



HAL
open science

Caractérisation du potentiel de ségrégation des particules colloïdales et non-colloïdales des suspensions cimentaires sous cisaillement

Ba Tung Pham

► **To cite this version:**

Ba Tung Pham. Caractérisation du potentiel de ségrégation des particules colloïdales et non-colloïdales des suspensions cimentaires sous cisaillement. Matériaux composites et construction. Université de Cergy Pontoise, 2019. Français. NNT : 2019CERG1036 . tel-02888645

HAL Id: tel-02888645

<https://theses.hal.science/tel-02888645>

Submitted on 3 Jul 2020

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.

UNIVERSITE DE CERGY-PONTOISE

LABORATOIRE DE MECANIQUE ET MATERIAUX DU GENIE CIVIL (L2MGC)



THESE DE DOCTORAT

DE

Ba Tung PHAM

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE CERGY-PONTOISE

SPECIALITE : GENIE CIVIL

Sujet de la thèse :

CARACTERISATION DU POTENTIEL DE SEGREGATION DES PARTICULES COLLOIDALES ET NON-COLLOIDALES DES SUSPENSIONS CIMENAIRES SOUS CISAILLEMENT

Date de soutenance : 9/12/2019

Membres du Jury :

<i>M. Sofiane AMZIANE</i>	<i>Professeur, Université Clermont Auvergne</i>	<i>Rapporteur</i>
<i>M. Arnaud PERROT</i>	<i>MCF HDR, Université de Bretagne Sud</i>	<i>Rapporteur</i>
<i>Mme Sandrine MANSOUTRE</i>	<i>Dr, Directrice de la Fondation Ecole Française du Béton</i>	<i>Examinatrice</i>
<i>Mme Anne PANTET</i>	<i>Professeure des universités, Université du Havre</i>	<i>Examinatrice</i>
<i>M. Alexandre PIERRE</i>	<i>MCF, Université de Cergy-Pontoise</i>	<i>Examineur</i>
<i>M. Abdelhak KACI,</i>	<i>MCF, Université de Cergy-Pontoise</i>	<i>Examineur</i>
<i>M. Sébastien REMOND</i>	<i>Professeur, Université d'Orléans</i>	<i>Co-directeur de thèse</i>
<i>M. Jean Louis GALLIAS,</i>	<i>Professeur, Université de Cergy-Pontoise</i>	<i>Co-directeur de thèse</i>

REMERCIEMENT

Ce Travail a été effectué au sein du Laboratoire de Mécanique et Matériaux du Génie Civil (L2MGC), de l'Université de Cergy-Pontoise.

Je souhaite remercier en premier lieu les rapporteurs, Sofiane AMZIANE et Arnaud PERROT, et les examinatrices, Sandrine MANSOUTRE et Anne PANTET, d'avoir accepté d'être membres de mon jury, d'avoir lu et étudié en détail mon manuscrit et d'avoir écouté avec attention mon exposé. Je connais la qualité de leurs travaux respectifs et avoir des chercheuses et chercheurs de cette envergure pour rapporter et examiner mes travaux fût un honneur pour moi.

Cette thèse a été réalisée sous la direction du professeur Jean-Louis GALLIAS et du professeur Sébastien REMOND. Je tiens à leur adresser ma très profonde gratitude pour m'avoir encadré, guidé et fait partager leur expérience et leurs réflexions. Pour monsieur GALLIAS, merci pour le grand degré de liberté qu'il m'a accordé, pour la confiance qu'il m'a témoignée, pour ses aides au travail et dans ma vie et pour sa gentillesse et sa patience m'ont permis de développer mon professionnalisme et mes qualités. Pour monsieur REMOND, je ne saurais le remercier assez pour sa contribution dans ce travail et le temps qu'il m'a consacré ainsi que ses conseils importants. Ses qualités humaines et scientifiques sont exceptionnelles.

Je suis très reconnaissant envers Monsieur Alexandre PIERRE, Maître de Conférences à l'Université de Cergy-Pontoise, co-encadrant de ma thèse qui a toujours le temps libre pour m'offrir son aide bien que je sasse qu'il était très occupé. Je suis vraiment heureux et honoré de travailler avec lui.

Je souhaite également associer à mes remerciements Monsieur Abdelhak KACI, Maître de Conférences à l'Université de Cergy-Pontoise, co-encadrant de ma thèse, pour les nombreuses discussions scientifiques que l'on a pu avoir. Je remercie pour ses conseils que je n'oublierai pas.

Ensuite, un peu en vrac, et avec toutes mes excuses pour ceux que j'oublie...

À L'équipe technique Lilian, Annelise, Noémie et Jérôme, recevez toute ma reconnaissance pour votre soutien, votre sympathie, et votre patience devant mes nombreuses questions pratiques. Mariem, George, Aziz, Suzana, Martin, Florent, Olivier, Than Ha, Arthur et Minh Duc, un grand merci pour avoir fait de ces trois ans de thèse de grands moments d'amitié.

Enfin, je ne peux pas terminer mes remerciements sans évoquer ma famille, pour leur soutien, leur attente et leur encouragement permanent tout au long de ce travail.

ABSTRACT

The aim of this work is to study the phenomenon of segregation of colloidal and non-colloidal particles in sheared cementitious suspensions and to determine a quantitative rheometric criterion evaluating their segregability during rheological characterization tests.

In order to meet this objective, we apply a specific methodology allowing, on the one hand, the rheological characterization of cementitious suspensions under shear using a rheometer equipped with coaxial cylinders and, on the other hand, the monitoring of their state of stability during characterization. The experimental protocol consists of two identical cycles and different decreasing shear gradient steps, allowing the rheological characterization of the suspensions. The rheometric tests were performed systematically twice by varying the vertical gap between the mobile and the container of the rheometer. The rheological characterization of the suspensions has been associated with several density measurements in the different parts of the sheared volume at characteristic moments of the rheometric test for monitoring the stability and quantitative evaluation of possible segregation. All the results made it possible to define a segregation criterion based solely on the rheometric measurements making it possible to quantify the segregability of the cementitious suspensions during the rheological characterization caused by shearing. The rheometric results between two geometrical configurations of shearing devices were compared in order to study the influence of the geometrical characteristics of coaxial cylinder rheometers on the segregation potential of cementitious (colloidal) particles and spherical glass beads (non-colloidal). The observed differences were analyzed using numerical flow simulations in each configuration using the COMSOL MULTIPHYSICS software.

It has been shown that the effect of the bottom has a significant influence on the rheometric results of the cement suspensions causing a modification of this methodology according to the configuration. In addition, for the configuration used in this work, the segregation of the particles becomes more pronounced in the second cycle instead of the first cycle signifying a segregation delay in this case. This delay is due to the large serrations on the walls of the cylinders compared to the horizontal gap which causes a highly heterogeneous fluid flow in the rheometer preventing the segregation of the particles. Numerical simulation has also shown that the particle segregation potential is mainly influenced by the presence or absence of grooves on the container wall. On the other hand, the introduction of glass beads, considered as non-colloidal particles, does not influence the segregation of the colloidal particles. Segregative grouts can be divided into two types: weakly segregative where segregation of the beads does not occur; highly segregative where the beads begin to segregate. These findings were confirmed by the comparative analysis of the variation of the segregability criterion during the rheometric tests between grouts with and without beads.

Key words : cementitious suspension, rheology, segregation, colloidal., non-colloidal

RESUME

L'objectif de ce travail est d'étudier le phénomène de ségrégation des particules colloïdales et non-colloïdales dans les suspensions cimentaires sous cisaillement et de déterminer un critère rhéométrique quantitatif capable d'évaluer leur ségrégabilité pendant les essais de caractérisation rhéologique.

Afin de répondre à cet objectif, nous appliquons une méthodologie spécifique permettant, d'une part, la caractérisation rhéologique des suspensions cimentaires sous cisaillement en utilisant un rhéomètre à cylindres coaxiaux et, d'autre part, le suivi de leur état de stabilité au cours de la caractérisation. Le protocole expérimental se compose de deux cycles identiques et de différents paliers de gradient de cisaillement décroissant, permettant la caractérisation rhéologique des suspensions. L'essai rhéométrique a été effectué systématiquement deux fois en faisant varier l'entrefer vertical entre le mobile et le récipient du rhéomètre. La caractérisation rhéologique des suspensions a été associée à plusieurs mesures de masse volumique dans les différentes parties du volume cisailé à des moments caractéristiques de l'essai rhéométrique permettant le suivi de la stabilité et l'évaluation quantitative d'une éventuelle ségrégation. L'ensemble des résultats a permis de définir un critère de ségrégabilité basé uniquement sur les mesures rhéométriques permettant de quantifier la ségrégabilité des suspensions cimentaires pendant la caractérisation rhéologique à cause du cisaillement. Les résultats rhéométriques entre deux configurations géométriques de dispositifs de cisaillement ont été comparés afin d'étudier l'influence des caractéristiques géométriques des rhéomètres à cylindres coaxiaux sur le potentiel de ségrégation des particules cimentaires (colloïdales) et des billes de verre sphériques (non-colloïdales). Les différences observées ont été analysées à l'aide de simulations numériques des écoulements dans chaque configuration à l'aide du logiciel COMSOL MULTIPHYSICS.

Il a été montré que l'effet du fond influe significativement sur les résultats rhéométriques des suspensions cimentaires entraînant une modification de cette méthodologie selon la configuration. De plus, pour la configuration utilisée dans le cadre de ce travail, la ségrégation des particules devient plus prononcée au 2^e cycle au lieu du 1^{er} cycle signifiant un retard de ségrégation dans ce cas. Ce retard est dû aux rainures sur les parois des cylindres d'important relief comparativement à l'entrefer horizontal qui entraîne un écoulement fortement hétérogène du fluide dans le rhéomètre retardant la ségrégation des particules. La simulation numérique a aussi montré que le potentiel de ségrégation des particules est influencé principalement par la présence ou pas de rainures sur la paroi du récipient. D'autre part, l'introduction des billes de verre, considérées comme les particules non-colloïdales, n'influence pas la ségrégation des particules colloïdales. Les coulis ségrégatifs peuvent se diviser entre deux types : faiblement ségrégatif où la ségrégation des billes n'a pas lieu ; fortement ségrégatif où les billes commencent à ségréger. Ces constats ont été confirmés par l'analyse comparative de la variation du critère de ségrégabilité au cours des essais rhéométriques entre les coulis avec et sans billes.

Mots clés : Suspension cimentaire, ségrégation, rhéologie, particules colloïdales, particules non-colloïdales

TABLE DES MATIERES

REMERCIEMENT	2
ABSTRACT	3
RESUME.....	4
INTRODUCTION	10
Chapitre 1	13
ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	13
1.1 Rhéologie des suspensions cimentaires.....	14
1.1.1. Notions de base de la rhéologie.....	14
1.1.1.1 Contrainte de cisaillement.....	14
1.1.1.2 Gradient (taux) de cisaillement.....	14
1.1.1.3 Seuil d'écoulement	15
1.1.1.4 Comportement viscoélastique	15
1.1.1.5 Fluides complexes	15
1.1.2. Ecoulement dans un rhéomètre à cylindres coaxiaux	17
1.1.2.1 Rhéomètres rotatifs à cylindres coaxiaux	17
1.1.2.2 Glissement sur la paroi.....	18
1.1.2.3 Effets de fond ("end effects")	19
1.1.3. Suspensions cimentaires.....	21
1.1.3.1 Fraction volumique	21
1.1.3.2 Fraction volumique de percolation et de densité maximale.....	22
1.1.3.3 Interactions colloïdales	23
1.1.3.4 Interactions non-colloïdales	24
1.1.4. Rhéologie des suspensions cimentaires contenant des particules non-colloïdales ..	25
1.1.4.1 Module élastique.....	25
1.1.4.2 Seuil d'écoulement	27
1.1.4.3 Viscosité.....	28
1.1.4.4 Thixotropie	29
1.1.4.5 Cinétique de structuration et déstructuration.....	30
1.1.4.6 Comportement rhéologique.....	32

1.1.4.7	Facteurs influençant la rhéologie des coulis cimentaires	33
1.1.4.7.1	Rapport eau-ciment	33
1.1.4.7.2	Influence des adjuvants.....	34
1.2	Ségrégation des suspensions cimentaires	35
1.2.1.	Ségrégation des particules colloïdales	35
1.2.1.1	Ségrégation statique	35
1.2.1.2	Ségrégation sous cisaillement.....	37
1.2.1.3	Facteurs influençant la ségrégation des coulis cimentaires.....	38
1.2.1.3.1	Intensité du cisaillement.....	38
1.2.1.3.2	Rapport eau/ciment.....	39
1.2.1.3.3	Superplastifiants	40
1.2.2.	Ségrégation des particules non-colloïdales	41
1.2.2.1	Ségrégation statique	41
1.2.2.2	Ségrégation sous cisaillement.....	42
1.3	Méthodes de caractérisation de la ségrégation des suspensions cimentaires	45
1.3.1.	Ségrégation statique	45
1.3.2.	Ségrégation dynamique.....	46
1.3.2.1	Méthode de caractérisation de la ségrégation des coulis cimentaires.....	46
1.3.2.2	Méthode de caractérisation de la ségrégation des particules non-colloïdales ..	52
1.4	Simulation numérique.....	53
1.5	Conclusion	56
Chapitre 2		58
MISE AU POINT D'UN PROTOCOLE DE CARACTÉRISATION DU POTENTIEL DE SÉGRÉGATION DES PARTICULES COLLOIDALES ET NON-COLLOIDALES SOUS CISAILLEMENT DANS LES SUSPENSIONS CIMENTAIRES		58
2.1	Matériaux	59
2.1.1	Ciments	59
2.1.2	Adjuvants	59
2.1.3	Billes de verre.....	60
2.1.4	Eau	60
2.2	Matériels et méthodes	60
2.2.1	Methodologie de malaxage	60
2.2.1.1	Protocole de malaxage	60

2.2.1.2	Comparaison la fiabilité des résultats rhéométriques entre deux méthodes de malaxage	61
2.2.2	Rhéomètre	64
2.2.2.1	Rhéomètre Haake (configuration A)	64
2.2.2.2	Rhéomètre Anton Paar (configuration B)	66
2.2.2.3	Influence de la configuration géométrique du confinement de l'écoulement	68
2.2.2.4	Fiabilités des résultats rhéométriques	70
2.2.2.4.1	Protocole	70
2.2.2.4.2	Résultats	71
2.2.3	Mesure de la masse volumique d'échantillon dans le rhéomètre	73
2.3	Simulations numériques	73
2.4	Vérification de la méthodologie de (Hoang et al.,2015)	74
2.4.1	Vérification du protocole aux fluides à seuil et Newtonien	74
2.4.2	Vérification sur les coulis cimentaires	76
2.4.2.1	Etude de la contrainte de cisaillement	76
2.4.2.1.1	Coulis ségréatif	76
2.4.2.1.2	Coulis stables	77
2.4.2.2	Critère de ségréabilité	79
2.4.2.3	Modification du critère de ségréabilité	87
2.4.2.4	Evolution de la contrainte de cisaillement et du critère de ségréabilité	90
2.4.2.5	Corrélation entre le critère de ségréabilité et la diminution de la fraction solide	93
2.5	Conclusion	95
CHAPITRE 3		97
ETUDE EXPERIMENTALE DE LA SEGREGATION STATIQUE ET DYNAMIQUE DES PARTICULES COLLOIDALES ET NON-COLLOIDALES DANS LES SUSPENSIONS CIMENTAIRES		97
3.1.	Influence de la géométrie du mobile sur la ségrégation des coulis	98
3.1.1.	Introduction des mobiles	98
3.1.2.	Résultats expérimentaux	99
3.1.3.	Analyse	102
3.2.	Ségrégation dynamique des coulis cimentaires	103
3.2.1.	Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du rapport E/C	103

3.2.2.	Etude du critère de la ségrégabilité.....	105
3.2.2.1.	Coulis faiblement ségréatif.....	105
3.2.2.2.	Coulis fortement ségréatifs.....	107
3.2.3.	Influence du superplastifiant	110
3.2.3.1.	Coulis stables.....	111
3.2.3.2.	Coulis ségréatifs.....	113
3.3.	Ségrégation des particules non-colloïdales dans les suspensions cimentaires	115
3.3.1.	Conservation des billes pendant le malaxage	115
3.3.2.	Ségrégation statique des particules non-colloïdales dans les suspensions cimentaires.....	117
3.3.2.1.	Protocole	117
3.3.2.2.	Résultats	119
3.3.2.2.1.	Ségrégation des billes dans les suspensions cimentaires	119
3.3.2.2.2.	Evolution du rapport E/C sous l'influence des particules non-colloïdales 120	
3.3.3.	Ségrégation dynamique des particules non-colloïdales dans les suspensions cimentaires.....	123
3.3.3.1.	Variation de la contrainte de cisaillement.....	123
3.3.3.2.	Variation du critère de ségrégabilité.....	126
3.4.	Synthèse.....	129
Chapitre 4		130
SIMULATION DE L'ECOULEMENT DES FLUIDES DANS UNE GEOMETRIE A CYLINDRES COAXIAUX		130
4.1.	Mise en équation du problème.....	131
4.2.	Procédure de simulation	132
4.3.	Influence de la géométrie des cylindres coaxiaux sur la caractérisation de la ségrégation des suspensions cimentaires.....	132
4.3.1.	Géométries.....	132
4.3.2.	Résultats	134
4.3.2.1.	Cisaillement circonférentiel	135
4.3.2.1.1.	Partie cisillée latérale du mobile	135
4.3.2.1.2.	Partie inférieure du mobile	140
4.3.2.2.	Cisaillement longitudinal	144
4.3.2.2.1.	Partie cisillée latérale du mobile	144

4.3.2.2.2. Partie inférieure du mobile	145
4.3.3. Simulation des essais de caractérisation de la ségréabilité	148
4.4. Etude de l'influence des rainures	151
4.4.1. Géométries des configurations	151
4.4.2. Résultats	153
4.4.2.1. Cisaillement circonférentiel	153
4.4.2.1.1. Partie cisailée latérale du mobile	153
4.4.2.1.2. Partie inférieure du mobile	159
4.4.2.2. Cisaillement longitudinal	162
4.4.2.2.1. Partie cisailée latérale du mobile	162
4.4.2.2.2. Partie inférieure du mobile	163
4.5. Simulation des configurations avec le mobile cylindre+cône et vane	165
4.5.1. Géométries.....	165
4.5.2. Résultats	167
4.5.2.1. Cisaillement circonférentiel	167
4.5.2.1.1. Partie cisailée latérale du mobile	167
4.5.2.1.2. Partie inférieure du mobile	172
4.5.2.2. Cisaillement longitudinal	174
4.6. Synthèse	175
CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES.....	177
REFERENCE	182
ANNEXE I	190
FICHE TECHNIQUE DU CIMENT	190
ANNEXE II	192
FICHE TECHNIQUE DU SUPERPLASTIFIANT.....	192
ANNEXE III.....	193
FICHE TECHNIQUE DES BILLES DE VERRE.....	193
ANNEXE IV.....	194
VARIATION DE CONTRAINTE DE CISAILLEMENT AU COURS DE L'ESSAI.....	194
LISTE DES FIGURES.....	205

INTRODUCTION

Les propriétés à l'état frais et à l'état durci des matériaux cimentaires (coulis, mortiers, bétons) dépendent très étroitement de leur composition. Mais, les conditions de fabrication et de mise en œuvre de ces matériaux dans la construction influencent aussi de manière importante leur microstructure et leurs propriétés. L'intensité et l'histoire du cisaillement peuvent, par exemple, affecter l'état de dispersion ou d'agglomération des particules en suspension d'un matériau cimentaire frais et changer son comportement rhéologique. Ainsi, des matériaux cimentaires stables au repos ou à faible cisaillement peuvent devenir instables sous cisaillement important, conduisant à des ségrégations préjudiciables pour la qualité de l'ouvrage réalisé. De même, la mise en place par pompage ou par simple déversement, la forme et la nature des surfaces de coffrage, la présence d'armatures vont quant à elles modifier les conditions aux limites de l'écoulement et la structuration du matériau dans les coffrages affectant, notamment, les propriétés de la couche superficielle formée contre les parois. L'aspect du parement et la durabilité de cette couche superficielle du matériau peuvent en conséquence être affectés. La maîtrise de la stabilité des matériaux cimentaires lors du coulage, celle de la qualité et de la régularité des parements ainsi que celle de la protection efficace des armatures par l'enrobage, nécessite de connaître, en plus des performances intrinsèques des matériaux en fonction de leur composition, leur sensibilité aux conditions de fabrication, de mise en œuvre et de coulage dans les coffrages.

