de CMC, AS et GA s'hydratent au contact de l'eau pour former une structure sous forme de chaînes. L'hydratation complète est longue ; selon la littérature, elle demande 24 heures pour les GA et AS [114, 113] et peut aller jusqu'à 48 heures pour le CMC [111]. Dans la pratique si l'hydratation n'est pas terminée avant les mesures, elle peut être relancée par l'agitation en cisaillement. La rhéologie du fluide se modifie alors au cours de l'essai. Un temps de repos ou une agitation très douce après réalisation des solutions est également nécessaire pour évacuer les bulles de la solution. Des tests préliminaires ont montré que des temps de repos de 24 heures étaient suffisants, la répétabilité des essais rhéologiques devenant satisfaisante à cette échéance (variation inférieure à 2 % autour de la moyenne). On note des bulles résiduelles dans les solutions mais celles-ci ne modifient pas la rhéologie.

Les matériaux bruts se présentent sous forme de poudre. Afin d'éviter l'agglomération et la difficulté de mise en solution par hydratation, chaque poudre est versée très progressivement dans le vortex formé par la forte agitation de l'eau déminéralisée (figure III.1). Cette opération dure au maximum 6 minutes. L'agitation est ensuite prolongée grâce à un agitateur rotatif pendant 24 heures (figure III.1). Les tests

rhéologiques sont ensuite réalisés après le temps de repos de 24 heures (figure III.2). L'agitation et le repos des solutions sont réalisés dans des salles climatisées à  $(21^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C})$ .

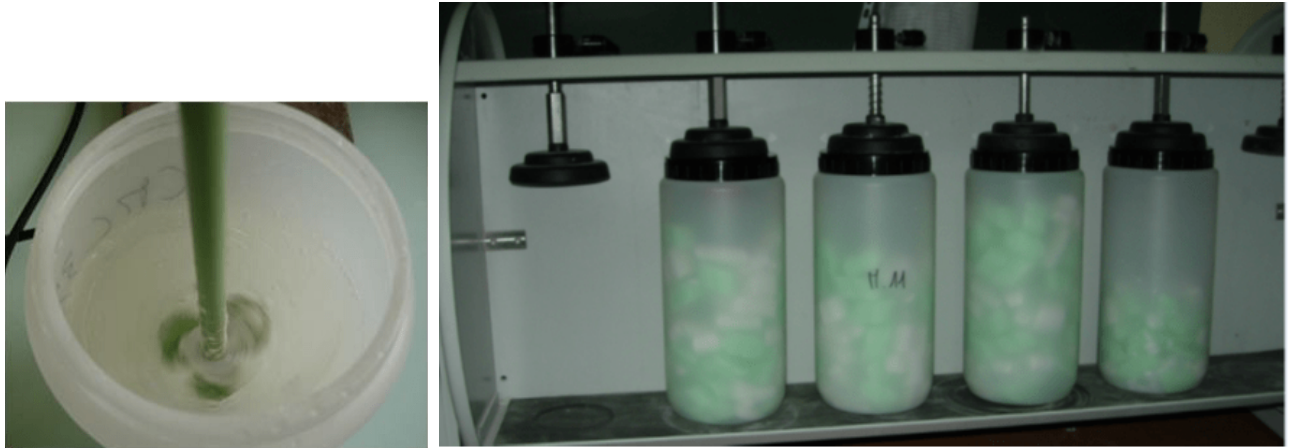


FIGURE III.1 – Dilution des polymères de CMC, AS et GA sous forte agitation (mobile à ailettes) à gauche, agitation rotative durant 24 heures après dilution à droite



FIGURE III.2 – Aspect des solutions après 24 heures de repos — CMC 3% à gauche, GA 2% à droite

### III.2.1.ii.c) Fluide viscoplastique : solution à base de carbopol

Le carbopol est un polymère d'acide acrylique, il a déjà été utilisé dans le but de représenter les matériaux cimentaires, soit seul pour modéliser les pâtes cimentaires [116, 117], soit avec des billes lorsque des phénomènes de migration veulent être étudiés [118]. Un autre fluide à seuil modèle a été développé par Ferraris et al. [119] afin d'approcher le comportement des pâtes de ciment. Ce fluide est constitué de sirop de maïs, de poudre de calcaire et d'eau. Néanmoins ce fluide certifié par le NIST [119] est turbide et dans une première étape, le carbopol est préféré puisque la solution résultante est transparente, ce qui permet d'observer le déplacement d'inclusions (billes) et d'apprécier d'éventuelles hétérogénéités en cisaillement. Le carbopol est modélisé par la loi de Bingham ou la loi d'Herschel-Bulkley en fonction de sa concentration et de sa fabrication [118][120]. Nous avons choisi de réaliser une solution de carbopol à 0,2 %. Pour de forts gradients de vitesse qui sont au-delà de notre domaine d'étude des matériaux cimentaires, de la thixotropie peut être observée pour ce fluide [120]. Le carbopol se présente sous forme d'une poudre que l'on doit mettre en solution sous forte agitation, de la même manière que les solutions pseudoplastiques présentées précédemment. On obtient des solutions blanchâtres très acides (pH de 2 à 3). Après cette première opération de dilution, on agite doucement

les solutions pendant 24 heures. Pour éviter les dangers d'une solution aussi acide et pour prévenir le vieillissement des solutions, une solution de neutralisation est ensuite ajoutée. Cette solution est composée de soude qui a pour rôle de ramener le pH à environ 7 et d'EDTA (acide éthylène diamine tétra-acétique) qui par son pouvoir de chélation assure à la solution une bonne transparence et une meilleure viscosité [121].

### III.2.2 Protocoles de caractérisation rhéologique

#### III.2.2.i. Protocole RhéolabQC

Le RhéolabQC est un appareil conçu par la société Anton Paar [122] (figure III.3).

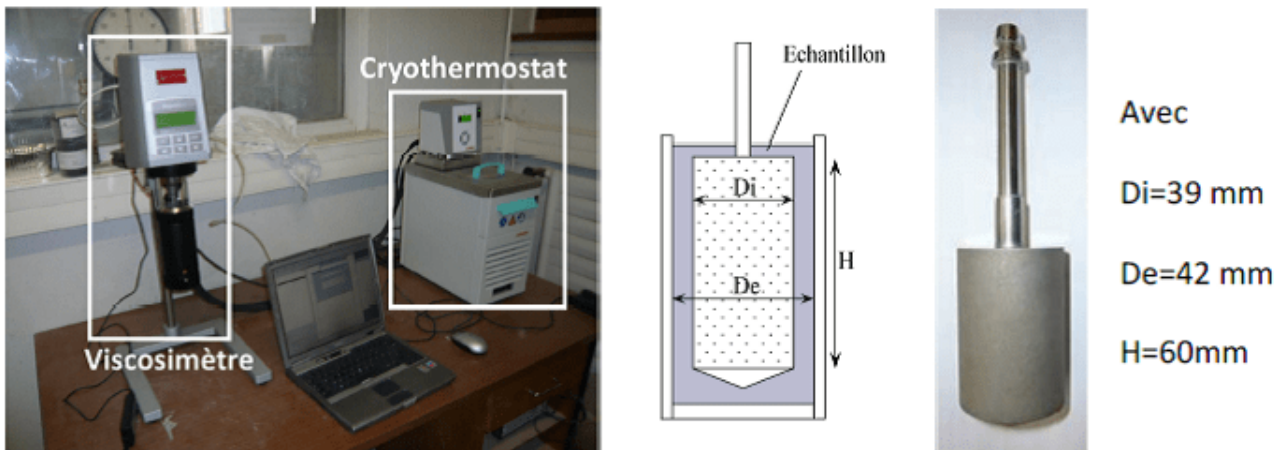


FIGURE III.3 – Rhéomètre RhéolabQC relié à un cryothermostat – géométrie de mesure

La géométrie de mesure est celle des cylindres coaxiaux. Elle est normalisée, les surfaces de contact du stator et du mobile cylindrique avec le fluide sont sablées de manière à empêcher les glissements pendant les tests. La rugosité du sablage ( $150 \mu\text{m}$  environ) avait été réalisée pour être compatible avec les pâtes cimentaires dont la dimension maximale des particules ne dépasse pas  $100 \mu\text{m}$ . L'entrefer est faible ce qui permet des mesures en rhéométrie absolue et donc l'obtention aisée de la signature rhéologique des fluides étudiés. Le rotor peut être piloté en contrainte ou en gradient de vitesse.

#### III.2.2.i.a) Mesures au RhéolabQC

Les étapes de l'évaluation de la rhéologie du fluide au RhéolabQC (figure III.4) sont décrites ci-dessous. Elles correspondent à celles employées pour caractériser les suspensions cimentaires [123].

1. Rampe linéaire en contrainte de 0 à  $10 \text{ Pa}$  ( $100 \text{ Pa}$  pour un fluide viscoplastique) pendant 20 secondes.
2. Rampe linéaire en contrainte de 10 ( $100$  pour un fluide viscoplastique) à  $0 \text{ Pa}$  pendant 20 secondes.
3. Rampe en gradient de vitesse de 0 à  $100 \text{ s}^{-1}$  pendant 30 secondes.
4. Paliers descendants en gradient de vitesse de 14 secondes chacun.  
( $100-80-60-40-30-20-10-5-2 \text{ s}^{-1}$ )

Les deux premières étapes servent à identifier la présence d'un seuil de contrainte statique du fluide. Si le fluide ne s'écoule pas pendant cette phase, il faudra utiliser une loi avec un seuil. La troisième étape consiste à déstructurer du matériau. La dernière étape est celle de mesure proprement dite. C'est



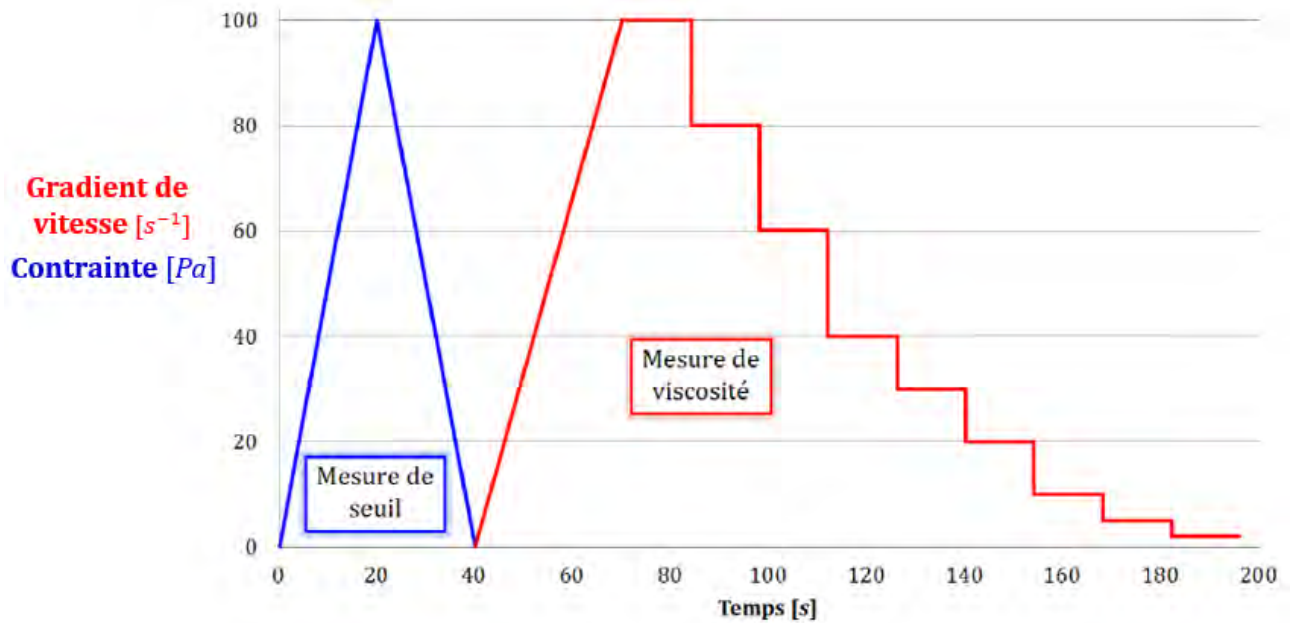


FIGURE III.4 – Historique de cisaillement au RhéolabQC pour un fluide viscoplastique

à partir de la moyenne des gradients de vitesse et des contraintes des sept derniers points de mesures de chaque palier que l'on obtient le rhéogramme du fluide étudié. La détermination des paires locales  $(\tau_i, \dot{\gamma}_i)$  est réalisée après la mesure macroscopique au RhéoCAD (section III.2.2.ii.). Grâce au cryostat qui amène le stator à la température visée, les mesures rhéologiques sont faites à la même température que celle relevée dans le RhéoCAD.

### III.2.2.i.b) Détermination des paramètres rhéologiques

Les paramètres rhéologiques des fluides étudiés ont été calculés à partir d'un ajustement des paires  $(\tau_i, \dot{\gamma}_i)$  de chaque expérience. Dans un premier temps, les ajustements ont été réalisés de manière systématique à l'aide d'une méthode classique des moindres carrés (avec une fonction objectif de la même forme que l'équation (II.16) couplée à un algorithme d'optimisation de gradient réduit). Par la suite, les résultats de cette méthode ont été comparés avec ceux obtenus en utilisant l'algorithme de Levenberg-Marquardt et ceux obtenus avec l'algorithme génétique MOGA-II. Pour les fluides pseudoplastiques, le test montre que toutes les méthodes nous donnent des résultats similaires. La détermination des paramètres d'Ostwald-de Waele est donc effectuée avec une méthode des moindres carrés. Pour les fluides d'Herschel-Bulkley, les tests montrent une supériorité de l'algorithme de Levenberg-Marquardt sur celui des gradients réduits. Dans le cas où les méthodes des moindres carrés ont besoin d'être relancées plusieurs fois pour donner des paramètres satisfaisants, les algorithmes génétiques ont été inefficaces au sens où les résultats obtenus n'ont pas été plus satisfaisants malgré un temps de calcul plus important. Il faudra donc veiller à proposer une initialisation adaptée ou à réitérer la procédure d'ajustement avec plusieurs initialisations. Les paramètres présentés ont été obtenus avec un ajustement simultané de toutes les données rhéologiques disponibles pour chaque fluide. La fonction objectif choisie n'est autre que la somme des fonctions objectif utilisées pour l'ajustement de chaque rhéogramme. Les incertitudes des paramètres sont prises comme les variations maximales entre les valeurs obtenues par ajustement simultané et celles obtenues à partir de chaque test rhéologique. Tous les écarts moyens (notés  $\sigma$ ) induits par le choix de ces paramètres sont calculés comme indiqué ci-dessous (équation (III.1)) :

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (\tau_i - \tau_{iexp})^2}{N - n_p}} \quad (\text{III.1})$$

où  $\tau_{iexp}$  est la valeur expérimentale de la contrainte au point de mesure  $i$ ,  $\tau_i$  est la valeur numérique correspondante obtenue en utilisant les valeurs des paramètres déterminées par ajustement simultané.  $n_p$  le nombre de paramètres de la loi de comportement, et  $N$  le nombre de mesures expérimentales.

### III.2.2.ii. Protocole RhéoCAD

#### III.2.2.ii.a) Présentation des différentes configurations du RhéoCAD

Comme on l'a vu dans le Chapitre II (section II.2.1.i.), le RhéoCAD est équipé d'agitateurs complexes, ancre double ou rubans hélicoïdaux (figure II.1), afin de maintenir une homogénéité des matériaux cimentaires en cisaillement. Les matériaux peuvent être caractérisés dans des bols de différents volumes (deux litres ou cinq litres) et construits avec des matériaux différents (acier inoxydable ou plexiglas). Dans le cadre du travail, seuls les résultats des fluides modèles cisailés dans un bol de cinq litres par l'ancre double seront présentés. L'influence des matériaux constitutifs des bols sur la présence ou non de glissements en paroi sera également étudiée. Enfin, le bol en plexiglas permettra ici, de manière qualitative, d'observer le comportement de la surface libre lors du cisaillement grâce à l'insertion de billes de polystyrène.

#### III.2.2.ii.b) Mesures au RhéoCAD

Avant les étapes de mesure, l'introduction du fluide est faite délicatement de manière à ne pas emprisonner de bulles dans le matériau. La température du début d'essai est relevée. C'est à cette température que se fera la première évaluation rhéologique du matériau. On place ensuite des billes de polystyrène en ligne sur la surface du matériau. Des photographies avant et après essai nous permettront d'apprécier dans quelle mesure on s'éloigne de l'hypothèse d'une surface libre sans déformation. Pour éviter toute évaporation du matériau pendant l'essai on couvre la cuve d'un torchon humide. Le RhéoCAD se pilote manuellement en vitesse de rotation, et le couple est automatiquement mesuré et enregistré par un logiciel d'acquisition. Les étapes d'une procédure de mesure au RhéoCAD sont rappelées ci-dessous :

1. Montée rapide en vitesse de rotation de 0 à 100  $tr.min^{-1}$
2. Descente en vitesse de rotation de 100 à 0  $tr.min^{-1}$  par palier jusqu'à l'obtention du régime permanent à chaque palier.

Au régime permanent, le couple final est obtenu en moyennant les couples des cinq dernières acquisitions sur le palier considéré de vitesse de rotation. Il est alors possible de tracer pour chaque vitesse de rotation moyenne le couple moyen correspondant et d'obtenir un nuage de points dans le plan macroscopique (couple-vitesse) (figure III.5).

L'historique de cisaillement appliqué aux fluides modèles et dont on vient de rappeler les étapes, est typique de celui utilisé lors de la caractérisation des suspensions cimentaires, de la pâte au béton. Cet historique avait déjà été illustré au Chapitre II (figure II.2).

Une fois l'acquisition terminée, une photographie des billes est à nouveau prise et la température dans la cuve est mesurée à nouveau.

#### III.2.2.ii.c) Détermination des paramètres macroscopiques

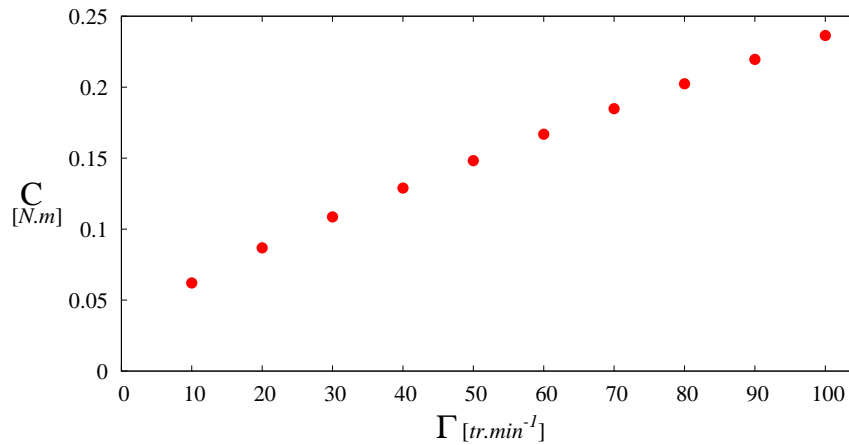


FIGURE III.5 – Exemple de nuage de points obtenu dans le plan couple-vitesse en régime permanent d'écoulement

Comme dans le cas des simulations à deux dimensions et comme fait auparavant par de Larrard et al. [88], nous allons déterminer les paramètres macroscopiques ( $C_0, k$  et  $m$ ) des courbes couple-vitesse en supposant une loi du type (équation (III.2)) :

$$C = C_0 + k\Gamma^m, \quad (\text{III.2})$$

avec  $C$  le couple en  $[N.m]$  et  $\Gamma$  la vitesse de rotation [tour par minute]. Tout comme pour l'ajustement des courbes rhéologiques déduites des mesures au RhéolabQC, des tests ont été réalisés avec des méthodes traditionnelles des moindres carrés (basées sur une méthode de gradient réduit et sur l'algorithme de Levenberg-Marquardt) ainsi qu'avec une méthode génétique. Dans le cas de deux paramètres, toutes les méthodes donnent les mêmes résultats. Dans le cas de trois paramètres, il est prudent de réaliser plusieurs initialisations particulièrement avec la méthode des gradients réduits. De la même manière que précédemment, on définit les écarts moyens pour évaluer de l'ajustement des données expérimentales.

$$\Sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (C_i - C_{i_{exp}})^2}{N - n_p}} \quad (\text{III.3})$$

où  $C_{i_{exp}}$  est la valeur expérimentale du couple au point de mesure  $i$ ,  $C_i$  est la valeur numérique correspondante obtenue en utilisant les valeurs des paramètres déterminées par ajustement simultané.  $n_p$  le nombre de paramètres à ajuster, et  $N$  le nombre de mesures expérimentales.

### III.2.2.iii. Déroulement des essais sur les deux rhéomètres

Afin d'obtenir la meilleure correspondance possible entre les caractérisations sur les deux rhéomètres, le déroulement des essais a été effectué de la manière qui suit pour chaque fluide testé.

1. Caractérisation au RhéoCAD (température du fluide mesurée avant et après essai ; fluide vierge de cisaillement).
2. Caractérisation au RhéolabQC dans les conditions d'essai au RhéoCAD (fluide vierge de cisaillement testé à la température initiale mesurée dans le bol du RhéoCAD).

Les étapes 1 et 2 se succèdent sans délai après le temps de repos de chaque fluide de manière à conserver la même structure du fluide dans les deux caractérisations.

### III.2.3 Résultats

#### III.2.3.i. Rhéogrammes (RhéolabQC)

Le tableau III.1 donne, pour l'ensemble des fluides testés, les paramètres moyens et leurs incertitudes, ainsi que l'écart moyen induit par l'ajustement du modèle aux rhéogrammes ( $\sigma$ ). Les résultats sont obtenus à partir d'essais de répétabilité. La figure III.6 illustre les rhéogrammes modèles déduits des ajustements numériques.

Paramètres rhéologiques sur l'intervalle $[0; 100] s^{-1}$			
Fluide newtonien : $\tau = \mu\dot{\gamma}$ (solution de sirop de glucose à 7,5 %)			
$\mu [Pa.s] : 7,4 \pm 0,8$		$\sigma [Pa] : 7,43$	
Fluide pseudoplastique : $\tau = K\dot{\gamma}^n$			
	$K [Pa.s^n]$	$n [\emptyset]$	$\sigma [Pa]$
CMC 3 %	$20,2 \pm 1,5$	$0,464 \pm 0,007$	3,96
AS 3 %	$33,3 \pm 2,5$	$0,524 \pm 0,013$	3,49
GA 2 %	$16,5 \pm 0,4$	$0,290 \pm 0,002$	1,18
Fluide viscoplastique : $\tau = \tau_0 + K\dot{\gamma}^n$ (solution de carbopol à 0,2 %)			
$\tau_0 [Pa]$	$K [Pa.s^n]$	$n [\emptyset]$	$\sigma [Pa]$
$66,5 \pm 3,64$	$18,1 \pm 1,3$	$0,404 \pm 0,005$	5,53

TABLEAU III.1 – Paramètres rhéologiques des fluides déduits des mesures au RhéolabQC réalisées sur l'intervalle  $[0; 100] s^{-1}$

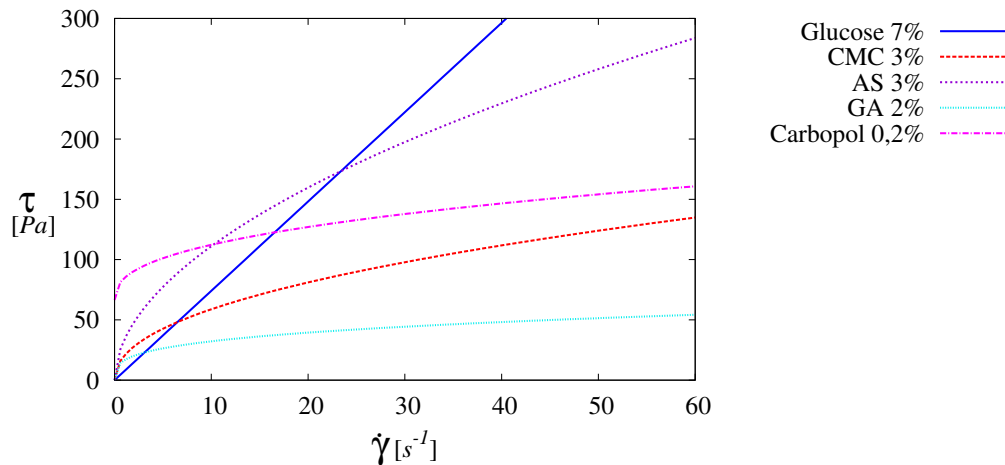


FIGURE III.6 – Rhéogrammes des différents fluides modèles étudiés déduits des mesures au RhéolabQC réalisées sur l'intervalle  $[0; 100] s^{-1}$

#### III.2.3.ii. Résultats bruts RhéoCAD en géométrie ancre

La figure III.7 représente les courbes expérimentales macroscopiques données par le RhéoCAD pour les fluides modèles étudiés. En comparant avec les rhéogrammes obtenus au RhéolabQC (figure III.6), on remarque que les allures globales dans les deux plans (macroscopique au RhéoCAD et local au

RhéolabQC) sont les mêmes. Le tableau III.2 regroupe les paramètres macroscopiques  $C_{0_{exp}}$ ,  $k_{exp}$  et  $m_{exp}$  selon l'équation (III.2) ainsi que l'écart moyen induit par l'ajustement de l'équation aux données expérimentales  $\Sigma$  (équation (III.3)).

Fluides	$C_{0_{exp}}$ [ $N.m$ ]	$k_{exp}$ [ $\frac{N.m}{tr.m}$ ]	$m_{exp}$ [ $\emptyset$ ]	$\Sigma$ [ $N.m$ ]	$\varepsilon$ [ $(N.m)^2$ ]
<b>Sirop de glucose</b>	Fixé à 0	$1,71.10^{-3}$	Fixé à 1	$1,23.10^{-3}$	$1,415.10^{-4}$
<b>CMC 3 %</b>	Fixé à 0	$8,67.10^{-3}$	0,557	$6,62.10^{-4}$	$9,412.10^{-5}$
<b>AS 3 %</b>	Fixé à 0	$9,48.10^{-3}$	0,661	$2,58.10^{-3}$	$2,753.10^{-4}$
<b>GA 2 %</b>	Fixé à 0	$1,15.10^{-2}$	0,363	$3,47.10^{-4}$	$3,585.10^{-5}$
<b>Carbopol 0,2 %</b>	$1,79.10^{-2}$	$2,13.10^{-2}$	0,323	$6,42.10^{-4}$	$1,431.10^{-4}$

TABLEAU III.2 – Paramètres d'ajustement des données macroscopiques expérimentales

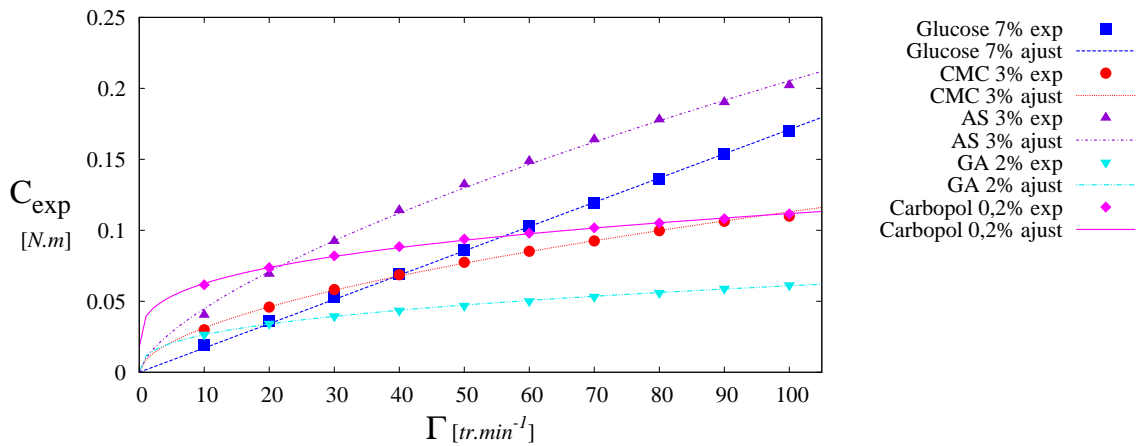


FIGURE III.7 – Courbes couple-vitesse obtenues expérimentalement et par ajustement des données expérimentales pour les différents fluides

Il est à noter que les corrélations trouvées à partir des simulations à deux dimensions (équations (II.12), (II.14) et (II.13)) ne s'appliquent pas entre les paramètres macroscopiques (tableau III.2) et rhéologiques (tableau III.1). On remarque en particulier que les indices  $n$  et  $m$  sont différents.

### III.2.3.iii. Compléments d'information relatifs aux observations expérimentales durant les essais du RhéoCAD

L'impact de différentes surfaces sur le glissement a été testé sur l'alginate de sodium à 3 %. L'enregistrement des données expérimentales RhéoCAD a été effectué avec deux cuves de mêmes dimensions mais de matériaux différents, une en acier (utilisée classiquement) et l'autre en plexiglas. Le changement de surface n'apporte pas de modifications manifestes comme le montre la figure III.8, les deux courbes sont centrées sur le fuseau expérimental calculé avec des essais de répétabilité sur la cuve de 5 L en acier. Ce fuseau expérimental nous servira également de base pour valider et commenter les simulations.