Usuellement, le comportement rhéologique des suspensions cimentaires peut être déterminé de manière précise et complète à l'aide des rhéomètres qui permettent d'identifier la loi de comportement et, donc, les caractéristiques rhéologiques de ces suspensions. Pourtant, pendant la mesure rhéométrique, sous l'action du cisaillement, la stabilité dynamique des suspensions peut être compromise détériorant la qualité et la fiabilité des mesures. Les mesures rhéométriques ainsi que les paramètres rhéologiques déterminés, supposés intrinsèques, comme le seuil d'écoulement ou la viscosité, peuvent être erronés dans la mesure où la suspension perd son homogénéité. Malgré le très grand nombre d'études consacrées au comportement rhéologique des suspensions cimentaires, surtout en ce qui concerne l'influence des paramètres de composition, très peu d'études se sont focalisées sur le problème de leur stabilité dynamique. La plupart des chercheurs se limitent à une vérification visuelle du maintien de l'homogénéité des suspensions pendant les essais. Très peu de chercheurs ont étudié le phénomène de ségrégation dynamique des particules colloïdales et non-colloïdales des suspensions cimentaires sous cisaillement et a fortiori pendant les essais rhéométriques. Par ailleurs, les conditions d'écoulement peuvent être modifiées en fonction des caractéristiques géométriques du dispositif de cisaillement d'un rhéomètre modifiant le processus de ségrégation des particules.

Face à ces problématiques, l'objectif principal de notre travail a été d'étudier la ségrégation statique et dynamique des particules colloïdales et non-colloïdales dans les suspensions cimentaires sous l'influence des différentes conditions de cisaillement afin d'évaluer leur ségrégabilité pendant les essais rhéologiques et déterminer un critère convenable.

Pour répondre à cet objectif, nous avons procédé à une étude bibliographique permettant de faire la synthèse des connaissances sur le sujet et de définir les outils les plus adaptés pour notre étude que nous avons développée en 4 étapes.

Dans une première étape, nous avons recherché à caractériser la ségrégation des particules colloïdales dans les coulis cimentaires en appliquant la méthodologie proposée par (Hoang et al., 2015) sur une configuration de rhéomètre à cylindres coaxiaux (type Couette) en suivant le même protocole qui, a priori, permet, d'une part, de caractériser le comportement rhéologique des suspensions et, d'autre part, de suivre leur stabilité pendant la caractérisation. Ce protocole se compose de deux cycles à différents paliers de taux de cisaillement et fait varier le rapport entre le volume cisailé et le volume non cisailé de la suspension dans le rhéomètre grâce au déplacement vertical du cylindre mobile par rapport au cylindre fixe. Plusieurs mesures de la masse volumique et de la fraction solide des suspensions à des moments différents de l'essai ont permis de suivre leur stabilité et d'évaluer l'ampleur d'une éventuelle ségrégation. Les résultats obtenus ont montré que ce protocole ne peut pas être appliqué en l'état mais doit être adapté en fonction des caractéristiques géométriques du rhéomètre utilisé.

Ainsi, dans une deuxième étape nous avons procédé à la comparaison systématique des résultats expérimentaux entre deux configurations de rhéomètre de type Couette avec des caractéristiques géométriques différentes : la configuration utilisée pour nos essais et la configuration utilisée par (Hoang et al., 2015) afin de clarifier l'influence des caractéristiques géométriques sur le comportement rhéologique et le potentiel de ségrégation des suspensions cimentaires. Ce travail nous a permis d'adapter le protocole proposé par (Hoang et al., 2015) et de définir un critère performant pour quantifier la ségréabilité des particules cimentaires basé sur la relation entre leur comportement rhéologique et l'évolution de leur fraction solide au cours de l'essai. La variation de ce critère en fonction des paramètres de formulation ainsi qu'en fonction du gradient de cisaillement permet de comprendre l'évolution du fluide et la précipitation des particules pendant les essais rhéométriques réalisés avec les deux rhéomètres.

Dans une troisième étape, nous avons étudié le potentiel de ségrégation statique et dynamique des billes en verre considérées comme des particules non-colloïdales dans les suspensions cimentaires en utilisant le protocole modifié. La comparaison des résultats expérimentaux entre les coulis sans billes et avec billes qui ont le même rapport E/C a permis de déterminer l'influence de la présence des particules non-colloïdales sur la ségrégation statique et dynamique des particules colloïdales du ciment dans les suspensions cimentaires. L'évolution du critère de ségréabilité au cours des essais rhéométriques du coulis sans billes et avec billes a été aussi étudiée afin de clarifier l'évolution de la ségrégation sous cisaillement.

La dernière étape de notre travail a été consacrée à une simulation numérique des écoulements des fluides dans les deux configurations de rhéomètre afin d'approfondir l'étude du processus de ségrégation des particules des suspensions pendant les essais rhéométriques. La distribution radiale et longitudinale du gradient de cisaillement dans la partie latérale et inférieure du cylindre mobile a été étudiée en détail. La comparaison des résultats trouvés dans cette partie permet d'une part, d'expliquer la différence des résultats expérimentaux et, d'autre part, de clarifier l'influence des principales caractéristiques géométriques des configurations telles que les rainures sur la paroi des

cylindres, les dimensions des cylindres etc, sur l'écoulement des fluides ainsi que sur le potentiel de ségrégation. De plus, nous avons élargi notre étude en réalisant des simulations numériques avec des configurations imaginaires dont les dimensions des rainures sur la paroi des cylindres sont différentes. Les résultats de cette partie permettent de déterminer un critère concernant la dimension limite des rainures permettant l'homogénéité du cisaillement du fluide dans le rhéomètre.

Ce travail est présenté dans les 4 chapitres de ce mémoire. Le premier est consacré à la revue bibliographique qui rappelle les connaissances sur le fonctionnement du rhéomètre rotatif à cylindres coaxiaux ainsi que les bases théoriques sur le comportement rhéologique des suspensions cimentaires et leur ségrégation. Les facteurs qui influencent la ségrégation ainsi que les méthodes pour la caractériser sont particulièrement étudiées.

Le chapitre 2 présente la mise au point d'un protocole pour caractériser la ségrégation dynamique des particules colloïdales et non-colloïdales dans les suspensions cimentaires. Les caractéristiques des matériaux et matériels utilisés, les essais ainsi que les caractéristiques géométriques de deux configurations du rhéomètre étudiées sont aussi présentées dans cette partie.

Le chapitre 3 est consacré à la caractérisation de la ségrégation statique et dynamique des billes en verre dans les suspensions cimentaires. L'évolution de la ségrégation au cours des essais rhéométriques est aussi étudiée.

Le chapitre 4 concerne les résultats numériques des simulations d'écoulement dans les configurations étudiées en utilisant le logiciel COMSOL Multiphysics. Différentes configurations de cylindre mobile ainsi que le vane sont également étudiées.

Le mémoire se termine avec les conclusions sur les résultats et les méthodes utilisées et les perspectives ouvertes par ce travail de recherche.

Chapitre 1

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

La recherche sur les matériaux cimentaires a été élargie pendant les dernières décennies, à l'étude du comportement à l'état frais. Afin de caractériser les propriétés des matériaux cimentaires au jeune âge, avant prise, la rhéologie a été introduite comme un complément aux essais simples réalisés sur chantier. La rhéométrie permet notamment de déterminer le seuil d'écoulement, la viscosité plastique ainsi que la thixotropie qui caractérisent l'écoulement des matériaux cimentaires. De très nombreuses études sont consacrées à l'établissement des courbes d'écoulement et à l'identification des propriétés rhéologiques des suspensions cimentaires. Par contre, peu d'études sont consacrées au problème de la ségrégation des particules colloïdales et non-colloïdales qui peut se produire aussi lors des essais rhéologiques, en particulier lorsque de forts taux de cisaillement sont appliqués. Ce chapitre est dédié à une revue des connaissances principales sur l'étude de la rhéologie des suspensions cimentaires et aux phénomènes de ségrégation statique et dynamique

Tout d'abord nous commençons par passer en revue les connaissances générales sur la rhéologie des matériaux cimentaires. Ensuite nous décrivons les interactions colloïdales et non-colloïdales dans les suspensions cimentaires ainsi que les différents comportements rhéologiques. Les méthodes de mesure des paramètres rhéologiques nécessaires à l'interprétation des résultats sont présentées. Enfin, l'influence des différents paramètres de composition tels que le rapport E/C, le dosage en adjuvant ainsi que la présence des particules non-colloïdales sur le comportement rhéologique des coulis cimentaires est mise en perspective.

Dans la deuxième partie, nous présentons de manière générale le phénomène de ségrégation statique et dynamique dans les suspensions cimentaires ainsi que les facteurs influençant la ségrégation des particules colloïdales et non-colloïdales. Ensuite, les méthodes de caractérisation de la ségrégation en statique et en dynamique sont aussi présentées d'une manière succincte dans la troisième partie.

La quatrième partie est consacrée à la présentation de la simulation de l'écoulement des suspensions cimentaires dans les rhéomètres rotatifs équipés de cylindres coaxiaux. La méthodologie de (Hoang et al., 2015) concernant la caractérisation de la ségrégation des coulis cimentaires, sur laquelle nous avons basé notre travail, sera présentée de manière détaillée dans la cinquième partie.

Enfin, en se basant sur la synthèse de l'état de l'art, la problématique de notre travail est présentée.

1.1 Rhéologie des suspensions cimentaires

1.1.1. Notions de base de la rhéologie

Par définition, la rhéologie est l'étude de la déformation et de l'écoulement de la matière sous l'effet d'une contrainte appliquée, variable ou non au cours du temps. Le but de l'étude du comportement rhéologique d'un fluide est d'estimer le système de forces nécessaires pour causer une déformation spécifique, ou la prédiction des déformations causées par l'application des forces. Il est ainsi possible d'établir des relations entre les contraintes, les déformations et le temps d'application ou de réponse du matériau.

1.1.1.1 Contrainte de cisaillement

Au cours d'un mouvement laminaire de cisaillement, les couches sont animées d'un mouvement relatif les unes par rapport aux autres : deux couches successives, au contact l'une de l'autre, se déplacent relativement l'une par rapport à l'autre (G.Conrazé et al., 2014). Nous pouvons ainsi dire que la contrainte de cisaillement est la force que l'on exerce par unité de surface du fluide :

$$\tau = \frac{dF}{dS} \quad (Pa) \quad \text{Eq 1-1}$$

Avec

dS : surface élémentaire d'une couche cisillée.

dF : projection de la force tangentielle.

1.1.1.2 Gradient (taux) de cisaillement

On considère un fluide s'écoulant entre deux plateaux parallèles, dont l'un se déplace à une vitesse constante et l'autre est stationnaire (vitesse nulle). Pour un mouvement laminaire plan, on a les relations suivantes :

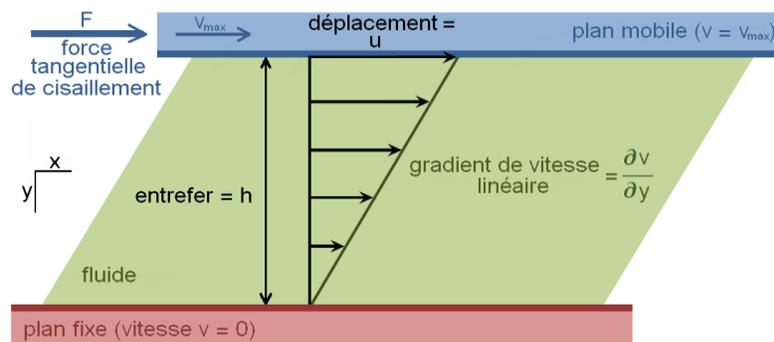


Figure 1-1 : Schéma de la déformation de cisaillement (Briant et al., 1985)

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} = \frac{d}{dt} \left(\frac{dx}{dy} \right) = \frac{d}{dy} \left(\frac{dx}{dt} \right) = \frac{dv}{dy} \quad (s^{-1}) \quad \text{Eq 1-2}$$

Avec γ la déformation de deux couches successives de matériau cisillé.

La viscosité est le rapport entre la contrainte de cisaillement τ (Pa) et le gradient de cisaillement $\dot{\gamma}$ (s^{-1}). La viscosité dynamique ou apparente (μ) est définie par la relation :

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \text{ (Pa.s)} \quad \text{Eq 1-3}$$

1.1.1.3 Seuil d'écoulement

Le seuil d'écoulement τ_0 est défini comme la contrainte minimale à atteindre pour que le fluide s'écoule. D'après (Ovarlez et al., 2011), lorsque $\tau \geq \tau_0$, les fluides sont en régime liquide et leur loi d'écoulement stationnaire s'écrit $\tau = f(\dot{\gamma})$ avec $\tau \rightarrow \tau_0$ quand le taux de cisaillement $\dot{\gamma} \rightarrow 0$. Leur caractère de fluide à seuil simple implique que l'état stationnaire est atteint quasi-instantanément (aux effets viscoélastiques près) lorsque l'on change abruptement le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ imposé, quel que soit l'état de départ en régime liquide. Lorsque $\tau \leq \tau_0$, les fluides à seuil sont en régime solide et ont un comportement essentiellement élastique linéaire.

1.1.1.4 Comportement viscoélastique

Lorsque $\tau \leq \tau_0$, les fluides à seuil peuvent se comporter en général comme des solides viscoélastiques. La contrainte τ peut alors s'écrire :

$$\tau(t) = G'(\gamma_0 \sin \omega t) + G''(\gamma_0 \cos \omega t) \quad \text{Eq 1-4}$$

Avec G' le module élastique

G'' le module visqueux

γ_0 l'amplitude de déformation ($\gamma(t) = \gamma_0 \sin \omega t$)

D'après (Ovarlez et al., 2011), ces grandeurs s'apparentent à la réponse d'un solide de Kelvin-Voigt à la sollicitation oscillatoire. Ce modèle, qui se représente comme un ressort et un piston visqueux en parallèle, peut s'écrire sous la forme :

$$\tau = G\gamma + \eta\dot{\gamma} \quad \text{Eq 1-5}$$

Alors, G et G'' ont une interprétation simple :

$$G' = G \text{ et } G'' = \eta\omega \quad \text{Eq 1-6}$$

1.1.1.5 Fluides complexes

En régime permanent, les différents types d'écoulement sont généralement définis par leur rhéogrammes aussi appelés courbes d'écoulement. Pour les suspensions cimentaires, plusieurs recherches ont démontré que leur comportement rhéologique est analogue à celui des fluides Binghamiens (Ferraris et al., 1998), (Hu *et al.*, 1995).

La courbe d'écoulement d'un matériau Binghamien est une droite dont l'équation à la forme suivante :

$$\tau = \tau_0 + \mu\dot{\gamma} \quad \text{Eq 1-7}$$

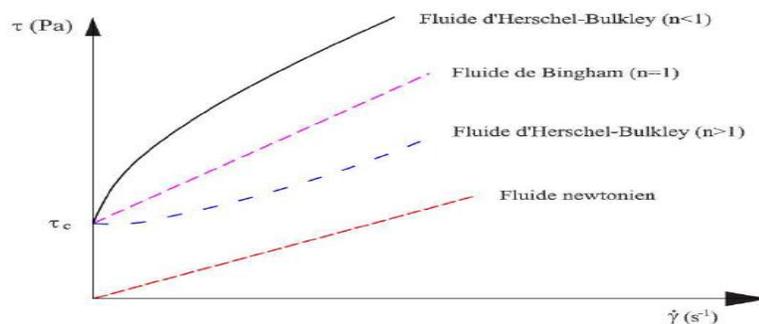
Avec

- τ (Pa) la contrainte de cisaillement
- τ_0 (Pa) le seuil de cisaillement
- μ (Pa.s) la viscosité plastique
- $\dot{\gamma}$ (1/s) le taux de cisaillement.

Cependant, selon (De Larrard *et al.* 1998), la relation entre la contrainte de cisaillement n'est pas toujours linéaire en fonction du gradient de cisaillement, donc le modèle Herschel-Buckley est proposé par plusieurs auteurs comme (Atzeni *et al.* 1985) (Papo *et al.*, 1988) (Cyr *et al.*, 1999) (Yahia et Khayat 2007), (Nguyen *et al.*, 2011), (Schwartzentruber *et al.* 2006), (Roussel *et al.* 2005) pour la caractérisation des propriétés rhéologiques des matériaux cimentaires. Le modèle d'Herschel-Bulkley à la forme suivante :

$$\begin{cases} \dot{\gamma} = 0 & \text{si } \tau \leq \tau_0 \\ \tau = \tau_0 + \mu\dot{\gamma}^n & \text{si } \tau \geq \tau_0 \end{cases} \quad \text{Eq 1-8}$$

Ce modèle est une combinaison du modèle de Bingham, pour lequel $n = 1$ et du modèle d'Ostwald, pour lequel $\tau_0 = 0$. Lorsque $n < 1$, le modèle d'Herschel-Bulkley décrit un comportement viscoplastique rhéofluidifiant. Dans le cas contraire ($n > 1$), il décrit un comportement viscoplastique rhéoépaississant (**Error! Reference source not found.**).



*Figure 1-2 : Relation entre le gradient de vitesse et la contrainte pour différents types de fluides. (Vu *et al.*, 2010)*

1.1.2. Ecoulement dans un rhéomètre à cylindres coaxiaux

1.1.2.1 Rhéomètres rotatifs à cylindres coaxiaux

Le principe de fonctionnement des rhéomètres rotatifs à cylindres coaxiaux consiste à cisailier un échantillon du fluide étudié entre deux cylindres coaxiaux de même hauteur H dont un cylindre est fixe et l'autre est en mouvement de rotation avec une vitesse angulaire Ω sous l'effet d'un couple de rotation correspondant M . Les rhéomètres rotatifs à cylindres coaxiaux sont souvent utilisés pour la caractérisation rhéologique des coulis cimentaires (Curcio et DeAngelis, 1998) (Roussel et Le Roy, 2005), (Phan et al., 2006).

Le principe de pilotage d'un rhéomètre est de contrôler le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ pour mesurer la contrainte de cisaillement τ ou vice versa. Dans le premier cas, la contrainte de cisaillement τ communiquée au cylindre intérieur pour le maintenir en rotation à un taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ spécifié est mesurée. Au contraire, dans le deuxième cas, c'est le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ du cylindre intérieur soumis à une contrainte de cisaillement τ spécifiée qui est mesuré. **La ~~Error!~~ Reference source not found.** représente schématiquement le principe de fonctionnement des rhéomètres rotatifs à cylindres coaxiaux fonctionnant dans le cas où le cylindre intérieur de diamètre R_i est en mouvement de rotation pendant que le cylindre extérieur de diamètre R_e demeure fixe. Les grandeurs utilisées dans l'établissement des relations analytiques sont aussi représentées sur cette figure.

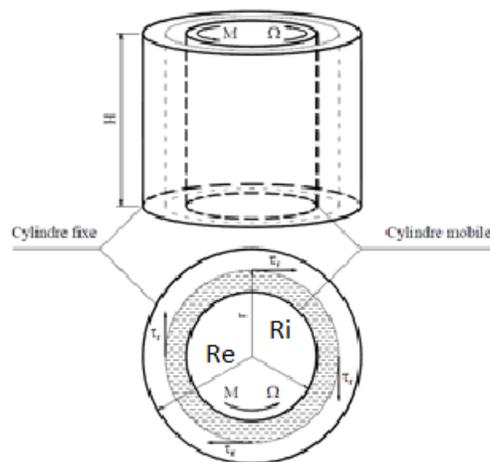


Figure 1- 3 : Représentation schématique du principe de fonctionnement des rhéomètres rotatifs à cylindres coaxiaux (Nguyen et al., 2007)

(Nguyen et al., 2007) a démontré que, si le fluide suit un écoulement, il se décompose en différentes couches cylindriques concentriques de même hauteur qui tournent relativement les unes sur les autres. La vitesse d'écoulement et la contrainte de cisaillement en un point quelconque sont

respectivement perpendiculaires à l'axe de révolution et tangente à la surface cylindrique contenant ce point.

La contrainte de cisaillement sur la surface longitudinale entre les deux cylindres de rayon r et hauteur H est exprimée par :

$$\tau = \frac{M}{2\pi r^2 H} \quad \text{Eq 1-9}$$

Avec M le couple de rotation communiqué au cylindre intérieur mobile.

Nous avons aussi la relation entre le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ et la vitesse de rotation Ω en considérant que l'entrefer entre les cylindres est étroit :

$$\dot{\gamma} = \frac{2R_e^2}{R_e^2 - R_i^2} \Omega \quad \text{Eq 1-10}$$

Avec R_e et R_i sont le rayon du récipient et du mobile respectivement.

Ce type de rhéomètre est approprié pour mesurer les propriétés rhéologiques des suspensions cimentaires (Wallevik et al., 2015). (Feys et al., 2017) listent plusieurs avantages quant à l'utilisation de ce type de rhéomètre: i) la distribution du gradient de cisaillement est constante dans le cas d'un faible entrefer horizontal ($R_i/R_e=0.99$) mais les géométries à large entrefer permettent aussi de caractériser les suspensions composées de grandes particules ; ii) la surface de deux cylindres est large ce qui fournit une bonne précision de mesure et iii) comparativement aux autres géométries, la surface libre est limitée.

Cependant, de multiples erreurs et inexactitudes de mesure ainsi que d'interprétation des résultats peuvent facilement avoir lieu (Wallevik et al., 2015) : dégradation mécanique et locale du matériau, réactions chimiques, glissement sur la paroi, turbulence, effets de fond ("*end effects*") concernant le cisaillement du fluide dans la partie inférieure du cylindre mobile, *etc.* Dans tous ces cas, les équations basiques ne peuvent pas être appliquées et les résultats expérimentaux doivent être exploités différemment. Parmi ces phénomènes, le glissement sur la paroi et les effets de fond apparaissent très souvent dans de multiples configurations d'écoulement et dans le cas des fluides dont le comportement peut être viscoélastique, viscoplastique et thixotrope (Kissi et al., 2006).

1.1.2.2 Glissement sur la paroi

Le glissement sur la paroi (**Error! Reference source not found.**) a lieu lors d'un écoulement d'un fluide diphasique ou multiphasique dans un rhéomètre à cause du déplacement des phases dispersées loin des parois solides des cylindres, laissant une couche avec une viscosité plus faible le long de la paroi (Barnes et al., 1997). Ce phénomène induit une perte de contact entre l'échantillon et l'équipement. Donc, les résultats bruts mesurés ne représentent pas les propriétés

intrinsèques du fluide et les mesures dépendent dans ce cas des conditions d'étude. Autrement dit, les résultats rhéologiques changent avec la rugosité de surface des cylindres.

Afin d'éviter ce problème, il faut augmenter la rugosité des parois des cylindres. Pour cela, les géométries des rhéomètres peuvent être recouvertes d'un support de rugosité contrôlée, ou d'un papier de verre qui peut être ajusté selon les matériaux à caractériser. Typiquement, on utilise un papier dont la rugosité est au minimum deux fois supérieure à la plus grande dimension des particules soumises au cisaillement (Kissi et al., 2006). Dans notre étude sur les coulis cimentaires dont la dimension des particules varie de 0 à 150 μm , il faut que les surfaces des géométries aient la valeur de 300 μm pour la rugosité minimale afin d'éviter le glissement sur la paroi.

Une autre méthode, spécifique pour les fluides à seuil et thixotropes, est l'utilisation d'une géométrie vane. Cette méthode donne accès aux caractéristiques du matériau pour de faibles sollicitations. Cependant, cette méthode risque de changer l'écoulement dans le rhéomètre car une hétérogénéité de cisaillement peut se créer par la présence de pales. (Barnes et al., 2002) (Ovarlez et al., 2012).

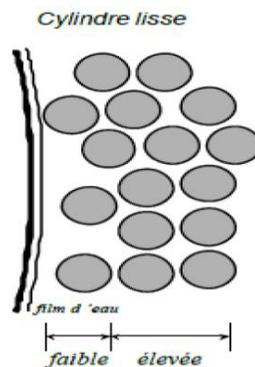


Figure 1- 4 : Schéma simplifié de l'effet de paroi d'une suspension mono disperse contre un cylindre lisse (Hoang et al, 2015).

1.1.2.3 Effets de fond ("end effects")

La présence de fluide entre le dispositif mobile et le fond du récipient affecte les valeurs des mesures rhéométriques. Lors de l'évaluation des propriétés rhéologiques, il faut tenir compte du couple s'exerçant sur le fond du mobile et des perturbations de l'écoulement dans cette région. (Highgate et al., 1969)

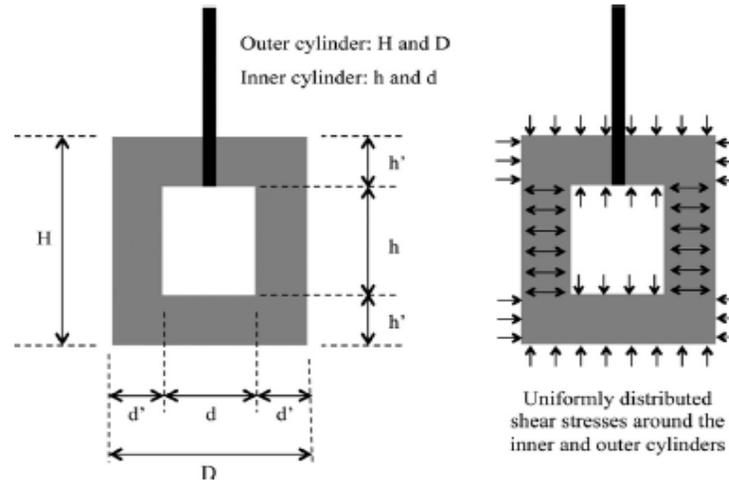


Figure 1- 5 : Distribution de la contrainte de cisaillement autour d'une géométrie de cylindres coaxiaux (Assaad et al. 2016)

(Güciyener et al., 2002) a décrit le couple mesuré par le rhéomètre comme la somme du couple appliqué sur surface latérale du mobile, M_g , et celui au fond du mobile, M_f .

$$M_t = M_g + M_f \tag{Eq 1- 11}$$

Avec M_g exprimé par :

$$M_g = 2\pi R_b^2 H \tau \tag{Eq 1- 12}$$

Et M_f exprimée par :

$$M_f = \frac{2\pi}{3} R_b^3 \tau \tag{Eq 1- 13}$$

Où R_b est le rayon du cylindre intérieur et H est la hauteur du mobile.

Nous pouvons déduire finalement la relation entre la contrainte de cisaillement, le couple et la géométrie utilisée.

$$\tau = \frac{M_t}{2\pi R_b^2 H \left(1 + \frac{R_b}{3H}\right)} \tag{Eq 1- 14}$$

De multiples méthodes ont été proposées pour minimiser ou éviter ce problème. (Mooney et al., 1934) a ajouté au fond du cylindre intérieur un cône. (Harrington et al., 1916) et (Couette et al., 1890) ont proposé de fixer la paroi supérieure et le fond du mobile. Cependant, une autre méthode intéressante est d'utiliser un mobile cylindrique avec un fond creux (Mallock et al., 1888). Ce creux va piéger une bulle d'air dont la taille dépend de la vitesse de pénétration du mobile dans le fluide. L'utilisation de ce type de mobile induit une incertitude de mesure parce que les résultats

dépendent de la façon dont le mobile pénètre dans le fluide, ce qui est difficile à contrôler (Highgate et al., 1969).

(Highgate et al., 1969) sont, à notre connaissance, les seuls qui ont travaillé sur l'influence du gap (distance verticale entre le mobile et le fond du récipient) d'un fluide Newtonien (**Error! Reference source not found.**). Leurs résultats sont à confronter à ceux d'(Ovarlez et al., 2012) qui ont déclaré une zone morte inférieure du mobile où peut avoir lieu la précipitation des particules (**Error! Reference source not found.**). (Hoang et al., 2015) ont confirmé cette affirmation en trouvant une similarité du comportement rhéologique d'un coulis stable lorsque le gap varie entre 1 et 10 mm. Cependant, ils ont montré que la valeur du gap influe fortement sur les résultats d'un coulis ségrégatif. Leur travail va être présenté de manière plus détaillée par la suite.

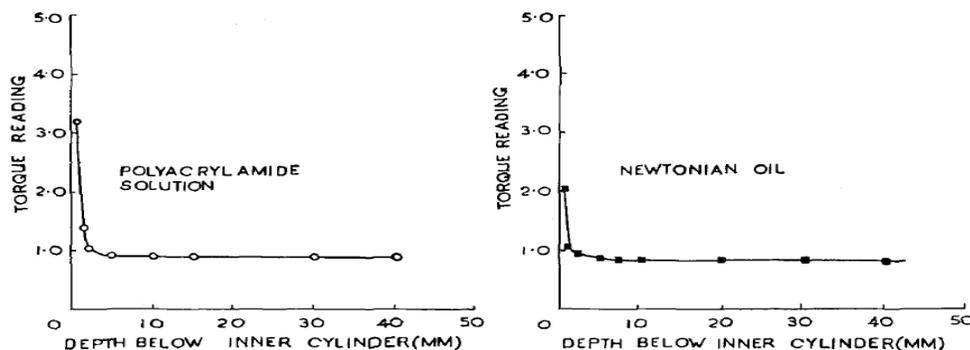


Figure 1- 6 : Influence du gap sur les résultats rhéométriques d'un fluide à seuil et d'un fluide Newtonien. (Highgate et al., 1969)

1.1.3. Suspensions cimentaires

1.1.3.1 Fraction volumique

Dans l'industrie du ciment, les quantités des constituants sont souvent exprimées en rapport massiques compte-tenu que les valeurs données correspondent à une unité de volume d'un mètre cube. Cependant, pour décrire le comportement des suspensions il est courant en rhéologie d'exprimer les proportions des solides, des liquides et éventuellement des gaz (présence de l'air occlus) en fonction du volume relatif occupé dans l'espace. En général, on considère que la quantité d'air est négligeable et que l'on est en présence de seulement deux phases, l'une solide et l'autre liquide. La fraction volumique totale qui est la somme des fractions volumiques solide et liquide est considérée égale à l'unité.

La fraction volumique solide des éléments dans un fluide interstitiel ϕ_s est définie par le ratio entre le volume des éléments et le volume total de la pâte.

$$\phi_s = \frac{V_s}{V_s + V_f} \quad \text{Eq 1- 15}$$

Avec V_s le volume des particules solides présentes dans la suspension.

V_f le volume du fluide interstitiel.

Dans le cas d'un liant composé de ciment et d'addition minérale, on relie la concentration volumique Φ_s du liant dans un coulis au rapport massique E/C (eau/ciment) par les relations suivantes (Cyr et al., 1999):

$$\Phi_s = \frac{X}{X + \frac{E}{C}} \quad \text{Eq 1-16}$$

$$\text{Avec } X = \left(\frac{1}{\rho_c} + \frac{p}{(1-p)\rho_a} \right)$$

Où p est la proportion massique de l'addition minérale dans le liant et ρ_c et ρ_a sont respectivement les densités du ciment et de l'addition minérale utilisés.

1.1.3.2 Fraction volumique de percolation et de densité maximale

Afin de supporter une certaine contrainte sans écoulement, la suspension doit avoir un réseau interne créé par l'interaction des particules. Une limite de ce système constitue le cas d'un coulis dilué (rapport E/C élevé) où les particules cimentaires (floculées ou seules) sont suffisamment éloignées les unes des autres. Dans ce cas, aucun réseau de percolation n'est formé et les interactions colloïdales sont négligeables. Ce rapport E/C élevé correspond à une fraction volumique de percolation ϕ_{perc} en dessous de laquelle, la suspension a un comportement Newtonien et aucun seuil d'écoulement n'est détecté. La valeur de ϕ_{perc} se trouve environ entre 20 et 40% dans la littérature (Toutou et al., 2006), (Flatt et al., 2006) et (Perrot et al., 2012).

(Roussel et al. 2010) ont introduit une fraction volumique de densité maximale des coulis cimentaires ϕ_m dont la valeur est de 80%. Ils ont montré aussi qu'il existe aussi la fraction volumique de divergence ϕ_{div} qui est estimée à $0,84\phi_m$. À cette fraction volumique élevée, les particules doivent pousser les particules voisines pour initier leurs mouvements, ce qui entraîne une expansion du volume de la suspension afin de créer l'espace pour les grains. Ce phénomène est appelé la dilatance.

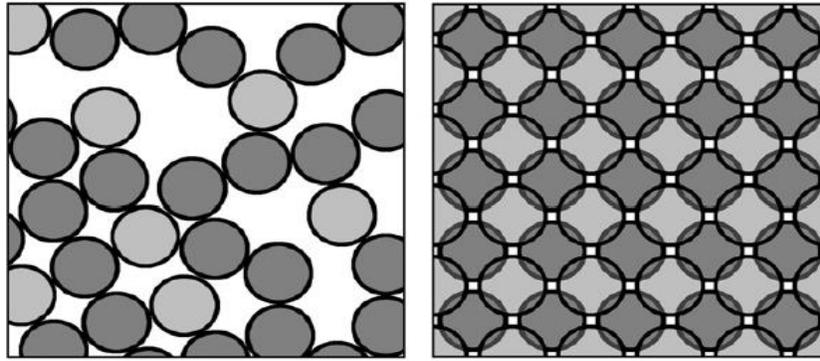


Figure 1- 7 : (a) : Empilement des particules sphériques rigides en contact et à distribution aléatoire ($\phi_s = 0.55$). (b) : Empilement ordonné des particules dans le cas de la fraction volumique de densité maximale ($\phi_s = 0.74$). (Roussel et al., 2010)

1.1.3.3 Interactions colloïdales

Les coulis cimentaires sont considérés comme des suspensions de particules de multiples dimensions (de l'ordre du micromètre jusqu'à une centaine de micromètres). Ils sont composés essentiellement d'un liant hydraulique qui est le ciment auquel on rajoute une certaine quantité d'eau. Les proportions du rapport eau sur ciment, noté E/C , varient entre 0,30 et 0,85 (Kikukawa et al., 1990). Il existe plusieurs interactions au sein d'une suspension cimentaire : interactions colloïdales, forces Browniennes, forces hydrodynamiques ou multiples forces de contact entre les particules (Roussel et al. 2010). La domination de ces interactions dépend de la dimension des particules et de la fraction volumique dans la suspension. Pour les particules colloïdales (diamètre de l'ordre du micron), les effets de la gravité sont négligeables.

Juste après malaxage, le coulis cimentaire est en période dite dormante pendant laquelle, les réactions chimiques d'hydratation sont fortement ralenties.

À faible distance, les particules de ciment sont attirées par la force de Van der Waals (Flatt et al., 2004) ce qui domine toutes les autres interactions colloïdales et impose la distance inter-particulaire (Flatt et al., 2004), (Flatt et al., 2009). Cette force se décrit par l'expression :

$$F = \frac{A_0 a^*}{12H^2} \quad \text{Eq 1- 17}$$

Où a^* (nm) le rayon de courbure de la particule au point de contact

H (nm) la distance de séparation entre les surfaces internes

A_0 la constante de Hamaker (Roussel et al., 2010)

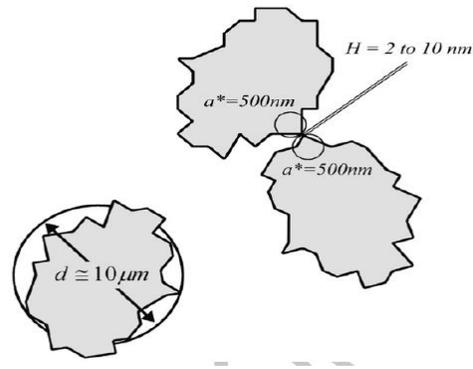


Figure 1- 8 : Le diamètre, le rayon de courbure moyenne et la distance entre les surfaces internes au point de contact (Roussel et al. 2010)

De plus, il existe aussi les forces électrostatiques engendrées par les charges électriques de la surface des particules et la présence des ions absorbés à la surface (Flatt et al., 2009). Ces forces peuvent être dominées par les obstacles stériques résultant des ajouts d'adjuvants fluidifiants à base de polymères lors de la formulation des suspensions cimentaires.

1.1.3.4 Interactions non-colloïdales

D'après (Coussot et al., 2005), quand la distance h entre les particules non-colloïdales plongées dans une suspension est suffisamment élevé ($h > r$ où r est le rayon d'une particule, considérée sphérique), aucune interaction n'apparaît. La situation change significativement quand les particules s'approchent, spécifiquement dans le cas où h est considérablement inférieure à r et équivalente à la rugosité des particules ε (**Error! Reference source not found.**). Ceci augmente la viscosité de la suspension. Il existe deux types de contact entre les particules solides plongées dans une suspension :

- ❖ **Contact lubrifié** : h est plus important que ε et il existe encore une couche de fluide interstitiel entre les particules. Aucun contact direct entre les particules n'existe et une force plus élevée est nécessaire afin d'entraîner un mouvement relatif entre les particules que celle dans le cas où $h > r$.
- ❖ **Contact direct** : la distance inter particulaire h est égale ou plus petite que ε , les éléments de la surface solide des particules se touchent. Ceci peut entraîner des interactions complexes dont l'importance dépend de plusieurs paramètres (caractéristiques du fluide interstitiel, dimensions et vitesse des particules, etc).

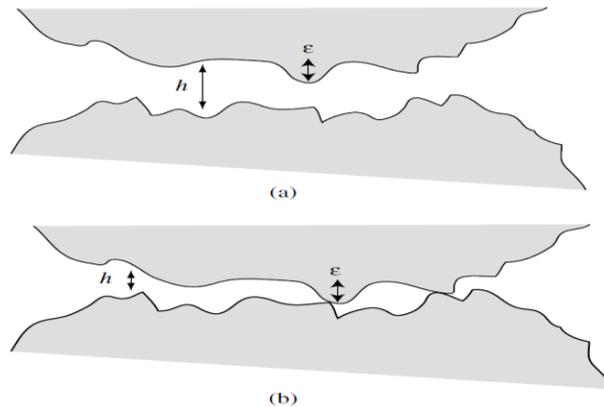


Figure 1- 9 : Schéma représentant les deux types d'interaction entre les particules solides : a) contact lubrifié ; b) contact direct (Coussot et al., 2005)

1.1.4. Rhéologie des suspensions cimentaires contenant des particules non-colloïdales

Les propriétés rhéologiques des suspensions cimentaires dépendent de plusieurs caractéristiques complexes qui sont difficiles à comprendre (Stickel and Powel, 2005). Cette complexité vient de la variété des interactions entre les particules (colloïdales, hydrodynamiques, frictionnelles etc.) ainsi que des propriétés physiques des particules solides (fraction volumique, déformabilité, réseau, etc.). (Mahaut et al., 2008) a proposé de considérer les bétons et les mortiers comme des suspensions de particules non-colloïdales dans un milieu continue où le coulis (ciment + eau) est le fluide interstitiel. Autrement dit, les propriétés mécaniques du mélange ne dépendent que de celles du fluide interstitiel ainsi que de la fraction volumique et la distribution des particules solides. Les conditions pour que les particules soient considérées comme non-colloïdales sont les suivantes :

- Les dimensions des particules non colloïdales doivent être beaucoup plus grandes que celles qui composent le fluide.
- Les résultats rhéométriques dépendent seulement des propriétés mécaniques de la suspension.
- Les résultats rhéométriques sont indépendants des dimensions des particules non-colloïdales dans le cas particules sphériques monodisperses.
- Il n'existe pas d'interactions physicochimiques entre les particules ainsi qu'entre les particules et le fluide interstitiel.

1.1.4.1 Module élastique

Le module élastique G' est souvent mesuré par des essais où une déformation oscillatoire est appliquée. La **Error! Reference source not found.** présente les résultats de (Roussel et al., 2012) concernant la comparaison du module élastique d'un coulis de rapport $E/C = 0,4$ entre un essai de cisaillement constant dans lequel le coulis est cisailé à $0,005 \text{ s}^{-1}$ et un essai d'oscillation avec 1 Hz de fréquence et la déformation augmente de 10^{-5} à 10^{-1} . Nous pouvons observer deux valeurs

critiques de la déformation qui divisent la variation du G' en 3 parties. La première partie correspond au régime strictement élastique où G' reste constant. Une diminution brutale du G' observée dans la 2^e partie signifiant la fin du régime élastique bien que l'écoulement n'ait pas encore commencé. Cette diminution signifie la destruction des réseaux des floccs cimentaires. La dernière partie concerne le début de l'écoulement.