Par ailleurs, les observations des migrations des billes aux surfaces libres montrent qu'il y a des contraintes normales à la surface libre. À l'exception du cas du carbopol où les billes sont restées dans la même configuration pour la cuve de 5 L, toutes les billes ont migré vers l'extérieur de la cuve de façon disparate dans les autres cas (figure III.9). Cela démontre que des mouvements à la fois radiaux

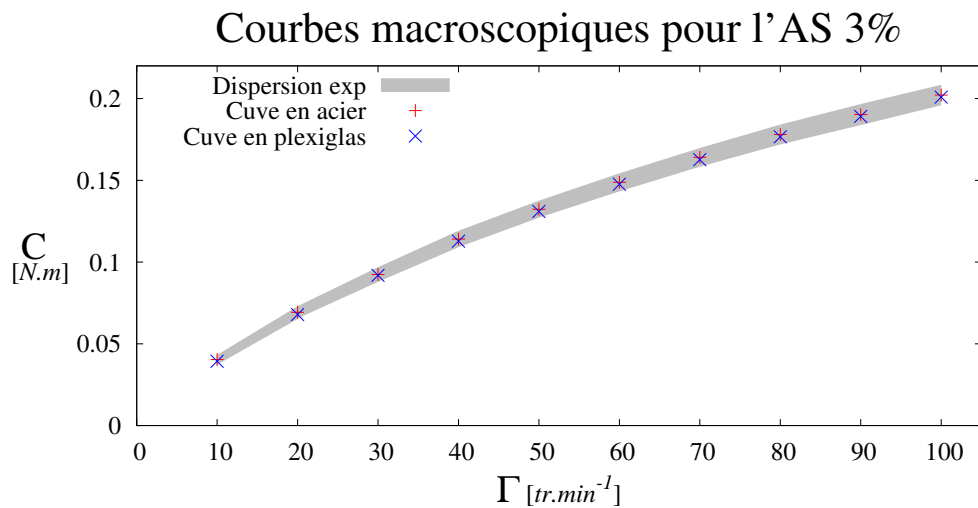


FIGURE III.8 – Courbes expérimentales couple-vitesse de l’alginate de sodium pour des cuves de 5 L en plexiglas et en acier

et axiaux se développent jusqu’à la surface. Cela peut être révélateur de cellules de convection qui se créent à l’intérieur de la cuve et allant du centre vers l’extérieur.



FIGURE III.9 – Positionnement des billes en surface libre avant (à gauche) et après essai (à droite) – solution à CMC 3 %

Ces effets de surfaces seront tout de même négligés dans la simulation à trois dimensions que nous allons présenter.

### III.3 Présentation de la simulation numérique 3D

#### III.3.1 Présentation de la géométrie ancre

Les schémas de la figure III.10 donne les dimensions géométriques du système d’agitation du Rhéo-CAD simulé.

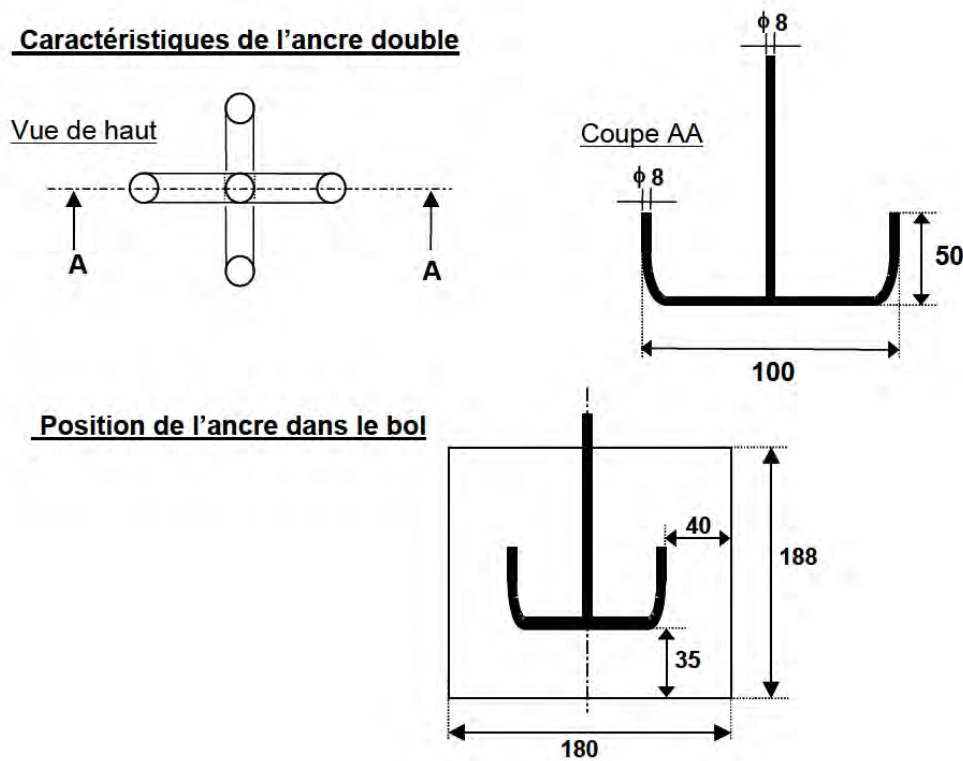


FIGURE III.10 – Géométrie du système d'agitation du RhéoCAD.

La simulation à trois dimensions est construite sur la base des hypothèses et des modèles de la simulation à deux dimensions.

Nous rappelons ici brièvement les hypothèses physiques :

- Le fluide est considéré comme homogène et incompressible
- Le régime d'écoulement est permanent et laminaire, en conditions isothermes
- Il n'y a pas de déformation de la surface libre du fluide

La régularisation choisie est explicitée à l'équation (II.6) et la valeur du gradient de vitesse critique est fixée à  $0,01 \text{ s}^{-1}$ . Afin de simplifier la définition des conditions aux limites, la simulation est faite dans le repère de l'agitateur (celui-ci reste fixe tandis que la cuve tourne).

Pour plus de détail sur la simulation numérique, se référer à la partie II.2.1.

### III.3.2 Étude de l'influence du maillage

Dans un premier temps, nous choisissons un maillage équivalent au maillage à deux dimensions en termes de taux d'accroissement. Le maillage tridimensionnel est un maillage à éléments tétraédriques dans les volumes et triangulaires sur les surfaces limites. La dépendance du couple au maillage sera testée sur le Fluide 4 dont les caractéristiques sont résumées dans le tableau III.3. La convergence du couple avec le maillage est testée sur ce fluide à une vitesse de 40 tours par minute, les couples donnés par les différents maillages sont comparés à un couple de référence calculé avec un maillage très fin (1020129 éléments).

Après une première étude, le maillage a été affiné dans une zone qui correspond à une zone de forte variabilité des gradients de vitesse (transition entre une zone de faible gradient de vitesse vers une zone de fort gradient de vitesse). L'ajout d'une frontière virtuelle de maillage plus fin permet de contourner certains problèmes de convergence (figure III.11).

Grandeurs	Fluide 4
$\rho$ [ $kg.m^{-3}$ ]	1000
$\eta_{pl}$ [ $Pa.s$ ]	35
$\tau_0$ [ $Pa$ ]	30
$Re_{HB}$ [ $\emptyset$ ]	1, 2
$Bi_{HB}$ [ $\emptyset$ ]	0, 17
$C_{ref_{3D}}$ [ $N.m$ ]	0, 383

TABLEAU III.3 – Caractéristiques du fluide de Bingham choisi pour la validation du maillage de la simulation 3D du RhéoCAD agité par une ancre.

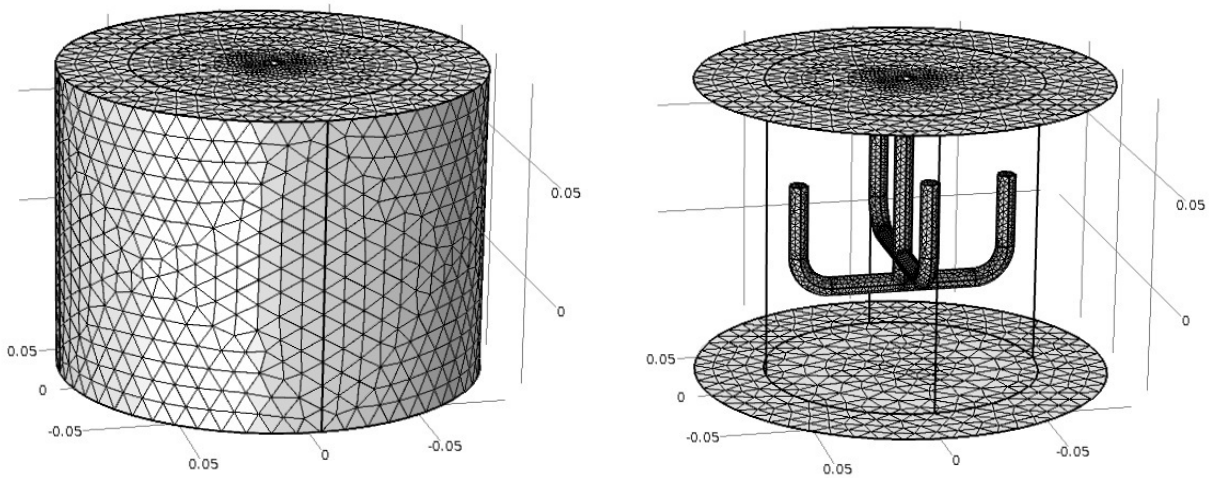


FIGURE III.11 – Maillage sur la cuve du RhéoCAD à gauche, et maillage sur l'ancre à droite et emplacement du cylindre d'affinement des mailles.

Le tableau III.4 montre que l'erreur absolue des couples calculés par rapport au couple de référence ne passe jamais au-dessous de la valeur de sensibilité du RhéoCAD. Cependant une étude de répétabilité a permis d'estimer la dispersion expérimentale à 3,49 %, pour une vitesse de rotation de 40 tours par minute. Le maillage de 153959 éléments nous offrant une erreur relative 2 fois inférieure à la dispersion est un compromis suffisant pour les précisions demandées dans le cadre de cette étude.

Influence du maillage sur les couples numériques 3D					
Nombre d'éléments		34178	71107	153959	499510
<b>Fluide 4</b> ( $Re_{HB} = 1, 2$ , $Bi_{HB} = 0, 17$ )	Err <sub>rel</sub> [%]	4,73	2,52	1,75	$5,01.10^{-1}$
	Err <sub>abs</sub> [ $N.m$ ]	$1,81.10^{-2}$	$9,67.10^{-3}$	$6,72.10^{-3}$	$1,92.10^{-3}$

TABLEAU III.4 – Erreurs relatives et absolues entre le couple numérique de référence et les couples numériques pour les différents maillages (Fluide 4 testé avec le modèle 3D)

### III.3.3 Étude de sensibilité

La sensibilité du modèle à trois dimensions est étudiée sur le Fluide 4. Les pas de paramètres choisis sont les mêmes que pour le cas à deux dimensions. Ces pas de paramètres nous permettent de garder



un ensemble de triplets représentatifs des matériaux cimentaires tout en limitant leur nombre.

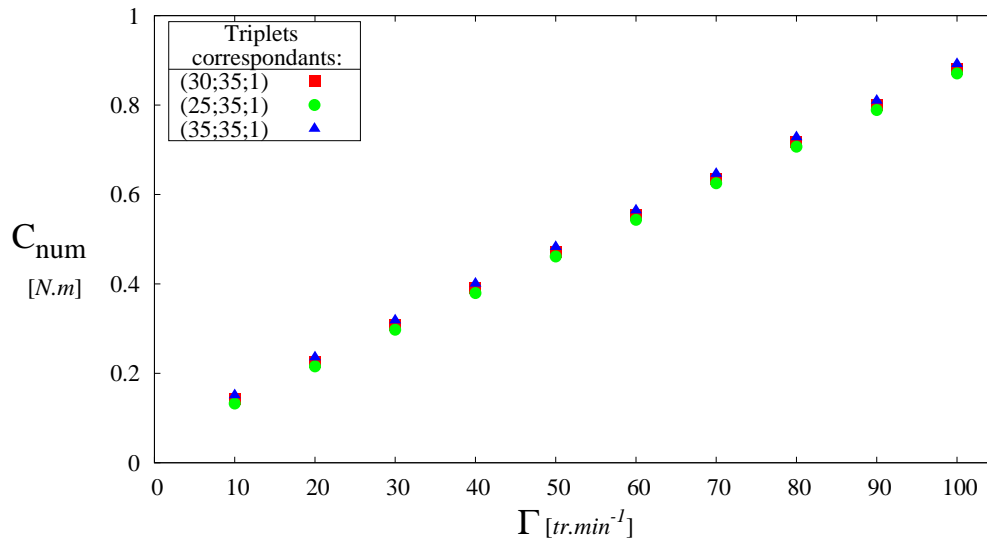


FIGURE III.12 – Sensibilité de la simulation 3D autour du triplet (30;35;1) vis-à-vis du paramètre  $\tau_0$ .

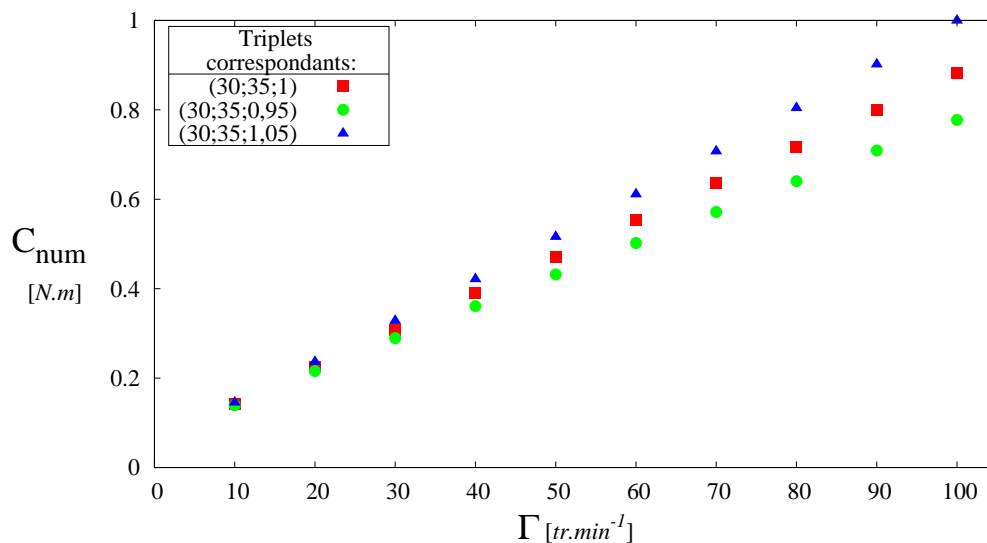


FIGURE III.13 – Sensibilité de la simulation 3D autour du triplet (30;35;1) vis-à-vis du paramètre  $n$ .

Pour le seuil de cisaillement, une variation d'un pas de paramètre  $\Delta\tau_0 = 5 Pa$  produit une légère translation de la courbe macroscopique simulée selon l'axe des ordonnées, comme on peut le voir sur la figure III.12.

L'indice de comportement est un paramètre très sensible, une variation d'un pas de paramètre ( $\Delta n = 0,05$ ) a un fort impact sur les courbes macroscopiques comme le montre le tableau III.5 qui présente la variation en termes de fonction objectif associée à une variation de pas de paramètre. On note également sur la figure III.13 que le caractère rhéofluidifiant  $n < 1$  ou rhéoépaississant  $n > 1$  est répercuté sur la courbure de la courbe macroscopique. Cette observation déjà pressentie en deux dimensions, nous permettra d'appliquer les stratégies d'identifications de restriction de l'espace des paramètres (cf. procédure 2 dans la section II.4.2.ii.).

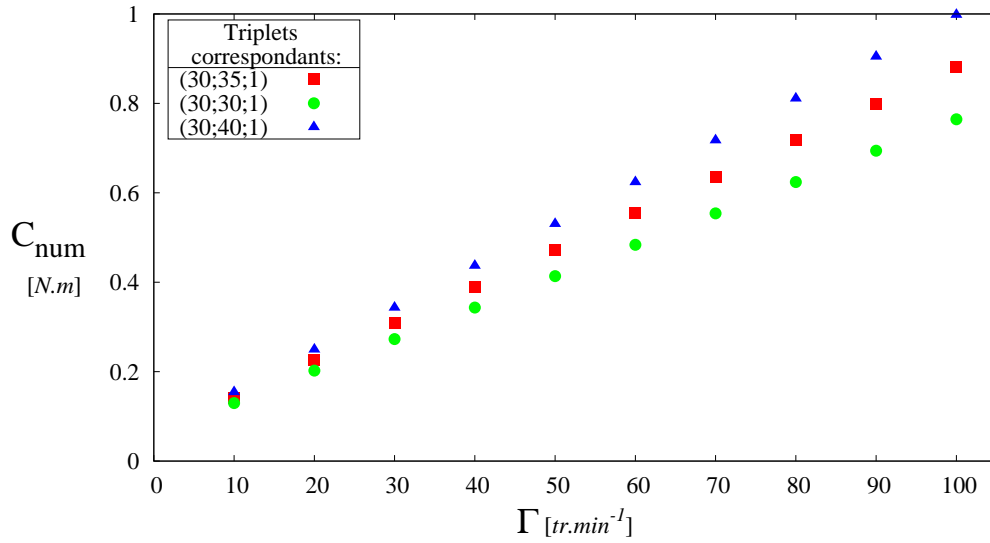


FIGURE III.14 – Sensibilité de la simulation 3D autour du triplet (30;35;1) vis-à-vis du paramètre  $K$ .

Une variation de l'indice de consistance agit sur la pente de la courbe macroscopique avec une sensibilité moins forte que celle relative à l'indice de comportement (voir figure III.14 et tableau III.5).

Ces observations sont en accord avec les sensibilités du modèle à deux dimensions étudiées dans le Chapitre II (II.3.3).

Fluide 4	$F_{obj}$ [(N.m) <sup>2</sup> ]
$(30 \pm \Delta\tau_0; 35; 1)$	$1, 1.10^{-3}$
$(30; 35 \pm \Delta K; 1)$	$5, 3.10^{-2}$
$(30; 35; 1 \pm \Delta n)$	$3, 9.10^{-2}$

TABEAU III.5 – Sensibilité du modèle 3D en termes de fonction objectif pour le Fluide 4.

## III.4 Confrontation des résultats expérimentaux et numériques

### III.4.1 Schéma direct

Afin de vérifier la validité de la modélisation, nous avons simulé les fluides modèles en utilisant les paramètres rhéologiques calculés (section III.2.3.i., tableau III.1). Les figures III.16 et B.1 B.1 B.1 B.1 en annexe, représentent les données rhéométriques expérimentales avec leur dispersion, ainsi que les données rhéométriques simulées à partir des paramètres rhéologiques déterminés dans la section III.2.

Ces graphes montrent que seules les données rhéométriques simulées du sirop de glucose rentrent dans les fuseaux de dispersion expérimentale. La recherche des paramètres macroscopiques à partir de ces courbes numériques a également été menée. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau III.6. On ne remarque aucune adéquation directe entre paramètres macroscopiques simulés et expérimentaux (cf. tableaux III.6 et III.2). Il semble ne se dégager aucune corrélation directe entre paramètres rhéologiques et macroscopiques (voir tableaux III.6 et III.1). La bonne correspondance entre les données numériques et expérimentales dans le cas du fluide le plus simple nous oriente à revoir la modélisation des fluides plutôt que la simulation en elle-même. En effet, les simulations menées nous permettent d'observer que, pour tous les fluides modèles, les valeurs des gradients de vitesse dans

la cuve du RhéoCAD sont essentiellement comprises entre 0 et  $20 \text{ s}^{-1}$  dans le fluide, même si elles peuvent atteindre très localement  $250 \text{ s}^{-1}$ . La figure III.15 illustre la répartition typique des gradients de vitesse.

Fluides	$C_{0[0;100]} [N.m]$	$k_{[0;100]} [\frac{N.m}{tr.m}]$	$m_{[0;100]} [\emptyset]$	$\Sigma [N.m]$
<b>Sirop de glucose</b>	Fixé à 0	$1,74.10^{-3}$	Fixé à 1	$2,74.10^{-4}$
<b>CMC 3 %</b>	Fixé à 0	$1,25.10^{-2}$	0,468	$1,12.10^{-4}$
<b>AS 3 %</b>	Fixé à 0	$1,88.10^{-2}$	0,525	$6,61.10^{-5}$
<b>GA 2 %</b>	Fixé à 0	$1,20.10^{-2}$	0,335	$7,95.10^{-4}$
<b>Carbopol 0,2 %</b>	$8,83.10^{-2}$	$1,18.10^{-2}$	0,434	$2,15.10^{-4}$

TABLEAU III.6 – Paramètres d’ajustement des données macroscopiques numériques obtenus en considérant la plage de gradient de vitesse de 0 à  $100 \text{ s}^{-1}$  des rhéogrammes

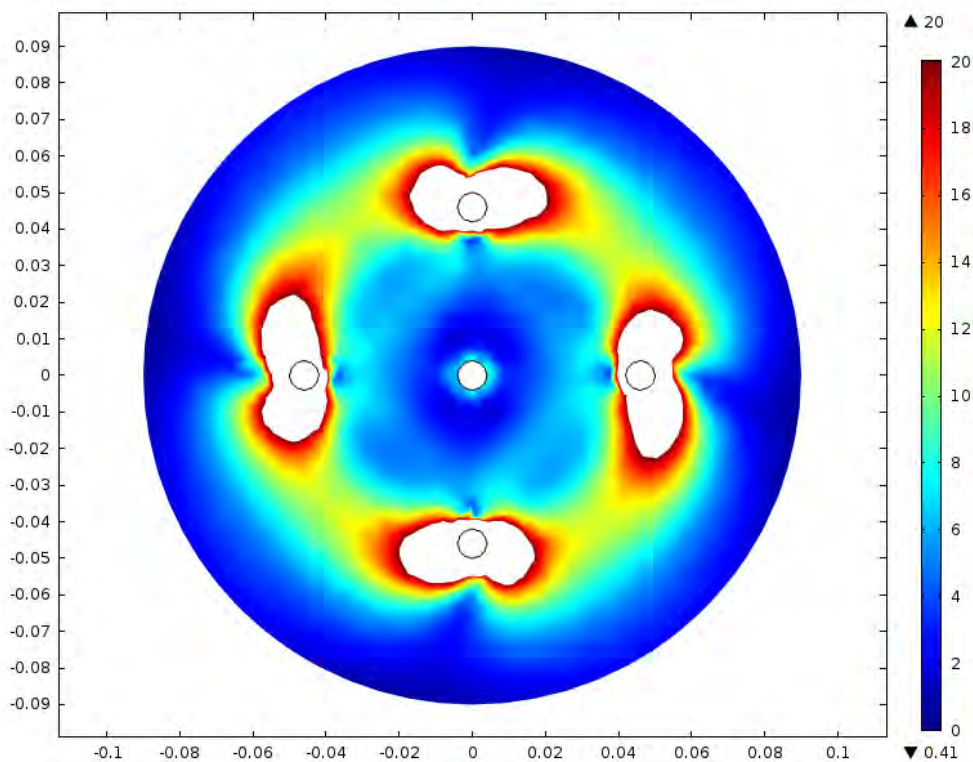


FIGURE III.15 – Variation typique des gradients de vitesse simulés dans une coupe de la géométrie ancre pour une vitesse de rotation de  $100 [tr.min^{-1}]$ .

Puisque les paramètres rhéologiques avaient été calculés à partir d’ajustement sur des plages de gradient de vitesse allant de 0 à  $100 \text{ s}^{-1}$  (tableau III.1), leur détermination est donc réalisée une nouvelle fois en ajustant la plage de gradient de vitesse aux observations de simulation. Les paramètres rhéologiques correspondants sont donnés dans le tableau III.7 et les rhéogrammes correspondants sont donnés dans l’annexe B.3. On remarque que les résultats pour la solution de glucose sont inchangés.

Une comparaison des paramètres d’ajustement, présentés aux tableaux III.2 et III.8, et des paramètres rhéologiques présentés au tableau III.7, montre que les valeurs des paramètres  $n$  et  $m$  sont assez proches les unes des autres, avec une différence de l’ordre de 0,05 ce qui équivaut à un pas dans l’espace des paramètres (tableau II.9).

Fluides	$\tau_{0[0;20]}$ [Pa]	$K_{[0;20]}$ [Pa.s <sup>n</sup> ]	$n_{[0;20]}$ [∅]	$\sigma$ [Pa]
Glucose 7 %	Fixé à 0	7,41 ±0,8	Fixé à 1	16,61
CMC 3 %	Fixé à 0	15,4 ±0,8	0,565 ±0,007	3,11
AS 3 %	Fixé à 0	21,1 ±1,1	0,695 ±0,007	3,48
GA 2 %	Fixé à 0	14,4 ±0,2	0,346 ±0,001	0,66
Carbopol 0,2 %	57,5 ±2,9	25,8 ±3,6	0,331 ±0,020	4,76

TABLEAU III.7 – Paramètres rhéologiques des fluides déduits des mesures au RhéolabQC réalisées sur l'intervalle  $[0; 20]$  s<sup>-1</sup>.

Fluides	$C_{0[0;20]}$ [N.m]	$k_{[0;20]}$ [ $\frac{N.m}{tr^m}$ ]	$m_{[0;20]}$ [∅]	$\Sigma$ [N.m]
Sirop de glucose	Fixé à 0	$1,74.10^{-3}$	Fixé à 1	$2,74.10^{-4}$
CMC 3 %	Fixé à 0	$7,57.10^{-3}$	0,589	$5,09.10^{-4}$
AS 3 %	Fixé à 0	$8,71.10^{-3}$	0,698	$3,95.10^{-4}$
GA 2 %	Fixé à 0	$9,51.10^{-3}$	0,393	$7,77.10^{-4}$
Carbopol 0,2 %	$8,00.10^{-2}$	$1,60.10^{-2}$	0,380	$2,33.10^{-4}$

TABLEAU III.8 – Paramètres d'ajustement des données macroscopiques numériques obtenus en considérant la plage de gradients de vitesse de 0 à 20 s<sup>-1</sup> des rhéogrammes.

Les courbes expérimentales et numériques données par cette méthode sont tracées sur les figures III.16, III.17, III.18, III.19, III.20.

Pour les fluides modèles pseudoplastiques ou newtonien, on observe une meilleure adéquation entre les résultats numériques et expérimentaux avec cette nouvelle détermination des paramètres rhéologiques. On observe tout de même que les trois derniers points de la courbe numérique pour la solution d'alginate de sodium ne sont pas dans le fuseau de dispersion expérimentale (figure III.18). Pour la solution de gomme d'adragante, une nette amélioration est apportée mais la courbe numérique reste en-dessous de la courbe expérimentale (figure III.19). Ces imprécisions sont très certainement dues au fait que bien que l'on observe une plage de gradient majoritairement de 0 à 20 s<sup>-1</sup>, les plages de gradients de vitesse à l'intérieur de la cuve varient tout de même légèrement d'un fluide à l'autre. En ce qui concerne la solution de carbopol, on constate une translation entre la courbe macroscopique expérimentale et la courbe numérique (figure III.20), la pente des deux courbes étant les mêmes. L'étude de sensibilité menée en section III.3.3, montre qu'une telle translation est évocatrice d'un seuil de contrainte différent pour les deux courbes. Comme nous l'avons précisé en section III.2.1, la rhéologie des solutions de carbopol est très sensible aux conditions de préparation. On peut tout de même chercher des ordres de grandeurs de seuils de contrainte de solution de carbopol à 0,2 %. Les seuils de contrainte d'Herschel-Bulkley trouvés dans la littérature pour cette concentration sont compris entre 3 et 20 [Pa] [124, 125]. La valeur de seuil de 56,4 Pa obtenue avec le RhéolabQC paraît très élevée. Cette valeur a été obtenue avec un rhéomètre à cylindres coaxiaux ayant un entrefer de 3 mm (figure III.3), or il existe des effets de confinement des solutions de carbopol faisant augmenter le seuil de contrainte perçu [126, 127, 128] et cela même à l'échelle du millimètre [128]. L'identification de paramètres devrait nous confirmer qu'il y a confinement en nous donnant un seuil de contrainte compris entre 3 et 20 [Pa].

### III.4.2 Corrélations entre paramètres macroscopiques et rhéologiques

La relation empirique, utilisée dans le cas 2D, donnant l'égalité entre l'indice de comportement  $n$  et la puissance  $m$  déduite des expériences au RhéoCAD, est également retrouvée ici (voir figure III.21).

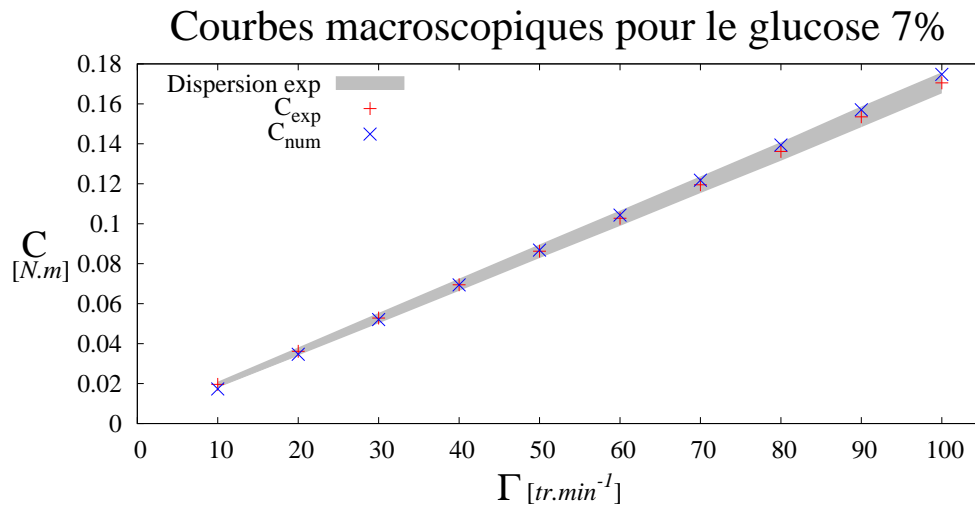


FIGURE III.16 – Courbes macroscopiques numérique et expérimentale – solution de sirop de glucose à 7 %.