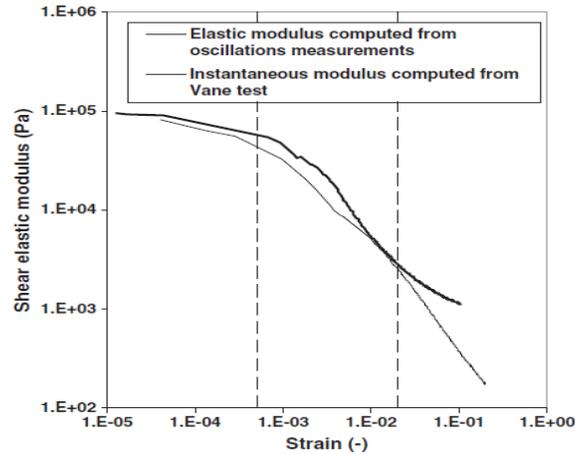


Figure 1- 10 : Module élastique en fonction de la déformation lors d'essais d'oscillation avec 1 Hz de fréquence et 0,005 s⁻¹ de gradient de cisaillement. (Roussel et al., 2012)

(Mahaut et al., 2008) a étudié l'évolution du module élastique adimensionnel $G'(\phi)/G'(0)$ pour plusieurs types de coulis contenant une fraction volumique ϕ_s de particules non-colloïdales. Nous pouvons observer initialement sur la **Error! Reference source not found.** que l'évolution de ce module adimensionnel est indépendante des propriétés physicochimiques du fluide interstitiel et des particules solides. Ceci démontre l'absence des interactions physicochimiques entre les particules et le fluide. De plus, nous pouvons constater aussi grâce à la **Error! Reference source not found.** que le rapport $G'(\phi)/G'(0)$ ne dépend pas des dimensions des particules. Ceci correspond à l'absence d'interactions physicochimiques dans le mélange. Les résultats sont indépendants du module élastique du fluide interstitiel et les résultats sont cohérents avec la loi de (Krieger et Dougherty, 1959) qui s'écrit :

$$G'(\phi) = G'(0) \frac{1}{1 - \frac{\phi_s}{\phi_m}} \quad \text{Eq 1- 18}$$

Avec $G'(\phi)$ module élastique du mélange (fluide interstitiel + particules non-colloïdales)

$G'(0)$ module élastique du fluide interstitiel

ϕ_m égale à 0,8 dans le cas des suspensions cimentaires d'après (Roussel et al., 2009)

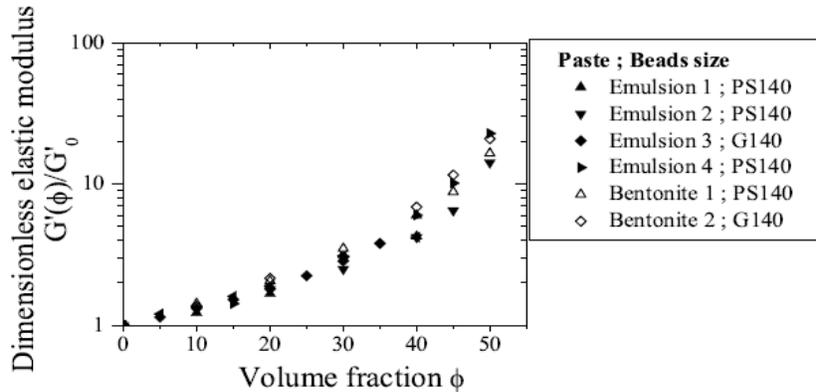


Figure 1- 11 : $G'(\phi)/G'(0)$ en fonction de la fraction volumique solide Φ billes de polystyrène de $174\mu\text{m}$ pour deux suspensions de bentonite et quatre émulsions dont le module élastique varie entre 300 et 3000 Pa (Mahaut et al.,2008)

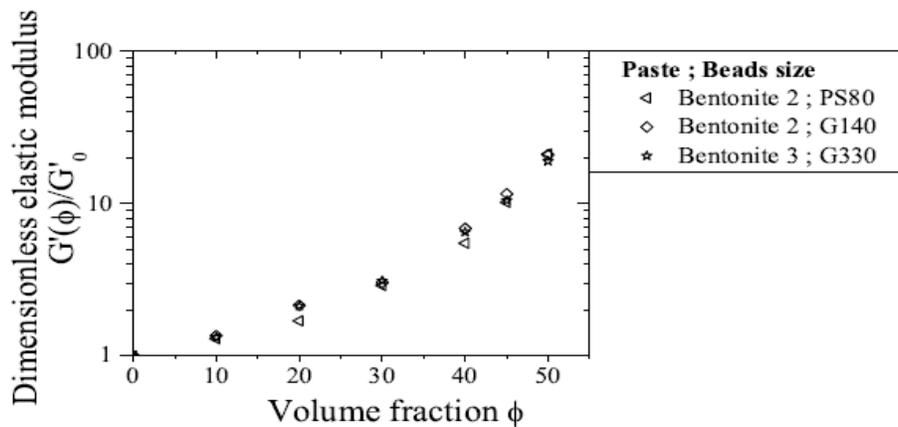


Figure 1- 12 : $G'(\phi)/G'(0)$ en fonction de la fraction volumique solide Φ de billes polystyrène de $80, 174, 330\ \mu\text{m}$ pour une suspension de bentonite (Mahaut et al.,2008)

1.1.4.2 Seuil d'écoulement

La majorité des suspensions cimentaires peuvent supporter une certaine valeur de contrainte de cisaillement sans s'écouler (Roussel et al., 2012). Cependant, un écoulement macroscopique est atteint lorsqu'une contrainte appliquée surmonte ce que peut être supporté par les interactions du réseau des particules. Cette valeur critique est appelée seuil d'écoulement (Tattersall et al., 1983). Le seuil d'écoulement d'une suspension de particules colloïdales peut être prédit par le modèle Yodel (Flatt et al., 2007) sous la forme :

$$\tau_0 = \frac{m \frac{A_0 a^*}{d^2 H^2} (\phi_s^2 (\phi_s - \phi_{perc}))}{\phi_m (\phi_m - \phi_s)} \tag{Eq 1- 19}$$

Avec m un facteur qui dépend de la distribution de la dimension des particules

- ϕ_s la fraction volumique des particules
- ϕ_{perc} la fraction volumique de percolation
- ϕ_m la fraction volumique de densité maximale

Cette relation sépare la contribution de la force interparticulaire et la contribution de la quantité des particules qui dépend de la fraction volumique.

Comme pour le module élastique, la **Error! Reference source not found.** montre une évolution du seuil d'écoulement adimensionnel des suspensions en fonction de la fraction volumique Φ . Nous observons initialement que le seuil augmente avec l'augmentation de la fraction volumique. Ces résultats sont attendus quand il existe aucune interaction physicochimique entre les particules non-colloïdales et les particules cimentaires. L'expression du seuil d'écoulement adimensionné peut se décrire suivant l'équation :

$$\tau_0(\phi, t) = \tau_0(0, t) \sqrt{(1 - \phi_s) G'(\phi) / G'(0)} \quad \text{Eq 1-20}$$

Avec $G'(\phi)$ le module élastique du mélange (fluide interstitiel + particules non-colloïdales)

$G'(0)$ le module élastique du fluide interstitiel

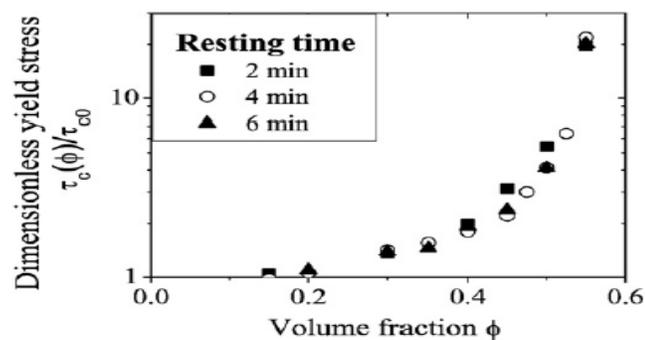


Figure 1-13 : $\tau_0(\phi)/\tau_0(0)$ d'un coulis cimentaire en fonction de la fraction volumique ϕ de billes de polystyrène de 2 mm pour différents temps de repos après le malaxage (Mahaut et al., 2008)

1.1.4.3 Viscosité

Dans le cas des suspensions très diluées ($0 \leq \phi_s \leq 0,05$), les particules sont suffisamment éloignées les unes des autres et nous pouvons négliger leurs interactions mutuelles. La viscosité effective η d'une suspension stabilisée et diluée suit la relation d'Einstein (Einstein et al., 1906):

$$\frac{\eta}{\eta_f} = 1 + 2.5\phi_s \quad \text{Eq 1-21}$$

Avec η_f la viscosité du fluide.

ϕ_s la fraction volumique

Cette approche suppose que les particules plongées dans la suspension sont sphériques et qu'il existe une continuité de la vitesse d'écoulement le long de l'interface entre les éléments et le fluide.

(Batchelor et al., 1977) ont élargi cette limite à $\phi_s \leq 0,15$ en proposant une nouvelle relation :

$$\frac{\eta}{\eta_f} = 1 + 2.5\phi_s + K(\phi_s^2) \quad \text{Eq 1- 22}$$

Avec ϕ_s^2 représentant les interactions hydrodynamiques entre les particules ; K est fixé à 6,2 selon (Batchelor et al., 1977) en tenant compte de l'équilibre entre le mouvement Brownien et l'interaction hydrodynamique.

Il existe encore de nombreux modèles concernant cette relation dans la littérature :

(Krieger and Dougherty, 1959):

$$\frac{\eta}{\eta_f} = \left(1 - \frac{\phi_s}{\phi_m}\right)^{-2,5\phi_m} \quad \text{Eq 1- 23}$$

(Leighton et Acrivos, 1986) :

$$\frac{\eta}{\eta_f} = \left(1 - \frac{\phi_s}{\phi_m}\right)^{-2} \quad \text{Eq 1- 24}$$

(Morris et al., 1999):

$$\frac{\eta}{\eta_f} = 1 + 2.5\phi_s \left(1 - \frac{\phi_s}{\phi_m}\right)^{-1} + 0,1 \left(\frac{\phi_s}{\phi_m}\right)^2 \left(1 - \frac{\phi_s}{\phi_m}\right)^{-2} \quad \text{Eq 1- 25}$$

1.1.4.4 Thixotropie

(Mujumdar et al., 2002) ont défini la thixotropie comme une « déstructuration réversible de la structure particulaire sous cisaillement, la structure formée au repos étant souvent (mais non nécessairement) associée à un seuil d'écoulement ».

Pour un fluide à seuil, la thixotropie se caractérise, au repos ou lorsque la contrainte est inférieure à la contrainte seuil, par une augmentation du module élastique en fonction du temps de repos. Lorsque la contrainte est supérieure à la contrainte seuil, le matériau s'écoule et la viscosité se met à diminuer (**Error! Reference source not found.**). Il y a compétition entre la structuration et la déstructuration durant l'écoulement. Les matériaux cimentaires présentent des aspects thixotropes sur des intervalles de temps assez court (Hafid et al., 2016).

Le comportement du matériau dépend donc du temps, de l'histoire d'écoulement et des propriétés physico-chimiques du matériau. L'effet d'hydratation du ciment donne une irréversibilité de l'évolution du matériau. Cependant, l'hydratation du ciment se produit très lentement durant la

période dormante. (Roussel et al., 2012) ont proposé de distinguer deux types de thixotropie. La thixotropie à court terme, due à la floculation colloïdale, correspond à la première valeur critique de la déformation (**Error! Reference source not found.**). La thixotropie à long terme correspondant à la deuxième valeur critique de la déformation et est associée au début de l'hydratation.

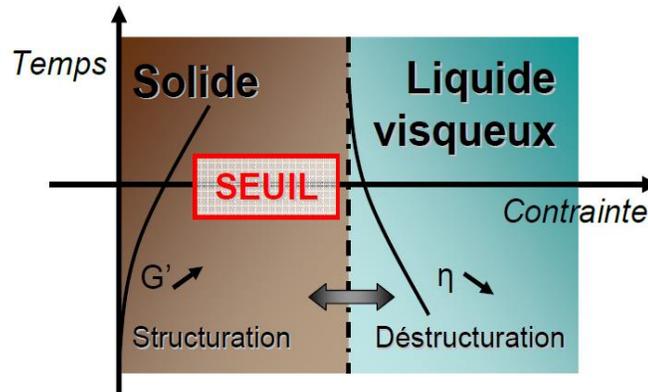


Figure 1- 14 : Schéma de principe du comportement d'un fluide à seuil thixotrope. (Mahaut et al. 2009)

Sous l'effet de la thixotropie, le seuil d'écoulement du coulis τ_0 augmente en fonction du temps de repos. (Roussel et al., 2012) et (Mahaut et al., 2008) proposent de l'évaluer avec un taux de thixotropie, noté A_{thix} (Pa/min) qui représente l'augmentation du seuil d'écoulement du coulis en fonction du temps. Donc, l'évolution du seuil d'écoulement, pour un temps de repos t après le malaxage ou le pré cisaillement peut se décrire :

$$\tau_0(0, t) = \tau_0(0) + A_{thix}t \quad \text{Eq 1- 26}$$

Avec $\tau_0(0)$ le seuil d'écoulement du coulis juste après le malaxage

$\tau_0(0, t)$ le seuil d'écoulement du coulis après le temps de repos t

Comme il n'existe aucune interaction physicochimique entre les particules non-colloïdales et le coulis, le taux de thixotropie A_{thix} n'est pas influencé par la présence des particules non-colloïdales. L'évolution d'une suspension cimentaire avec une fraction volumique ϕ_s peut s'écrire :

$$\tau_0(\phi_s, t) = \tau_0(0)\sqrt{(1 - \phi_s)G'(\phi)/G'(0)} + A_{thix}\sqrt{(1 - \phi_s)G'(\phi)/G'(0)}t \quad \text{Eq 1- 27}$$

1.1.4.5 Cinétique de structuration et déstructuration

(Ferron et al., 2015) ont montré que les cinétiques de structuration et déstructuration des coulis cimentaires dépendent considérablement de l'histoire et de l'intensité du cisaillement. Quand la structuration domine, les interactions au sein du réseau formé par les particules se développent ce qui amène une augmentation de la taille des floes. Cependant, la destruction de ces réseaux quand la cinétique de déstructuration domine accompagne la diminution de la taille des floes.

La **Error! Reference source not found.** présente une diminution de 11,7% de la longueur des floccs quand le coulis est soumis à une vitesse de rotation $N = 400$ tours par minute (tpm) d'après les travaux (Ferron et al., 2015). Cette diminution de la taille des particules signifie une déstructuration du coulis, ce qui correspond à l'augmentation du nombre de flocc par minute (**Error! Reference source not found.**). Cependant, la taille des floccs augmente au cours d'essai avec une faible vitesse de rotation $N = 40$ tours par minute (**Error! Reference source not found.**). Cette augmentation est cohérente avec la réduction de la quantité des particules (**Error! Reference source not found.**) ce qui indique une formation des floccs. De plus, l'influence de l'histoire de cisaillement sur la cinétique de structuration est plus importante que celle sur la cinétique de déstructuration. Nous pouvons observer que la taille des floccs dans la pâte soumise à un cisaillement varie de grande à faible intensité ($N = 400-40-400$ tpm). Dans la première période où $N = 400$ tpm, la déstructuration domine qui résulte en la diminution de la taille des floccs. Quand l'intensité du cisaillement est réduite, l'échantillon commence à se restructurer. Cependant, nous observons que la taille des floccs restructurés à 1200 s est plus élevée que celle en début d'essai. Autrement dit, une pâte cimentaire soumise à un gradient de cisaillement décroissant peut subir une augmentation de la viscosité ainsi que du seuil d'écoulement.

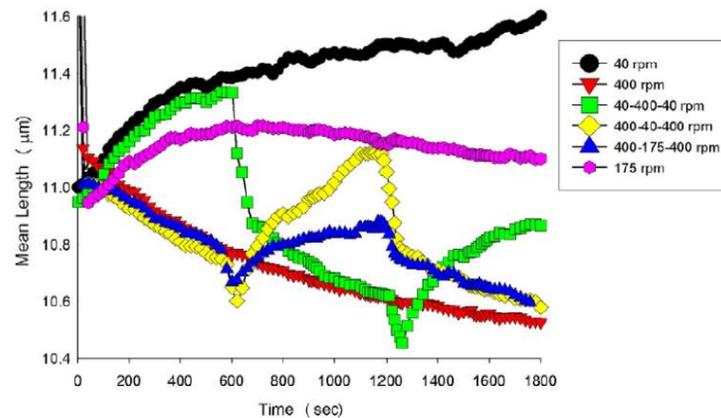


Figure 1- 15 : Evolution de la longueur des floccs cimentaires dans un coulis soumis à différentes conditions de cisaillement. (Ferron et al., 2015)

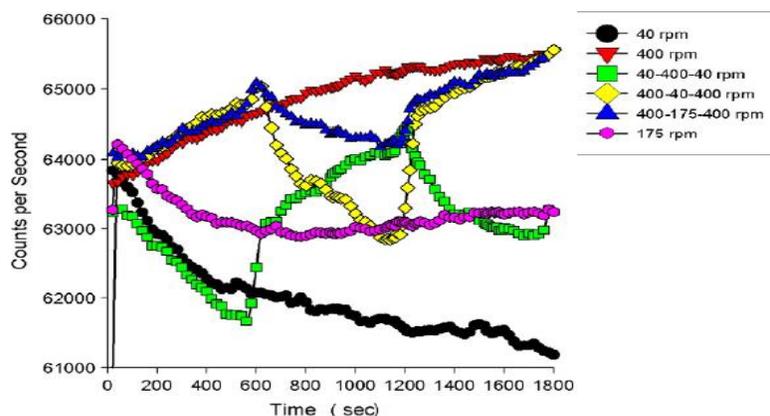


Figure 1- 16 : Nombre des floccs cimentaires dans un coulis soumis à différentes conditions de cisaillement. (Ferron et al., 2015)

1.1.4.6 Comportement rhéologique

(Roussel et al., 2010) indiquent que le comportement rhéologique des coulis cimentaires est fortement influencé par le gradient de cisaillement. Plus précisément, le comportement macroscopique des coulis peut être caractérisé par deux transitions : i) comportement rhéofluidifiant avec les faibles $\dot{\gamma}$ ce qui est le résultat de la transition entre le régime colloïdal et le régime visqueux et ii) comportement rhéoépaississant à fort $\dot{\gamma}$ ce qui correspond à la transition entre le régime visqueux et le régime inertiel (**Error! Reference source not found.**). Les valeurs de $\dot{\gamma}_c^F$ et $\dot{\gamma}_c^{Re}$ sont les gradients de cisaillement critiques de transitions du régime colloïdal au régime visqueux et du régime visqueux au régime inertiel respectivement. En effet dans la littérature, aucun comportement rhéofluidifiant n'est observé à 1000 s^{-1} pour les coulis de E/C = 0,6 (Rosquoet et al., 2003, Sonebi et al., 2006) tandis qu'un comportement rhéoépaississant est observé à 10 s^{-1} pour un coulis E/C = 0,22 (Lootens et al., 2003).

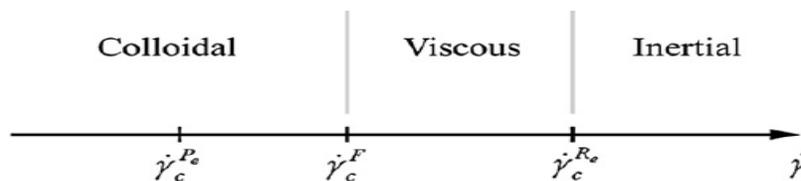


Figure 1- 17 : Les transitions entre les régimes colloïdal, visqueux et inertiel en fonction du gradient de cisaillement pour les suspensions de particules cimentaires rigides avec les forces attractives de van Der Waals. (Roussel et al., 2010)

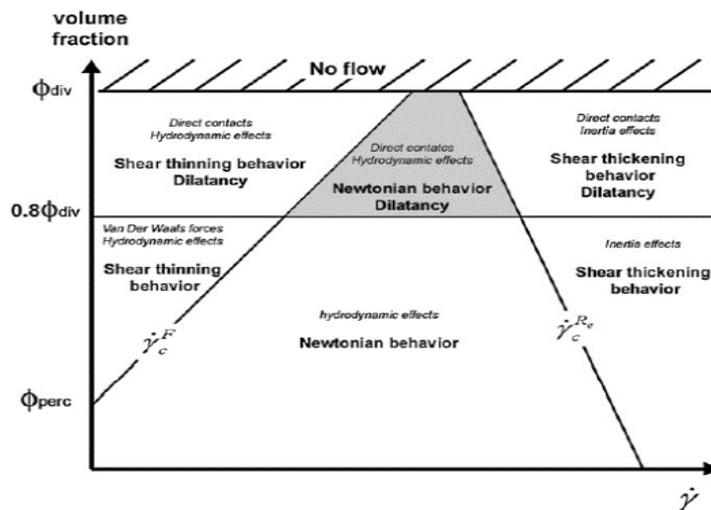


Figure 1- 18 : Classification rhéo-physique des coulis cimentaires (Roussel et al. 2010)

(Roussel et al., 2010) ont proposé aussi une classification rhéo-physique du comportement rhéologique des suspensions cimentaires par rapport à leurs fractions solides et le gradient de cisaillement appliqué (**Error! Reference source not found.**). Nous notons l'importance de la fraction volumique de percolation Φ_{perc} au-dessous de laquelle il n'existe aucun contact direct entre

les particules et le coulis présente un comportement Newtonien. De plus, il existe une fraction volumique critique ϕ_{div} à partir de laquelle le seuil d'écoulement et la viscosité divergent. La fraction volumique de transition $0,85*\phi_{div}$, sépare les suspensions entre une phase où le seuil d'écoulement ne dépend que d'un réseau des interactions de Van der Waals et une phase où un réseau des contacts directs gouverne le comportement rhéologique.

1.1.4.7 Facteurs influençant la rhéologie des coulis cimentaires

Le comportement et les propriétés rhéologiques des coulis sont fortement influencés par les paramètres de formulation comme : le rapport E/C ; les caractéristiques chimiques et physiques du ciment ; la présence d'additions minérales ; les adjuvants ; la proportion de chacun des constituants dans le mélange ; le temps écoulé depuis le contact eau-ciment (histoire du coulis) ; la vibration ou mise en œuvre particulière, etc.

1.1.4.7.1 Rapport eau-ciment

Le rapport eau/ciment (E/C) est certainement le paramètre le plus influent sur les propriétés rhéologiques. En général., l'augmentation du rapport E/C diminue le seuil de cisaillement et la viscosité plastique. De nombreux travaux ont été réalisés sur l'effet du rapport E/C sur ces paramètres rhéologiques (Yeoh et al., 1982), (Tattersall et Banfill, 1983), (Tattersall et al., 1991), (Mork et al., 1994), (Mørtsell et al., 1996), (Geiker *et al.* 2002), (Wallevik et al., 2004).

Lorsque la quantité d'eau dans un coulis cimentaire augmente, la fraction volumique solide diminue et la distance entre les particules de ciment augmente. Ceci réduit le processus de coagulation (floculation), c'est-à-dire, que la probabilité de créer des jonctions entre les particules diminue. Plusieurs études ont confirmé que les coulis cimentaires non adjuvés présentent un comportement rhéo-fluidifiant qui peut être décrit de manière très satisfaisante par le modèle de Herschel-Bulkley (**Error! Reference source not found.** et **Error! Reference source not found.**).

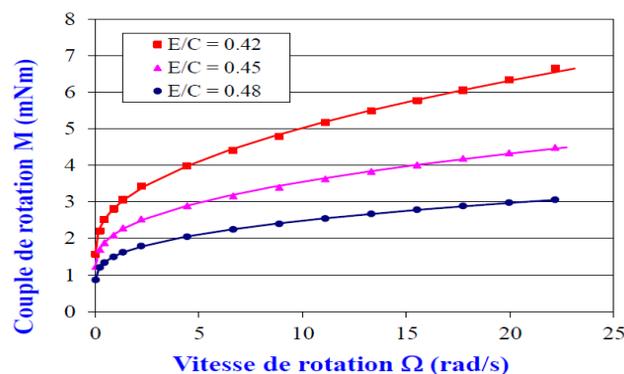


Figure 1- 19 : Variation du couple de rotation M en fonction de la vitesse de rotation Ω pour des coulis cimentaires non adjuvés (Nguyen et al., 2007).

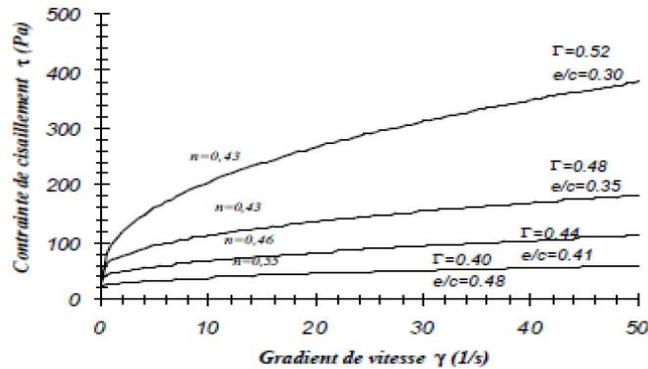


Figure 1- 20 : Courbes d'écoulement des coulis cimentaires non adjuvés (Cyr et al., 1999)

1.1.4.7.2 Influence des adjuvants

Les adjuvants organiques sont utilisés pour améliorer le comportement global des matériaux cimentaires. Il existe plusieurs types d'adjuvants qui sont classés selon leur mode d'action principal. Nous pouvons citer, entre autres, les superplastifiants (haut réducteur d'eau), entraîneurs d'air, agents de viscosité ou les accélérateurs et les retardateurs de prise.

La **Error! Reference source not found.** présente une schématisation de l'effet des principaux types d'adjuvant dans un matériau cimentaire proposé par (Beaupré et al., 1994).

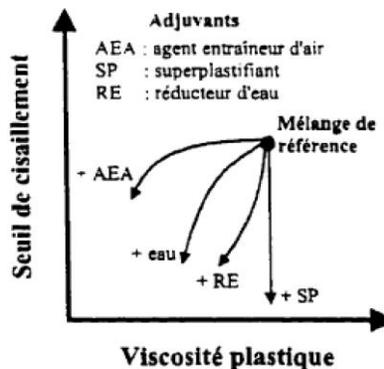


Figure 1- 21 : Effet de l'addition d'eau ou de différents adjuvants sur la rhéologie des matériaux cimentaires (Beaupré et al., 1994)

L'utilisation de superplastifiants ou hauts réducteurs d'eau augmente la fluidité des coulis cimentaires. En s'adsorbant à la surface des particules de ciment puis en se positionnant entre elles, les superplastifiants augmentent les forces de répulsions électrostatiques et stériques. Cela induit moins de contact entre ces particules et donc un meilleur écoulement du matériau frais. Le dosage doit être maîtrisé, lorsqu'on incorpore des doses croissantes de superplasticifiant, il est possible de passer d'un comportement rhéofluidifiant (traduit par une valeur $n < 1$) à un comportement rhéopaisissant ($n > 1$) (**Error! Reference source not found.**) (Cyr et al., 1999), (Banfill et al., 2011).

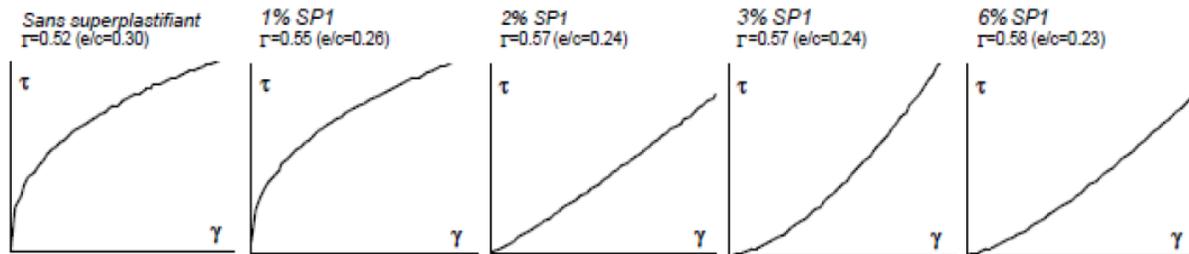


Figure 1- 22 : Effet de la quantité de superplastifiant sur l'allure des courbes d'écoulement et sur le comportement rhéologique des suspensions pures de ciment. (Cyr 1999)

1.2 Ségrégation des suspensions cimentaires

La ségrégation est définie comme la capacité des particules cimentaires de se déplacer vers le fond du récipient pendant la production, le transport et la mise en place. Ce phénomène apparaît plus facilement lorsque la fraction de la phase liquide est plutôt importante et/ou le seuil de mise en écoulement de la suspension est faible. Le phénomène de ségrégation des matériaux cimentaires peut apparaître pendant la phase de repos, sous l'effet de la gravité (ségrégation statique), ou pendant son écoulement (ségrégation dynamique). Ce phénomène est également contrôlé par les propriétés rhéologiques des coulis comme la masse volumique, les dimensions des particules ou la fraction volumique, le seuil, etc. (Esmailkhanian et al., 2014).

1.2.1. Ségrégation des particules colloïdales

1.2.1.1 Ségrégation statique

En principe, un coulis cimentaire au repos, doit rester homogène malgré une différence significative de la densité entre l'eau et les grains cimentaires (Perrot et al., 2012). En effet, trois phénomènes physiques agissent dans un coulis au repos :

- Mouvement Brownien qui ne dépend que de la température.
- Forces colloïdales attractives qui dépendent de la distance moyenne entre les particules
- Force de gravité.

Généralement, les forces colloïdales attractives dominent le mouvement Brownien : le coulis se comporte comme un fluide à seuil et un réseau de percolation apparaît. Les grains forment alors un réseau tridimensionnel résistant à la sédimentation sous certaines conditions (Ovarlez et al., 2012)). Si les forces colloïdales dominent la force de gravité, les particules sont piégées dans ce réseau des interactions colloïdales et par conséquent ne peuvent pas modifier leur position relative. Le coulis est alors stable, aucune sédimentation n'est observée. Cependant, si la force de gravité domine des forces colloïdales, les particules peuvent sédimenter. Ceci entraîne un déplacement relatif des particules cimentaires dans le fluide, appelé sédimentation (**Error! Reference source**

not found.), ou un déplacement du fluide interstitiel entre les particules cimentaires, appelé ressuage (**Error! Reference source not found.**).

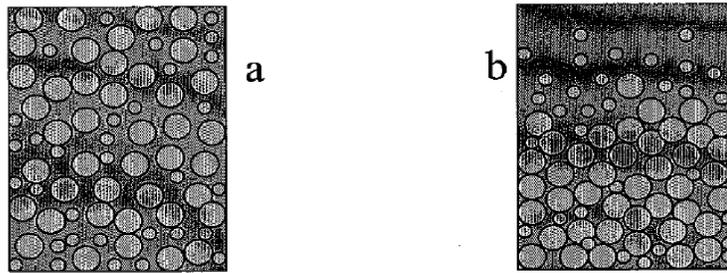


Figure 1- 23 : Suspension défloculée et phénomène de sédimentation : a) état initial de la suspension ; b) état final (Gelade et al., 2001)

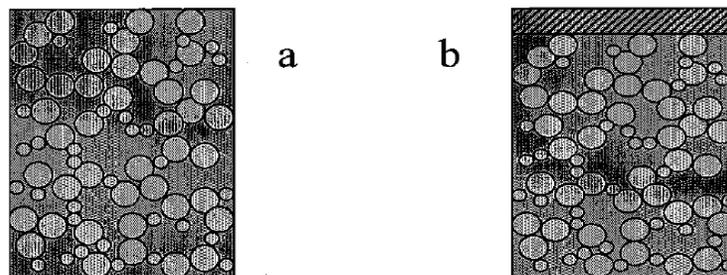


Figure 1- 24 : Suspension défloculée et phénomène de ressuage : a) état initial de la suspension ; b) état final (Gelade et al., 2001)

(Perrot et al. 2012) ont divisé le potentiel de ressuage des coulis basée sur la fraction volumique (**Error! Reference source not found.**) en 3 zones. Il existe une fraction volumique de percolation $\phi_{perc} = 0,38$ correspondant à $E/C=0.53$. Si $\phi_s \leq \phi_{perc}$, la distance entre les deux particules est suffisamment importante et le réseau d'interaction ne peut pas résister au mouvement Brownien. Le coulis est alors instable. Cette valeur est cohérente avec les résultats de (Hoang et al., 2015) concernant la ségrégation des coulis (**Error! Reference source not found.**). Si $\phi_s \geq \phi_{perc}$, il existe assez de particules dans le système pour créer le réseau des interactions qui résiste alors au mouvement Brownien.

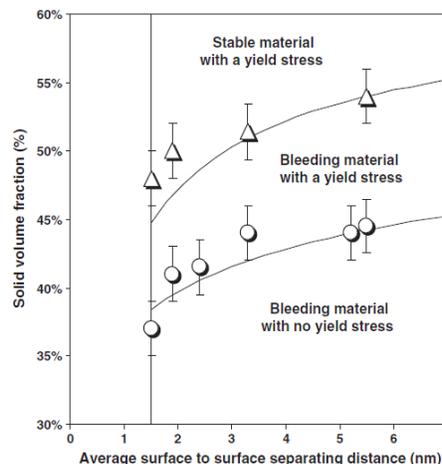


Figure 1- 25 : Classification du potentiel de ressuage des coulis cimentaires basée sur la fraction volumique et la distance moyenne entre les particules cimentaires (Perrot et al., 2012)

1.2.1.2 Ségrégation sous cisaillement

Sous l'effet d'un cisaillement, les suspensions cimentaires stables au repos peuvent devenir instables (Shen et al., 2015). Autrement dit, le cisaillement amplifie la ségrégation des particules colloïdales.

(Mansoutre et al., 1999) a divisé les caractéristiques des suspensions de C_3S entre des phases différentes en se basant sur la fraction solide ϕ_s sous les formes suivantes (**Error! Reference source not found.**):

- Les suspensions pour lesquelles $\phi_s \leq 0,38$ (correspondant à $E/C \geq 0,53$), sont considérées comme des suspensions avec un réseau de floccs non formé et qui ne résiste pas à la sédimentation. Donc, une ségrégation statique au repos et dynamique sous cisaillement se produisent. Ces résultats sont cohérents à ceux de (Perrot et al., 2012).
- Quand $\phi_s \geq 0,41$ (correspondant à $E/C \leq 0,45$), la pâte est à l'état flocculé dans lequel les interactions interparticulaires sont fortement attractives et les mouvements des particules sont limités. Aucune ségrégation statique et dynamique n'est observée.
- Dans l'état intermédiaire où $0,38 \leq \phi_s \leq 0,41$, le réseau de floccs peut être facilement détruit sous cisaillement et l'apparition des contacts interparticulaires pendant l'écoulement est observé. Dans ce cas, le coulis reste stable au repos mais la ségrégation peut apparaître sous cisaillement.

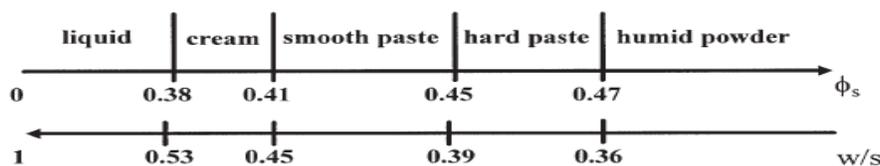


Figure 1- 26 : Classification des suspensions de C_3S suivant sa fraction solide (Mansoutre et al., 1999)

(Hoang et al., 2015) ont divisé la ségrégabilité des coulis sous l'influence de la teneur en eau et du dosage en superplastifiant (SP) en 3 zones. Ils ont montré que, avec une assez faible valeur du rapport E/C et du dosage en superplastifiant, il n'existe aucune ségrégation statique et dynamique. Cette zone se distingue d'une autre zone où la ségrégation statique et dynamique apparaît en même temps par une zone intermédiaire dans laquelle les coulis sont stables en repos mais deviennent ségrégatifs sous cisaillement. Ces résultats avec les coulis non-adjuvantés sont cohérents avec ceux de (Mansoutre et al., 1999) et (Perrot et al., 2012) où les rapports E/C critiques pour avoir de la ségrégation statique et dynamique sont respectivement 0,53 et 0,45.

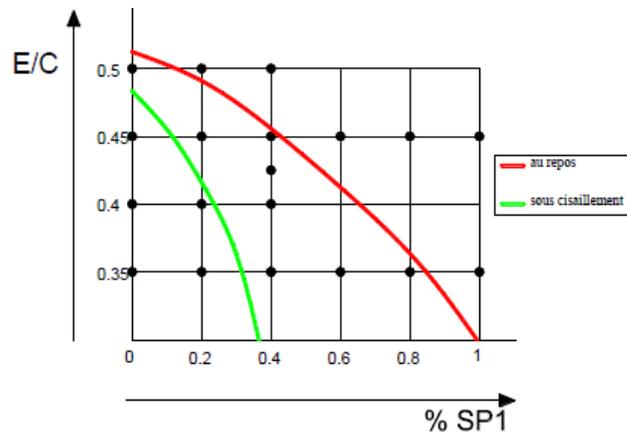


Figure 1- 27 : Diagramme de la ségréabilité des coulis cimentaire (Hoang et al. 2015)

1.2.1.3 Facteurs influençant la ségrégation des coulis cimentaires

L'intensité de la sédimentation d'une suspension dépend de nombreux paramètres et elle est d'autant plus importante que la concentration en solide est faible, que la viscosité du liquide est petite, que la différence de masse volumique entre les particules solides et le liquide est élevée, que la taille des particules solides est grande... (Chhabra et al., 2006).

1.2.1.3.1 Intensité du cisaillement

La sédimentation peut s'intensifier lors du cisaillement dans les rhéomètres car ce dernier conduit à libérer les particules solides des liaisons interparticulaires, favorisant ainsi l'accentuation de ce phénomène. Ceci a été reporté dans les travaux de (Gelade., 2001) qui ont constaté, par des mesures gammadensimétriques, que des coulis cimentaires qui restent homogènes au repos, présentent une sédimentation au cours des essais rhéométriques (**Error! Reference source not found.**). Il a observé la formation d'un culot de sédimentation pour un niveau de cisaillement faible. Il a constaté par ailleurs que le fort taux de cisaillement peut disperser le culot formé à faible cisaillement, qui est représenté par une augmentation moins importante de la fraction solide dans la partie au fond du rhéomètre (**Error! Reference source not found.**). Ce phénomène est également démontré dans l'étude de Jarny *et al* par des mesures IRM (Imagerie de Résonance Magnétique) (Jarny *et al.* 2008).

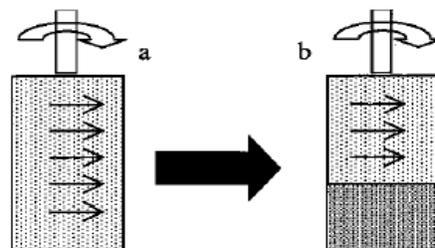


Figure 1- 28 : Phénomène de sédimentation pendant l'essai rhéologique a) au début de l'essai ; b) après un certain temps (Gelade et al., 2001)

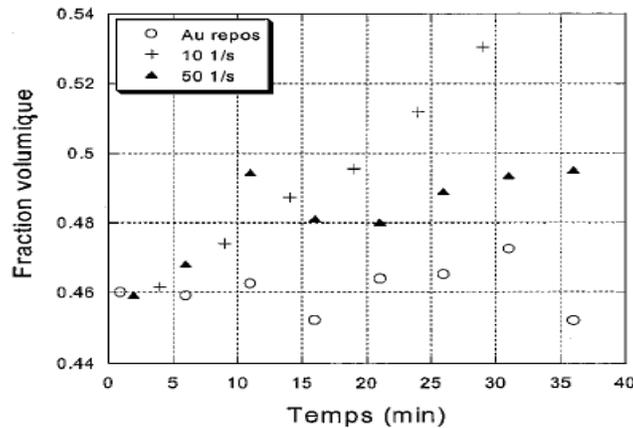


Figure 1- 29 : Expérience de Gélade faite sur un coulis stable au repos et soumis à différents taux de cisaillement (Gelade 2001).

1.2.1.3.2 Rapport eau/ciment

La quantité d'eau joue le rôle majeur dans la stabilité des coulis au repos. L'augmentation du rapport E/C éloigne la distance entre les particules ce qui empêche la formation d'un réseau floclé et par conséquent, favorise la ségrégation des grains cimentaires. Ce phénomène est bien montré dans les études de (Houlsby et al., 1990) et de (Perrot *et al.* 2012) où en l'absence de superplastifiant, le potentiel de ressuage des coulis cimentaires augmente en fonction du rapport E/C (**Error! Reference source not found.**).

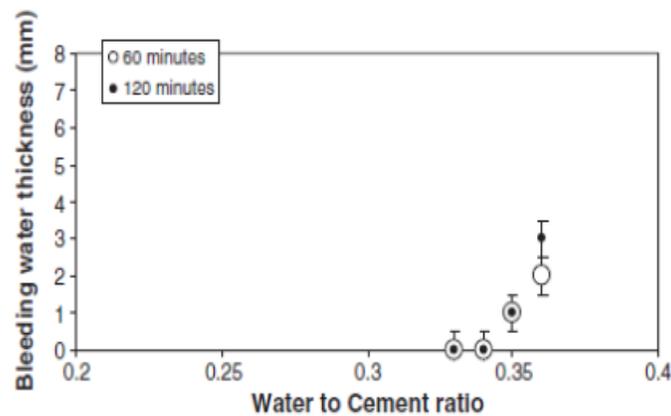


Figure 1- 30 : Ressuage des coulis sans adjuvant en fonction du rapport E/C (Perrot et al. 2012)

En ce qui concerne l'influence du rapport E/C sur la ségrégation sous cisaillement, l'étude de (Bhatty et Banfill, 1982) a permis de montrer qu'il existe une valeur limite du rapport E/C au-dessous de laquelle aucun gradient de concentration ne serait développé, permettant ainsi d'éviter tout problème de sédimentation sous cisaillement (**Error! Reference source not found.**). Ce résultat est bien en accord avec celui de (Gelade et al., 2001).