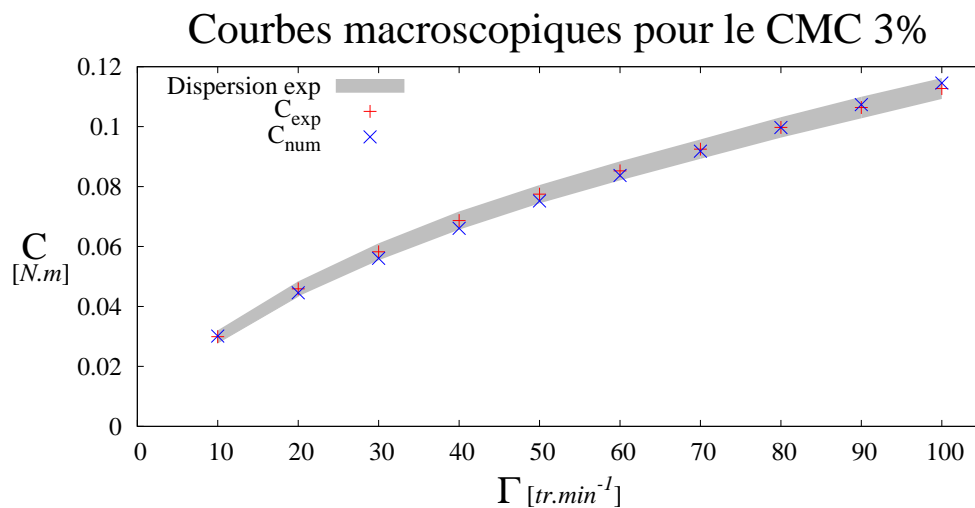


FIGURE III.17 – Courbes macroscopiques numériques et expérimentales – solution de CMC à 3 %.

Pour nous donner une idée de l'impact de cette hypothèse dans le cadre d'une identification de paramètres, on trace à nouveau les rhéogrammes en fixant  $n_{[0;20]}$  à  $m_{exp}$  et on évalue  $\sigma$  (équation (III.1)). On montre que  $\sigma$  n'est pas significativement impacté par cette simplification (voir le tableau B.1 en annexe B.2).

Des simulations montrent que les données macroscopiques simulées ne sont également pas significativement modifiées par cette hypothèse (annexe B.2). Ainsi, la relation  $n = m$  peut être utilisée dans le cas tridimensionnel.

Les mesures sur les fluides modèles ont également permis de mettre en évidence une corrélation entre  $k_{exp}$ ,  $K_{[0;20]}$ , et  $m_{exp}$  présentée à la figure III.22.

Comme proposé par Wallevik et Wallevik [129], les identifications peuvent être améliorées ou sim-

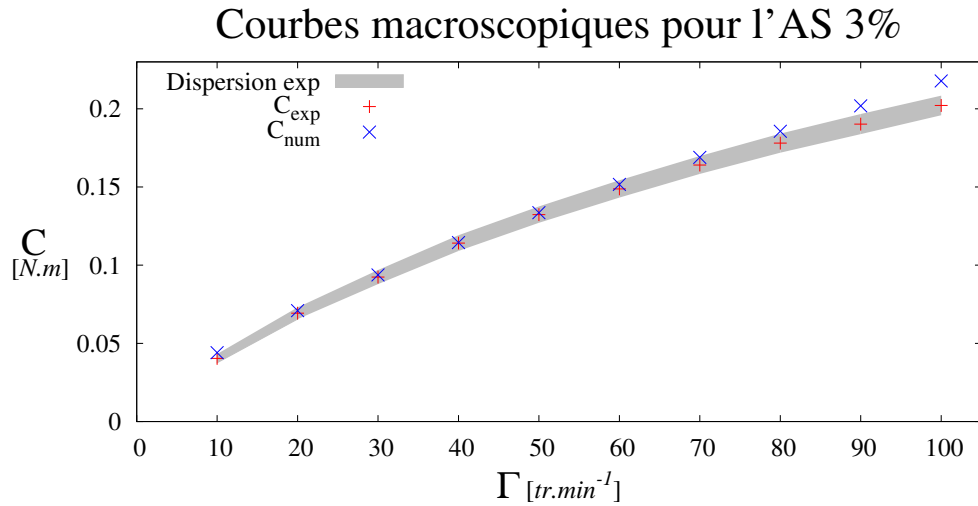


FIGURE III.18 – Courbes macroscopiques numérique, obtenue en considérant la plage de gradients de vitesse de 0 à 20  $s^{-1}$ , et expérimentale de la solution d'AS à 3%.

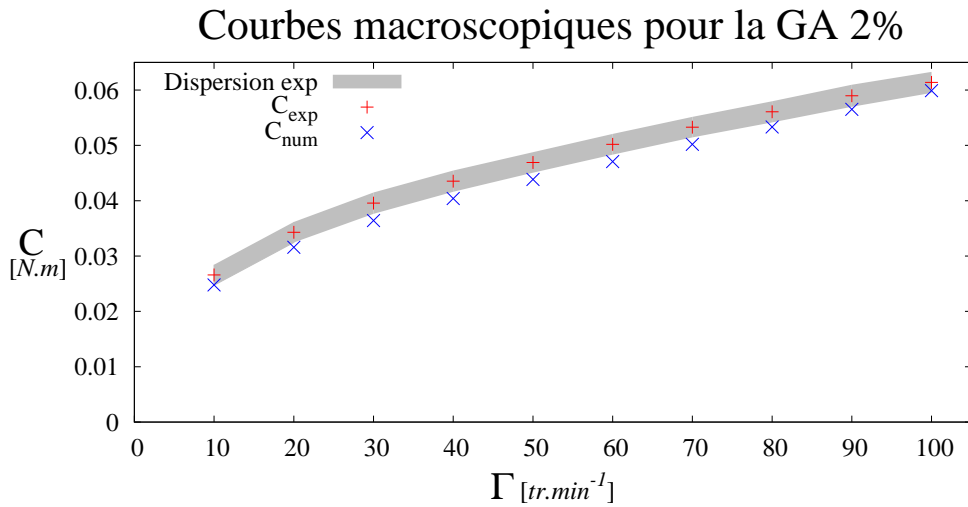


FIGURE III.19 – Courbes macroscopiques numérique, obtenue en considérant la plage de gradients de vitesse de 0 à 20  $s^{-1}$ , et expérimentale – solution de la GA à 2 %.

plifiées grâce à des relations empiriques trouvées à partir de simulations réalisées pour une grille de triplets. Dans le cas présent, en simulant 83 fluides différents, les relations (III.6) et (III.4) mises en évidence par l'expérience (figures III.22 et III.21) sont retrouvées numériquement (figures III.23 et III.24). Ces simulations nous permettent également de rechercher une corrélation entre  $C_{0_{[0;20]}}$  et  $\tau_{0_{[0;20]}}$  qui sera valable expérimentalement, ainsi que de prévoir des encadrements sur ces relations (figure III.25) dans le but de simplifier les optimisations à suivre avec notamment l'utilisation de la procédure 3.

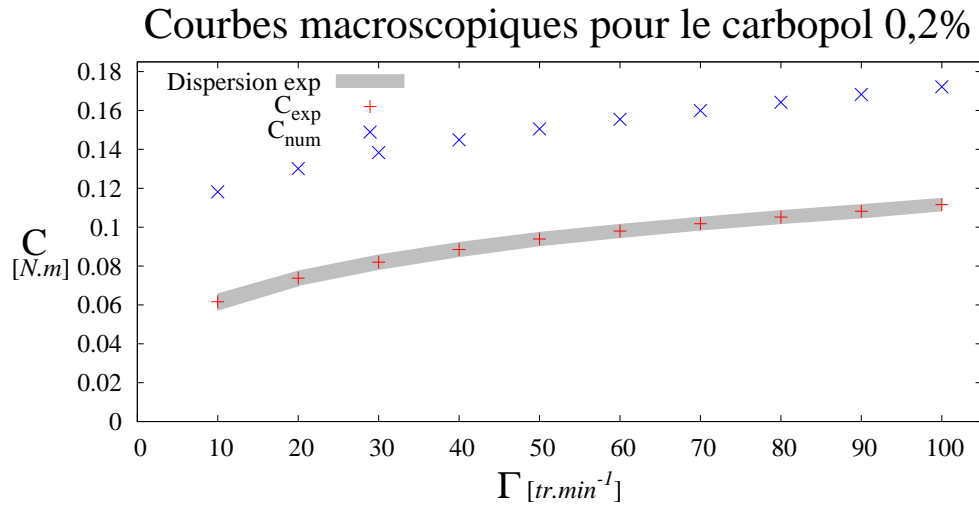


FIGURE III.20 – Courbes macroscopiques numérique, obtenue en considérant la plage de gradients de vitesse de 0 à 20  $s^{-1}$ , et expérimentale – solution de carbopol à 0,2 %.

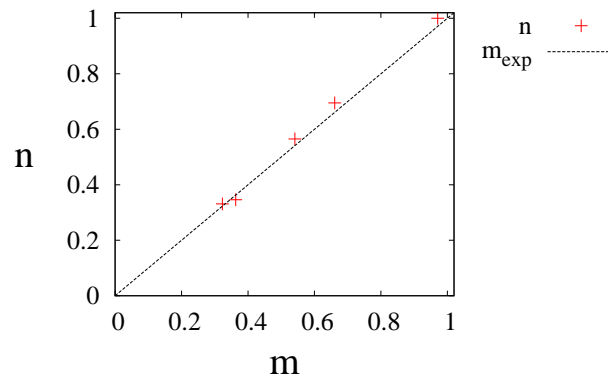


FIGURE III.21 – Corrélation entre l'indice de comportement  $n_{[0;20]}$  et la puissance  $m_{\text{exp}}$  dans la relation expérimentale couple-vitesse.

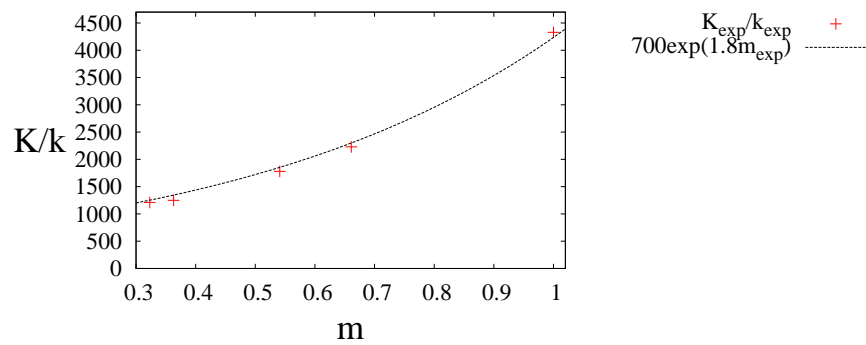


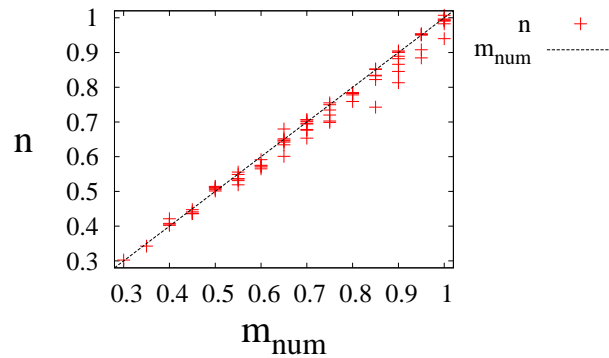
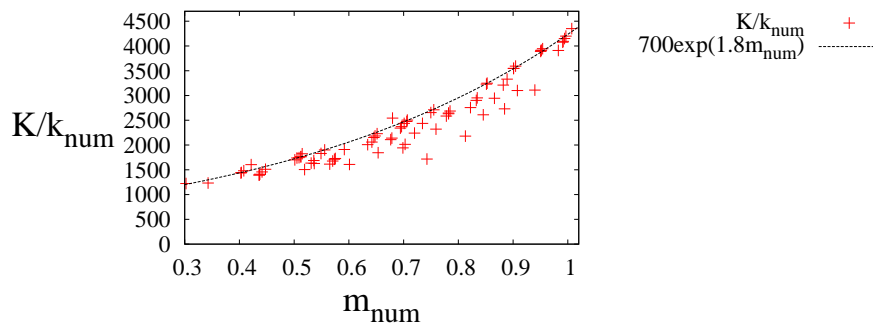
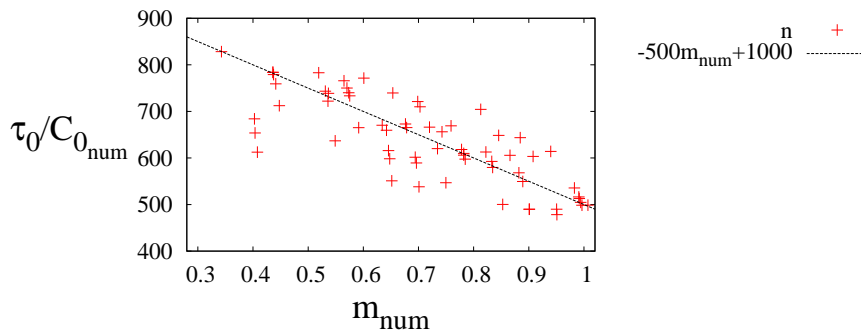
FIGURE III.22 – Corrélation entre  $k_{\text{exp}}$ ,  $K_{[0;20]}$ , et  $m_{\text{exp}}$ .

Finalement les relations empiriques sont :

$$n[\emptyset] \approx m \quad (\text{III.4})$$

$$\frac{\tau_0 [Pa]}{C_0 [N.m]} \approx -500 \times m + 1000 \quad (\text{III.5})$$

$$\frac{K [Pa.s^n]}{k \left[ \frac{N.m}{tr^m} \right]} \approx 700 \exp(1.8m) \quad (\text{III.6})$$

FIGURE III.23 – Corrélation entre l'indice de comportement  $n$  des fluides modèles et  $m_{\text{num}}$ .FIGURE III.24 – Corrélation entre  $k_{\text{num}}$ ,  $K$ , et  $m_{\text{num}}$ .FIGURE III.25 – Corrélation entre  $C_{0_{\text{num}}}$ ,  $\tau_0$ , et  $m_{\text{num}}$ .

### III.4.3 Identification des paramètres rhéologiques d'un fluide sans seuil : solution de carboxyméthyl cellulose à 3 %

#### III.4.3.i. Définition de la méthode d'identification

Dans un premier temps, les procédures d'analyse inverse mises en place dans le Chapitre II (section II.4.1) seront testées sur un fluide d'Ostwald-de Waele présentant une bonne adéquation entre les données expérimentales et numériques en schéma direct. L'identification correspondante de deux paramètres permet de tester les procédures sur cas réel, de trouver leurs limites s'il y en a, et de proposer des stratégies d'amélioration. L'identification des trois paramètres d'un fluide d'Herschel-Bulkley



sera proposée dans une seconde partie et bénéficiera des éclairages apportés par l'identification à deux paramètres.

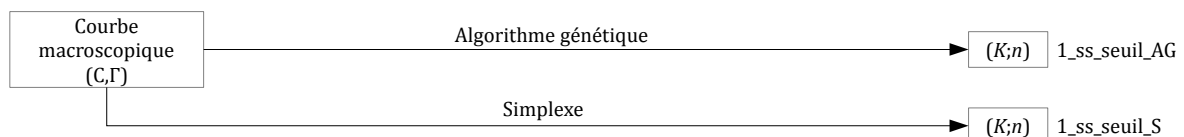
Afin de réaliser les identifications, l'espace de recherche des paramètres doit être adapté aux fluides modèles. Grâce aux études préliminaires, on peut redéfinir cet espace comme présenté dans le tableau III.9. Tous les fluides étudiés étant rhéofluidifiants, les procédures 1 et 2 (Chapitre II, figure II.14) ne seront plus discernables l'une de l'autre.

	Bornes minimales	Bornes maximales	Pas
$\tau_0$ [Pa]	0	50	5
$K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]	5	50	5
$n$ [∅]	0, 3	1	0, 05

TABLEAU III.9 – Espace de recherche des paramètres.

Dans cette partie, les identifications de paramètres rhéologiques vont être mises en œuvre sur la solution de carboxyméthyl cellulose. L'absence de seuil de contrainte  $\tau_0$  et de couple seuil  $C_0$  sera présupposée. Dans la pratique, cette hypothèse peut être posée lorsque le couple seuil  $C_0$  calculé est négligeable (en posant la contrainte d'optimisation  $C_0 > 0$  on trouve toujours un couple seuil nul pour les fluides d'Ostwald-de Waele lors des ajustements). Le critère de satisfaction  $\varepsilon$  sur les fonctions objectif a été déterminé à partir de la courbe expérimentale du RhéoCAD et de la dispersion expérimentale. Le critère  $\varepsilon$  est la fonction objectif équivalente donnée par la dispersion. Pour le cas de la solution de carboxyméthyl cellulose, ce critère de satisfaction est de  $9,412.10^{-5} [(N.m)^2]$  (voir tableau III.2). Les paramètres à déterminer sont donc des couples  $(K;n)$ . Les procédures d'identification doivent être adaptées comme précisé sur la figure III.26. Pour chaque procédure, les résultats obtenus seront exploités afin de rechercher le maximum d'informations que l'on peut récolter sur la fonction objectif. Au vu des temps de calcul des simulations à trois dimensions, il n'y aura pas d'évaluation exhaustive de la fonction objectif, comme cela a été fait dans le cas de simulation à deux dimensions.

**Procédure 1 : Absence de seuil (ss\_seuil)**



**Procédure 3: Absence de seuil et relations empiriques entre les paramètres macroscopiques et rhéologiques (av\_n=m)**

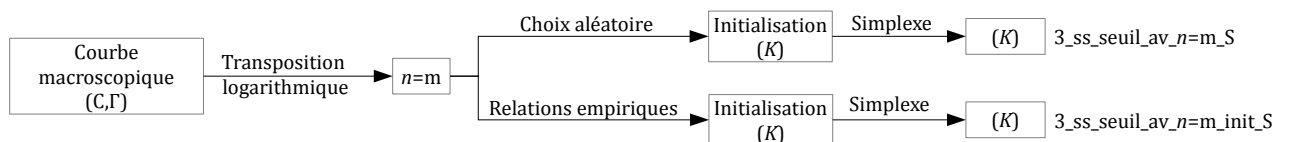


FIGURE III.26 – Présentation schématique des procédures d'identification adaptées aux fluides sans seuil en fonction des connaissances de l'utilisateur.

Lorsque l'on considère uniquement les fluides sans seuil, l'espace total des paramètres est ainsi réduit à une grille de 150 individus (tableau III.10) au lieu de 7650.

Dans le cas particulier de fluide sans seuil, l'utilisation des algorithmes génétiques pour la Procédure 3 n'a plus de sens car ils demandent une population minimale de 16 individus [99], ce qui est supérieur au nombre d'individus présents dans l'espace des paramètres.

Fluides sans seuil	Nbr <sub>espace</sub>	Nbr <sub>pop</sub>
Procédure 1	150	16
Procédure 3	10	—

TABLEAU III.10 – Nombre de jeux de paramètres dans l'espace de recherche (Nbr<sub>espace</sub>) associé à chaque procédure et nombre d'individus dans la population initiale des algorithmes génétiques (Nbr<sub>pop</sub>) pour l'identification de fluide sans seuil.

### III.4.3.ii. Procédure 1 : Connaissance de l'absence de seuil

#### III.4.3.ii.a) Algorithmes génétiques avec $\tau_0 = 0$

Les résultats retournés par les algorithmes génétiques ne donnent pas de solution satisfaisante répondant au critère d'erreur  $\varepsilon$ . Nous analysons néanmoins les 4 triplets résultats de la procédure 1\_ss\_seuil\_AG donnant les valeurs de fonction objectif les plus basses et qui sont présentés dans le tableau III.11.

4 meilleurs triplets ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [ø])	$F_{obj_{norm}}$ [ø]	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(0;15;0,6)	2,0	(5 × 16)/150
(0;10;0,75)	6,5	
(0;25;0,4)	6,6	
(0;30;0,3)	10,6	

TABLEAU III.11 – Meilleurs triplets obtenus pour la Procédure 1\_ss\_seuil\_AG – la solution de CMC à 3% .

Le meilleur triplet a une valeur de fonction objectif deux fois supérieure au critère de satisfaction  $\varepsilon$ . Pour les triplets suivants, on note un saut de valeurs de fonction objectif laissant présager que le minimum est très piqué autour de la solution mathématique du problème. Lorsque l'on trace les quatre triplets ayant les plus petites valeurs de fonction objectif sélectionnés par les algorithmes génétiques dans le plan ( $K;n$ ) (figure III.27), on note à nouveau la compensation entre les paramètres  $K$  et  $n$ . En traçant également toutes les valeurs de fonction objectif normalisées données par les algorithmes génétiques, une vallée en diagonale autour du triplet (0;15;0,6) apparaît.

#### III.4.3.ii.b) Méthode du simplexe avec $\tau_0 = 0$

La méthode du simplexe est testée sur les résultats expérimentaux de la solution de CMC à 3%. Dans le cas à deux dimensions, le passage à une identification de trois paramètres à deux paramètres permettait de nettement améliorer la fiabilité des résultats. Dans le cas des fluides sans seuil, les paramètres concernés ne sont pas les mêmes ( $K$  et  $n$  au lieu de  $K$  et  $\tau_0$  quand on suppose  $n = m$ ), et comme vu précédemment les effets de ces paramètres sur les courbes macroscopiques se compensent, ce qui peut amener à des difficultés d'identification. La méthode du simplexe étant dépendante des initialisations, elle sera exécutée à trois reprises avec des initialisations générées de manière aléatoire.

Le premier lancement de la méthode du simplexe permet d'obtenir le triplet (0;10;0,75) qui est le second triplet avec la valeur de fonction objectif la plus basse proposée par les algorithmes génétiques. La seconde initialisation de la méthode du simplexe nous amène au triplet (0;25;0,35) que les algorithmes génétiques n'avaient pas détecté et qui se place en quatrième position en termes de valeur de fonction objectif. Enfin, le troisième lancement nous donne un triplet résultat qui avait été détecté par

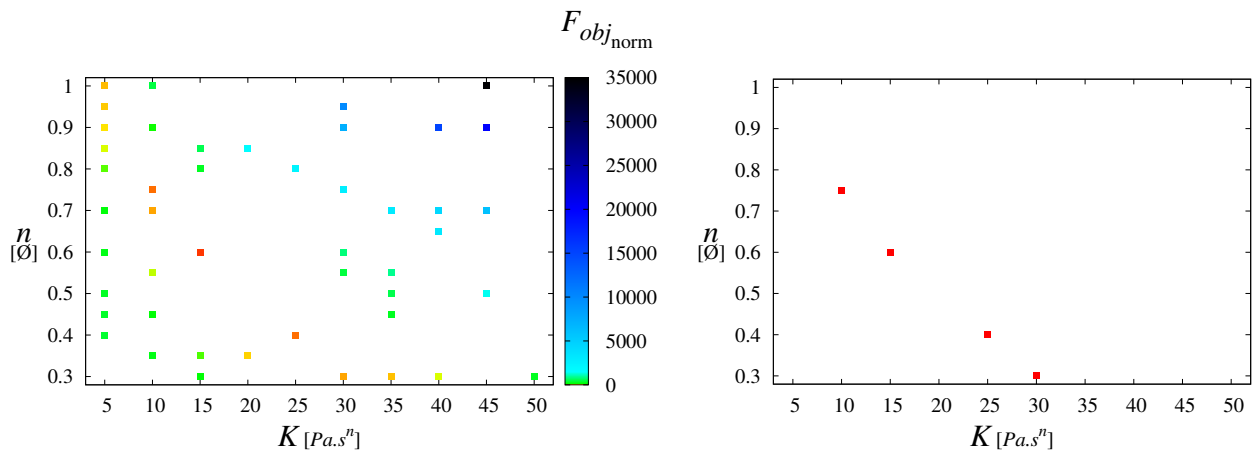


FIGURE III.27 – Valeurs de la fonction objectif normalisée pour tous les couples  $(K;n)$  déterminés par les algorithmes génétiques à gauche et les quatre meilleurs couples  $(K,n)$  donnés par la Procédure 1\_ss\_seuil\_AG – la solution de CMC à 3 %.

Triplets initiaux $(\tau_0 [Pa], K [Pa.s^n], n [\emptyset])$	$F_{obj\_norm}$ [ $\emptyset$ ]	Triplets résultats $(\tau_0 [Pa]; K [Pa.s^n]; n [\emptyset])$	$F_{obj\_norm}$ [ $\emptyset$ ]	Nbr <sub>eval</sub>	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(0 ; 40 ; 0, 65)	3077, 5	(0 ; 10 ; 0, 75)	6, 5	20	43/150
(0 ; 5 ; 0, 65)	235, 0				
(0 ; 20 ; 0, 85)	1609, 7				
(0 ; 35 ; 0, 45)	322, 6	(0 ; 25 ; 0, 35)	8, 2	13	
(0 ; 50 ; 0, 7)	2961, 3				
(0 ; 40 ; 0, 7)	4344, 4				
(0 ; 35 ; 0, 45)	322, 6	(0 ; 30 ; 0, 3)	10, 6	10	
(0 ; 50 ; 0, 7)	7907, 1				
(0 ; 45 ; 0, 35)	343, 0				

TABLEAU III.12 – Résultats obtenus avec la Procédure 1\_ss\_seuil\_S – solution de CMC à 3 %.

les algorithmes génétiques et qui se place en cinquième position avec une valeur de fonction objectif du même ordre de grandeur que celles obtenues lors des deux premières initialisations (tableau III.12).

En termes de coût de calcul, la méthode génétique demande environ deux fois plus de simulations que la méthode du simplexe. La méthode du simplexe amène à des triplets résultats avec des valeurs de fonction objectif supérieures au critère  $\varepsilon$  recherché, sans pour autant être totalement inefficace. Cependant le triplet solution ayant la valeur de fonction objectif la plus proche du critère  $\varepsilon$  est obtenu avec les algorithmes génétiques. Lorsque l'on regarde le nombre d'itérations demandé par chaque lancement de la méthode du simplexe on peut voir que le premier demande significativement plus d'itérations que les autres. Ainsi il est probable que le triplet (0 ; 10 ; 0, 75), obtenu par ce lancement, soit un minimum du problème et que les autres solutions soient des triplets positionnés sur des plateaux de la fonction objectif. Lorsque l'on trace tous les triplets parcourus par la méthode du simplexe (figure III.28), on peut voir que toute une zone de paramètres n'a pas été explorée. L'utilisateur peut donc avoir des doutes sur la globalité du minimum (0 ; 10 ; 0, 75).

Avec les connaissances apportées par les algorithmes génétiques, on peut comprendre que les initialisations choisies aléatoirement (figure III.28) ont permis de s'approcher de la vallée de fonction objectif mais n'ont pas permis de converger vers la bonne zone à cause des irrégularités.

Au vu de ces informations, l'utilisateur peut décider d'initialiser l'algorithme du simplexe dans les zones de l'espace des paramètres qui n'ont pas encore été testées.

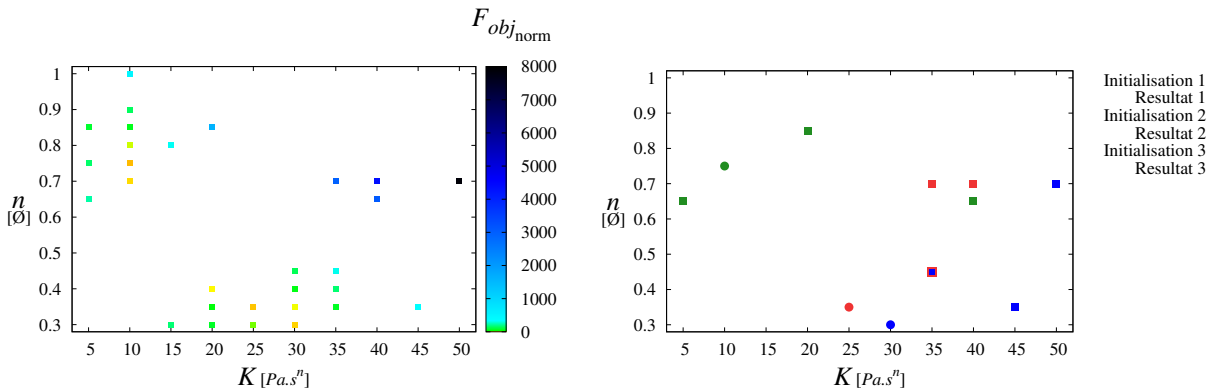


FIGURE III.28 – Valeur de la fonction objectif normalisée des triplets parcourus par la méthode du simplexe à gauche, et initialisations et triplet résultats pour les trois lancements à droite.

### III.4.3.iii. Procédure 3 : Connaissance de l'absence de seuil et de lois empiriques

Dans cette approche, les relations empiriques qui ont été déterminées par les études préliminaires sont mises à profit afin d'améliorer les identifications. Dans un premier temps, on recourra uniquement à l'égalité entre le paramètre rhéologique  $n$ , qui est l'indice de comportement, et le paramètre de puissance macroscopique  $m$ . Dans un second temps, les autres relations empiriques seront utilisées pour initialiser la méthode du simplexe.

#### III.4.3.iii.a) Simplexe avec loi empirique $n = m$

Le recours à l'égalité  $n = m$  réduit l'espace des paramètres à une dimension. Comme nous l'avons vu en section II.4.2.iii. du Chapitre II la réduction de la dimension de l'espace des paramètres améliore considérablement l'efficacité des identifications. Comme présenté au tableau III.2, la puissance  $m$  donnée par l'ajustement de la courbe macroscopique expérimentale est de 0,557, ce qui correspond à  $n = 0,55$  dans le respect de la grille de paramètres.