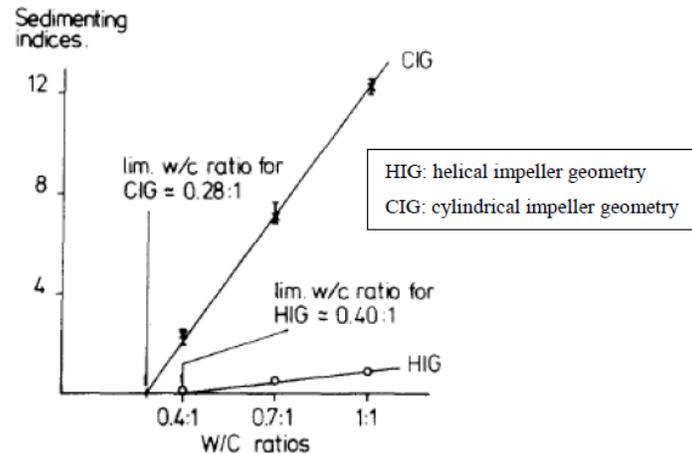


Figure 1- 31 : Effet du rapport E/C sur la sédimentation des coulis cimentaires sous cisaillement pour deux géométries (CIG et HIG) (Bhatty et Banfill 1982)

1.2.1.3.3 Superplastifiants

En présence de superplastifiant, les interactions attractives sont diminuées et les particules sont défloculées. Au-delà d'un certain dosage, une sédimentation des particules peut apparaître. Une étude sur l'influence des adjuvants sur la ségrégation des suspensions de ciment de (Neubauer *et al.*, 1998) a permis de confirmer que la ségrégation peut se produire même à très faible dosage en superplastifiant. Par ailleurs, comme le montre la **Error! Reference source not found.**, un changement significatif dans la structure des sédiments est observé entre 3% et 4% de superplastifiant qui indique le changement du potentiel de ségrégation à cause du superplastifiant. Il est aussi intéressant d'observer que, après un certain temps, la sédimentation des coulis n'évolue plus ce qui indique une forme de saturation (consolidation).

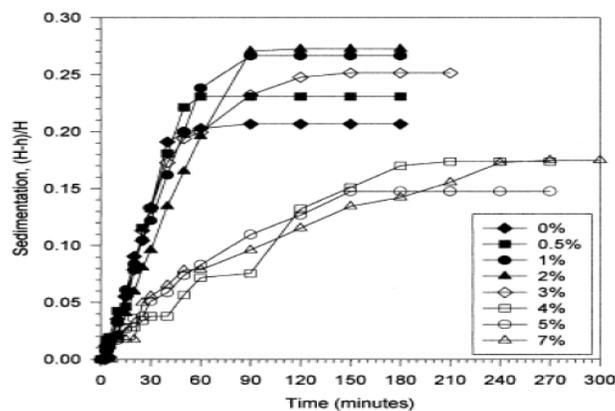


Figure 1- 32 : Sédimentation des coulis avec différents dosages en superplastifiant (Neubauer *et al.*, 1998)

1.2.2. Ségrégation des particules non-colloïdales

1.2.2.1 Ségrégation statique

Selon (Ovarlez et al., 2012) « Le seuil du fluide interstitiel peut suffire à stabiliser les particules au repos ». Plus précisément, une particule sphérique de diamètre d et de masse volumique ρ_s plongée dans un fluide interstitiel subit une force de gravité ($\rho_s g \pi d^3/6$) qui lutte contre la force d'Archimède ($-\rho_f g \pi d^3/6$) et une force de drainage due au seuil du fluide interstitiel.

Dans le régime laminaire, la force de drainage F_d qui s'exerce sur une particule sphérique se déplaçant avec une vitesse V_s dans un fluide de viscosité apparente μ s'écrit :

$$F_d = 3\pi d \eta V_s \quad \text{Eq 1- 28}$$

La viscosité apparente η dans un fluide à seuil peut être écrite sous forme :

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = \frac{\tau_0 + f(\dot{\gamma})}{\dot{\gamma}} \quad \text{Eq 1- 29}$$

Avec τ_0 est le seuil d'écoulement du fluide interstitiel.

Le gradient $\dot{\gamma}$ autour de la particule est calculé par l'expression :

$$\dot{\gamma} = \frac{kV_s}{d} \quad \text{Eq 1- 30}$$

Le paramètre k est égal à 1 pour les fluides Binghamien dans le travail de (He et al., 2001), (Roussel et al., 2006). A l'état d'équilibre, la résultante des forces de gravité et d'Archimède est égale à la force drainage. Nous avons :

$$F_d = \frac{\pi d^3}{6} |\rho_s - \rho_f| g \quad \text{Eq 1- 31}$$

En combinant les équations (Eq 1-28, 1-29, 1-30, 1-31), nous trouvons :

$$\tau_0 + f\left(\frac{kV_s}{d}\right) = k \frac{d}{18} V_s |\rho_s - \rho_f| g \quad \text{Eq 1- 32}$$

Alors, la vitesse absolue de la particule dans le fluide est :

$$V_s = \frac{d}{k} f^{-1}\left(\frac{kd}{18} |\rho_s - \rho_f| g - \tau_0\right) \quad \text{Eq 1- 33}$$

S'il n'existe pas de ségrégation, la vitesse V_s est égale à 0 et l'équation (Eq 1-33) devient :

$$\frac{d}{18} |\rho_s - \rho_f| g = \frac{\tau_0}{k} \quad \text{Eq 1- 34}$$

Grace à l'équation (Eq 1-34), nous pouvons déterminer un diamètre critique de la particule, d_c , à partir duquel la ségrégation apparaît :

$$d_c = \frac{18\tau_0}{|\rho_s - \rho_f|gk} \quad \text{Eq 1- 35}$$

Cette relation signifie qu'avec une même répartition granulaire, si on néglige les interactions entre les particules non-colloïdales dans un fluide à seuil, les particules de faible diamètre peuvent rester stables tandis les autres avec un diamètre plus élevé ségrègent. (Roussel et al., 2006).

Nous pouvons déterminer aussi le seuil d'écoulement critique en dessous duquel la sédimentation statique d'une particule non-colloïdale de diamètre d peut avoir lieu dans le fluide :

$$\tau_0 = \frac{|\rho_s - \rho_f|gdk}{18} \quad \text{Eq 1- 36}$$

(Roussel et al., 2006) ont proposé une distance minimale entre les deux particules afin d'avoir la ségrégation dans le cas d'un fluide Binghamien :

$$\delta = \frac{9\tau_0}{2|\rho_s - \rho_f|g} \quad \text{Eq 1- 37}$$

Basé sur les théories précédentes, (Roussel et al., 2006) ont défini les cas où il existe la ségrégation des particules non-colloïdales dans les coulis cimentaires :

- Si le diamètre des particules sphériques est inférieur au diamètre critique montré dans l'équation (Eq 1-35), les particules sont stables car la contrainte causée par les forces de gravité et d'Archimède ne peut pas dépasser celle causée par le seuil d'écoulement du fluide.
- Si le diamètre des particules est supérieur au diamètre dans l'équation (Eq 1-35) mais la distance entre les particules est inférieure à la distance minimale défini par l'équation (Eq 1-37), la ségrégation ne peut pas encore avoir lieu. A ce niveau, le seuil d'écoulement ne peut plus stabiliser les particules mais les particules ne peuvent pas ségréger car la combinaison des forces de gravité et d'Archimède ne dépasse pas la force attractive des particules.
- Si le diamètre des particules est supérieur au diamètre critique et la distance entre les particules est supérieure à la distance minimale, nous observons maintenant le phénomène de ségrégation au repos des particules non-colloïdales.

1.2.2.2 Ségrégation sous cisaillement

Toutes les suspensions sont stables au repos si le seuil du fluide interstitiel satisfait l'équation 1-36. Ce qui donne un comportement solide de la suspension en régime statique. Cependant, la sédimentation ou la ségrégation peut avoir lieu dès l'application d'une contrainte de cisaillement. Plus précisément, sous l'effet du cisaillement, la distribution de la contrainte d'une suspension est

équivalente à celle d'un fluide simple de même viscosité apparente et les particules vont ségréger à cause de la différence de densité.

La sédimentation sous l'effet de l'écoulement dans les fluides à seuil des particules non-colloïdales qui restent stables au repos a tout d'abord été étudiée par (Merkak et al., 2008) dont le travail concerne l'écoulement d'une solution de Carbopol avec une quantité de billes de verre de diamètre entre 130-700 μm dans un tube cylindrique. L'écoulement du mélange dans le tube est divisé entre 2 zones (**Error! Reference source not found.**) : une zone mobile rigide au centre du tube où les billes restent stables sous l'effet de l'écoulement et une zone cisailée au voisinage des parois du tube où le phénomène de ségrégation est observé.

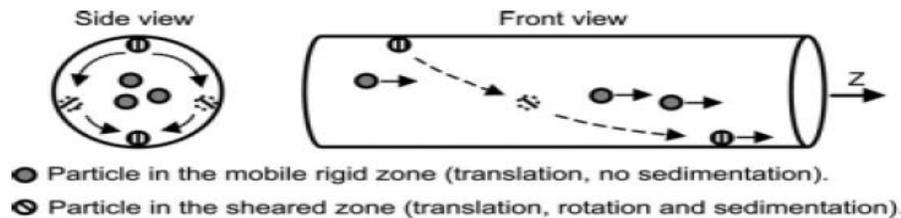


Figure 1- 33 : Schéma qui représente la sédimentation des particules non-colloïdales sous l'effet d'un écoulement dans un cylindre (Merkak et al., 2008)

(Merkak et al.,2008) ont développé aussi un critère où les particules non-colloïdales ne peuvent pas ségréger si :

$$\frac{\tau_0}{|\rho_s - \rho_f|gd} > \sim 3 \quad \text{Eq 1- 38}$$

Cette relation signifie que la ségrégation des particules non-colloïdales apparaît seulement dans certains cas. Cependant, (Ovarlez et al. 2012) ont montré que la ségrégation sous cisaillement apparaît pour tout système. La fraction volumique est nulle dans la partie supérieure du matériau et augmente abruptement à une position qui dépend du temps et définit un front de sédimentation. La seule différence restante est la vitesse de sédimentation qui dépend de la vitesse d'écoulement, de la viscosité du fluide et de la nature des particules (**Error! Reference source not found.**).

Dans le cas des suspensions cimentaires, la vitesse de ségrégation des particules non-colloïdales est influencée par les paramètres de formulation. Les **Error! Reference source not found.** et **Error! Reference source not found.** présentent les résultats de (El- Chabib et al., 2006) concernant la variation de l'indice de ségrégation statique (SI-STATIC) et dynamique (SI-DYNAMIC) des bétons autoplaçants. Ces indices ont été déterminés grâce aux essais de pénétration proposés par (El-Chabib et al., 2006). Afin de trouver le SI-STATIC, l'échantillon est versé dans un récipient cylindrique et laissé au repos pendant 30 minutes tandis que pour obtenir le SI-DYNAMIC, le béton doit passer précédemment dans un V-funnel. La description détaillée de cette méthodologie se trouve dans la thèse de (Hernandez et al., 2016). L'indice de GTM représente les résultats des essais de stabilité du tamis.

Nous pouvons observer sur les **Error! Reference source not found.** et **Error! Reference source not found.** que l'augmentation du rapport E/C diminue la viscosité et le seuil d'écoulement du fluide interstitiel ce qui a pour conséquence la précipitation des particules solides. De plus, la défloculation des microstructures cimentaires dans les coulis causée par les superplastifiants réduit les réseaux d'interactions des particules non-colloïdales. Ceci encourage la sédimentation des particules colloïdales et non-colloïdales.

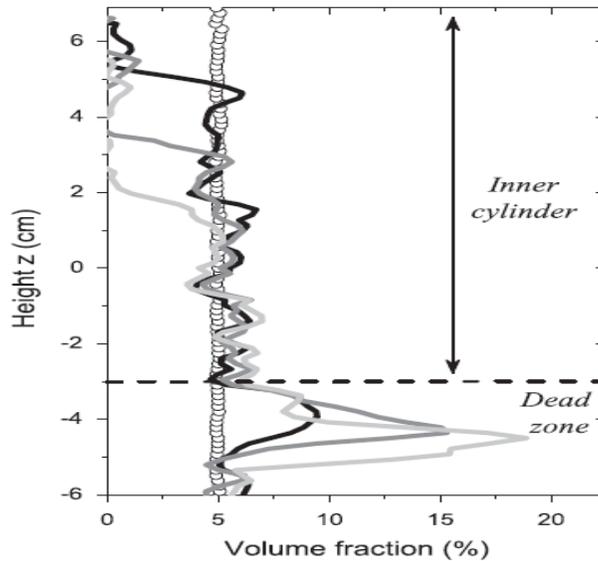


Figure 1- 34 : Profil vertical de la fraction volumique d'une suspension de 5% de billes de verre de 275µm dans une émulsion de 8,5 Pa de seuil. (Ovarlez et al., 2012)

- Ronds creux : 24h de repos statique
- Ligne noire : 15min de $\dot{\gamma} = 4 \text{ s}^{-1}$
- Ligne grise sombre : 30 min de $\dot{\gamma} = 4 \text{ s}^{-1}$
- Ligne grise claire : 45 min de $\dot{\gamma} = 4 \text{ s}^{-1}$

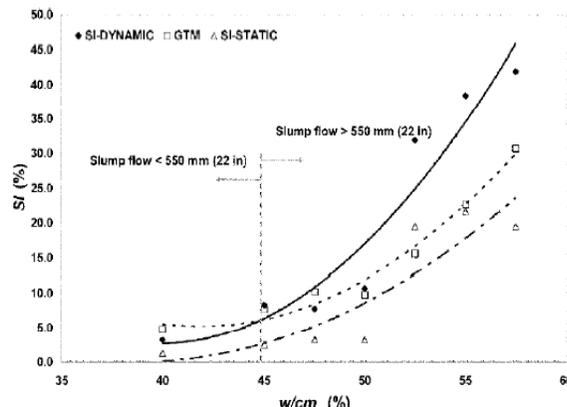


Figure 1- 35 : Indices de ségrégation dynamique (SI-DYNAMIC) et statique (SI-STATIC) en fonction du rapport E/C du béton autoplaçant (El-Chabib et al., 2006)

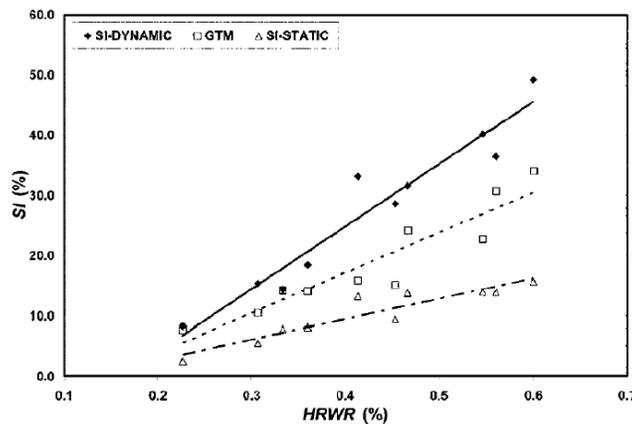


Figure 1- 36 : Indice de ségrégation dynamique (SI-DYNAMIC) et statique (SI-STATIC) en fonction du dosage de superplastifiant du béton autoplaçant (El-Chabib et al., 2006)

1.3 Méthodes de caractérisation de la ségrégation des suspensions cimentaires

La ségrégation statique ainsi que dynamique se traduit par un gradient vertical de la concentration en solide : les couches inférieures sont plus denses que les couches supérieures. Ceci provoque l'inhomogénéité dans la structure des matériaux cimentaires (coulis, bétons, mortiers) qui diminuent leurs performances à l'état durci. La caractérisation de la ségrégation devient importante afin d'éviter ce problème.

1.3.1. Ségrégation statique

De nombreuses techniques expérimentales sont disponibles pour suivre la sédimentation des coulis et peuvent être divisées en trois catégories (Peng et al., 2013).

- **La première catégorie** comprend des méthodes directes telles que le suivi de la variation de la densité (ou de la fraction volumique solide) en fonction du temps et de la hauteur. Cette technique est extrêmement simple et ne nécessite aucun équipement particulier à condition de pouvoir localiser l'emplacement du prélèvement.
- **La deuxième catégorie** consiste à étudier les propriétés physiques, y compris les propriétés électriques comme la conductivité électrique et les mesures de pression hydrostatique (Hydro Static Pressure Test HYSPT). Cette dernière est une technique gravimétrique appliquant un capteur très sensible pour détecter les changements de pression causés par le mouvement des particules et le fluide (Amziane et al., 2008), (Neubauer et al., 1998), (Wittman et al., 1976), (Chatterji et al., 1988).
- **La troisième catégorie** regroupe les essais utilisant des moyens technologiques permettant d'effectuer des mesures de rayonnement X ou gamma, voir également la Résonance Magnétique Nucléaire (RMN).

1.3.2. Ségrégation dynamique

Les méthodes consacrées à l'évaluation de la ségrégation dynamique des coulis cimentaires sont peu nombreuses et assez onéreuses en comparaison avec celles qui existent pour la caractérisation de la ségrégation statique. En effet, la caractérisation de la ségrégation sous cisaillement des particules non-colloïdales (comme dans le cas des mortiers ou des bétons) demande des équipements très sophistiqués et très coûteux (RMN, IRM, etc.).

1.3.2.1 Méthode de caractérisation de la ségrégation des coulis cimentaires

(Bhatty et Banfill, 1982) sont les premiers à avoir étudié la sédimentation des coulis cimentaires sous un cisaillement constant moyennant un viscosimètre. Un cisaillement de 20 s^{-1} pendant 40 minutes est appliqué à des coulis cimentaires de différents E/C dans un viscosimètre rotatif. La mesure de la concentration volumique du coulis prélevés à différents niveaux dans le viscosimètre permet de déterminer la sédimentation des coulis (**Error! Reference source not found.**). De plus, ils ont aussi prouvé que l'utilisation d'un mobile cylindrique amplifiait la sédimentation comparativement à un mobile hélicoïdal.

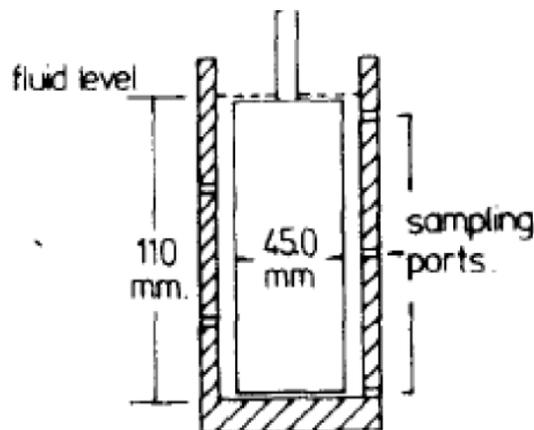


Figure 1- 37 : Schéma de l'essai de sédimentation sous cisaillement avec quatre niveaux de prélèvement du coulis dans le viscosimètre à cylindres coaxiaux (Bhatty et Banfill 1982)

En 2001, (Gelade et al., 2001) ont utilisé des mesures gammadensimétriques pour quantifier la ségrégation sous cisaillement avec la disposition d'un rhéomètre sur un banc gamma. La gammadensimétrie est une méthode d'essai non destructive, utilisée couramment pour contrôler la densité des matériaux. Elle est fondée sur l'absorption, par la matière, des rayons gamma émis par une source radioactive de Césium 137. Cette absorption suit la loi de Lambert. Ensuite, des mesures de l'évolution de la fraction volumique apparente en fonction de la durée de cisaillement ont été effectuées (**Error! Reference source not found.**).

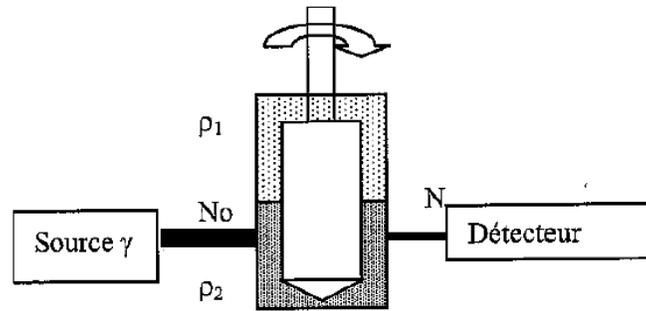


Figure 1- 38 : Schéma de principe de l'étude de sédimentation sous cisaillement par gamma-densimétrie (Gelade et al., 2001)

(Wallevik et al 2009) ont proposé une méthodologie qui permet de vérifier s'il y a eu de la ségrégation à la fin de la mesure rhéologique en ajoutant un « point de ségrégation » dans le protocole de mesure. Ce protocole consiste à réaliser une mesure additionnelle après une phase descendante du taux de cisaillement sur un palier de taux cisaillement égal au 2/3 du taux de cisaillement maximal (**Error! Reference source not found.**). Lorsqu'il n'y a pas de ségrégation pendant la mesure, la valeur de la contrainte de cisaillement pendant la mesure additionnelle doit rester très proche de celle obtenue pour le même taux de cisaillement pendant la phase descendante. Dans le cas contraire, on considère que la ségrégation est d'autant plus importante que ces deux valeurs s'écartent.