Triplets initiaux ( $\tau_0$ [Pa], $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ], $n$ [Ø])	$F_{obj\_norm}$ [Ø]	Triplets résultats ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [Ø])	$F_{obj\_norm}$ [Ø]	Nbr <sub>eval</sub>	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(0 ; 40 ; 0,55) (0 ; 10 ; 0,55)	1442,9 97,4	(0 ; 15 ; 0,55)	4,1	9	27/10
(0 ; 35 ; 0,55) (0 ; 50 ; 0,55)	897,9 2920,6	(0 ; 15 ; 0,55)	4,1	9	
(0 ; 40 ; 0,55) (0 ; 5 ; 0,55)	1442,9 303,8	(0 ; 15 ; 0,55)	4,1	9	

TABLEAU III.13 – Résultats obtenus avec la Procédure 3\_ss\_seuil\_av\_n=m\_S – le CMC à 3%.

La méthode du simplexe avec la réduction de l'espace des paramètres à une seule dimension  $K$  donne un triplet résultat unique : (0 ; 15 ; 0,55). Avec une valeur de fonction objectif quatre fois supérieure au critère de satisfaction, ce triplet n'avait pourtant pas été repéré auparavant. Ce résultat est le meilleur après celui détecté par les algorithmes génétiques. Ces deux résultats sont également proches en termes

de paramètres, seul le paramètre  $n$  fixé diffère. Si on compare les deux procédures réalisées avec l'algorithme du simplexe, on peut constater la nette amélioration aussi bien en termes de convergence, avec un passage du nombre d'itérations moyen de 14 à 9, qu'en termes de valeurs de fonction objectif. Cependant on note que dans notre cas particulier de fluide sans seuil, le nombre de triplet dans l'espace des paramètres,  $N_{\text{espace}}$ , n'est plus que de 10. Dans ce cas, la méthode du simplexe, même lancée une seule fois, est à peine plus avantageuse qu'une recherche exhaustive.

**III.4.3.iii.b) Simplexe avec lois empiriques  $n = m$ , et encadrement de  $K$ .**

Dans cette procédure, l'initialisation de la méthode du simplexe est réalisée à l'aide des corrélations présentées dans la section III.4.2. L'indice de comportement  $n$  est fixé à  $m$  et la valeur de  $K$  est encadrée. On obtient ainsi les deux triplets d'initialisation présentés dans le tableau III.14, nécessaires à la procédure.

Sommet 1	$(0,900k.exp(1, 8m),m)$
Sommet 2	$(0,500k.exp(1, 7m),m)$

TABLEAU III.14 – Détermination des simplexes initiaux de la Procédure 3\_av\_n=m\_init\_S.

Lorsque l'on initialise la méthode du simplexe avec les lois empiriques, on obtient le même triplet solution qu'avec des initialisations aléatoires (tableau III.15). Néanmoins, le nombre d'itérations est très nettement réduit par l'initialisation en atteignant 5 au lieu d'une moyenne de 9 pour la procédure précédente. Il semblerait donc que le triplet obtenu soit la solution au problème posé.

Triplets initiaux $(\tau_0 [Pa], K [Pa.s^n], n [\emptyset])$	$F_{obj_{norm}}$ [ $\emptyset$ ]	Triplets résultats $(\tau_0 [Pa]; K [Pa.s^n]; n [\emptyset])$	$F_{obj_{norm}}$ [ $\emptyset$ ]	Nbr <sub>eval</sub>	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
$(0;10;0,55)$ $(0;20;0,55)$	97, 4 35, 7	$(0;15;0,55)$	4, 1	5	5/10

TABLEAU III.15 – Résultats obtenus avec la Procédure 3\_ss\_seuil\_av\_n=m\_init\_S – solution de CMC à 3 %.

En réunissant tous les triplets évalués avec  $n = 0,55$  on peut tracer la fonction objectif en fonction de  $K$ . Comme le montre la figure III.29, la fonction objectif pour un seul paramètre est très régulière, le minimum global est bien le triplet trouvé.

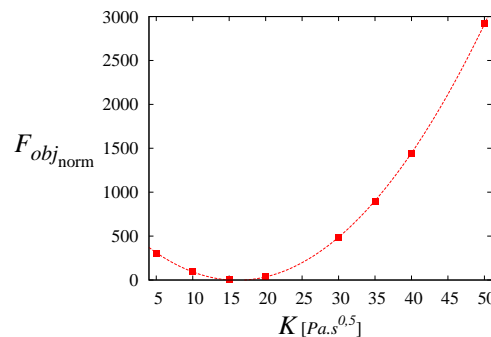


FIGURE III.29 – Fonction objectif normalisée en fonction du paramètre  $K$  pour les triplets parcourus par la méthode du simplexe pour la Procédure 3.

### III.4.3.iv. Constat comparatif des procédures 1 et 3 – stratégies d’affinement de l’identification

L’approche nous donnant le meilleur triplet résultat est la méthode génétique. En effet, la stratégie de recherche de la méthode du simplexe n’est pas assez globale pour détecter le triplet compte tenu des irrégularités de la fonction objectif et de l’importance de l’espace à explorer. Dans l’approche 3, la relation  $n = m$  est exploitée pour fixer  $n$  en adéquation avec la grille de paramètres choisie. Le schéma direct et les études rhéologiques menées auparavant nous montrent que le triplet  $(0;15,4;0,565)$  est une solution très précise en permettant d’obtenir une valeur de fonction objectif de  $1,904.10^{-5} [(N.m)^2]$  qui est environ cinq fois inférieure au critère de satisfaction  $\varepsilon$  (qui est de  $9,412.10^{-5} [(N.m)^2]$ ). Les meilleurs triplets trouvés pour chaque approche sont  $(0;15;0,6)$  en premier lieu et  $(0;15;0,55)$  lorsque  $n$  est fixé à  $0,55$ . Compte tenu des informations dont nous disposons, la solution donnée par l’approche la plus globale, c’est-à-dire par la Procédure 1 avec les algorithmes génétiques (Procédure 1\_ss\_seuil\_AG), semble être la meilleure solution que l’on puisse obtenir avec cette grille de paramètres. On voit que le paramètre  $K$  y est légèrement sous-estimé ( $15 Pa.s^{0,55}$  au lieu de  $15,4 Pa.s^{0,565}$ ) tandis que le paramètre  $n$  est surestimé ( $0,6$  au lieu de  $0,565$ ) ce qui est la meilleure façon de compenser l’erreur imposée par les pas de paramètres.

La procédure 3 nous permet d’améliorer les temps de calcul et l’efficacité de la méthode du simplexe. En initialisant avec les lois empiriques (Procédure 3\_ss\_seuil\_av\_n=m\_init\_S), cinq simulations suffisent pour obtenir le résultat le plus satisfaisant possible avec  $n \approx m$ .

Cette étude sur le carboxyméthyl cellulose montre que l’on peut transposer la méthode d’identification à n’importe quel autre dispositif pourvu qu’il soit correctement simulé. Si aucune relation empirique n’est connue, des algorithmes globaux, c’est-à-dire capables d’explorer un large espace de paramètres, (tels que les algorithmes génétiques choisis ici) devront être obligatoirement utilisés.

Cependant, on voit que d’autres stratégies peuvent être mises en place si l’utilisateur désire atteindre le critère de satisfaction des triplets correspondant à la dispersion expérimentale. En effet, le non respect de ce critère est vraisemblablement dû à la grille de paramètres choisie. Le problème peut être résolu en améliorant la finesse des pas de paramètres. Étant donné que les paramètres  $K$  et  $n$  ont des effets qui se compensent sur la courbe macroscopique, l’affinement des pas de paramètres pourra être fait sur un seul des deux paramètres. Pour cela, on peut soit utiliser les lois empiriques pour réduire de manière drastique l’espace des paramètres, soit fixer un de ces paramètres et rechercher plus finement le second toujours dans un espace restreint de paramètres.

Dans cette optique, deux procédures qui tiennent compte du niveau de connaissance que l’on a du système étudié sont proposées. Ces procédures sont résumées sur la figure III.30.

#### Procédure 4 : Absence de seuil (ss\_seuil)



#### Procédure 5: Absence de seuil et lois empiriques entre paramètres macroscopiques et rhéologiques (ss\_seuil\_av\_n=m)

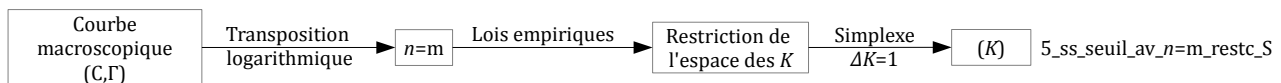


FIGURE III.30 – Présentation schématique des procédures d’identification affinées et adaptées aux fluides sans seuil.

Le but de ces identifications étant qu'elles soient applicables à trois paramètres à identifier, il est important de lever le plus de difficultés possibles dans le contexte du fluide sans seuil. Le paramètre  $\tau_0$  multipliant l'espace des paramètres par dix, il faut impérativement proposer des restrictions sur les paramètres  $K$  et  $n$  si l'on veut affiner ces mêmes paramètres tout en gardant une efficacité des algorithmes d'optimisation. Les procédures 4 et 5 schématisées sur la figure III.30 sont maintenant testées.

#### III.4.3.iv.a) Procédure 4 : Restriction de l'espace des paramètres et des pas de paramètres

Dans cette approche, l'espace des paramètres n'est pas réduit à une dimension. La dépendance des résultats à l'initialisation est donc renforcée (voir la Procédure 1\_ss\_seuil\_S). Bien qu'utilisées et efficaces [70], les restrictions de l'espace ne sont pas objectives et dépendent de l'utilisateur. Les nouveaux pas de paramètres sont difficiles à choisir sans connaissance a priori sur le matériau étudié, si bien que deux utilisateurs différents n'auraient pas forcément la même approche même en connaissant la sensibilité de la simulation vis-à-vis des paramètres. Dans notre contexte, la stratégie est ainsi prise que le nouvel espace des paramètres est choisi en encadrant la solution globale donnée par les algorithmes génétiques d'un pas de paramètre. L'espace des paramètres est donc centré sur le triplet  $(0;15;0,6)$  et balaie les intervalles  $[10;20] Pa.s^n$  pour  $K$  et  $[0,55;0,65]$  pour  $n$ . Ici également, le choix a été fait de conserver le pas pour le paramètre  $K$  ( $\Delta K = 5 Pa.s^n$ ) et d'affiner le pas sur le paramètre  $n$  à  $\Delta n = 0,02$ . On aurait pu choisir d'affiner  $K$  plutôt que  $n$ . Ce choix a été fait au vu des dispersions peu élevées sur le paramètre  $n$ . Néanmoins le raffinement du pas tient compte de l'incertitude relevée lors de la détermination du paramètre  $n$  (tableau III.7). De manière logique, le pas doit rester supérieur ou égal à cette incertitude sur le calcul. Le tableau III.16 résume les résultats obtenus par cette procédure (Procédure 4\_ss\_seuil\_AG\_restc\_S).

Triplets initiaux ( $\tau_0 [Pa], K [Pa.s^n], n [\emptyset]$ )	$F_{obj\_norm}$ [ $\emptyset$ ]	Triplets résultats ( $\tau_0 [Pa]; K [Pa.s^n]; n [\emptyset]$ )	$F_{obj\_norm}$ [ $\emptyset$ ]	Nbr <sub>eval</sub>	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(0;20;0,59)	85,5	(0;15;0,59)	0,8	16	41/18
(0;10;0,65)	32,0				
(0;20;0,59)	68,4				
(0;20;0,59)	85,5	(0;15;0,59)	0,8	18	
(0;10;0,61)	55,1				
(0;15;0,63)	11,3				
(0;20;0,54)	27,1	(0;15;0,54)	6,7	7	
(0;20;0,58)	70,5				
(0;10;0,52)	120				

TABLEAU III.16 – Résultats obtenus avec la Procédure 4\_ss\_seuil\_AG\_restc\_S pour le CMC à 3%.

Cette procédure permet l'obtention d'une solution qui entre dans les critères attendus avec une valeur de fonction objectif de 0,8 fois la valeur de  $\varepsilon$ . Ces résultats montrent également que la fonction objectif est assez piquée autour du triplet solution  $(0;15;0,59)$ . En effet le troisième lancement est arrêté prématurément après 7 itérations, ce qui peut révéler la présence d'un plateau. Ce plateau serait donc positionné autour du triplet  $(0;15;0,54)$ . Lorsque l'on trace les valeurs de la fonction objectif (figure III.31) pour tous les triplets parcourus par cette méthode, on voit en effet que les valeurs de fonction objectif pour les triplets  $(0;15;0,54)$ ,  $(0;15;0,5)$  et  $(0;20;0,54)$  sont proches les unes des autres laissant présager un grand plateau.

On remarque également que la méthode du simplexe a détecté un autre triplet satisfaisant même

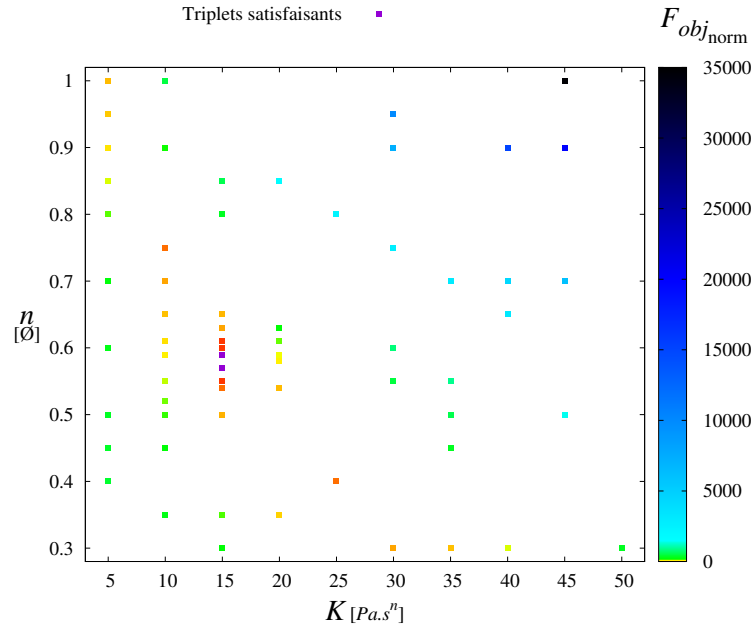


FIGURE III.31 – Valeurs de la fonction objectif normalisée pour les triplets parcourus par la procédure 4\_ss\_seuil\_AG\_restc\_S – solution de CMC à 3 %.

si celui-ci n'est pas désigné comme solution. Il s'agit du triplet (0;15;0,57) avec une valeur de fonction objectif normalisée de 0,9. Pour ce qui est des coûts de calcul, on atteint 121 simulations en passant par les algorithmes génétiques puis par la méthode du simplexe au lieu de 135 simulations si on était passé uniquement par les algorithmes génétiques. Si la différence dans le cas d'une identification à deux paramètres n'est pas importante, elle le devient dans le cas de trois paramètres (cf. section. III.4.4)

#### III.4.3.iv.b) Procédure 5 : Restriction de la dimension de l'espace et des pas de paramètres

Comme nous l'avons vu, pour obtenir une solution en adéquation avec le fuseau de dispersion de la courbe macroscopique, nous devons affiner la grille de paramètres. Pour borner la grille, nous nous basons sur les lois empiriques utilisées pour initialiser les simplexes de la Procédure 3\_ss\_seuil\_av\_n=m\_init\_S (tableau III.14), et nous fixons le paramètre  $n$  à  $m$  de manière exacte. Dans l'application de la Procédure 5, le pas sur le paramètre  $K$  est réduit à  $1 Pa.s^{0,557}$  et les initialisations de  $K$  sont réalisées aléatoirement. On obtient de cette manière un espace restreint de paramètres à 10 triplets. Selon la Procédure 3, cette approche devrait nous assurer une bonne robustesse de la méthode du simplexe même avec des triplets initiaux choisis aléatoirement. En effet, cette procédure est efficace pour trouver la meilleure solution quelle que soit la méthode d'initialisation (aléatoirement ou à l'aide des lois empiriques) (tableau III.17). La procédure 5\_ss\_seuil\_av\_n=m\_restc\_S a été tout de même répétée trois fois afin de confirmer cette robustesse.

La figure III.32 montre une fonction objectif qui semble très régulière lorsque l'on fixe l'indice de comportement (tout comme on l'avait remarqué en Procédure 3). On note également que le triplet solution est le seul triplet avec une fonction objectif suffisamment faible pour être un triplet satisfaisant.

#### III.4.3.iv.c) Constat comparatif entre les Procédures 4 et 5, et le schéma direct

Les procédures 1 et 3 initialement proposées ne seront pas toujours applicables en fonction de la précision  $\varepsilon$  que nous devons atteindre. Des méthodes sont proposées pour remédier à ce problème, en



Triplets initiaux ( $\tau_0$ [Pa], $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ], $n$ [∅])	$F_{obj_{norm}}$ [∅]	Triplets résultats ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [∅])	$F_{obj_{norm}}$ [∅]	Nbr <sub>eval</sub>	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(0;18;0,557)	10,9	(0;16;0,557)	0,2	6	20/10
(0;16;0,557)	0,2				
(0;17;0,557)	2,9	(0;16;0,557)	0,2	6	
(0;14;0,557)	10,3				
(0;17;0,557)	2,9	(0;16;0,557)	0,2	8	
(0;13;0,557)	23,2				

TABLEAU III.17 – Résultats obtenus avec la Procédure 5\_ss\_seuil\_av\_n=m\_reste\_S pour le CMC à 3%.

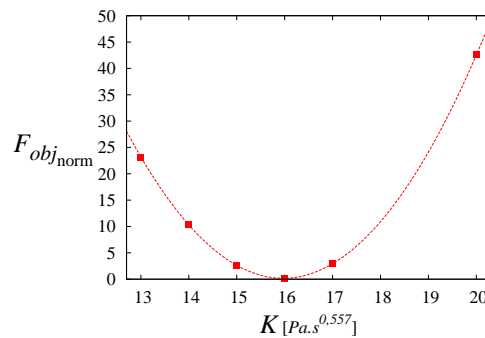


FIGURE III.32 – Fonction objectif normalisée en fonction du paramètre  $K$  pour les triplets parcourus par la Procédure 5\_ss\_seuil\_av\_n=m\_reste\_S — solution de CMC à 3 %.

restreignant les espaces de paramètres et en affinant les pas de paramètre. Avec ces procédures, nous obtenons trois triplets répondant au critère de satisfaction (tableau III.18) pour ce qui concerne la solution de CMC à 3 %.

	Triplets satisfaisants ( $\tau_0$ [Pa], $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ], $n$ [∅])	$F_{obj_{norm}}$ [∅]
Procédure 4	(0;15;0,59)	0,8
Procédure 5	(0;16;0,557)	0,2
Schéma direct	(0;15,4;0,565)	0,2

TABLEAU III.18 – Triplets satisfaisants obtenus avec les Procédures 4 et 5 et comparés au triplet obtenu par le schéma direct.

Le tableau III.18 montre que le meilleur triplet obtenu par les procédures en termes de fonction objectif est celui pour lequel  $n$  a été très exactement fixé à  $m$ . On ne peut cependant pas conclure sur la robustesse d'une procédure par rapport à l'autre. Ce résultat peut être dû à la méthode ou à un pas de paramètre qui, tel qu'il a été choisi, favorise un minimum. La figure III.33 nous montre que la solution la plus satisfaisante en termes de fonction objectif, (0;16;0,557) obtenue avec la Procédure 5, respecte bien la dispersion expérimentale dans le plan macroscopique. La valeur de la fonction objectif de cette solution ( $1,712 \cdot 10^{-5}$  [(N.m)<sup>2</sup>]) est inférieure à celle de la solution en schéma direct ( $1,905 \cdot 10^{-5}$  [(N.m)<sup>2</sup>]) et elle est en effet plus proche des valeurs expérimentales mesurées pour la solution de CMC.

Lorsque l'on trace les rhéogrammes associés à ces solutions (figure III.34), on peut voir que le triplet le plus satisfaisant s'ajuste mieux aux valeurs expérimentales dans la fenêtre de gradient de

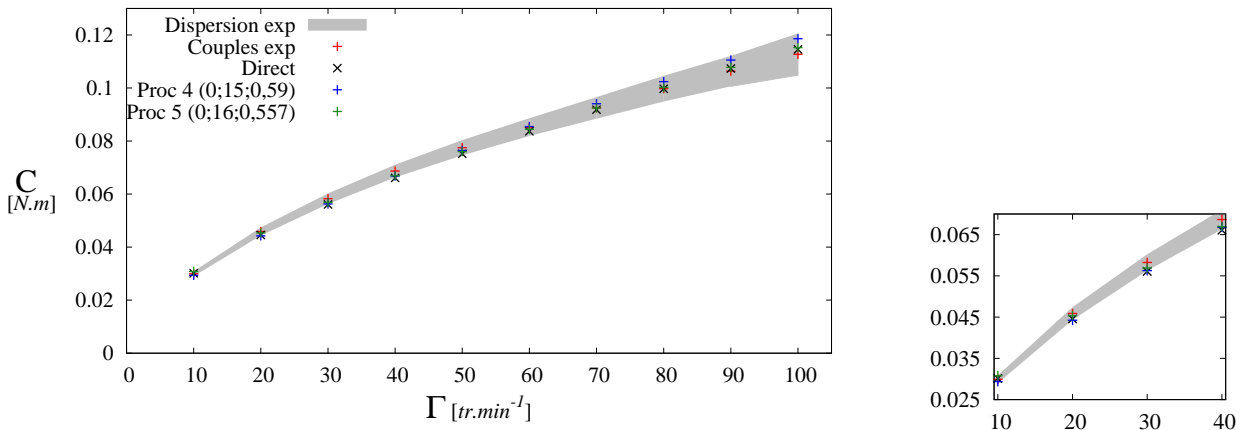


FIGURE III.33 – Courbes macroscopiques pour les triplets satisfaisants détectés – la solution de CMC.

vitesse de 0 à 10 [s<sup>-1</sup>]. Cela peut signifier que c’est dans cette fenêtre de gradient de vitesse que la majorité des phénomènes de cisaillement ont lieu dans le RhéoCAD.

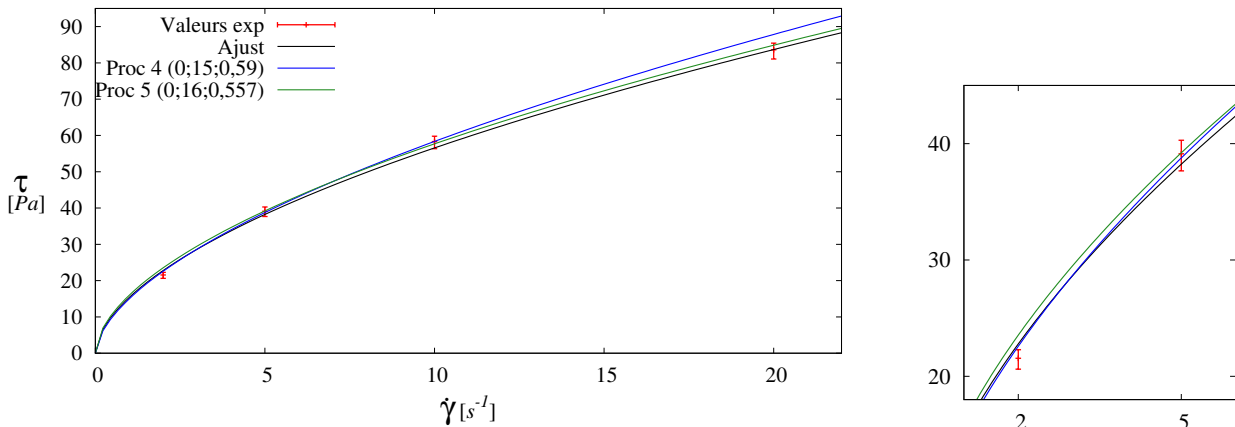


FIGURE III.34 – Rhéogrammes pour les triplets satisfaisants détectés – solution de CMC.

### III.4.3.v. Orientations à considérer concernant l’identification appliquée aux fluides sans seuil

A l’aide de toutes les simulations réalisées où  $\tau_0 = 0$  (soit pour des études préliminaires soit pour les optimisations en elles-mêmes), nous avons tracé les valeurs de fonction objectif correspondantes en figures III.35 et III.36. Cela nous permettra de vérifier les hypothèses émises et d’appréhender les irrégularités de la fonction objectif relative à ce problème d’identification.

Lorsque l’on observe la figure III.35, on peut voir que la fonction objectif est assez complexe. On note une vallée en diagonale allant du triplet (0;5;1) au triplet (0;30;0,3). Il y a également un changement de courbure à l’approche des solutions, et un plateau tout autour des solutions. La fonction objectif évolue très vite avant d’arriver à ce plateau, elle passe d’environ 180 à moins de 5 en un pas de paramètre  $K$ , et de 80 à moins de 10 avec un pas de paramètre  $n$  autour du plateau (figure III.36). La fonction objectif de ce cas réel est donc bien plus piquée que dans les cas numériques étudiés à deux dimensions dans le chapitre précédent. Le plateau présent autour des triplets satisfaisants

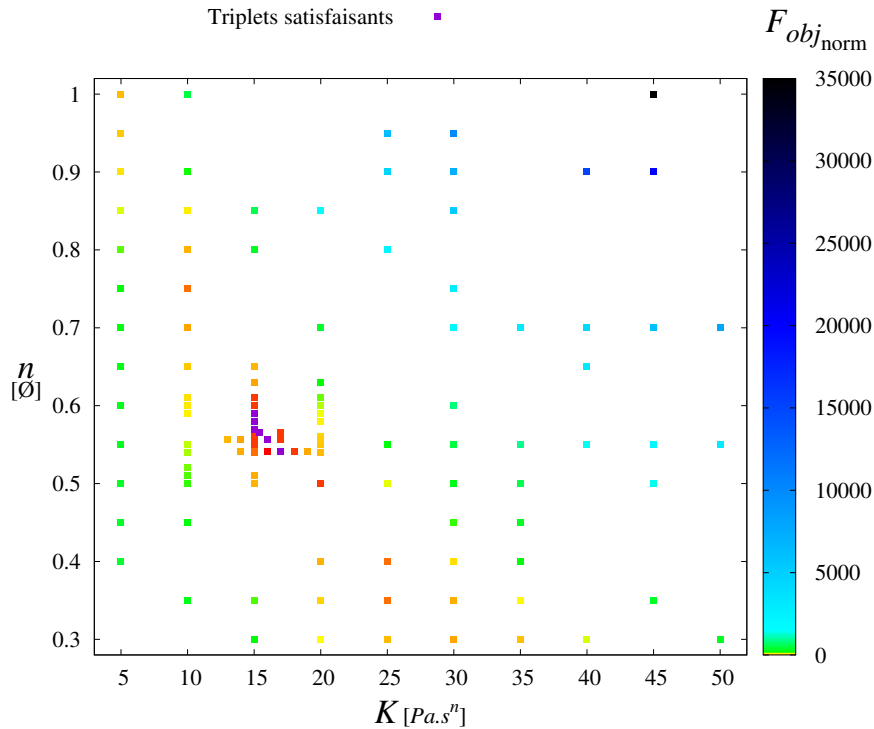


FIGURE III.35 – Valeur de la fonction objectif normalisée pour les triplets parcourus par les différentes méthodes — solution de CMC à 3 %

doit être exploré pour obtenir des triplets satisfaisants. Ce plateau est composé de triplets avec des valeurs de fonction objectif normalisée de l'ordre de 5. Les tests que nous avons lancés montrent que les chances d'obtenir une solution satisfaisante malgré ce plateau sont importantes (la Procédure 4\_ss\_seuil\_AG\_restd\_S nous donne le meilleur triplet possible dans 2/3 des cas). Un autre plateau est visible autour du triplet (0;25;0,35), les valeurs de fonction objectif normalisée de six triplets proches variant de 6,5 à 11. Ce plateau est responsable des convergences rapides de deux des trois simplexes lancés en Procédure 1\_ss\_seuil\_S. Le troisième lancement nous donne comme solution le triplet (0;10;0,75). On peut voir que ce triplet est un minimum local de la fonction objectif avec une valeur de fonction objectif normalisée de 6,5. En effet les triplets les plus proches géographiquement et en termes de fonction objectif sont les triplets (0;10;0,7) et (0;10;0,8) avec des valeurs de fonction normalisée de, respectivement, 12 et 21. Cela explique pourquoi cette solution est détectée en Procédure 1\_ss\_seuil\_S. De plus, comme le montre la figure III.36, il y a des irrégularités également entre les triplets satisfaisants, ce qui pourrait amener à une convergence des algorithmes d'optimisation locaux (c'est-à-dire explorant localement l'espace des paramètres) vers une solution satisfaisante mais qui se pourrait ne pas être la meilleure possible. L'analyse de toutes les valeurs de fonction objectif que nous avons pu collecter montre que la fonction objectif de ce problème est irrégulière. Dans ce contexte, on peut comprendre que la méthode du simplexe soit inefficace même dans le cas de deux paramètres ( $K;n$ ) à identifier. Sans restriction de l'espace de paramètres, seuls des algorithmes capables d'explorer un large espace de paramètres, tels que les algorithmes génétiques, peuvent être efficaces.

#### III.4.4 Identification des paramètres rhéologiques d'un fluide à seuil : le Carbopol

La procédure 1 pour des fluides à 3 paramètres a été présentée dans le Chapitre II (figure II.14). Les procédures basées sur la connaissance de lois empiriques et développées sur fluide réel à l'aide de

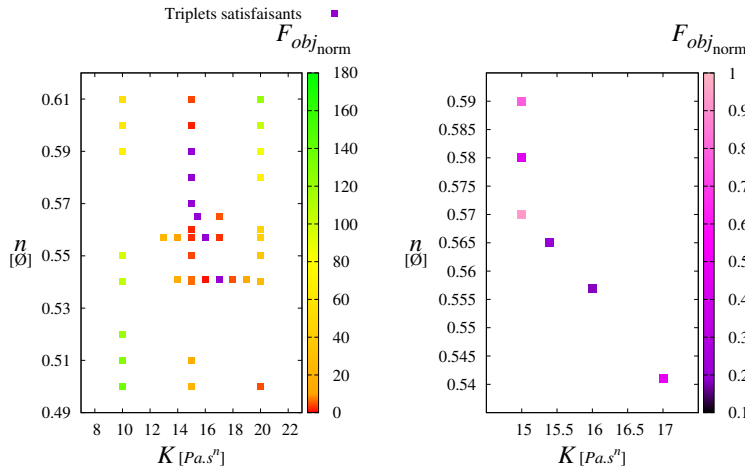
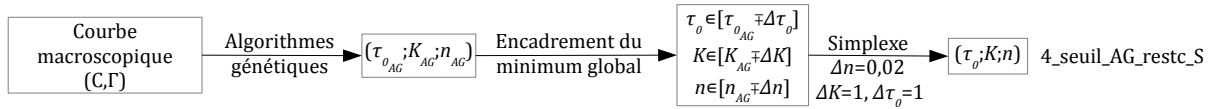


FIGURE III.36 – Valeurs de la fonction objectif normalisée de tous les triplets simulés et situés à proximité des triplets satisfaisants à gauche et celles des triplets satisfaisants à droite – solution de CMC.

la solution de CMC à 3 % sont adaptées aux fluides à seuil comme précisés sur la figure III.37.

**Procédure 4 : Présence de seuil**



**Procédure 5: Présence de seuil relations empiriques entre les paramètres macroscopiques et constitutifs (ss\_seuil\_av\_n=m)**

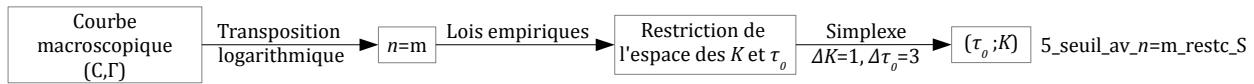


FIGURE III.37 – Présentation schématique des procédures d’identification adaptées aux fluides viscoplastiques.

Dans le cas d’un fluide modèle à trois paramètres  $(\tau_0 ; K ; n)$  les procédures deviennent plus coûteuses en temps de calcul. Le tableau III.19 résume le nombre de triplets impliqués dans chaque étape des différentes procédures d’identification et le nombre approximatif de simulations associées. Ce tableau montre que les procédures 1 et 4 sont à utiliser uniquement dans les cas où il n’y a aucune connaissance du problème d’identification. Or ces connaissances peuvent être approchées en amont par des simulations ou bien à partir des résultats préliminaires obtenus par des procédures, car ces dernières donnent une large base de données exploitable afin de trouver des corrélations entre les paramètres rhéologiques et macroscopiques (si celles-ci existent). La procédure 4 montre son avantage par rapport à la procédure 1 car, pour avoir la même précision que la procédure 4, en utilisant uniquement les algorithmes génétiques, le population serait si importante qu’il faudrait explorer 28150 triplets.

**III.4.4.i. Procédure 1 : Aucune connaissance a priori sur le matériau**

Dans un premier temps, nous testons les procédures à utiliser lorsque l’utilisateur n’a aucune connaissance du problème, si ce n’est un large espace de paramètres possibles. Le but est de déterminer quelles sont les stratégies à adopter dans ce cas.

Fluides à seuil	Espace total		Espace restreint		Nbr <sub>eval</sub>	
	Nbr <sub>espace</sub>	Nbr <sub>pop</sub>	Nbr <sub>espace</sub>	Nbr <sub>pop</sub>	AG	S
Procédure 1	1848	123	–	–	615	–
Procédure 4	1848	123	220	–	–	≈ 632
Procédure 5	132	–	44	–	–	≈ 17

TABLEAU III.19 – Nombre de jeux de paramètres dans les espaces de recherche (Nbr<sub>espace</sub>) associés à chaque procédure et nombre d'individus dans la population initiale des algorithmes génétiques (Nbr<sub>pop</sub>) pour l'identification de fluide à seuil.

Nous testons en premier lieu la robustesse de la méthode du simplexe dans ce cas de figure. La méthode est lancée trois fois pour prendre en compte la dépendance à l'initialisation et en réduire les risques.

Triplets initiaux ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [∅])	$F_{obj_{norm}}$ [∅]	Triplets résultats ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [∅])	$F_{obj_{norm}}$ [∅]	Nbr <sub>eval</sub>	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(20;80;0,65)	318,9	(15;15;0,5)	3,9	11	33/1848
(15;15;0,5)	3,9				
(25;15;0,5)	7,8				
(50;10;0,3)	5,4				
(45;35;0,5)	1137,4	(40;10;0,4)	3,0	11	
(35;35;0,6)	1760,0				
(20;5;0,9)	13,2				
(25;40;0,95)	15540,5				
(0;40;0,8)	5115,8	(50;5;0,75)	38,0	11	
(20;30;0,6)	811,7				
(20;40;0,7)	3571,7				
(50;5;0,9)	163,5				

TABLEAU III.20 – Résultats obtenus pour la Procédure 1\_ss\_conn\_S – solution de carbol à 0,2 %.

Le premier lancement de la méthode du simplexe ne donne pas de meilleur triplet que celui utilisé pour l'initialisation. Il converge au bout de seulement 11 évaluations, ce qui est très peu dans un cas où l'espace des paramètres est si large et où le nombre de paramètre à identifier est de trois (voir tableaux II.12 et II.13 du Chapitre II). Cette convergence rapide est le plus souvent due à un plateau de la fonction objectif. Lorsque l'on observe les itérations de cette méthode, on peut voir que le simplexe "piétine" autour du triplet (35;15;0,45). On peut pressentir que la fonction objectif marque un plateau. Le second lancement se stoppe au bout de 11 évaluations. Dans ce cas aussi, la présence d'un plateau qui serait situé autour du triplet (35;5;0,6) est à prévoir. Avec également 11 évaluations, le troisième lancement de la méthode du simplexe converge lui aussi rapidement. Ici, le triplet solution a une valeur de la fonction objectif très haute de presque 40 fois le critère d'erreur, le simplexe tourne autour du triplet (50;5;0,75) témoignant d'un autre plateau.

La méthode du simplexe n'aboutit pas à des triplets satisfaisants, et converge prématurément. Cela semble annonciateur d'une fonction objectif très irrégulière pour la solution de carbol à 0,2 %.

Dans le cas où un utilisateur n'a aucune connaissance du problème, l'utilisation de la procédure 1\_ss\_conn\_S pour identifier trois paramètres constitutifs d'un fluide réel ne sera pas satisfaisante.

Les algorithmes génétiques, qui sont plus robustes, sont également testés sur ce problème. La population est composée de 123 individus. Les triplets satisfaisants obtenus au bout de cinq générations sont présentés dans le tableau III.21. On remarque que les triplets satisfaisants émergeant lors de cette identification ont des paramètres voisins du meilleur triplet détecté (35 ;10 ;0, 5).

Triplets satisfaisants ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [∅])	$F_{obj_{norm}}$ [∅]	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(35 ;10 ;0, 5)	0, 27	(5 × 123)/1848
(40 ;5 ;0, 65)	0, 85	
(45 ;5 ;0, 6)	0, 99	

TABLEAU III.21 – Triplets satisfaisants pour la Procédure 1\_ss\_conn\_AG à la 5<sup>ime</sup> génération – solution de carbopol à 0,2 % .

Les triplets satisfaisants nous montrent également, que dans ce cas, tous les paramètres jouent un rôle important pour atteindre un minimum de la fonction objectif. On remarque également, que le meilleur triplet détecté a un indice de comportement éloigné de  $m_{exp}$  obtenu expérimentalement dans le plan macroscopique (tableau III.2) et de l'indice de comportement provenant de la caractérisation au RhéolabQC (tableau III.7). Il y a sûrement un autre minimum de la fonction objectif en accord avec les lois empiriques.

Lorsque l'on pousse l'optimisation jusqu'à six générations, d'autres triplets satisfaisants apparaissent.

Triplets satisfaisants ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [∅])	$F_{obj_{norm}}$ [∅]	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(10 ;30 ;0, 3)	0, 26	(6 × 123)/1848
(35 ;10 ;0, 5)	0, 27	
(30 ;15 ;0, 4)	0, 27	
(25 ;15 ;0, 45)	0, 40	
(30 ;10 ;0, 55)	0, 58	
(40 ;5 ;0, 65)	0, 85	
(45 ;5 ;0, 6)	0, 99	

TABLEAU III.22 – Triplets satisfaisants pour la Procédure 1\_ss\_conn\_AG à la 6<sup>ime</sup> génération – solution de carbopol à 0,2 % .

L'ensemble de ces triplets satisfaisants de cette sixième génération met en évidence qu'un second minimum, le triplet (10 ;30 ;0, 3), n'a pas été détecté dans les cinq premières générations des algorithmes génétiques. On peut supposer que lors des générations suivantes (7 et au-delà) la zone autour du triplet (10 ;30 ;0, 3) aurait été davantage explorée. Compte tenu du temps de calcul exigé, l'optimisation a été stoppée.

La figure III.39, qui représente les triplets satisfaisants détectés par les algorithmes génétiques dans l'espace des paramètres, permet de visualiser les triplets proches de la solution (35 ;10 ;0, 5), ainsi que le triplet (10 ;30 ;0, 3). La figure III.38, représente les différents triplets satisfaisants dans les plans de paramètres ( $K$  ;  $n$ ) et ( $\tau_0$ ,  $n$ ). Ce que le tableau III.22 suggérerait est visualisé ici, tous les paramètres ont un impact sur la fonction objectif, on y observe un couplage. En effet, plus l'indice de comportement des triplets satisfaisants est grand, plus leur indices de consistance est faible et plus leur seuil de cisaillement est élevé. Finalement, la figure III.39 et le tableau III.22 révèlent que les triplets satisfaisants se trouvent

dans une vallée de la fonction objectif, qui est soit très plane entre les deux minimums les plus bas, soit très irrégulière.

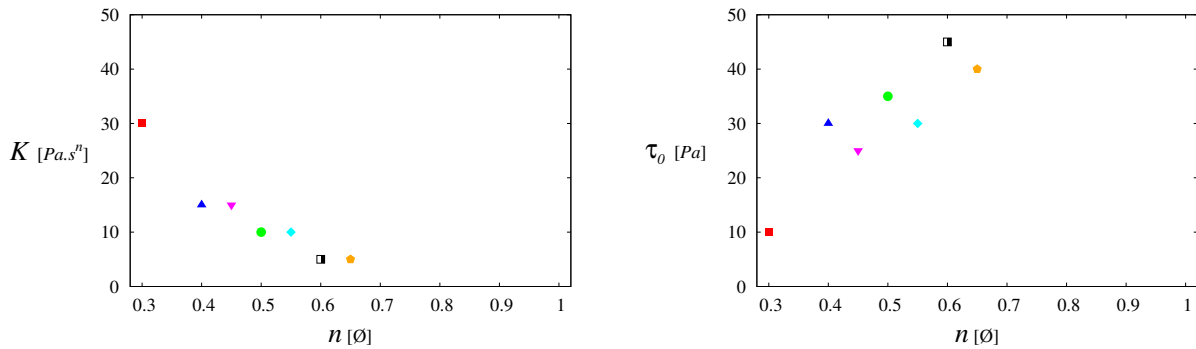


FIGURE III.38 – Triplets satisfaisants dans les plans de paramètres  $(K ; n)$  et  $(\tau_0, n)$ .

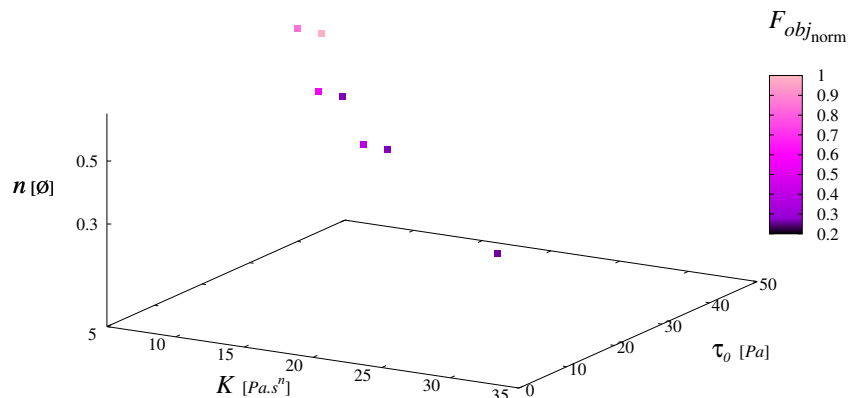


FIGURE III.39 – Fonction objectif normalisée en fonction des paramètres  $K$ ,  $\tau_0$  et  $n$  pour les triplets parcourus par les algorithmes génétiques

Comme le prédisent les résultats de la procédure 1\_ss\_conn\_S, la fonction objectif pour la solution de carbopol à 0,2 % a globalement une forme irrégulière sur ce large espace de paramètres.

Dans le cas présent, une amélioration des valeurs de fonction objectif n'est pas nécessaire. Cependant, au vu des irrégularités de la fonction objectif, on initialisera la méthode du simplexe à proximité des deux meilleurs triplets ressortant de cette identification, afin d'étudier la forme de la fonction objectif d'un fluide modèle à trois paramètres autour de ses minima et donc, d'analyser la validité de la procédure 4 sur un cas réel.

#### III.4.4.ii. Procédure 4 : Restriction de l'espace des paramètres autour des solutions de la Procédure 1\_ss\_conn\_AG

Pour cette procédure, les pas de paramètres sont affinés autour des deux meilleurs triplets donnés par les algorithmes génétiques. Le pas de paramètre pour le seuil de cisaillement est choisi à 1 Pa, le pas de paramètre  $\Delta K$  est fixé à 1 Pa.s<sup>n</sup> et le pas de paramètre sur l'indice de comportement est de 0,02. Ces pas sont choisis volontairement fins afin de pouvoir observer la forme locale de la fonction objectif, et la robustesse de cette procédure dans un cas réel.

Triplets initiaux ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [∅])	$F_{obj\_norm}$ [∅]	Triplets résultats ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [∅])	$F_{obj\_norm}$ [∅]	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(10 ; 33 ; 0, 27)	0, 8	(7 ; 35 ; 0, 25)	0, 1	17/220
(9 ; 35 ; 0, 25)	0, 6			
(12 ; 28 ; 0, 29)	0, 7			
(13 ; 34 ; 0, 33)	39, 4			

TABLEAU III.23 – Résultats obtenus pour la Procédure 4\_seuil\_AG\_reste\_S autour du triplet (10 ; 30 ; 0, 3) – solution de carbopol à 0, 2 %.

Pour l'espace de paramètres dans la zone du triplet (10 ; 30 ; 0, 3), la méthode du simplexe converge en 17 itérations, ce qui est en accord avec ce que l'on avait observé dans le cas numérique à deux dimensions (tableau III.23). L'identification aboutit à une amélioration de la valeur de la fonction objectif normalisée. Cette valeur était de 0, 26 dans le cas du triplet ayant servi à définir la zone, alors que la solution finale a une valeur de fonction objectif normalisée de 0, 1 (tableau III.23).

Triplets initiaux ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [∅])	$F_{obj\_norm}$ [∅]	Triplets résultats ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [∅])	$F_{obj\_norm}$ [∅]	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(37 ; 13 ; 0, 45)	6, 6	(35 ; 11 ; 0, 47)	0, 4	23/220
(36 ; 5 ; 0, 45)	44, 2			
(34 ; 8 ; 0, 47)	12, 2			
(36 ; 15 ; 0, 49)	37, 9			

TABLEAU III.24 – Résultats obtenus pour la Procédure 4\_seuil\_AG\_reste\_S autour du triplet (35 ; 10 ; 0, 5) – solution de carbopol à 0, 2 %.

Dans le cas de l'identification dans la zone définie par le triplet (35 ; 10 ; 0, 5). Le triplet converge après 23 évaluations, ce qui est également en accord avec une identification de trois paramètres. Cependant, le simplexe stagne dans la zone du triplet (35 ; 11 ; 0, 47) pendant cinq itérations, et la valeur de la fonction objectif n'est pas améliorée par rapport à celle du triplet ayant défini la zone (tableau III.24). L'initialisation du simplexe est pourtant proche du triplet (35 ; 10 ; 0, 5).

La figure III.40 montre que malgré un simplexe initial proche du triplet solution (35 ; 10 ; 0, 5), la méthode du simplexe ne converge pas vers celui-ci. Le plateau ayant stoppé le processus est également visible. A contrario, la figure III.41 montre une vallée dans laquelle le simplexe a été dirigé.

#### III.4.4.iii. Procédure 5 : Restriction de la dimension de l'espace et des pas de paramètres

L'espace des paramètres pour les fluides avec seuil étant très large la procédure mettant à profit les connaissances précises de l'expérience, devra être préférée. Cette méthode est adaptée aux fluides à seuil (figure III.37) et les pas de paramètres sont choisis par rapport à l'erreur sur les paramètres induite par le RhéolabQC. Le pas du seuil de contrainte est de  $\Delta\tau_0 = 3, 33$  Pa, et le pas de l'indice de consistance est de  $\Delta K = 1$  Pa.s<sup>n</sup>. Les lois empiriques donne un indice de consistance d'environ 25 Pa.s<sup>n</sup> et un seuil de contrainte approximativement de 15 Pa.

En s'appuyant sur la moyennes des évaluations demandées par la méthode du simplexe sur les identifications à deux paramètres dans le cas numérique 2D (section II.4.2.iii.), on peut supposer qu'il faut environ 17 évaluations pour cette méthode. Pour le premier lancement, seulement 9 évaluations de la fonction objectif suffisent à obtenir un jeu de paramètres solution avec une fonction objectif très faible devant celle correspondant à la dispersion expérimentale (tableau III.25). De plus, les simplexes se dirigent vers le jeu de paramètres solution dès la première itération. Les six itérations suivantes



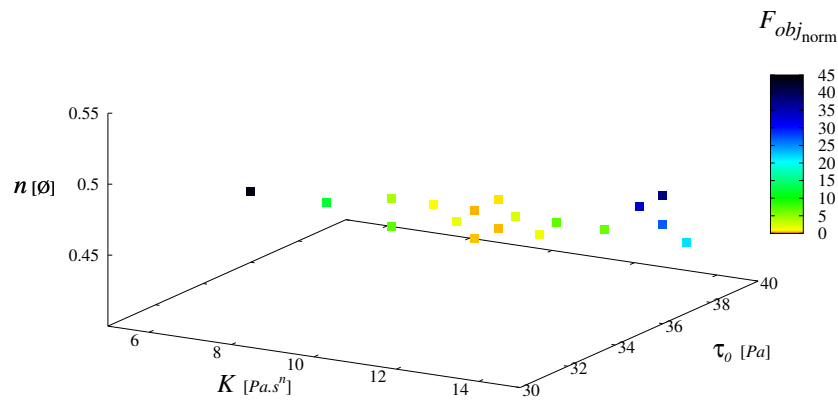


FIGURE III.40 – Triplets parcourus par la méthode du simplexe (Procédure 4\_seuil\_AG\_restc\_S) autour du triplet (35;10;0,5)

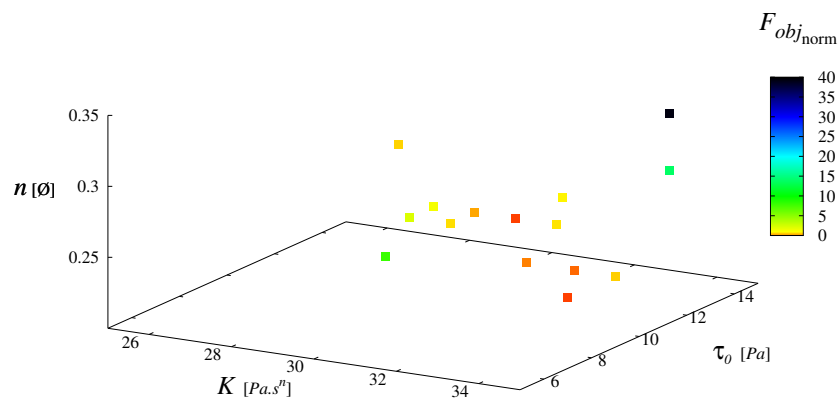


FIGURE III.41 – Triplets parcourus par la méthode du simplexe (Procédure 4\_seuil\_AG\_restc\_S) autour du triplet (10;30;0,3)

Triplets initiaux ( $\tau_0$ [Pa], $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ], $n$ [Ø])	$F_{obj\_norm}$ [Ø]	Triplets résultats ( $\tau_0$ [Pa]; $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]; $n$ [Ø])	$F_{obj\_norm}$ [Ø]	Nbr <sub>eval</sub>	Nbr <sub>eval</sub> / Nbr <sub>espace</sub>
(10;30;0,323)	3, 2	(20;23;0,323)	0, 1	9	22/44
(13, 3;27;0,323)	0, 5				
(16, 67;26;0,323)	1, 3				
(13, 3;30;0,323)	8, 6	(20;23;0,323)	0, 1	13	
(20;25;0,323)	2, 4				
(10;22;0,323)	18, 4				

TABLEAU III.25 – Résultats obtenues avec la Procédure 5\_seuil\_av\_n=m\_restc\_S – solution de carbopol à 0,2 %.

donnent des triplets satisfaisants en termes de fonction objectif. Lorsque l'on trace les triplets initiaux et parcourus par la méthode du simplexe dans le plan  $(\tau_0; K)$ , on remarque que les jeux de paramètres sont très localisés dans ce qui semble être une vallée (voir à la figure III.42). Nous avons suggéré en section III.4.3.iv.b) qu'un seul lancement de cette procédure était suffisant. Or, on peut douter de la généralisation de la robustesse de la méthode de par cet exemple car il y a une possibilité qu'elle ait été initialisée dans une vallée favorisant ainsi la convergence (figure III.43). Nous avons donc lancer la méthode une seconde fois avec une autre initialisation générée aléatoirement. Dans le cas du second lancement, l'initialisation est plus dispersée (figure III.43) et la convergence est plus difficile, elle demande 13 itérations. Cette fois, la première itération ne va pas dans la direction de la vallée, l'espace restreint est exploré (figure III.42) et le même jeu de paramètres que précédemment est détecté. Ceci semble prouver que la fonction objectif est régulière au voisinage de la solution. Les deux lancements ont nécessité 22 évaluations, ce qui représente la moitié du nombre de jeux de l'espace des paramètres. On peut donc s'interroger sur l'intérêt de multiplier les lancements vis-à-vis d'une recherche exhaustive.

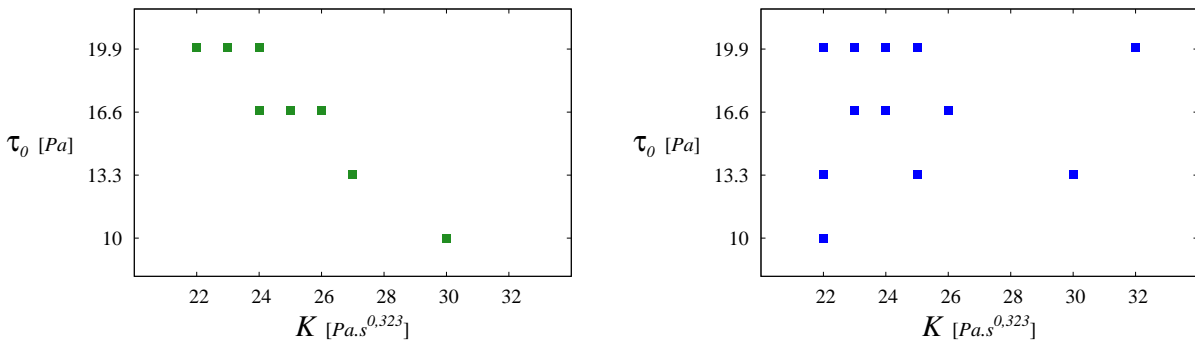


FIGURE III.42 – Triplets parcourus par la Procédure 5 pour l'initialisation 1 à gauche, et pour l'initialisation 2 à droite – solution de carbopol 0.2 %

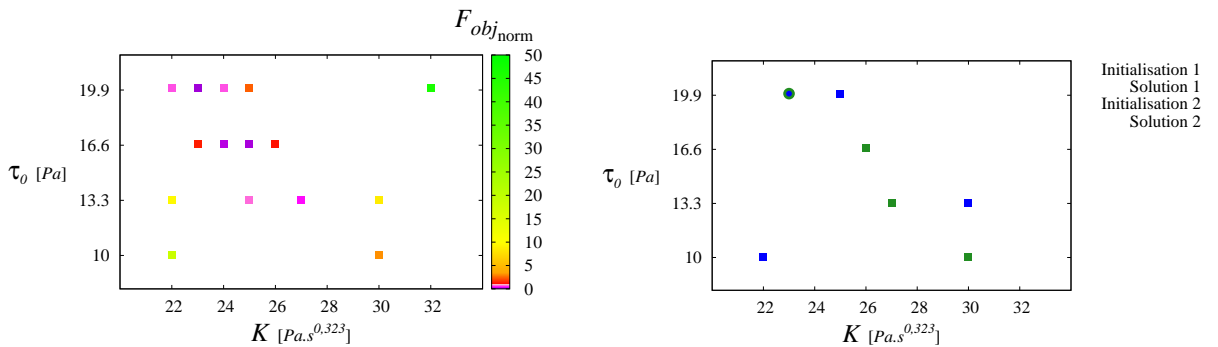


FIGURE III.43 – Fonction objectif des triplets parcourus par la Procédure 5 pour l'initialisation 1 à gauche, et pour l'initialisation 2 à droite – solution de carbopol 0.2 %

### III.4.4.iv. Fonction objectif du carbopol et généralisation au fluide à trois paramètres constitutifs

La figure III.44 représente toutes les valeurs de la fonction objectif inférieure à 14 que les différentes procédures ont pu repérer ainsi que les triplets satisfaisants. On y voit une vallée qui apparaît régulière.

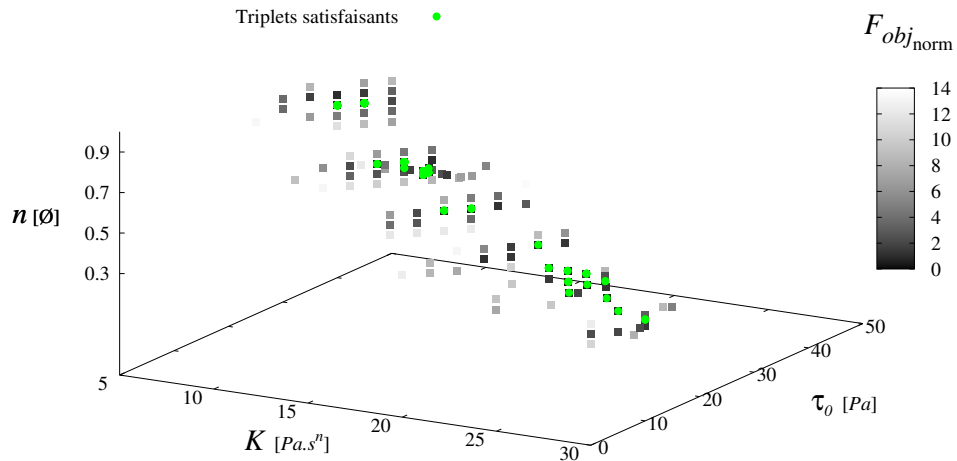


FIGURE III.44 – Valeurs de la fonction objectif normalisée inférieures à 14, les triplets représentés en vert sont les triplets qui satisfont le critère d’erreur – solution de carbopol 0,2 %.

Cependant, on ne peut pas sur ce graphique discerner les valeurs de fonction objectif à proximité des minima. La figure III.45 nous permet de visualiser spatialement les valeurs de fonction objectif inférieures à 0,5 détectées. Elle nous montre que l’utilisation de lois empiriques permet de détecter des triplets dont la valeur de la fonction objectif est plus faible que les triplets obtenus par la méthode génétique. Il est intéressant de voir si les procédures s’appuyant sur des connaissances empiriques amènent à des méthodes plus robustes du point de vue numérique au sens où une faible variation de la valeur des paramètres solution entraîne une faible variation de la fonction objectif.

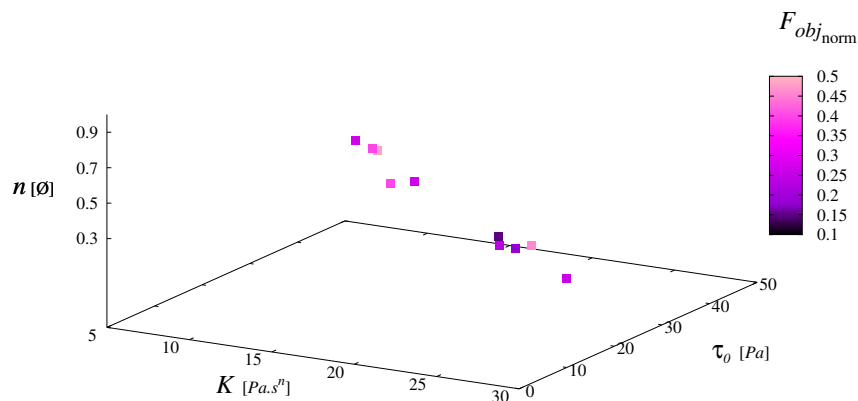


FIGURE III.45 – Valeurs de la fonction objectif normalisée inférieures à 0,5 – solution de carbopol 0,2 %.

Afin de mieux appréhender ce problème, les figures III.46 et III.47 donnent les valeurs de fonction objectif au voisinage des deux triplets issus de la procédure 1\_ss\_conn\_AG avec les mêmes échelles de couleurs pour la fonction objectif. Au voisinage du triplet (35;10;0,5) (figure III.46), on voit que la fonction objectif n’est pas régulière et ne descend pas en dessous de 0,3. Plusieurs plateaux sont

visibles, et la valeur de la fonction objectif varie fortement sur cet intervalle, le minimum étant très localisé.