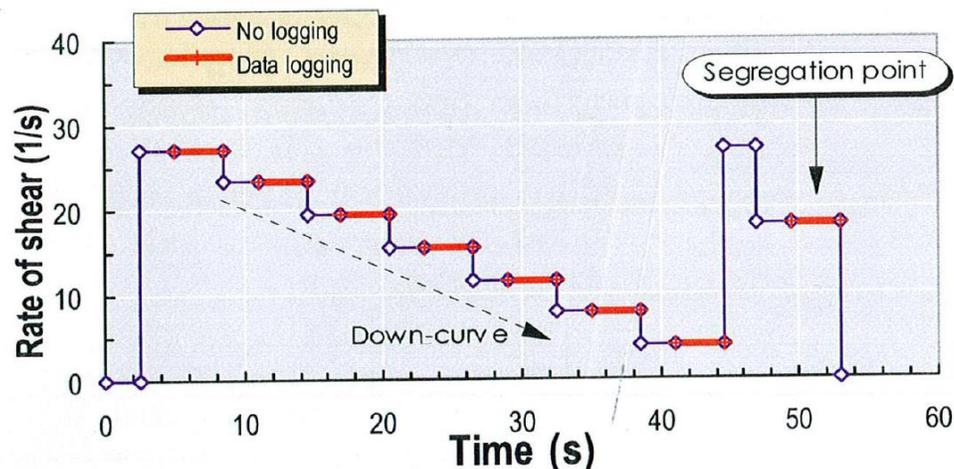


Figure 1- 39 : Protocole pour contrôler la ségrégation des bétons pendant un essai rhéométrique (Wallevik et al., 2009)

En se basant sur cette idée, (Hoang et al., 2015) ont développé une méthodologie spécifique pour caractériser la ségrégation sous cisaillement des coulis cimentaires à l'aide de leurs rhéogrammes. Ils ont montré que la contrainte de cisaillement expérimentale des coulis diminuait en augmentant la distance entre le fond du récipient et du mobile lorsqu'il existe une ségrégation des particules cimentaires. Cette diminution était corrélée avec la diminution de la masse volumique mesurée dans les gaps correspondants.

Plus précisément, le protocole de (Hoang et al. 2015) contient deux cycles identiques composés de paliers de taux de cisaillement différents (**Error! Reference source not found.**). Chaque cycle commence avec un pré-cisaillement de 500 s^{-1} pendant 120 s suivi, après un repos de 30 s, par une série de paliers en phase descendante dont le taux de cisaillement varie de 300 s^{-1} à $0,1 \text{ s}^{-1}$. Le temps de repos est de 30 s entre les deux cycles. Un rhéomètre de type Couette à cylindres coaxiaux a été utilisé pour les essais.

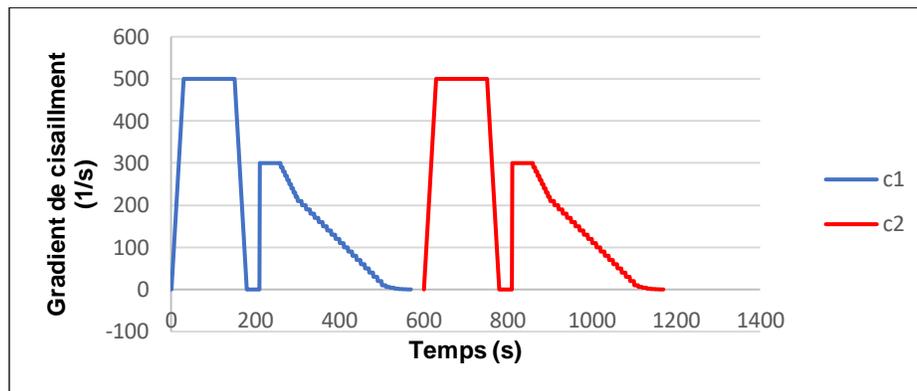


Figure 1- 40 : Protocole pour les essais rhéologiques réalisés par Hoang.

Le protocole a été appliqué plusieurs fois sur des gâchées indépendantes de coulis stables et ségrégatifs en faisant varier la distance entre le cylindre mobile et le fond du récipient fixe, appelée gap. (Hoang et al. 2015) ont montré que la hauteur du gap n'affecte pas les résultats d'un coulis stable car l'échantillon est homogène. En revanche, les résultats des coulis ségrégatifs dont la densité dans les parties cisailées varie au cours du temps, dépendent considérablement du gap.

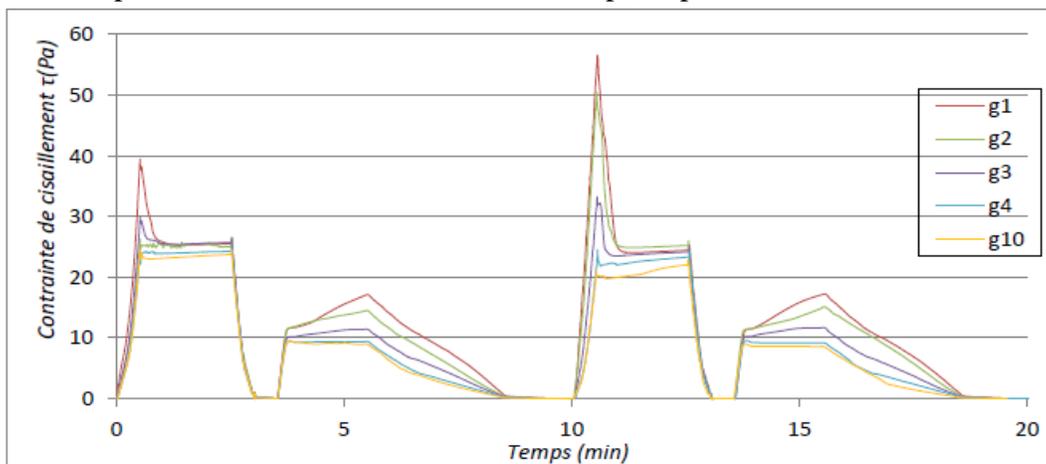


Figure 1- 41 : L'influence du gap sur la variation de la contrainte de cisaillement du coulis avec un rapport E/C 0,45 et adjuvanté avec 1% de superplastifiant (Hoang et al. 2015).

La **Error! Reference source not found.** montre en effet que l'influence du gap sur les mesures rhéométriques d'un coulis ségrégatif est importante quand la hauteur du gap est faible (jusqu'à 4 mm). Pour des hauteurs de gap supérieures à 4 mm, la contrainte de cisaillement n'est plus influencée par la hauteur. De plus, un pic de contrainte au début des paliers de pré-cisaillement à

500 s⁻¹ apparaît et il est d'autant plus fort que le gap est faible. L'influence du gap devient insignifiante pour les hauteurs supérieures à 4 mm. Ce phénomène est expliqué par la sédimentation de la phase solide du coulis au fond du récipient fixe du rhéomètre causé par la ségrégation sous cisaillement (Bhatty et al., 1982).

A partir de ces résultats, (Hoang et al. 2015) ont proposé de déterminer le potentiel de ségrégation des coulis cimentaires sous cisaillement en comparant systématiquement les résultats rhéométriques issus de l'application du protocole avec le gap de 1 puis avec le gap de 10 mm.

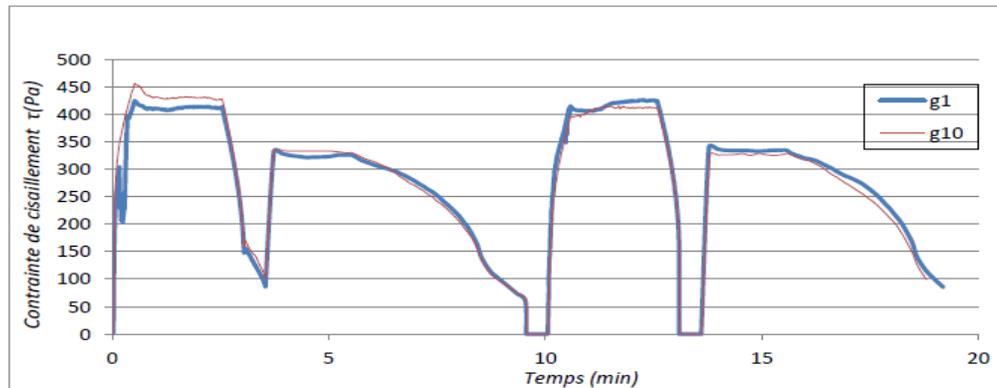


Figure 1- 42 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis stable avec $E/C = 0,35$ et sans adjuvant superplastifiant pendant l'essai rhéométrique effectué avec le gap de 1 et de 10 mm (Hoang et al. 2015).

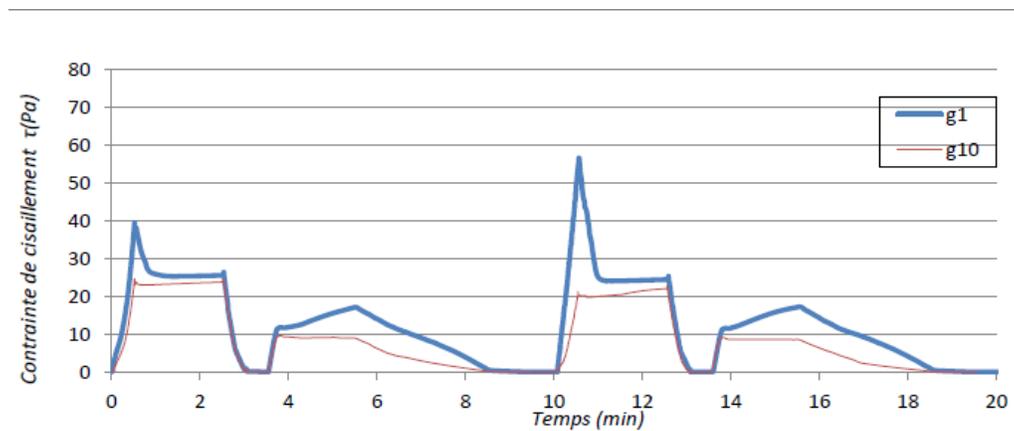


Figure 1- 43 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis ségrégatif avec $E/C = 0,45$ et adjuvanté avec 1% de superplastifiant pendant l'essai rhéométrique effectué avec le gap de 1 et de 10 mm (Hoang et al. 2015).

Les **Error! Reference source not found.** et **Error! Reference source not found.** montrent les résultats des essais sur un coulis stable ($E/C = 0.35$) et un coulis ségrégatif ($E/C = 0,45 + 1\%$ superplastifiant). En premier lieu, le coulis stable ne présente aucune différence significative de contrainte de cisaillement entre le gap 1 mm et le gap 10 mm, tandis que la différence devient très significative dans le cas du coulis ségrégatif. Autrement dit, le comportement rhéologique du coulis stable est indépendant du gap, tandis que celui du coulis ségrégatif est fortement influencé

par la hauteur du gap. Pour le coulis ségréatif et le gap de 1 mm, le pré-cisaillement engendre un pic de contrainte qui se renforce au début du 2^e cycle tandis qu'aucun pic n'est trouvé au pré-cisaillement avec le gap 10 mm de ce même coulis. De plus, la contrainte du gradient de 300 s^{-1} pour les deux gaps diffère considérablement. En revanche, dans le cas du coulis stable, aucun pic n'est trouvé au pré-cisaillement et la contrainte à 300 s^{-1} est quasiment la même pour les deux cycles et pour les deux gaps.

Selon (Hoang et al. 2015) ces phénomènes sont facilement explicables si l'on tient compte de la ségrégation des grains de ciments du coulis ségréatif qui commence dès le pré-cisaillement et continue au cours des différentes phrases du 1^{er} cycle du protocole et l'absence de ségrégation du coulis stable. La ségrégation amène la formation d'une couche dense de particules cimentaires au fond du récipient fixe qui perturbe la rotation du cylindre mobile à fort taux de cisaillement lorsque le gap est faible (1 mm) provoquant son remaniement. Ceci explique le pic trouvé au début du pré-cisaillement du 1^{er} et surtout du 2^e cycle. En outre, le remaniement de la couche dense modifie aussi la densité du volume cisailé latéralement du cylindre mobile en raison d'un écoulement hétérogène du coulis dans le rhéomètre à taux de cisaillement très élevé. Ce mécanisme n'est pas observé lorsque le gap est de 10 mm car la couche dense au fond du récipient fixe est peu perturbée par le pré-cisaillement dans ce cas compte tenu que sa distance du cylindre mobile est plus grande. Par conséquent, la contrainte de cisaillement mesurée avec le gap de 1 mm est systématiquement plus forte que celle mesurée avec le gap de 10 mm.

Les conclusions précédentes ont été confirmées par l'étude de l'évolution de la masse volumique de l'échantillon dans la partie haute du volume latéral cisailé. Nous observons sur la **Error! Reference source not found.** que la masse volumique reste stable lors de l'essai sur du coulis stable. En revanche, une diminution de masse volumique de cette partie haute du coulis ségréatif apparaît en fonction du temps (**Error! Reference source not found.**). De plus, le remaniement au début du deuxième cycle conduit à une augmentation de la masse volumique dans le cas d'essais réalisés avec le gap de 1mm. Nous pouvons constater aussi que la ségrégation est très forte à la fin du 1^{er} et du 2^e cycle quel que soit le gap.

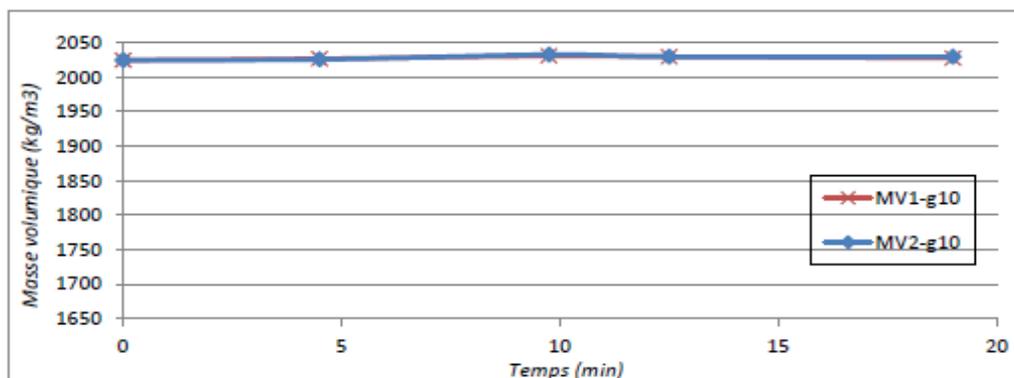


Figure 1- 44 : Variation de la masse volumique de la partie haute du volume cisailé du coulis stable avec $E/C = 0,35$ et sans adjuvant superplastifiant pendant l'essai rhéométrique effectué avec le gap de 1 et de 10 mm (Hoang et al. 2015)

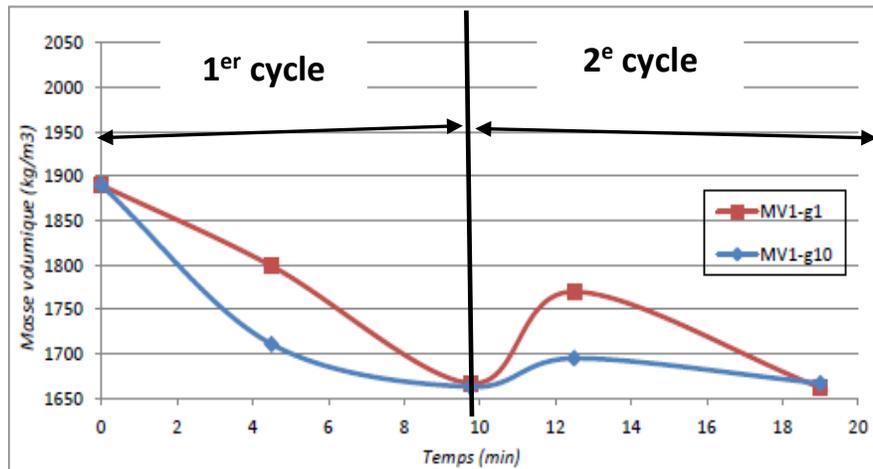


Figure 1- 45 : Variation de masse volumique de la partie haute du volume cisailé du coulis ségréatif avec $E/C = 0,45$ et 1% de superplastifiant pendant l'essai rhéométrique effectué avec le gap de 1 et de 10 mm (Hoang et al. 2015)

Sur la base de ces résultats, un critère de ségréabilité, noté S_g , a été introduit par (Hoang et al. 2015) pour caractériser le potentiel de ségrégation des coulis dont les résultats sont montrés dans la **Error! Reference source not found.** Ce critère de ségréabilité des coulis sous cisaillement est un paramètre adimensionnel qui exprime la différence relative des contraintes de cisaillement mesurées avec le gap de 1 mm et de 10 mm. Sa variation en fonction des paramètres de formulation (**Error! Reference source not found.**) est très similaire à celle de la diminution de la fraction solide dans la partie haute du volume cisailé à la fin du premier cycle avec le gap de 10mm. (Hoang et al. 2015) considère qu'un coulis est ségréatif lorsque S_g est supérieur à 2.5%.

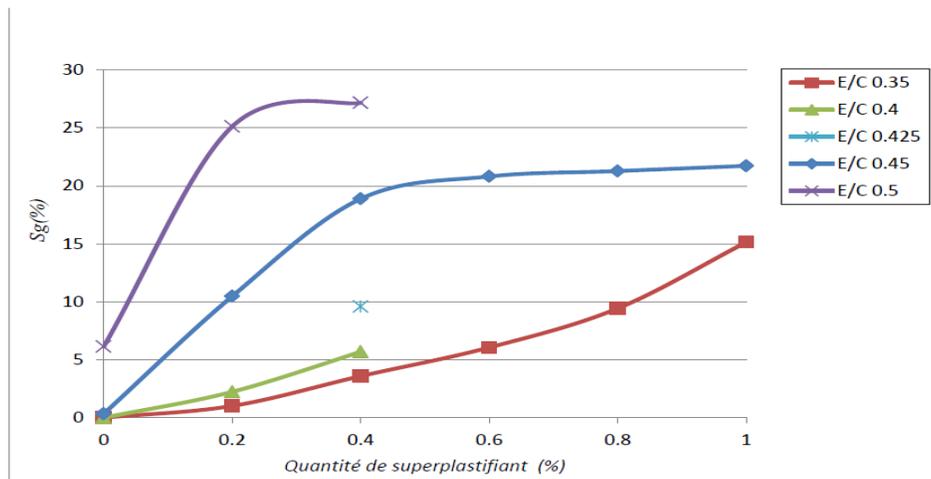


Figure 1- 46 : Variation du critère rhéométrique de ségréabilité des coulis sous cisaillement en fonction des paramètres de formulation (Hoang et al. 2015)

1.3.2.2 Méthode de caractérisation de la ségrégation des particules non-colloïdales

La ségrégation dynamique des particules non-colloïdales est étudiée en utilisant généralement des particules monodisperses (sphériques) avec un rhéomètre type plan-plan ou, Couette (Merhi et al., 2005), (Ovarlez et al., 2012) couplé à un instrument optique comme IRM (Hampton et al., 1997), (Sinton et al., 1991) ou à un anémomètre à laser Doppler (Koh et al., 1994), (Lyon et Leal., 1998).

Concernant les essais avec une géométrie Couette, (Gadala-Maria et al., 1980) ont rapporté une diminution de la viscosité apparente d'une suspension avec les particules non-Browniens pendant le cisaillement à faible gradient. Ceci a été expliqué, selon (Leighton et al., 1986), par la migration sous cisaillement des particules de la région fortement cisailée vers celle faiblement cisailée. Utilisant la technique d'Imagerie à Résonance Magnétique, (Abbot et al., 1991) a confirmé ces résultats en observant la migration des particules vers le fond du récipient extérieur. Récemment, (Ovarlez et al., 2012) ont utilisé cette technique pour déterminer la vitesse de ségrégation des billes de verre dans une fluide à seuil (**Error! Reference source not found.**). Leur travail concernait la sédimentation de 5% de billes de verre de 275 μm dans une suspension de 8.5 Pa de seuil d'écoulement, cisailée à différents gradients de cisaillement dans un rhéomètre à cylindres coaxiaux à l'entrefer large. Ils ont observé que les particules précipitaient vers les régions faiblement cisailées (région inférieure du mobile et parois latérales du récipient). Ses résultats montrent aussi que la ségrégation sous cisaillement des particules non-colloïdales est inévitable, le seul problème restant est la vitesse de ségrégation.