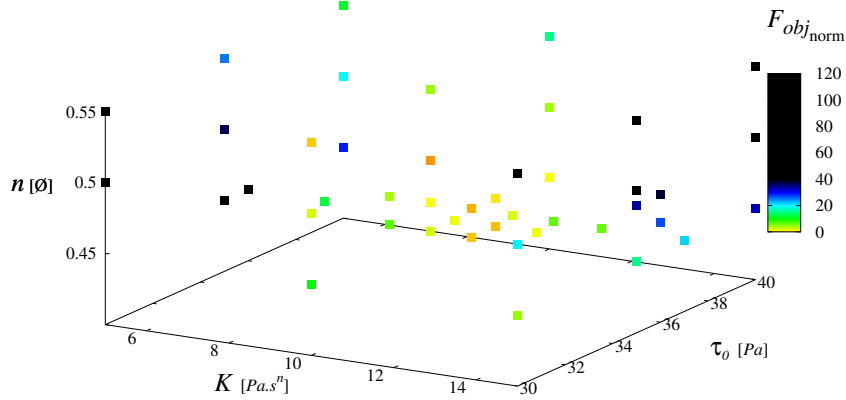


FIGURE III.46 – Triplets parcourus par toutes les procédures au voisinage du triplet (35;10;0,5) – solution de carbopol 0,2 %

Au voisinage du triplet (10;30;0,3) (figure III.47), la fonction objectif dessine une vallée plus progressive et profonde qui permet une meilleure convergence d’algorithmes d’optimisation géométriques comme celui du simplexe.

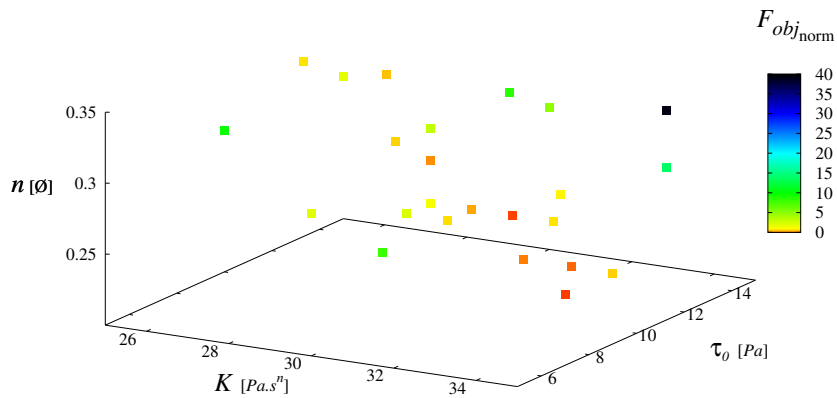


FIGURE III.47 – Triplets parcourus par toutes les procédures au voisinage du triplet (10;30;0,3) – solution de carbopol 0,2 %

Les deux solutions semblent appartenir à la même vallée de la fonction objectif comme on l’aperçoit aux figures III.44 et III.45. Si une certaine robustesse numérique est trouvée pour la solution (10;30;0,3), la solution (35;10;0,5) est également très satisfaisante.

Nous allons maintenant confronter les données expérimentales et numériques pour les triplets solution de chaque procédure. Le tableau III.26 reprend le meilleur triplet détecté par chaque procédure.

La figure III.48, montre que la procédure 1 donne des solutions qui rentrent parfaitement dans la dispersion expérimentale. Le triplet (30;10;0,5) amène à une courbe presque toujours au-dessus des

	Triplets satisfaisants ( $\tau_0$ [Pa], $K$ [Pa.s <sup>n</sup> ], $n$ [∅])	$F_{obj_{norm}}$ [∅]
Procédure 1	(30 ; 10 ; 0, 5)	0, 27
	(10 ; 30 ; 0, 3)	0, 26
Procédure 4	(7 ; 35 ; 0, 25)	0, 1
Procédure 5	(20 ; 23 ; 0, 323)	0, 1
Schéma direct	(66, 5 ; 18, 1 ; 0, 404)	–

TABLEAU III.26 – Triplets satisfaisants obtenus avec les Procédures 1, 4 et 5 et comparés au triplet obtenu par le schéma direct.

points expérimentaux, alors que le triplet (10 ; 30 ; 0, 3) coïncide presque parfaitement avec les premiers points expérimentaux puis donne des couples supérieurs aux couples expérimentaux.

Les figures III.49 et III.50 mettent en évidence que les courbes numériques obtenues par les procédures 4 et 5 sont très proches l'une de l'autre. Les premiers couples sont supérieurs aux couples expérimentaux, puis deviennent inférieurs, et coïncident pour les grandes vitesses de rotation.

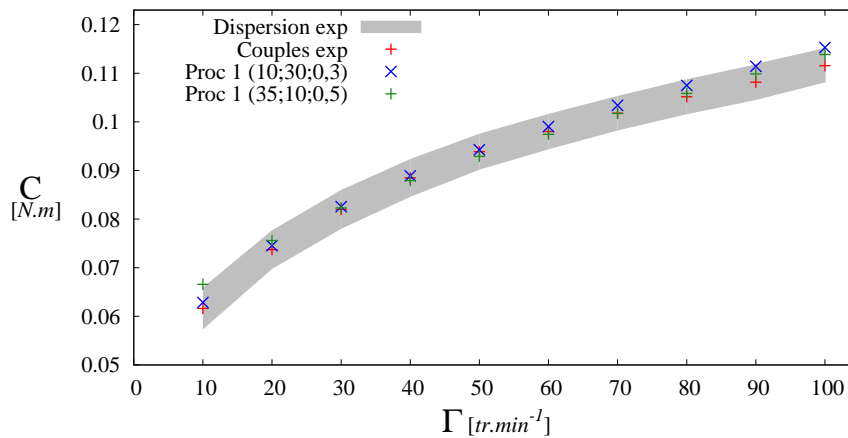


FIGURE III.48 – Courbes macroscopiques expérimentale et numériques correspondant aux triplets solutions pour la Procédure 1 – solution de carbopol à 0,2 %.

Les rhéogrammes correspondants sont donnés aux figures III.51 et III.52. On peut voir que les rhéogrammes des solutions de la procédure 1 ((30 ; 10 ; 0, 5) et (10 ; 30 ; 0, 3)) donnent des rhéogrammes différents mais proches l'un de l'autre, avec pourtant des valeurs de paramètres éloignées. Lorsque l'on trace le rhéogramme du carbopol translaté de  $-42$  Pa selon l'axe des ordonnées pour éliminer artificiellement les effets de confinement, on peut observer la meilleure adéquation du triplet (10 ; 30 ; 0, 3) pour représenter le comportement de la solution de carbopol sur le triplet (30 ; 10 ; 0, 5). Cette meilleure adéquation du triplet (10 ; 30 ; 0, 3) est surtout visible sur la plage de faibles gradients de vitesse qui est la plage la plus représentée au sein du RhéoCAD (figure III.51).

Dans l'intervalle de gradient de vitesse  $[0; 20]$  s<sup>-1</sup>, tous les triplets donnent des rhéogrammes qui rentrent dans l'erreur expérimentale. Le triplet qui est le plus proche des valeurs expérimentales dans cet intervalle est le triplet (10 ; 30 ; 0, 3). Dans tout l'intervalle des gradients de vitesse balayés par le RhéolabQC, c'est le triplet (7 ; 35 ; 0, 25) qui donne le rhéogramme coïncidant le mieux avec les données expérimentales (figure III.52).

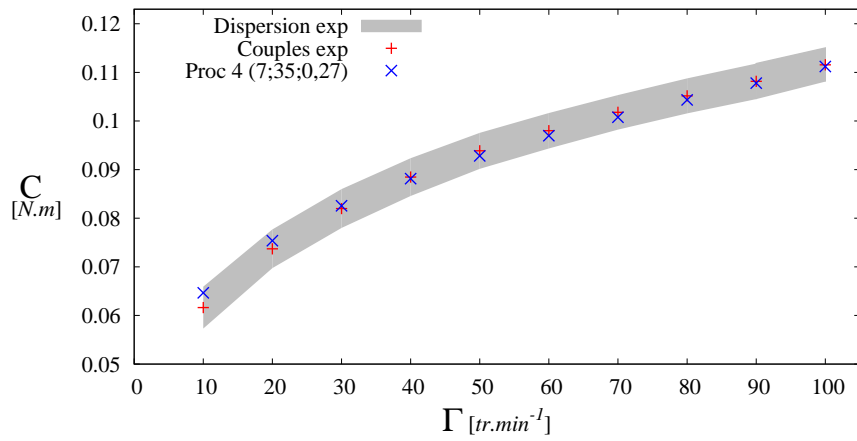


FIGURE III.49 – Courbes macroscopiques expérimentale et numériques correspondant au triplet solution pour la Procédure 4 – solution de carbopol à 0,2 %.

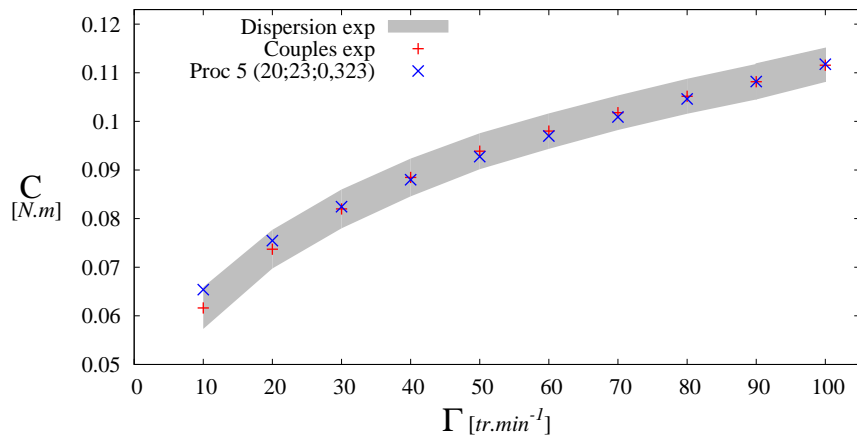


FIGURE III.50 – Courbes macroscopiques expérimentale et numériques correspondant au triplet solution pour la Procédure 5 – solution de carbopol à 0,2 %.

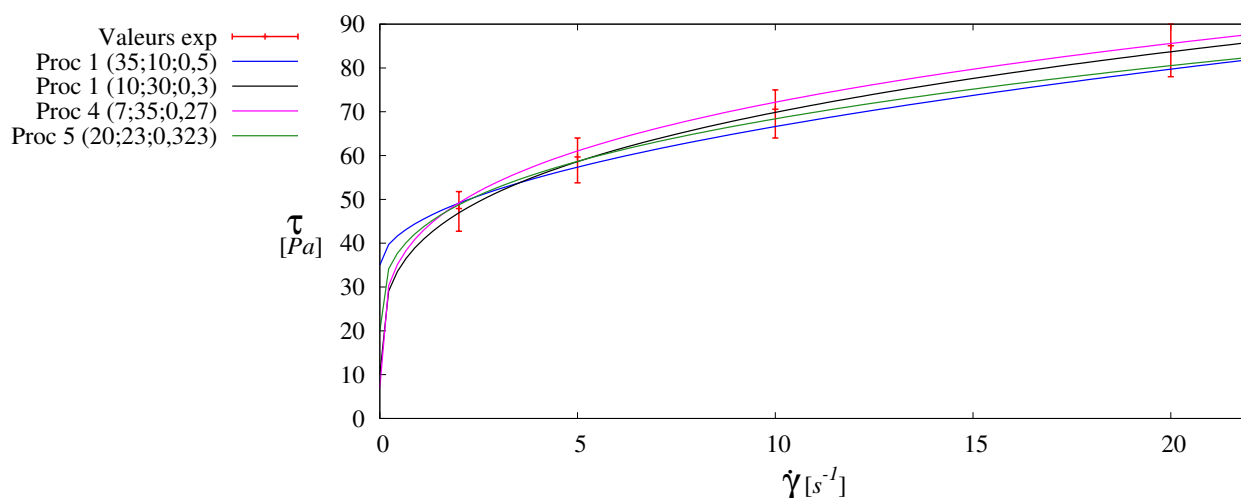


FIGURE III.51 – Rhéogrammes expérimental et numériques correspondant aux triplets solutions pour toutes les procédures sur l'intervalle de gradients de vitesse  $[0; 20] \text{ s}^{-1}$  – solution de carbopol à 0,2 %.

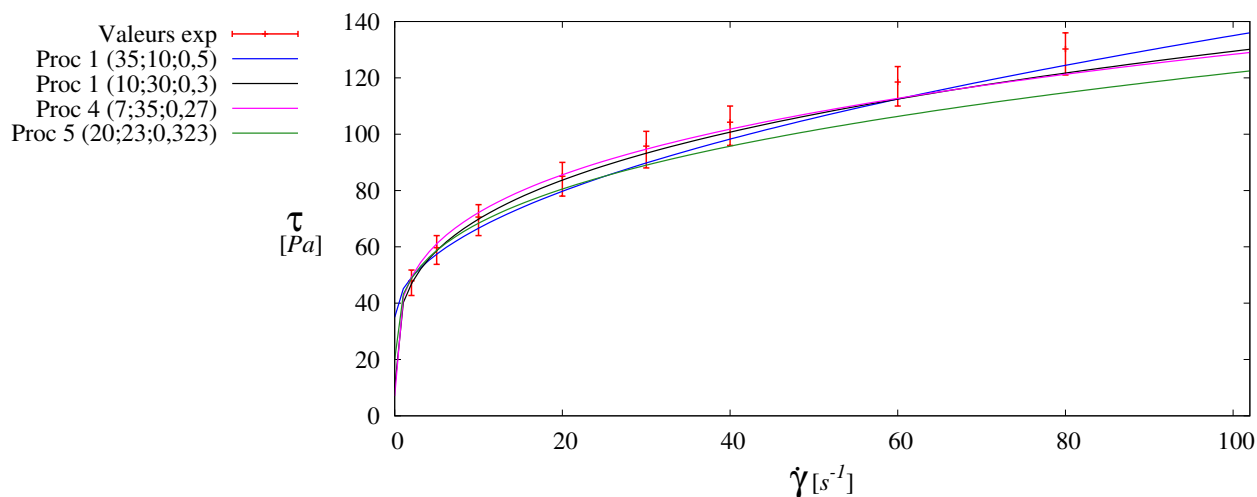


FIGURE III.52 – Rhéogrammes expérimental et numériques correspondant aux triplets solutions pour toutes les procédures sur l'intervalle de gradients de vitesse  $[0; 100] \text{ s}^{-1}$  – solution de carbopol à 0,2 %.

### III.5 Bilan

L'objectif de ce chapitre était de tester la méthode d'identification des paramètres rhéologiques dans le cas de matériaux réels cisailés en géométrie non conventionnelle.

En première étape, avant d'étudier les suspensions cimentaires proprement dits, il était nécessaire de mener un travail sur des fluides dits modèles, car a priori plus simples à caractériser expérimentalement du fait de leur homogénéité en regard des volumes utilisés en cisaillement et plus proches des hypothèses de la simulation. Ces fluides ont été sélectionnés pour balayer notamment une variété de comportement rhéologique, newtonien, non-newtonien avec et sans seuil. Ce sont pour la plupart des solutions de polymères dont les concentrations et les préparations ont été soigneusement établies avec l'appui de la littérature.

Les solutions ont été caractérisées en rhéométrie absolue afin de déterminer les paramètres rhéologiques ; elles ont également été testées dans la géométrie non conventionnelle ancre double. Les caractérisations ont été faites à la même température et suivent des protocoles qui sont ceux déjà appliqués sur les suspensions cimentaires.

L'observation des résultats expérimentaux montre une bonne concordance de la forme des nuages de points entre le plan local ( $\tau ; \dot{\gamma}$ ) et le plan macroscopique ( $C ; \Omega$ ) : par exemple, le comportement exclusivement visqueux rhéofluidifiant se retrouve aux deux échelles. Dans le processus d'identification des paramètres à partir d'expériences réelles, la simulation décrite au chapitre 2 a été étendue à trois dimensions. La densité du maillage a été ajustée et comme déjà noté au Chapitre II, la sensibilité de la simulation aux paramètres  $K$  et  $n$  reste la plus marquée par comparaison au paramètre  $\tau_0$ .

La confrontation des résultats expérimentaux et numériques a ensuite été menée. D'abord, en schéma direct (simulation des fluides à partir de leurs paramètres rhéologiques déduits des mesures en rhéométrie absolue), la meilleure adéquation apparaît lorsque les paramètres rhéologiques sont déterminés en considérant une plage de variation des gradients de vitesses entre 0 et  $20 \text{ s}^{-1}$  puisqu'à l'examen de la simulation c'est cette plage qui apparaît de manière prédominante pour l'ensemble des fluides étudiés. Des relations empiriques ont alors pu être définies entre les paramètres rhéologiques ( $\tau_0 ; K ; n$ ) et les paramètres macroscopiques ( $C_0 ; k ; m$ ) comme cela avait été fait au Chapitre II. En particulier, la relation  $n = m$  apparaît également valable en trois dimensions.

Ensuite, la méthode d'identification par analyse inverse, telle que structurée au Chapitre II, a été menée en détail sur un fluide rhéofluidifiant sans seuil (solution de carboxyméthyl cellulose à 3%). Lorsqu'aucune relation empirique n'est connue, il apparaît que les algorithmes génétiques, bien que plus coûteux en nombre de simulations, approchent mieux les paramètres et leurs incertitudes que la méthode du simplexe sans pour autant satisfaire le critère de la fonction objectif minimale qui est basé sur la dispersion expérimentale retenue. Lorsque des relations empiriques sont prises en compte, la méthode du simplexe qui devient la seule utilisable dans le contexte de l'étude devient également plus efficace même si le critère sur la fonction objectif n'est toujours pas atteint. Néanmoins l'irrégularité de la fonction objectif est levée et permet d'être sûr du meilleur triplet identifié dans la grille prédéfinie de paramètres. Pour minimiser la fonction objectif et satisfaire le critère établi, le pas de l'un des deux paramètres  $K$  et  $n$  a été affiné dans la mesure où les effets de chacun d'eux sur l'évolution (couple ; vitesse) se compensent. Cet affinement a été fait de manière à ce qu'il soit supérieur à l'incertitude obtenue sur la détermination des paramètres ; ainsi il conduit à une densité de l'espace des paramètres qui est un compromis entre le coût (nombre de simulations) et l'efficacité de l'identification. Lorsque les relations empiriques ne sont pas connues, l'identification a consisté à utiliser successivement les algorithmes génétiques afin d'encadrer le minimum global de la fonction objectif puis la méthode du simplexe pour atteindre le minimum global. La méthode s'est avérée efficace (en dessous du critère sur la fonction objectif) pour deux lancements du simplexe sur les trois réalisés et moins coûteuse que si les algorithmes génétiques avaient été les seuls employés. Lorsque les relations empiriques sont utilisées, l'affinement du pas sur le seul paramètre  $K$  à identifier conduit la méthode du simplexe (toujours la seule utilisable) à approcher de manière identique la solution tout en satisfaisant le critère sur la fonction objectif qui devient alors régulière quels que soient les trois lancements initiaux réalisés.

Les meilleures stratégies d'identification définies ont été appliquées à un fluide à seuil (solution de carbopol à 0,2 %). Dans un premier temps, aucune relation empirique n'est supposée connue. Comme précédemment pour la solution de carboxyméthyl cellulose, mais de manière plus marquée, les algorithmes génétiques s'avèrent plus efficaces que la méthode du simplexe, puisque, contrairement à cette dernière, ils détectent un ensemble de jeux de paramètres satisfaisant le critère basé sur la dispersion expérimentale. La méthode hybride, qui consiste à utiliser successivement les algorithmes génétiques puis la méthode du simplexe sur un espace de paramètres restreint, a été testée sur deux jeux de paramètres satisfaisants. Elle conduit à un résultat mitigé dans la mesure où, pour un seul de ces jeux, la méthode du simplexe a détecté un jeu de paramètres garantissant une meilleure adéquation entre les



données numériques et expérimentales. Lorsque, dans un second temps, les relations empiriques sont utilisées, réduisant le nombre de paramètres à deux, la méthode du simplexe a permis, quel que soit le lancement, de déterminer un jeu de paramètres satisfaisant le critère établi.



# Conclusion

Ce travail constituait une première étape dans le développement d'une stratégie d'identification des paramètres rhéologiques décrivant l'écoulement des matériaux cimentaires à l'état frais à partir d'essais rhéométriques. Cette étape était nécessaire dans le cadre d'une modélisation numérique qui devient pertinente dans le contexte actuel de produire des structures complexes avec des formules de béton incorporant autant que possible des ressources locales. « Pertinente » est le terme, car en prédisant par exemple l'écoulement du matériau frais dans des conditions variées de mise en place, la modélisation permet de limiter les essais d'étude et de convenance lourds et coûteux en temps dans un délai de plus en plus raccourci entre le développement de la formulation et le démarrage du chantier.

Une synthèse de la littérature a montré que la caractérisation rhéométrique des bétons existe depuis plus de quarante ans, en distinguant deux ensembles de rhéomètres. Le premier ensemble regroupe les rhéomètres à géométrie conventionnelle telle que la géométrie à cylindres coaxiaux, le second inclut les rhéomètres à géométrie non conventionnelle incorporant une ancre ou un ruban hélicoïdal comme mobile de cisaillement. Même si tous les rhéomètres ont été adaptés au béton en tant que suspension à large échelle de grains, les conditions d'entrefer, de glissement aux parois, les hétérogénéités induites en cisaillement sont très variables d'un rhéomètre à l'autre. A ces variations de conception s'ajoutent différents moyens de transcrire les mesures brutes globales couple résistant ; vitesse de rotation du mobile de cisaillement en grandeurs locales contrainte de cisaillement ; gradient de vitesse qui définissent la signature rhéologique du matériau. En géométrie conventionnelle, le champ d'écoulement est analytiquement connu et des équations de passage sont établies ; en géométrie non conventionnelle, le champ d'écoulement n'est pas analytiquement connu et des méthodes de calibration sont utilisées. Les résultats de programmes expérimentaux pertinents visant à comparer les rhéomètres les plus utilisés et issus des deux ensembles décrits, montrent que les paramètres identifiés d'une loi supposée sont différents pour une formulation de béton donnée. Devant ce constat finalement attendu, il est apparu important de mettre en place une stratégie d'identification des paramètres rhéologiques fiable et objective au sens où elle devait s'affranchir de la géométrie de cisaillement et des méthodes de passage des grandeurs macroscopiques à celles locales. Grâce à l'apport de la littérature recensant l'existence d'une telle stratégie pour la caractérisation de matériaux autres que les matériaux cimentaires, nous avons pu en cerner les étapes et les outils nécessaires.

Le travail a débuté par la mise en place de la stratégie d'identification par analyse inverse. Afin de limiter le temps de calcul, la méthode a été développée à partir d'une simulation éléments finis en deux dimensions d'une des géométries de cisaillement utilisées au laboratoire. Afin d'évaluer la faisabilité de l'analyse inverse, les algorithmes d'optimisation sélectionnés ont été testés avec des données synthétiques dont la solution est connue.

Les hypothèses de la simulation ainsi que le choix de la loi de comportement rhéologique des matériaux cimentaires à l'état frais (loi d'Herschel-Bulkley, à trois paramètres) ont été justifiés. La simulation a ensuite été validée à partir d'une géométrie de cisaillement dont l'expression analytique du champ d'écoulement est connue et testée avec des fluides newtoniens et binghamiens. La mise en place de la

méthode d'identification a alors été développée en justifiant le choix de l'espace des paramètres, le choix de deux algorithmes d'optimisation, l'un déterministe (méthode du simplexe), l'autre stochastique (algorithmes génétiques), et également le choix du critère d'arrêt des algorithmes, fondé sur une fonction objectif comparant les données numériques et expérimentales de couple obtenus pour les vitesses de rotation imposées au mobile de cisaillement. Les résultats de cette première étape de travail, obtenus à partir de deux fluides viscoplastiques, rhéoépaississant et rhéofluidifiant, se sont basés sur le degré de connaissances qu'a l'utilisateur sur les paramètres à identifier. Pour les deux fluides, les algorithmes génétiques sont apparus adaptés (au moins un jeu satisfaisant de paramètres en un temps de calcul raisonnable) lorsque l'identification était faite sur les trois paramètres, tandis que la méthode du simplexe était efficace lorsque deux paramètres étaient à identifier et lorsque l'initialisation du simplexe était bien configurée. Les deux algorithmes ont rencontré plus de difficultés en fluide rhéofluidifiant qu'en fluide rhéoépaississant, ce qui a été confirmé par l'analyse de la forme de la fonction objectif. Enfin, la sensibilité des données rhéométriques était plus marquée aux indices de consistance  $K$  et de comportement  $n$  qu'au seuil de cisaillement dynamique  $\tau_0$ . Il est donc apparu que plusieurs jeux de paramètres avec différentes valeurs du paramètre seuil de cisaillement pourraient convenir. Ensuite, la méthode d'identification a été appliquée pour la caractérisation de matériaux réels. En premier lieu, avant d'étudier les suspensions cimentaires proprement dites, il était nécessaire de mener un travail sur des fluides dits modèles, car a priori plus simples à caractériser expérimentalement du fait de leur homogénéité en regard des volumes utilisés en cisaillement et plus proches des hypothèses de la simulation. Les fluides ont été sélectionnés pour balayer notamment une variété de comportement rhéologique, newtonien, non-newtonien avec et sans seuil. C'étaient essentiellement des solutions de polymères dont les concentrations et les préparations ont été soigneusement établies avec l'appui de la littérature.

Les solutions ont été caractérisées en rhéométrie absolue afin de déterminer les paramètres rhéologiques; elles ont également été testées dans la géométrie non conventionnelle ancre double. Les caractérisations ont été faites à la même température et ont suivi des protocoles qui sont ceux déjà appliqués sur les suspensions cimentaires.

L'observation des caractérisations rhéologiques a montré une bonne concordance de la forme des nuages de points entre le plan local (contrainte ; gradient de vitesse) et le plan macroscopique (couple ; vitesse de rotation), à savoir que, par exemple, le comportement exclusivement visqueux rhéofluidifiant se retrouve aux deux échelles.

Dans le processus d'identification des paramètres à partir d'expériences réelles, la simulation décrite au chapitre 2 a été étendue à trois dimensions. La densité du maillage a été ajustée et comme déjà noté au Chapitre 2, la sensibilité de la simulation aux paramètres  $K$  et  $n$  est restée la plus marquée par comparaison au paramètre  $\tau_0$ .

La confrontation des résultats expérimentaux et numériques a ensuite été menée. D'abord, en schéma direct (simulation des fluides à partir de leurs paramètres rhéologiques déduits des mesures en rhéométrie absolue), la meilleure adéquation est apparue lorsque les paramètres rhéologiques sont déterminés en considérant une plage de variation des gradients de vitesses entre 0 et  $20 \text{ s}^{-1}$  puisqu'à la lumière de la simulation, c'était cette plage qui était prédominante pour l'ensemble des fluides étudiés. Des relations empiriques ont alors pu être définies entre les paramètres rhéologiques ( $\tau_0 ; K ; n$ ) et les paramètres macroscopiques ( $C_0 ; k ; m$ ) décrivant la relation entre le couple et la vitesse de rotation du mobile, comme cela avait été fait au chapitre 2. En particulier, la relation  $n = m$  est apparue également valable en trois dimensions.

Ensuite, la méthode d'identification par analyse inverse, telle que structurée au chapitre 2, a été menée en détail sur un fluide rhéofluidifiant sans seuil (solution de carboxyméthyl cellulose à 3%) et sur un fluide rhéofluidifiant avec seuil (solution de carbopol à 0,2%). Il est apparu que :

- les algorithmes génétiques étaient une méthode fiable (obtention de jeux de paramètres satisfaisant le critère basé sur la dispersion expérimentale) et robuste (utilisation pour des identifications

à 2 et 3 paramètres) au temps de calcul élevé

- l'algorithme du simplexe était une méthode rapide, et précise lorsque le minimum de la fonction objectif était bien marqué et l'initialisation judicieuse.

Plus particulièrement, ce travail a permis de dégager des stratégies d'identification efficaces dans le cas de fluides pseudoplastiques (2 paramètres) et viscoplastiques (3 paramètres). Lorsque l'utilisateur n'a aucune connaissance a priori sur un fluide modèle sans seuil, il convient de mener une identification sur les paramètres  $n$  et  $K$ . La compensation des effets d'une variation de ces paramètres sur la courbe expérimentale conduit à une fonction objectif présentant de nombreux plateaux. Les minima étant, de fait, moins marqués, la méthode du simplexe peine à déterminer des jeux de paramètres satisfaisant le critère de dispersion expérimentale. Les algorithmes génétiques, bien que coûteux en temps de calcul, s'avèrent nécessaires. Si, grâce à des lois empiriques, l'utilisateur est capable de déterminer  $n$  ou  $K$  préalablement, l'identification du paramètre restant peut être assurée par la méthode du simplexe, plus rapide que la méthode génétique. Dans le cas de la solution de carboxyméthyl cellulose à 3% (valeurs faibles de  $n$  et  $K$ ), une attention particulière doit être portée sur la définition de la grille de l'espace des paramètres. En effet, la sensibilité de la courbe expérimentale aux paramètres  $n$  et  $K$  est telle que la grille doit être affinée au regard de la dispersion expérimentale. Dans le cas de l'identification des trois paramètres ( $n$ ,  $K$  et  $\tau_0$ ) d'un fluide modèle avec seuil, il convient d'utiliser des algorithmes génétiques, qui sont les seuls à garantir un résultat fiable. Lorsque des lois empiriques existent, la dimension de l'espace des paramètres est réduite et la fonction objectif simplifiée. Si le paramètre  $n$  peut être identifié au préalable et compte tenu des sensibilités de la courbe expérimentale aux différents paramètres, alors la fonction objectif dépendant de  $K$  et  $\tau_0$  devient plus régulière. Il est alors difficile de prédire l'efficacité de l'algorithme du simplexe vis-à-vis de la méthode génétique, car celle-ci est liée à la taille de l'espace des paramètres. Afin de bénéficier des avantages des deux algorithmes utilisés, une méthode hybride consistant à utiliser successivement les algorithmes génétiques, puis la méthode du simplexe a été définie et testées. Elle s'avère être la meilleure stratégie dans le cas complexe d'une identification à 3 paramètres sans lois empiriques disponibles : elle est plus fiable et plus robuste que la méthode du simplexe utilisée seule, et plus rapide et plus précise que la méthode génétique seule.

En tant que première étape à l'identification des paramètres rhéologiques des bétons, ce travail implique de nombreuses actions à mener.

- La caractérisation des fluides modèles à seuil en rhéométrie absolue reste encore à approfondir ; afin de confirmer ou non l'hypothèse de confinement de la solution de carbopol dans l'entrefer étroit de la géométrie à cylindres coaxiaux, des solutions de carbopol à différentes concentrations doivent être testées ; il sera alors possible d'apprécier l'évolution de l'écart entre l'expérience et les résultats de l'identification. Des géométries conventionnelles autres que celles des cylindres coaxiaux sont également à utiliser afin de juger, à concentration donnée, d'une variation sur les paramètres rhéologiques identifiés.
- Une base de données expérimentales comprenant des essais rhéométriques sur fluides modèles agités par un mobile à rubans hélicoïdaux, actuellement disponible, pourra être exploitée afin d'affiner les stratégies d'identification proposées dans ce travail.
- Le passage progressif des solutions modèles à des suspensions est nécessaire afin de tester l'hypothèse d'homogénéité du fluide dans la simulation. On peut penser à la suspension modèle développée et caractérisée au NIST par Ferraris et al. [130], et qui approche le comportement à seuil des pâtes de ciment.
- En fonction des résultats de l'étape précédente et des éventuelles modifications nécessaires dans la simulation (conditions aux limites notamment), le passage à la caractérisation des pâtes de ciment pourra être effectif.

- Enfin, la présence d'inclusions de plus grandes dimensions pourra être envisagée pour passer à l'échelle du mortier et du béton. Afin de poursuivre les étapes précédentes et apprécier jusqu'à quel point l'hypothèse d'homogénéité ou les modifications nécessaires (prise en compte des effets de parois) sont conservées, on pourra par exemple raisonner en partant d'une pâte à laquelle on ajoutera de manière progressive un squelette granulaire et sa demande en eau à concentration croissante afin d'atteindre l'échelle du mortier. On pourra faire de même pour atteindre l'échelle du béton.
- Une autre approche de l'identification des paramètres peut être envisagée à partir de la technique des réseaux de neurones, dès lors qu'une base de données suffisamment étoffée est établie, dans l'espace établi des paramètres, entre les couples expérimentaux et les paramètres correspondants.

# Annexe A

## Annexes relatives au Chapitre II

### A.1 Changement de repère

Pour des questions de commodité explicitées à la section II.2.1, on simule l'écoulement à l'intérieur du RhéoCAD dans le repère associé à l'ancre. Dans le modèle, l'agitateur est immobile et la cuve est en rotation. La simulation a donc lieu dans le repère de l'agitateur qu'on appellera  $R'$ . Le repère du laboratoire, dans lequel l'agitateur est en rotation et la cuve immobile, est appelé  $R$ , c'est le repère réel de l'expérience dit repère absolu.

La vitesse donnée par la simulation est donc la vitesse relative dans le repère  $R'$ . La vitesse du point  $M$  dans ce repère sera notée  $\vec{V}_{M/R'}$ . Après traitement des données, on obtient la vitesse absolue (dans le repère  $R$ ) que l'on note  $\vec{V}_{M/R}$ .

Le mouvement du repère  $R'$  par rapport au repère  $R$  est une rotation pure que l'on peut définir par le vecteur de rotation  $\vec{\omega}_0 = \omega_0 \vec{u}_z$ . La relation entre la vitesse absolue du point  $M$  par rapport à sa vitesse relative est donnée par :

$$\vec{V}_{M/R} = \vec{V}_{M/R'} + \vec{\omega}_0 \wedge \overrightarrow{OM} \quad (\text{A.1})$$

En dérivant cette expression par rapport au temps on obtient l'accélération :

$$\vec{a}_{M/R} = \vec{a}_{M/R'} + \vec{\omega}_0 \wedge \vec{V}_{M/R} + \cancel{\vec{a}_{O'/R}} + \frac{\partial \vec{\omega}_0}{\partial t} \wedge \overrightarrow{O'M} + \vec{\omega}_0 \wedge \vec{V}_{M/R'} + \vec{\omega}_0 \wedge (\vec{\omega}_0 \wedge \overrightarrow{O'M})$$

En simplifiant :

$$\vec{a}_{M/R} = \vec{a}_{M/R'} + 2\vec{\omega}_0 \wedge \vec{V}_{M/R} + \vec{\omega}_0 \wedge (\vec{\omega}_0 \wedge \overrightarrow{O'M})$$

le terme  $\vec{\omega}_0 \wedge (\vec{\omega}_0 \wedge \overrightarrow{O'M})$  est appelé accélération d'entraînement  $\vec{a}_e$ , et le terme  $2\vec{\omega}_0 \wedge \vec{V}_{M/R}$  est l'accélération de Coriolis notée  $\vec{a}_c$ .

L'accélération étant calculée dans le repère de l'agitateur, il faut ajouter les termes correctifs de Coriolis  $-\rho \vec{a}_c$  et d'entraînement  $-\rho \vec{a}_e$  comme force volumique dans le bilan des forces.

Calculons l'expression de la force volumique d'entraînement :

$$\begin{aligned}
\vec{f}_e &= -\rho \vec{a}_e \\
&= -\rho \vec{\omega}_0 \wedge (\vec{\omega}_0 \wedge \overrightarrow{O'M}) \\
&= -\rho \omega_0 [\vec{u}_z \wedge (\omega_0 \vec{u}_z \wedge (-x \vec{u}_x + y \vec{u}_y))] \\
&= -\rho \omega_0 [\vec{u}_z \wedge -\omega_0 (x \vec{u}_y + y \vec{u}_x)] \\
&= \rho \omega^2 (x \vec{u}_x + y \vec{u}_y)
\end{aligned}$$

Pour la force volumique de Coriolis on a :

$$\begin{aligned}
\vec{f}_c &= -\rho \vec{a}_c \\
&= -2\rho [\vec{\omega}_0 \wedge \vec{V}_{M/R}] \\
&= -2\rho \omega_0 [\vec{u}_z \wedge (u \vec{u}_x + v \vec{u}_y)] \\
&= -2\rho \omega_0 (u \vec{u}_y - v \vec{u}_x)
\end{aligned}$$

Finalement pour changer de repère, il faudra tout d'abord ajouter les forces volumiques  $\vec{f}_e$  et  $\vec{f}_c$ , puis calculer avec l'équation (A.1) la vitesse absolue après résolution.



## A.2 Calcul analytique du champ de vitesse et du couple d'un fluide newtonien dans les cylindres coaxiaux

Dans cette partie, on se propose de calculer la vitesse analytique d'un fluide Newtonien en géométrie de cylindres coaxiaux. Pour des raisons de convenance on se placera en coordonnées cylindriques. Dans l'entrefer des cylindres coaxiaux, définis par les rayons intérieur  $R_1$  et extérieur  $R_2$ , on considère le cisaillement simple : seul le terme  $\tau_{r\theta}$  du tenseur des contraintes est non nul.

On a donc :

$$\tau = |\tau_{r\theta}|. \quad (\text{A.2})$$

En prenant en compte cette hypothèse de cisaillement simple et la symétrie de révolution, le gradient de vitesse s'écrit :

$$\dot{\gamma} = |D_{r\theta}| = 2 \left| r \frac{\partial}{\partial r} \left( \frac{V_\theta}{r} \right) \right|, \quad (\text{A.3})$$

D'autre part, l'expression du couple nous permet d'exprimer  $\tau_{r\theta}$  de la manière suivante :

$$\tau_{r\theta}(r) = \frac{C}{2\pi H r^2}, \quad (\text{A.4})$$

avec  $H$  la hauteur des cylindres.

Avec cette équation et la loi de comportement, on peut déduire le champ de vitesse analytique :

$$\frac{\partial}{\partial r} \left( \frac{V_\theta}{r} \right) = \frac{-C}{2\pi\mu H r^3}.$$

En intégrant de  $r$  à  $R_2$ , et en utilisant la condition aux limites en  $R_2$ , on obtient la vitesse en  $r$  :

$$V_\theta(r) = \frac{C}{4\mu\pi R_2^2} \left( \frac{R_2^2 - r^2}{r} \right).$$

La seconde condition aux limites en  $R_1$  nous permet de nous affranchir complètement du couple dans l'expression de la vitesse.

L'expression finale de la vitesse est donc :

$$V_\theta(r) = \frac{\omega_0 R_1^2}{R_1^2 - R_2^2} \left( \frac{r^2 - R_2^2}{r} \right). \quad (\text{A.5})$$

### A.3 Calcul analytique de la vitesse d'un fluide binghamien dans les cylindres coaxiaux

Pour calculer le champ de vitesse d'un fluide de Bingham dans une géométrie de Taylor-Couette, on remplace  $\dot{\gamma}$  par son expression dans la loi de Bingham (voir tableau II.1), on a donc :

$$\tau_{r\theta} = \tau_0 + \mu_p \left| r \frac{\partial}{\partial r} \left( \frac{V_\theta}{r} \right) \right|. \quad (\text{A.6})$$

Dans cette loi,  $\tau_0$  est la contrainte de cisaillement minimum permettant l'écoulement. Il va donc exister deux cas d'écoulement. Le premier cas correspond au cas où le matériau est intégralement en écoulement. La contrainte est inférieure à  $\tau_0$  dans toute la suspension.

Le second cas correspond au cas où la contrainte à l'intérieur de l'entrefer passe d'une contrainte inférieure à  $\tau_0$  à une contrainte supérieure. Il y a donc un rayon limite où la suspension passe d'un comportement rigide à un comportement fluide.

Le rayon limite que l'on appelle  $r_0$ , peut être retrouvé via l'équation (A.4), qui donne  $\tau_0 = \frac{-C}{2\pi H r_0^2}$ . On en déduit également :

$$\tau_{r\theta} = \tau_0 \left( \frac{r_0}{r} \right)^2. \quad (\text{A.7})$$

Il faut déterminer le signe de la dérivée de la vitesse radiale. Avec un raisonnement physique, on déduit que la vitesse va décroître en allant de l'intérieur vers l'extérieur, on aura donc  $\frac{\partial}{\partial r} \left( \frac{V_\theta}{r} \right) < 0$ . On peut réécrire l'équation (A.6) :

$$\tau_{r\theta} = \tau_0 - \mu_p r \frac{\partial}{\partial r} \left( \frac{V_\theta}{r} \right).$$

L'équation (A.7) combinée avec l'équation (A.6) nous donne :

$$\frac{\partial}{\partial r} \left( \frac{V_\theta}{r} \right) = -\frac{\tau_0}{\mu_p} \left( \frac{r_0^2}{r^3} - \frac{1}{r} \right). \quad (\text{A.8})$$

Dans le cas où la suspension n'est cisailée qu'en partie,  $V_\theta$  sera nul pour  $r > r_0$ . En intégrant l'expression (A.8) de  $r$  à  $r_0$ , on obtient finalement :

$$V_\theta(r) = -\frac{\tau_0 r}{2\mu_p} \left[ 2\ln \left( \frac{r_0}{r} \right) - \left( \frac{r_0}{r} \right)^2 + 1 \right] \quad \text{pour} \quad R_1 < r < r_0 \quad (\text{A.9})$$

$$V_\theta(r) = 0 \quad \text{pour} \quad r \geq r_0 \quad (\text{A.10})$$

Dans le cas où toute la pâte est cisailée, on intègre l'expression (A.8) de  $r$  à  $R_2$ , on a alors :

$$V_\theta(r) = -\frac{\tau_0 r}{2\mu_p} \left[ 2\ln \left( \frac{R_2}{r} \right) - \left( \frac{r_0}{r} \right)^2 + \left( \frac{r_0}{R_2} \right)^2 \right]$$

## A.4 Validation du modèle numérique sur des cylindres coaxiaux pour des fluides newtoniens

Influence du maillage sur les couples numériques pour le modèle avec changement de repère					
Nombre d'éléments		866	1270	6284	17644
<b>Fluide 1</b> ( $Re = 6, 67$ )	Err <sub>rel</sub> [%]	$3,21.10^{-2}$	$1,61.10^{-2}$	$2,06.10^{-3}$	$5,47.10^{-4}$
	Err <sub>abs</sub> [ $N.m$ ]	$8,55.10^{-8}$	$4,27.10^{-8}$	$5,49.10^{-9}$	$1,46.10^{-9}$
<b>Fluide 2</b> ( $Re = 0, 23$ )	Err <sub>rel</sub> [%]	$5,06.10^{-2}$	$3,41.10^{-2}$	$5,92.10^{-3}$	$5,58.10^{-4}$
	Err <sub>abs</sub> [ $N.m$ ]	$5,64.10^{-4}$	$3,80.10^{-4}$	$6,59.10^{-5}$	$6,22.10^{-6}$

TABLEAU A.1 – Erreurs relatives et absolues entre les couples analytiques et numériques en fonction du maillage pour les deux fluides newtoniens simulés dans le modèle avec changement de repère.

Influence du maillage sur le champ de vitesse numérique pour le modèle avec changement de repère					
Nombre d'éléments		866	1270	6284	17644
<b>Fluide 1</b> ( $Re = 6, 67$ )	$\Delta_{\max}$ [°]	$5,56.10^{-4}$	$2,71.10^{-4}$	$1,74.10^{-5}$	$5,73.10^{-6}$
	Res [ $m.s^{-1}$ ]	$4,29.10^{-6}$	$1,86.10^{-6}$	$1,32.10^{-7}$	$1,46.10^{-8}$
<b>Fluide 2</b> ( $Re = 0, 23$ )	$\Delta_{\max}$ [°]	$5,58.10^{-4}$	$2,71.10^{-4}$	$1,53.10^{-5}$	$5,51.10^{-6}$
	Res [ $m.s^{-1}$ ]	$5,22.10^{-5}$	$2,26.10^{-5}$	$1,60.10^{-6}$	$1,82.10^{-7}$

TABLEAU A.2 – Erreurs relatives maximales entre les vitesses analytiques et numériques et les résidus en norme  $L^2$  en fonction du maillage pour les deux fluides newtoniens simulés avec changement de repère.

Influence du maillage sur les couples numériques pour le modèle sans changement de repère					
Nombre d'éléments		866	1270	6284	17644
<b>Fluide 1</b> ( $Re = 6, 67$ )	Err <sub>rel</sub> [%]	$3,14.10^{-2}$	$1,54.10^{-2}$	$2,05.10^{-3}$	$5,44.10^{-4}$
	Err <sub>abs</sub> [ $N.m$ ]	$8,36.10^{-8}$	$4,11.10^{-8}$	$5,47.10^{-9}$	$1,45.10^{-9}$
<b>Fluide 2</b> ( $Re = 0, 23$ )	Err <sub>rel</sub> [%]	$3,47.10^{-2}$	$1,75.10^{-2}$	$2,11.10^{-3}$	$1,72.10^{-3}$
	Err <sub>abs</sub> [ $N.m$ ]	$3,87.10^{-4}$	$1,94.10^{-4}$	$2,35.10^{-5}$	$1,91.10^{-5}$

TABLEAU A.3 – Erreurs relatives et absolues entre les couples analytiques et numériques en fonction du maillage pour les deux fluides newtoniens simulés dans le modèle sans changement de repère.

Influence du maillage sur le champ de vitesse numérique pour le modèle sans changement de repère					
Nombre d'éléments		866	1270	6284	17644
<b>Fluide 1</b> ( $Re = 6,67$ )	$\Delta_{\max} [\emptyset]$	$5,50.10^{-4}$	$2,78.10^{-4}$	$1,69.10^{-5}$	$5,78.10^{-6}$
	Res [ $m.s^{-1}$ ]	$4,25.10^{-6}$	$1,87.10^{-6}$	$1,29.10^{-7}$	$3,38.10^{-8}$
<b>Fluide 2</b> ( $Re = 0,23$ )	$\Delta_{\max} [\emptyset]$	$5,57.10^{-4}$	$2,71.10^{-4}$	$1,52.10^{-5}$	$6,48.10^{-7}$
	Res [ $m.s^{-1}$ ]	$5,22.10^{-5}$	$2,26.10^{-5}$	$1,60.10^{-6}$	$1,82.10^{-7}$

TABLEAU A.4 – Erreurs relatives maximales entre les vitesses analytiques et numériques et les résidus en norme  $L^2$  en fonction du maillage pour les deux fluides newtoniens simulés sans changement de repère.

## A.5 Validation du modèle numérique sur des cylindres coaxiaux pur des fluides binghamiens

Influence du paramètre $\dot{\gamma}_c$ sur les couples numériques				
Paramètre de régularisation $\dot{\gamma}_c$ [ $s^{-1}$ ]		1	0,1	0,01
<b>Fluide 3</b> ( $Re_{HB} = 6,67, Bi_{HB} = 0,67$ )	Err <sub>rel</sub> [%]	16,1	1,13	$5,55.10^{-2}$
	Err <sub>abs</sub> [ $N.m$ ]	$5,18.10^{-4}$	$3,65.10^{-5}$	$1,79.10^{-6}$
<b>Fluide 4</b> ( $Re_{HB} = 0,23, Bi_{HB} = 1,08$ )	Err <sub>rel</sub> [%]	$3,11.10^{-4}$	$3,11.10^{-4}$	$6,15.10^{-4}$
	Err <sub>abs</sub> [ $N.m$ ]	$3,82.10^{-4}$	$3,82.10^{-4}$	$3,82.10^{-4}$

TABLEAU A.5 – Erreurs relatives et absolues entre les couples de référence et numériques en fonction des valeurs du paramètre de régularisation  $\dot{\gamma}_c$  pour les deux fluides binghamiens simulés.

Influence du paramètre $\dot{\gamma}_c$ sur le champ de vitesse numérique				
Paramètre de régularisation $\dot{\gamma}_c$ [ $s^{-1}$ ]		1	0,1	0,01
<b>Fluide 3</b> ( $Re_{HB} = 6,67, Bi_{HB} = 0,67$ )	$\Delta_{\max}$ [ $\emptyset$ ]	$6,26.10^{-1}$	$7,63.10^{-2}$	$1,06.10^{-2}$
	Res [ $m.s^{-1}$ ]	$7,10.10^{-3}$	$8,27.10^{-4}$	$1,14.10^{-4}$
<b>Fluide 4</b> ( $Re = 0,23, Bi = 1,08$ )	$\Delta_{\max}$ [ $\emptyset$ ]	$2,26.10^{-4}$	$2,26.10^{-4}$	$2,26.10^{-4}$
	Res [ $m.s^{-1}$ ]	$1,96.10^{-5}$	$1,96.10^{-5}$	$1,96.10^{-5}$

TABLEAU A.6 – Erreurs relatives maximales entre les vitesses de référence et numériques et les résidus en norme  $L^2$  en fonction des valeurs du paramètre de régularisation  $L^2$  pour les deux fluides binghamiens testés.

### A.6 Présentation des corrélations entre paramètres rhéologiques et macroscopiques pour la simulation en deux dimensions

On a pu observer un très bon ajustement des données de simulation à deux dimensions du rhéomètre avec une loi du type  $C = C_0 + k\Gamma^m$ .

$$n[\emptyset] \approx m \quad (A.11)$$

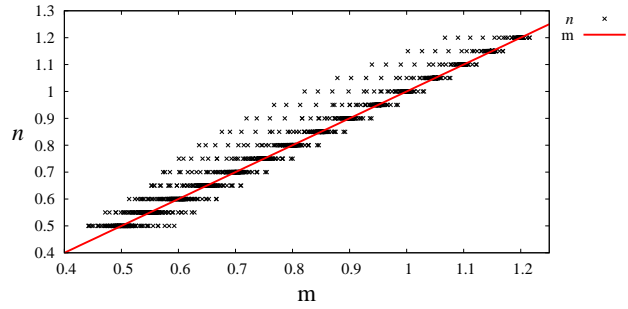


FIGURE A.1 – Équation et représentation graphique de la corrélation entre  $n$  et  $m$ .

$$\frac{K [Pa.s^n]}{k \left[ \frac{N.m}{tr^m} \right]} \approx 1200 \exp(1.8m) \quad (A.12)$$

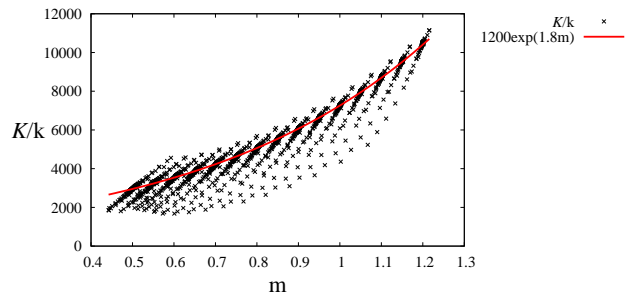


FIGURE A.2 – Équation et représentation graphique de la corrélation entre  $K$ ,  $m$  et  $k$ .

$$\tau_0 [Pa] \approx 1200 \times C_0 [N.m] \quad (A.13)$$

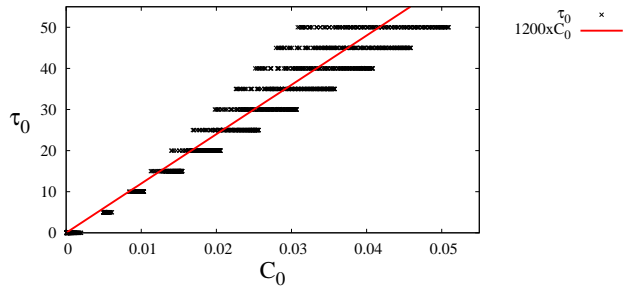


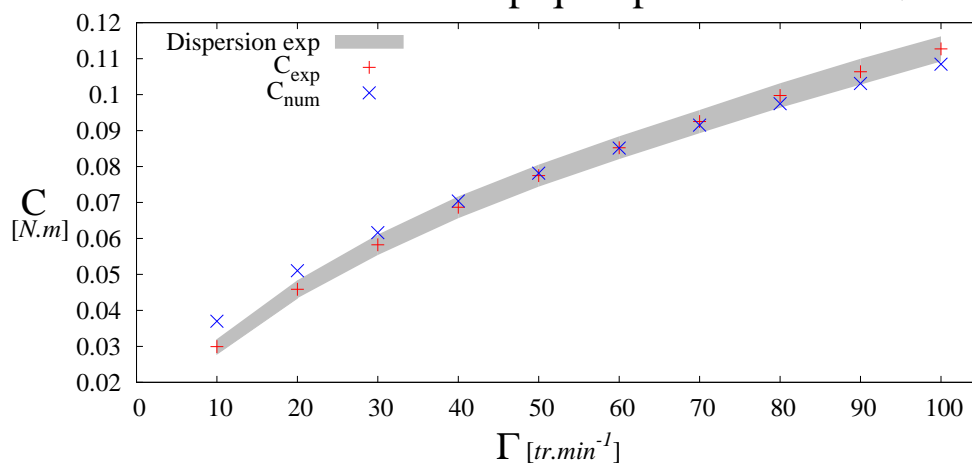
FIGURE A.3 – Équation et représentation graphique de la corrélation entre  $C_0$  et  $\tau_0$ .

## Annexe B

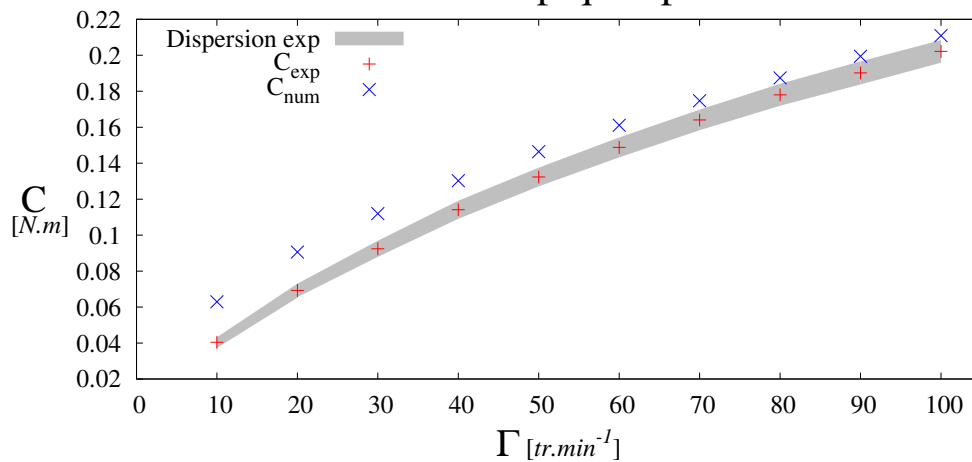
# Annexes relatives au Chapitre III

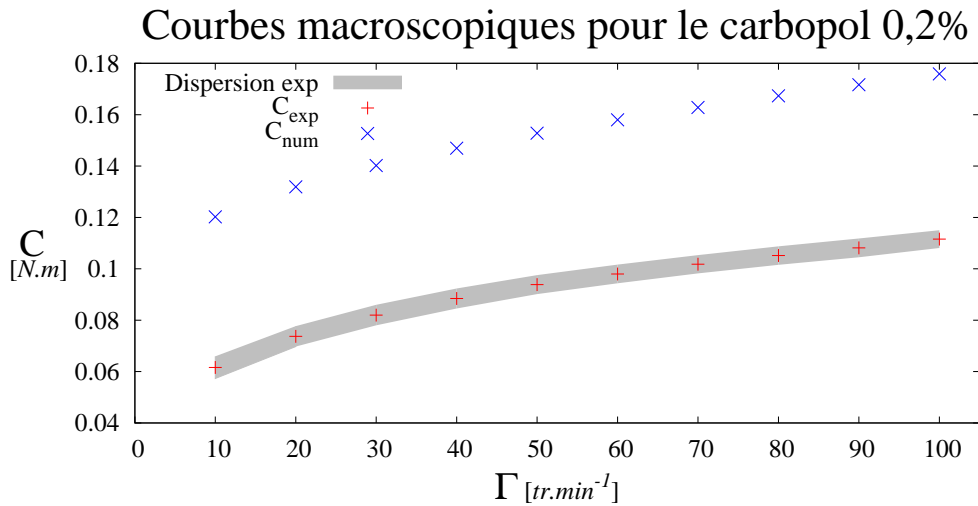
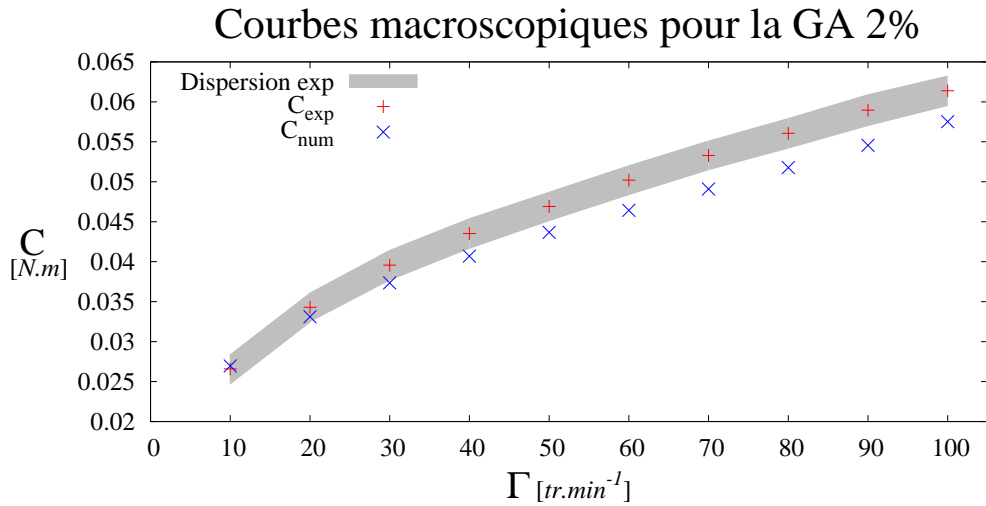
### B.1 Paramètres macroscopiques des simulations 3D en considérant une plage de gradient de vitesse de $[0, 100] \text{ s}^{-1}$

Courbes macroscopiques pour le CMC 3%



Courbes macroscopiques pour l'AS 3%



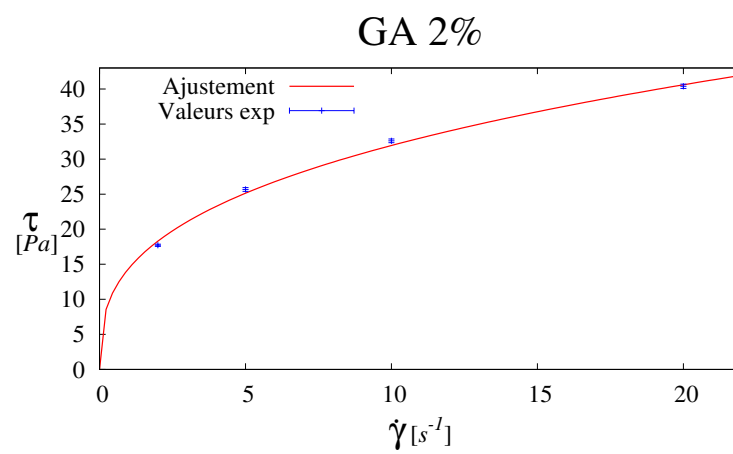
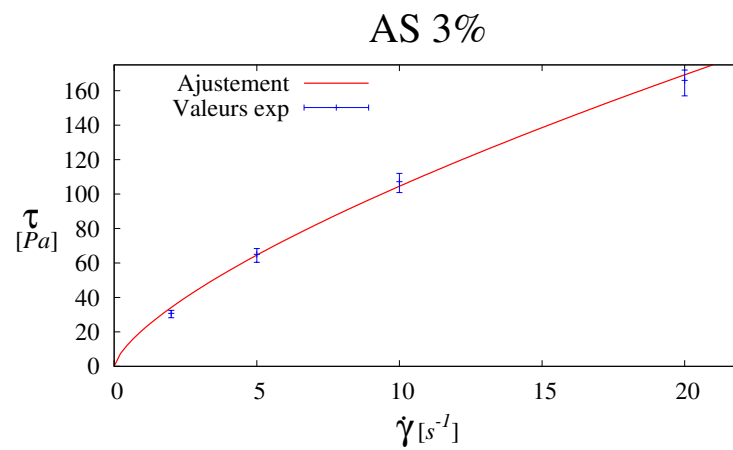
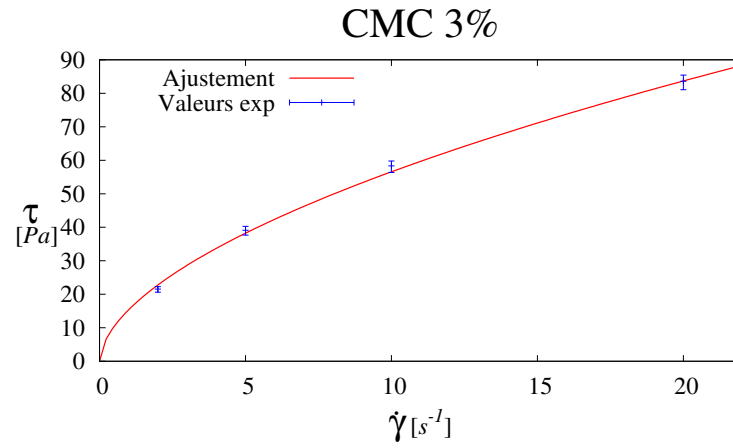


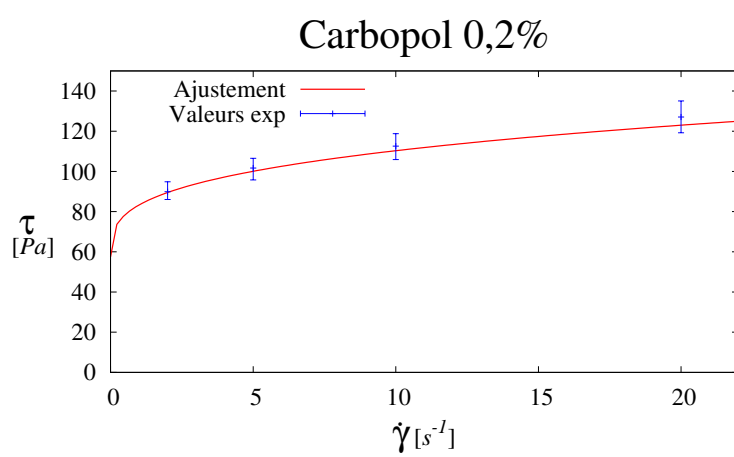
## B.2 Paramètres rhéologiques des fluides modèles obtenus avec l'hypothèse $n = m_{\text{exp}}$

Fluides	$\tau_0$ [Pa]	$K$ [Pa.s <sup>n</sup> ]	$n$ [°]	$\sigma$ [Pa]
Glucose 7 %	Fixé à 0	7,4 ± 0,8	1	16,61
CMC 3 %	Fixé à 0	15,6 ± 0,5	0,557	2,16
AS 3 %	Fixé à 0	23,1 ± 1,0	0,661	3,74
GA 2 %	Fixé à 0	14,0 ± 0,1	0,361	0,76
Carbopol 0,2 %	56,4 ± 3,6	26,8 ± 1,4	0,323	4,77

TABLEAU B.1 – Caractéristiques rhéologiques des fluides modèles en considérant la plage de gradients de vitesse allant de 0 à 20 s<sup>-1</sup> et en fixant l'indice de comportement égal à la puissance  $m$  de la courbe macroscopique expérimentale.



**B.3 Rhéogrammes des fluides modèles et leurs ajustement pour l'intervalle de gradient de vitesse  $[0, 20] \text{ s}^{-1}$** 



# Bibliographie

- [1] F. DE LARRARD : Why rheology matters? *Concrete international*, 21(8):79–81, 1999.
- [2] P. COUSSOT et C. ANCEY : *Rhéophysique des pâtes et des suspensions*. EDP Sciences, 1999.
- [3] G. COUARAZE et J. L. GROSSIORD : *Initiation à la Rhéologie*. Lavoisier, 1983.
- [4] P. ESTELLÉ, C. LANOS et A. PERROT : Processing the Couette viscometry data using a Bingham approximation in shear rate calculation. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 63:5887–5890, 2008.
- [5] G. H. TATTERSALL et P. F. G. BANFILL : *The Rheology of Fresh Concrete*. 1983.
- [6] P. F. G BANFILL : *Rheology of fresh cement and concrete*. The British Society of Rheology, 2006.
- [7] C. F. FERRARIS : Measurement of the rheological properties of high performance concrete : state of art report. *Journal of research of the national institute of standards and technology*, 104(5):461, 1999.
- [8] C. F. FERRARIS et L. E. BROWER : *Comparison of Concrete Rheometers : International Test at LCPC (Nantes, France) in October, 2000*. National Institute of Standards and Technology Gaithersburg, MD, USA, 2001.
- [9] J. P. BOMBLED : *Rhéologie du béton frais...* Centre d'études et de recherches de l'industrie des liants hydrauliques, 1965.
- [10] C. LEGRAND : Contribution à l'étude de la rhéologie du béton frais. *Matériaux et Construction*, 5(5):275–295, 1972.
- [11] T. H. PHAN : *Rhéologie et stabilité des pâtes de ciment utilisées dans la formulation des bétons fluides*. Thèse de doctorat, Cachan, Ecole normale supérieure, 2007.
- [12] O. J. UZOMAKA : A concrete rheometer and its application to a rheological study of concrete mixes. *Rheologica Acta*, 13(1):12–21, 1974.
- [13] J. MURATA et H. KIKUKAWA : Studies on rheological analysis of fresh concrete. *In Proceedings of the RILEM Seminar : Fresh concrete*, 1973.
- [14] C. HU : *Rhéologie des bétons fluides*. Thèse de doctorat, École Nationale des Ponts et Chaussées, 1995.
- [15] M. SAKUTA, S. YAMANE, H. KASAMI et A. SAKAMOTO : Pumpability and rheological properties of fresh concrete. *In Proceedings of Conference on Quality Control of Concrete Structures*, volume 2, pages 17–19, 1979.
- [16] D. BEAUPRÉ, F. CHAPDELAIN, P. DOMONE, E. KOEHLER, L. SHEN, M. SONEBI, L. STRUBLE, D. TEPKE, O. WALLEVIK et J. E. WALLEVIK : Comparison of concrete rheometers : International tests at MB. Rapport technique, NIST, septembre 2004.
- [17] E. P. KOEHLER et D. W. FOWLER : Development of a portable rheometer for fresh portland cement concrete. *ICAR Report*, pages 105–3, 2004.
- [18] J. YAN et A. E. JAMES : The yield surface of viscoelastic and plastic fluids in a vane viscometer. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 70(3):237–253, 1997.

- [19] F. DE LARRARD, C. HU, T. SEDRAN, J. C. SZITKAR, M. JOLY, F. CLAUX et F. DERKX : A new rheometer for soft-to-fluid fresh concrete. *ACI Materials Journal*, 94(3):234–243, 1997.
- [20] J. I. BHATTY et P. F. G. BANFILL : Sedimentation behaviour in cement pastes subjected to continuous shear in rotational viscometers. *Cement and Concrete Research*, 12(1):69–78, 1982.
- [21] M. NEHDI et M. A. RAHMAN : Estimating rheological properties of cement pastes using various rheological models for different test geometry, gap and surface friction. *Cement and Concrete Research*, 34:1993–2007, 2004.
- [22] RheoCAD 500 : High performance mortar/concrete rheometer. <https://cad-instruments.com/en/cement-products/rheocad-500>.
- [23] J. H. RUSHTON, E. W. COSTICH et H. J. EVERETT : Power characteristics of mixing impellers. 1. *Chemical Engineering Progress*, 46(8):395–404, 1950.
- [24] A. B. METZNER et R. E. OTTO : Agitation of non-Newtonian fluids. *AIChE Journal*, 3(1):3–10, 1957.
- [25] A. B. METZNER, R. H. FEEHS, H. L. RAMOS, R. E. OTTO et J. D. TUTHILL : Agitation of viscous newtonian and non-newtonian fluids. *AIChE Journal*, 7(1):3–9, 1961.
- [26] G. H. TATTERSALL et S. J. BLOOMER : Further development of the two-point test for workability and extension of its range. *Magazine of Concrete Research*, 31(109):202–210, 1979.
- [27] F. RIEGER et V. NOVAK : Power consumption of agitators in highly viscous non-newtonian liquids. *Trans. Inst. Chem. Eng*, 51:105–111, 1973.
- [28] M. ZHANG, L. ZHANG, B. JIANG, Y. YIN et X. LI : Calculation of Metzner Constant for Double Helical Ribbon Impeller by Computational Fluid Dynamic Method. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 16:686–692, 2008.
- [29] C. Y. YAP, W. IAN PATTERSON et P. J. CARREAU : Mixing with helical ribbon agitators : Part iii. non-newtonian fluids. *AIChE Journal*, 25(3):516–521, 1979.
- [30] J. NETUŠIL et F. RIEGER : Power consumption of screw and helical ribbon agitators in highly viscous pseudoplastic fluids. *The Chemical Engineering Journal*, 52(1):9–12, 1993.
- [31] L. CHOPLIN : In situ rheological follow-up of food processes : application to emulsification and ice cream fabrication processes. *rN [2rrkLRf]*, 1:1, 2000.
- [32] J. P. GUILLEMIN, Y. MENARD, L. BRUNET, O. BONNEFOY et G. THOMAS : Development of a new mixing rheometer for studying rheological behaviour of concentrated energetic suspensions. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 151:136–144, 2008.
- [33] D. ANNE-ARCHARD et H. C. MAROUCHE, M. Boisson : Hydrodynamics and metzner-otto correlation in stirred vessels for yield stress fluids. *Chemical Engineering Journal*, 125:15–24, 2006.
- [34] A. NIZIHOU, B. BOURNONVILLE, P. MARCHAL et L. CHOPLIN : Rheology and heat transfer during mineral residue phosphatation in a rheo-reactor. *Chemical Engineering Research and Design*, 82:637–641, 2004.
- [35] H. ROOS, U. BOLMSTEDT et A. AXELSSON : Evaluation of new methods and measuring systems for characterisation of flow behaviour of complex foods. *Applied Rheology*, 10:19–25, 2006.
- [36] M. R. GEIKER, M. BRANDLA, L. N. THRANE, D. H. BAGER et O. WALLEVIK : The effect of measuring procedure on the apparent rheological properties of self-compacting concrete. *Cement and Concrete Research*, 32:1791–1795, 2002.
- [37] D. FEYS, R. VERHOEVEN et G. DE SCHUTTER : Fresh self compacting concrete, a shear thickening material. *Cement and Concrete Research*, 38:920–929, 2008.

- [38] J. J. SHEPHERD, C. CHIERA et H. J. CONNELL : Perturbation analysis of the helical flow of non-newtonian fluids with application to a recirculating coaxial cylinder rheometer. *Mathematical and computer modelling*, 18(10):131–140, 1993.
- [39] O. CORONADO-MATUTTI, P. R. S. MENDES et M. S. CARVALHO : Instability of inelastic shear-thinning liquids in a couette flow between concentric cylinders. *Journal of fluids engineering*, 126(3):385–390, 2004.
- [40] P. PRAJAPATI et F. EIN-MOZAFFARI : CFD investigation of the mixing of yield-pseudoplastic fluids with anchor impellers. *Chemical Engineering & Technology*, 32:1211–1218, 2009.
- [41] M. OHTA, M. KURIYAMA, K. ARAI et S. SAITO : A two-dimensional model for the secondary flow in an agitated vessel with anchor impeller. *Journal of Chemical Engineering of Japan*, 18:81–84, 1985.
- [42] B. NAZARI, R. H. MOGHADDAM et D. BOUSFIELD : A three dimensional model of a vane rheometer. *International Journal of Heat and Fluid Flow*, 42:289–295, 2013.
- [43] W. YAO, M. MISHIMA et K. TAKAHASHI : Numerical investigation on dispersive mixing characteristics of MAXBLEND and double helical ribbons. *Chemical Engineering Journal*, 84(3):565–571, 2001.
- [44] A. IRANSHAHI, M. HENICHE, F. BERTRAND et P. A. TANGUY : Numerical investigation of the mixing efficiency of the ekato paravisc impeller. *Chemical Engineering Science*, 61:2609–2617, 2006.
- [45] S. MURTHY SHEKHAR et S. JAYANTI : CFD study of power and mixing time for paddle mixing in unbaffled vessels. *Chemical Engineering Research and Design*, 80(5):482–498, 2002. Materials Processing.
- [46] R. ROOKI, F. D. ARDEJANI, A. MORADZADEH, H. MIRZAEI, V. KELESSIDIS, R. MAGLIONE et M. NOROUZI : Optimal determination of rheological parameters for Herschel-Bulkley drilling fluids using genetic algorithms (GAs). *Korea-Australia Rheology Journal*, 24(3):163–170, 2012.
- [47] D. SZELIGA, J. GAWAD et M. PIETRZYK : Parameters identification of material models based on the inverse analysis. *International Journal of Applied Mathematics and Computer Science*, 14(4):549–556, 2004.
- [48] B. M. CHAPARRO, S. THUILLIER, L. F. MENEZES, P. Y. MANACH et J. V. FERNANDES : Material parameters identification : Gradient-based, genetic and hybrid optimization algorithms. *Computational Materials Science*, 44:339–346, 2008.
- [49] J. F. BONNANS, J. C. GILBERT, C. LEMARÉCHAL et C. A. SAGASTIZÁBAL : *Numerical optimization : theoretical and practical aspects*. Springer Science & Business Media, 2006.
- [50] H. B. CURRY : The method of steepest descent for non-linear minimization problems. *Quarterly of Applied Mathematics*, 2(3):258–261, 1944.
- [51] R. FLETCHER et M. J. D. POWELL : A rapidly convergent descent method for minimization. *The Computer Journal*, 6(2):163–168, 1963.
- [52] R. FLETCHER et C. M. REEVES : Function minimization by conjugate gradients. *The computer journal*, 7(2):149–154, 1964.
- [53] J. Y. TJALLING : Historical development of the newton-raphson method. *SIAM Review*, 37(4): 531–551, 1995.
- [54] L. KANTOROVITCH : The method of successive approximation for functional equations. *Acta Mathematica*, 71(1):63–97, 1939.
- [55] J. E. DENNIS : On newton-like methods. *Numerische Mathematik*, 11(4):324–330, 1968.

- [56] D. W. MARQUARDT : An algorithm for least-squares estimation of nonlinear parameters. *Journal of the society for Industrial and Applied Mathematics*, 11(2):431–441, 1963.
- [57] J. J. MORÉ : The levenberg-marquardt algorithm : implementation and theory. *In Numerical analysis*, pages 105–116. Springer, 1978.
- [58] J. A. NELDER et R. MEAD : A method for function minimization. *The Computer Journal*, 7:308–313, 1965.
- [59] J. KIEFER : Sequential minimax search for a maximum. *Proceedings of the American Mathematical Society*, 4(3):502–506, 1953.
- [60] K. GURNEY : *An introduction to neural networks*. CRC press, 1997.
- [61] E. E. AARTS et van P. P. LAARHOVEN : Statistical cooling : A general approach to combinatorial optimization problems. *Philips Journal of research*, 40(4):193, 1985.
- [62] J. H. HOLLAND : *Adaptation in natural and artificial systems : An introduction analysis with application to biology, control and artificial intelligence*. U Michigan Press, 1975.
- [63] D. E. GOLDBERG et J. H. HOLLAND : Genetic Algorithms and Machine Learning. *Machine Learning*, 3(2-3):95–99, 1988.
- [64] A. TARANTOLA et B. VALETTE : Generalized Nonlinear Inverse Problems Solved Using the Least Squares Criterion. *Reviews of Geophysics and Space Physics*, 20(2):219–232, 1982.
- [65] M. AL-CHALABI : When least-squares squares least. *Geophysical Prospecting*, 40:359–378, 1992.
- [66] A. PAPO : Rheological models for cement pastes. *Materials and Structures*, 21:41–46, 1988.
- [67] C. ATZENI, L. MASSIDDA et U. SANNA : Comparison between rheological models for portland cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 15:511–519, 1985.
- [68] A. YAHIA et K. H. KHAYAT : Analytical models for estimating yield stress of high-performance pseudoplastic grout. *Cement and Concrete Research*, 31:731–738, 2001.
- [69] A. YAHIA et H. KHAYAT : Applicability of rheological models to high-performance grouts containing supplementary cementitious materials and viscosity enhancing admixture. *Materials and Structures*, 36:402–412, 2003.
- [70] H. S. TANG et D. M. KALYON : Estimation of the parameters of herschel-bulkley fluid under wall slip using a combination of capillary and squeeze flow viscometers. *Rheological Acta*, 43:80–88, 2008.
- [71] V. C. KELESSIDIS, G. CHRISTIDIS, P. MAKRI, V. HADJISTAMOU, C. TSAMANTAKI, A. MIHALAKIS, C. PAPANICOLAOU et A. FOSCOLOS : Gelation of water–bentonite suspensions at high temperatures and rheological control with lignite addition. *Applied clay science*, 36(4):221–231, 2007.
- [72] V. C. KELESSIDIS, A. MIHALAKIS et C. TSAMANTAKI : Rheology and rheological parameter determination of bentonite–water and bentonite–lignite–water mixtures at low and high temperatures. *Proceedings of the 7th World Congress of Chemical Engineering, Glasgow*, pages 11–13, 2005.
- [73] S. KHATANIAR, G. A. CHUKWU et H. XU : Evaluation of rheological models and application to flow regime determination. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 11:155–164, 1994.
- [74] A. CHAUDHURI, N. M. WERELEY, S. KOTHA, R. RADHAKRISHNAN et T. S. SUDARSHAN : Viscometric characterization of cobalt nanoparticle-based magnetorheological fluids using genetic algorithms. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 293(1):206–214, 2005. Proceedings of the Fifth International Conference on Scientific and Clinical Applications of Magnetic Carriers.
- [75] R. M. TURIAN, T. W. MA, F. L. G. HSU et D. J. SUNG : Characterization, settling, and rheology of concentrated fine particulate mineral slurries. *Powder Technology*, 93(3):219–233, 1997.

- [76] V. C. KELESSIDIS, R. MAGLIONE, C. TSAMANTAKI et Y. ASPIRTAKIS : Optimal determination of rheological parameters for herschel–bulkley drilling fluids and impact on pressure drop, velocity profiles and penetration rates during drilling. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 53:203–224, 2006.
- [77] A. GAVRUS, E. MASSONI et J. L. CHENOT : An inverse analysis using a finite element model for identification of rheological parameters. *Journal of Materials Processing Technology*, 60(1):447–454, 1996.
- [78] A. ANDRADE-CAMPOS, S. THUILLIER, P. PILVIN et F. TEIXEIRA-DIAS : On the determination of material parameters for internal variable thermoelastic–viscoplastic constitutive models. *International Journal of Plasticity*, 23(8):1349–1379, 2007.
- [79] R. DE-CARVALHO, R. A. F. VALENTE et A. ANDRADE-CAMPOS : Optimization strategies for non-linear material parameters identification in metal forming problems. *Computers & structures*, 89(1):246–255, 2011.
- [80] A. PERROT, C. LANOS, P. ESTELLÉ et Y. MÉLINGE : Caractérisation rhéologique et tribologique d’un matériau viscoplastique à l’aide d’un essai de back-extrusion. *Rhéologie*, 9:1–10, 2006.
- [81] M. EL BARRAK : *Contribution à l’étude de l’aptitude à l’écoulement des bétons aytoplaçants à l’état frais*. Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier-Toulouse III, 2005.
- [82] M. CIOFALO, A. BRUCATO, F. GRISAFI et N. TORRACA : Turbulent flow in closed and free-surface unbaffled tanks stirred by radial impellers. *Chemical Engineering Science*, 51(14):3557–3573, 1996.
- [83] V. G. JIMÉNEZ-QUERO, F. M. LEÓN-MARTÍNEZ, P. MONTES-GARCÍA, C. GAONA-TIBURCIO et J. G. CHACÓN-NAVA : Influence of sugar-cane bagasse ash and fly ash on the rheological behavior of cement pastes and mortars. *Construction and Building Materials*, 40:691–701, 2013. Special Section on Recycling Wastes for Use as Construction Materials.
- [84] G. DELAPLACE, J. C. LEULIET et V. RELANDEAU : Circulation and mixing times for helical ribbon impellers. review and experiments. *Experiments in fluids*, 28(2):170–182, 2000.
- [85] L. PAKZAD, F. EIN-MOZAFFARI et P. CHAN : Using computational fluid dynamics modeling to study the mixing of pseudoplastic fluids with a Scaba 6SRGT impeller. *Chemical Engineering and Processing*, 47:2218–2227, 2007.
- [86] L. PAKZAD, F. EIN-MOZAFFARI, S. R. UPRETI et A. LOHI : Agitation of herschel–bulkley fluids with the scaba–anchor coaxial mixers. *Chemical Engineering Research and Design*, 91:761–777, 2013.
- [87] C. CLASEN : Determining the true slip of a yield stress material with a sliding plate rheometer. *Rheologica Acta*, 51(10):883–890, 2012.
- [88] F. DE LARRARD, C. F. FERRARIS et T. SEDRAN : Fresh concrete : A Herschel-Bulkley material. *Materials and Structures*, 31:494–498, 1998.
- [89] W. J. BAILEY et I. S. WEIR : Investigation of methods for direct rheological model parameter estimation. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, pages 1–13, 1998.
- [90] M. BERCOVIER et M. ENGELMAN : A finite-element method for incompressible non-newtonian flows. *Journal of Computational Physics*, 36(3):313–326, 1980.
- [91] T. C. PAPANASTASIOU : Flows of materials with yield. *Journal of Rheology (1978-present)*, 31(5):385–404, 1987.
- [92] R. I. TANNER et J. F. MILTHORPE : Numerical simulation of the flow of fluids with yield stress. *In Numerical methods in laminar and turbulent flow; Proceedings of the Third International Conference*, pages 680–690, 1983.

- [93] M. CYR : *Contribution à la caractérisation des fines minérales et à la compréhension de leur rôle joué dans le comportement rhéologique des matrices cimentaires*. Thèse de doctorat, INSA Toulouse/Sherbrooke University, 1999. Available on <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00489599>.
- [94] G. HEIRMAN, L. VANDEWALLE, D. VAN GEMERT et O. WALLEVIK : Integration approach of the Couette inverse problem of powder type self compacting concrete in a wide-gap concentric cylinder rheometer. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 150:93–103, 2008.
- [95] M. MAROUCHE, D. ANNE-ARCHARD et H. C. BOISSON : A numerical model of yield stress fluid dynamics in a mixing vessel. *Applied rheology*, 12:182–191, 2002.
- [96] O. H. WALLEVIK : Rheology—a scientific approach to develop self-compacting concrete. *In Proceedings of the 3rd international RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete*, pages 23–31, 2003.
- [97] C. ARTELT et E. GARCIA : Impact of superplasticizer concentration and of ultra-fine particles on the rheological behaviour of dense mortar suspensions. *Cement and Concrete Research*, 38:633–642, 2008.
- [98] C. POLONI et V. PEDIRODA : GA coupled with computationally expensive simulations tool to improve efficiency. *In Genetic algorithms and evolution strategies in engineering and computer science*. John Wiley & Sons, 1997.
- [99] S. POLES : Moga-ii an improved multi-objective genetic algorithm. Rapport technique, Esteco, 2003.
- [100] S. POLES, E. RIGONI et T. ROBIC : Moga-ii performance on noisy optimization problems. *In Proceedings of International Conference on Bioinspired Optimization Methods and their Applications*, 2004.
- [101] D. BHANDARI, C. A. MURTHY et S. K. PAL : Variance as a Stopping Criterion for Genetic Algorithms with Elitist Model. *Fundamenta Informaticae*, 120:145–164, 2012.
- [102] MODEFRONTIER : *modeFRONTIER 4 - User Manual*. Esteco, 2009.
- [103] K. F. MAN, K. S. TANG et S. KWONG : Genetic algorithms : concepts and applications. *IEEE Transactions on Industrial Electronics*, 43(5):519–534, 1996.
- [104] S. POLES, Y. FU et E. RIGONI : The effect of initial population sampling on the convergence of multi-objective genetic algorithms. *In Multiobjective Programming and Goal Programming*, pages 123–133. Springer, 2009.
- [105] J. M. RENDERS : *Algorithmes génétiques et réseaux de neurones*. Hermès, 1995.
- [106] M. N. SECK : La caractérisation de fluides modèles en agitation non conventionnelle rheocad. Mémoire de D.E.A., Université Toulouse III – Paul Sabatier, 2015.
- [107] N. ROUSSEL et P. COUSSOT : Fifty-cent rheometer for yield stress measurements : from slump to spreading flow. *Journal of Rheology*, 49(3):705–718, 2005.
- [108] W. P. SCHELLART : Rheology and density of glucose syrup and honey : Determining their suitability for usage in analogue and fluid dynamic models of geological processes. *Journal of Structural Geology*, 33(6):1079–1088, 2011.
- [109] M. MOURET : Formulation, ouvrabilité et rhéologie des bétons. HDR, 2010.
- [110] M. T. GHANNAM et M. N. ESMAIL : Rheological properties of carboxymethyl cellulose. *Journal of Applied Polymer Science*, 64(2):289–301, 1997.
- [111] A. BENCHABANE et K. BEKKOUR : Rheological properties of carboxymethyl cellulose (cmc) solutions. *Colloid and Polymer Science*, 286(10):1173–1180, 2008.



- [112] T. FUNAMI, Y. FANG, S. NODA, S. ISHIHARA, M. NAKAUMA, K. I. DRAGET, K. NISHINARI et G. O. PHILLIPS : Rheological properties of sodium alginate in an aqueous system during gelation in relation to supermolecular structures and  $Ca^{2+}$  binding. *Food Hydrocolloids*, 23(7):1746–1755, 2009.
- [113] J. MA, Y. LIN, X. CHEN, B. ZHAO et J. ZHANG : Flow behavior, thixotropy and dynamical viscoelasticity of sodium alginate aqueous solutions. *Food Hydrocolloids*, 38:119–128, 2014.
- [114] S. BALAGHI, M. A. MOHAMMADIFAR et A. ZARGARAAN : Physicochemical and rheological characterization of gum tragacanth exudates from six species of iranian astragalus. *Food Biophysics*, 5(1):59–71, 2010.
- [115] F. CHENLO, R. MOREIRA et C. SILVA : Rheological properties of aqueous dispersions of tragacanth and guar gums at different concentrations. *Journal of Texture Studies*, 41(3):396–415, 2010.
- [116] S. AMZIANE, A. PERROT et T. LECOMPTE : A novel settling and structural build-up measurement method. *Measurement Science and Technology*, 19(10):105702, 2008.
- [117] T. L. H. NGUYEN : *Outils pour la modélisation de la mise en oeuvre des bétons*. Thèse de doctorat, Université de Nancy I. UFR Sciences pharmaceutiques et biologiques, 2004.
- [118] J. SPANGENBERG, N. ROUSSEL, J. H. HATTEL, H. STANG, J. SKOCEK et M. R. GEIKER : Flow induced particle migration in fresh concrete : Theoretical frame, numerical simulations and experimental results on model fluids. *Cement and Concrete Research*, 42(4):633–641, 2012.
- [119] C. F. FERRARIS, P. STUTZMAN, J. WINPIGLER et W. GUTHRIE : *Certification of SRM 2492 : Bingham paste mixture for rheological measurements*. US Department of Commerce, National Institute of Standards and Technology, 2011.
- [120] B. W. BARRY et M. C. MEYER : The rheological properties of carbopol gels i. continuous shear and creep properties of carbopol gels. *International Journal of Pharmaceutics*, 2(1):1–25, 1979.
- [121] LUBRIZOL : Formulating Hydroalcoholic Gels with Carbopol® Polymers. Rapport technique, Lubrizol Avanced Material, septembre 2009.
- [122] RhéolabQC : Rotational rheometer for quality control. <http://www.anton-paar.com>.
- [123] P. DIEDERICH, M. MOURET, A. de RYCK, F. PONCHON et G. ESCADEILLAS : The nature of limestone filler and self-consolidating feasibility – relationships between physical, chemical and mineralogical properties of fillers and the flow at different states, from powder to cement-based suspension. *Powder Technology*, 218:90 – 101, 2012.
- [124] D. D. ATAPATTU, R. P. CHHABRA et P. H. T. UHLHERR : Creeping sphere motion in herschel-bulkley fluids : flow field and drag. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 59(2):245 – 265, 1995.
- [125] P. R. S. MENDES et E. S. S. DUTRA : Viscosity function for yield-stress liquids. *Appl. Rheol*, 14(6):296–302, 2004.
- [126] Y. YAN, Z. ZHANG, D. CHENELER, J. R. STOKES et M. J. ADAMS : The influence of flow confinement on the rheological properties of complex fluids. *Rheologica Acta*, 49(3):255–266, 2010.
- [127] B. D. JOFORE, P. ERNI, G. VLEMINCKX, P. MOLDENAERS et C. CLASEN : Rheology of microgels in single particle confinement. *Rheologica Acta*, 54(7):581–600, 2015.
- [128] B. GERAUD, L. BOCQUET et C. BARENTIN : Confined flows of a polymer microgel. *The European Physical Journal E*, 36(3):30, 2013.
- [129] O. H. WALLEVIK et J. E. WALLEVIK : Rheology as a tool in concrete science : The use of rheographs and workability boxes. *Cement and Concrete Research*, 41(12):1279 – 1288, 2011.

- [130] C. F. FERRARIS, Z. LI, M. H. ZHANG et P. STUTZMAN : Development of a reference material for the calibration of cement paste rheometers. *Advances in Civil Engineering Materials*, 2(1):140–162, 2013.