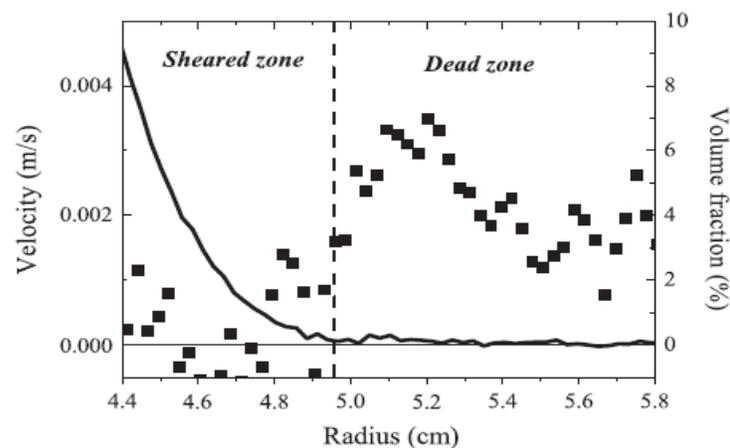


Figure 1- 47 : Profil radial des vitesses et de la fraction volumique observés dans un rhéomètre de Couette pour une suspension de 21.4 Pa de seuil de cisaillement avec 5% de billes de verre après 24h de cisaillement à 4 tpm. (Ovarlez et al., 2012)

(Merhi et al., 2005) ont utilisé un traceur des particules pour mesurer la migration des particules dans un fluide cisailé par une viscosimètre plan-plan (**Error! Reference source not found.**). La lumière émise par une diode de laser a été absorbée par un traceur de particules et détectée par une photodiode qui l'a convertie en signaux électriques.

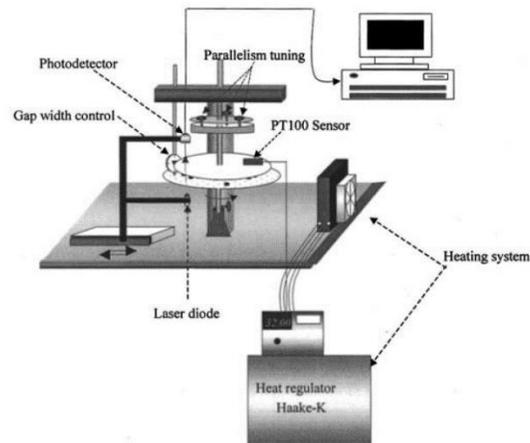


Figure 1- 48 : Configuration de la mesure de la migration des particules lors d'un écoulement dans un viscosimètre plan-plan (Merhi et al., 2005)

Une autre technique proposée par (Merkak et al., 2005), (Jossic et al., 2009) concernait l'évaluation la ségrégation dynamique des particules non-colloïdales dans un écoulement horizontal dans un tube cylindrique. Dans le cadre de ces travaux, l'écoulement a été divisé entre 2 régions : région mobile rigide au milieu du tube et région cisailée près de la paroi. Le phénomène de ségrégation a été observé seulement dans les régions cisailées tandis les particules au milieu du tube restaient stables et se déplaçaient à la même vitesse que le fluide (**Error! Reference source not found.**).

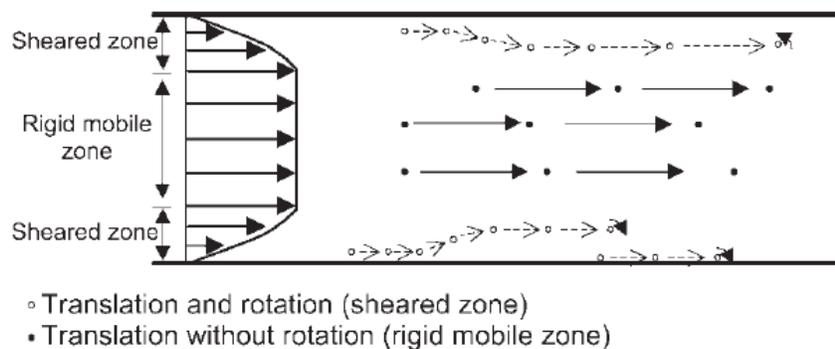


Figure 1- 49 : Déplacement des particules en fonction de la position dans un tube lors d'un écoulement (Jossic et al., 2009)

1.4 Simulation numérique

La compréhension du comportement des écoulements dans un rhéomètre de type Couette est un challenge important dans le domaine de la simulation numérique. Nous nous focalisons dans un premier temps sur des résultats obtenus avec le logiciel Comsol, que nous avons utilisés dans cette étude.

En utilisant le logiciel COMSOL Multiphysics, (Olivia et al., 2015) ont simulé l'écoulement du béton autoplaçant dans un rhéomètre à cylindres coaxiaux. Le béton a été modélisé comme un fluide Newtonien avec une viscosité apparente calculée grâce à l'introduction d'un paramètre de régularisation ε qui est introduit parallèlement au seuil d'écoulement τ_0 , ainsi que la viscosité plastique μ . Ce paramètre est le gradient de cisaillement minimal qui correspond au seuil d'écoulement. Plus précisément, le tenseur de contrainte de cisaillement s'écrivait :

$$\boldsymbol{\tau} = \left(\mu + \frac{\tau_0}{\sqrt{\dot{\gamma}^2 + \varepsilon^2}} \right) \dot{\boldsymbol{\gamma}} \quad \text{Eq 1- 39}$$

Avec $\dot{\boldsymbol{\gamma}}$ le tenseur de gradient de cisaillement qui s'exprime :

$$\dot{\boldsymbol{\gamma}} = \nabla \mathbf{u} + (\nabla \mathbf{u})^T \quad \text{Eq 1- 40}$$

\mathbf{u} vitesse de mouvement

$\dot{\gamma}$ amplitude du tenseur de gradient de cisaillement qui s'écrit :

$$\dot{\gamma} = \sqrt{\frac{1}{2} \dot{\boldsymbol{\gamma}} : \dot{\boldsymbol{\gamma}}} \quad \text{Eq 1- 41}$$

$$\varepsilon = 10^{-15} \text{ s}^{-1}$$

La **Error! Reference source not found.** présente la variation du rapport couple/hauteur du mobile en fonction de la vitesse de rotation dans la simulation avec un BAP présentant un seuil de 20 Pa et une viscosité de 20 Pa.s. Nous pouvons observer qu'à partir de la vitesse de 10 rpm la courbe analytique et la courbe de simulation sont confondues. Ceci signifie qu'à grande vitesse de rotation (> 10rpm) un fluide à seuil de viscosité apparente μ peut être simulé comme un fluide Newtonien avec la même viscosité.

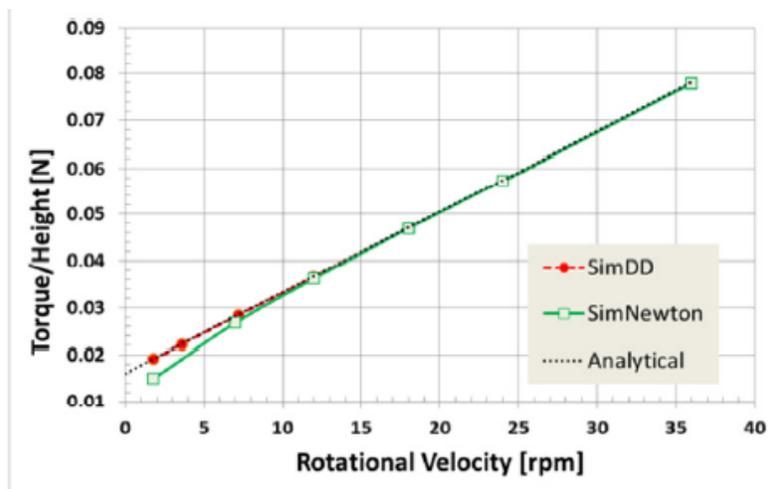


Figure 1- 50 : Evolution du rapport couple/hauteur du mobile dans la simulation d'écoulement du BAP de 20 Pa de seuil d'écoulement et 20 Pa.s de viscosité dans un rhéomètre à cylindres coaxiaux. (Olivia et al., 2015)

Concernant le profil des vitesses, nous observons une diminution graduelle de la vitesse d'écoulement à partir de la paroi du mobile extérieur jusqu'à la paroi du récipient intérieur (**Error! Reference source not found.**). Ces résultats sont cohérents avec ceux de (Ovarlez et al., 2012) dont le travail concerne un rhéomètre de type Couette avec grand entrefer (distance horizontale entre le mobile et le récipient). A cause de ce grand entrefer, il existe dans ce cas un phénomène de localisation où l'écoulement dans la partie latéral du mobile se divise entre 2 zones : i) une zone cisailé proche du mobile dans laquelle nous observons une diminution de vitesse et ii) une zone morte proche du récipient où la vitesse d'écoulement est nulle (**Error! Reference source not found.**). Ce phénomène induit la ségrégation des particules non-colloïdales vers la paroi du récipient où le cisaillement est plus faible.

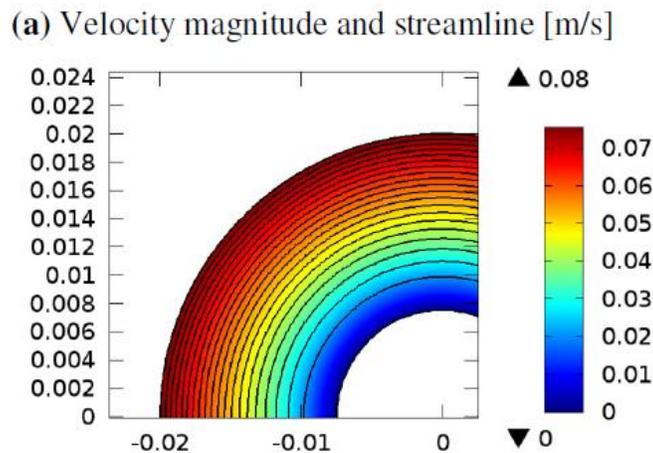


Figure 1- 51 : Profil des vitesses d'écoulement dans la simulation d'écoulement du BAP de 20 Pa de seuil d'écoulement et 20 Pa.s de viscosité à 36 tpm (tours par minute) de vitesse angulaire dans un rhéomètre à cylindres coaxiaux. (Olivia et al., 2015)

Dans le domaine de la simulation des suspensions cimentaires, la thixotropie a été largement étudiée expérimentalement et numériquement (Barnes et al., 1997), (Dullaert et al., 2005). (Potanin, 2010) a comparé les résultats de la simulation entre les géométries de vane et de cylindres coaxiaux sur un polymère en tenant compte de sa thixotropie. Il a trouvé que la thixotropie peut augmenter significativement le couple exercé sur les parois du vane parce que les structures thixotropes du fluide entre les deux pales du vane n'ont pas assez de temps pour atteindre l'état d'équilibre. Par conséquent, le couple trouvé par la simulation peut être sous-estimé si un modèle de thixotropie n'est pas appliqué.

Cependant, bien que la simulation d'écoulement dans le rhéomètre de cylindres coaxiaux soit largement étudiée, les géométries ont été simulés avec des parois lisse et des longueurs infinies. A notre connaissance, il n'existe aucun travail concernant l'influence des caractéristiques géométriques (les stries) sur l'écoulement entre deux cylindres ainsi que le cisaillement de la région inférieure du mobile.

1.5 Conclusion

Nous avons présenté de manière globale les connaissances de base sur la rhéologie des suspensions cimentaires, le phénomène de ségrégation des particules colloïdales et non-colloïdales ainsi que les méthodes de caractérisation de la ségrégation. Nous pouvons résumer brièvement ci-après les points les plus importants.

Les matériaux cimentaires sont considérés comme des suspensions de grains solides (ciment, sable, gravier) dans une phase aqueuse (eau) avec la présence éventuelle d'additions minérales ou d'adjuvants. Chaque changement de la composition du coulis (rapport E/C, dosage en superplastifiant...) entraîne des modifications importantes des propriétés rhéologiques (seuil de cisaillement, viscosité etc.). La présence de particules non-colloïdales dans des suspensions cimentaires augmente le seuil d'écoulement et le module élastique des suspensions. Cependant, cette augmentation ne dépend pas des propriétés physico-chimiques des particules non-colloïdales car il n'existe pas d'interaction physico-chimique significative entre elles ni avec les particules colloïdales qui composent, avec l'eau, le fluide dans lequel elles sont en suspension.

La ségrégation statique causée essentiellement par l'effet de la force gravitaire qui induit une séparation entre les phases liquide et solide de la suspension considérée a été largement étudiée. La ségrégation dynamique qui apparaît sous l'effet d'un écoulement est distinguée de la ségrégation statique. Sous l'effet du cisaillement, les particules stables au repos peuvent précipiter vers le fond du récipient. La composition du fluide interstitiel (viscosité, seuil d'écoulement), la nature des particules (tailles, densité) et le niveau du cisaillement sont les facteurs principaux influant la vitesse de ségrégation. Ce problème de stabilité entraînera sans doute une diminution des performances des matériaux après durcissement. Cependant, il existe peu d'études qui ont pris soin de vérifier la ségréabilité des particules non-colloïdales pendant les mesures rhéologiques notamment lors de l'application de fort taux de cisaillement (ségrégation dynamique) où ce phénomène peut être amplifié et la plupart de techniques font appel à des équipements sophistiqués et coûteux (RMN, IRM, etc.). Les paramètres rhéologiques identifiés à partir des courbes d'écoulement obtenues sont alors sous ou surestimés ce qui peut conduire à des erreurs de formulation.

Malgré de multiples méthodes concernant la caractérisation de la ségrégation sous cisaillement des particules colloïdales et non-colloïdales dans les suspensions cimentaires, la plupart des techniques sont relativement lourdes. (Hoang et al., 2015) a donc développé une méthode rhéométrique simple pour caractériser la ségrégation des coulis cimentaires. Cette méthodologie comprend des mesures de la contrainte de cisaillement réalisées à l'aide d'un rhéomètre à cylindres coaxiaux en faisant varier le gap vertical entre le fond du cylindre mobile et du récipient fixe du rhéomètre. L'écart de la contrainte de cisaillement en fonction du gap a été relié à la diminution de la masse volumique et de la concentration solide dans la partie haute du volume cisailé latéralement entre les deux cylindres dans le rhéomètre.

Dans ce travail nous nous sommes intéressés à évaluer la ségréabilité des particules colloïdales et non-colloïdales de suspensions cimentaires sous cisaillement à l'aide d'essais rhéométriques.

Pour cela nous avons choisi d'utiliser la méthodologie développée par (Hoang et al., 2015), non seulement sur le coulis à base de ciment mais aussi sur des coulis cimentaires comportant des billes en verre considérées comme des particules non-colloïdales. Les essais ont été réalisés avec un rhéomètre à cylindres coaxiaux mais de configuration différente de celle utilisée par (Hoang et al., 2015). Cette modification de la géométrie a un impact significatif sur le comportement ségrégatif dynamique des coulis cimentaires qui nous a obligé à adapter la méthodologie à notre matériel. De plus, nous avons procédé à une simulation de l'écoulement dans les deux rhéomètres afin d'expliquer la différence des résultats expérimentaux et de comprendre l'influence des caractéristiques géométriques sur l'écoulement du fluide dans tout le volume du rhéomètre.

Chapitre 2

MISE AU POINT D'UN PROTOCOLE DE CARACTÉRISATION DU POTENTIEL DE SÉGRÉGATION DES PARTICULES COLLOÏDALES ET NON-COLLOÏDALES SOUS CISAILLEMENT DANS LES SUSPENSIONS CIMENTAIRES

Lors de la caractérisation rhéologique d'une suspension cimentaire, nous souhaitons qu'elle conserve son homogénéité et ne présente aucune ségrégation. Pourtant, la revue bibliographique a montré que la ségrégation, spécialement des particules non-colloïdales, est souvent inévitable sous l'effet du cisaillement dans les géométries de type Couette. Les suspensions stables au repos peuvent perdre leur homogénéité. Ce phénomène entraîne des erreurs importantes sur la quantification expérimentale des propriétés rhéologiques des coulis cimentaires (seuil d'écoulement, viscosité apparente...).

Selon la revue bibliographique également, il existe peu d'études sur la ségrégabilité sous cisaillement des particules non-colloïdales dans une suspension cimentaire en utilisant leur comportement rhéologique. Dans le cas des coulis cimentaires sans particules non-colloïdales, (Hoang et al., 2015) ont proposé une méthodologie de caractérisation de la ségrégabilité des particules à l'aide des essais rhéométriques sur un rhéomètre type Couette confirmée par de mesures de masse volumique des coulis pendant l'essai. Cette méthodologie consiste à comparer les valeurs de contrainte de cisaillement d'un coulis lors de deux cycles identiques de cisaillement à plusieurs paliers en utilisant deux différentes distances verticales entre le cylindre mobile et le fond du récipient fixe (1 et 10 mm) appelées gaps. Lorsqu'il n'y a pas de ségrégation pendant l'essai, la valeur de la contrainte de cisaillement ne dépend pas du gap et les mesures des deux cycles restent très proches. En revanche, la valeur du gap influe significativement sur les résultats des coulis ségrégatifs et les mesures entre les deux cycles divergent. Ces résultats corroborent la variation de la fraction volumique du coulis dans le rhéomètre. Grâce à ces résultats, un critère de la ségrégabilité des coulis cimentaires a été établi permettant de classer leur potentiel de ségrégation en fonction de leurs paramètres de composition (E/C et dosage en superplastifiant).

Dans l'objectif d'étudier la ségrégabilité des coulis cimentaires comportant aussi des particules non-colloïdales, nous présentons dans ce chapitre le choix des matériaux et du rhéomètre utilisés, avant de procéder à la détermination d'une méthodologie de malaxage optimal qui assure non seulement l'homogénéité des suspensions cimentaires mais aussi une bonne répétabilité des résultats rhéométriques. Ensuite, nous appliquons la méthodologie proposée par (Hoang et al., 2015) en utilisant un rhéomètre de type Couette mais présentant des caractéristiques géométriques différentes de celles du rhéomètre utilisé par (Hoang et al., 2015). La comparaison des résultats nous a conduit à déterminer une adaptation de la méthodologie et à une discussion critique sur les hypothèses formulées par (Hoang et al., 2015)

2.1 Matériaux

Les coulis cimentaires étudiés ont été obtenus en variant les quantités de ciment et d'eau. Un adjuvant superplastifiant a été également utilisé pour modifier certaines propriétés rhéologiques. Le rôle des particules non colloïdales a été étudié en introduisant des billes de verre dans les coulis cimentaires.

Les principales caractéristiques des différents matériaux entrant dans la formulation des coulis étudiés sont données ci-dessous.

2.1.1 Ciments

Pour les besoins de l'étude, deux ciments de type CEM I (selon la norme européenne NF EN 197.1) ont été utilisés. Le premier ciment utilisé est un CEM I 52,5 N CE CP2 NF. Il provient de la même usine de fabrication et présente des caractéristiques très proches de celles du ciment utilisé par (Hoang et al., 2015). Le deuxième ciment utilisé est un CEM I 52,5 R CP2 (ULTRACEM). La comparaison des caractéristiques principales des 2 ciments utilisés pour l'étude avec celles du ciment utilisé par (Hoang et al., 2015) est présentée dans le **Tableau 2- 1**.

	Masse volumique (g/cm ³)	Surface spécifique Blaine (cm ² /g)	Temps début de prise (min)
CEM I 52.5 CE CP2 NF	3,14	4200	170
CEM I 52.5R CP2 (ULTACEM)	3,14	4449	200
CEM I 52.5 CE CP2 (utilisé par Hoang et al., 2015)	3,15	3790	150

Tableau 2- 1 : Les principales caractéristiques des ciments

Les temps de prise des deux ciments sont longs comparativement aux essais rhéologiques (limités à 40 min environ) permettant de considérer que les réactions chimiques d'hydratation n'affectent pas significativement les résultats des essais rhéologiques. Par ailleurs, les autres caractéristiques des deux ciments sont très proches. Les caractéristiques détaillées de ces ciments sont données dans l'Annexe I.

2.1.2 Adjuvants

L'adjuvant utilisé dans cette étude est un produit référencé VICOCRETE TEMPO 12 fourni par l'entreprise SIKA. C'est un superplastifiant haut réducteur d'eau de nouvelle génération, non chloré et à base de copolymère polycarboxylate-polyacrylate. Sa masse volumique et son extrait sec sont 1,06 g/cm³ et 29,5% .

Le GLENIUM ACE 456 utilisé par (Hoang et al., 2015) est un adjuvant non chloré issu de nouvelles générations de polycarboxylates. Ses principales caractéristiques fournies par le producteur se présentent dans Annexe II.

2.1.3 Billes de verre

Pour caractériser l'effet des particules non-colloïdales sur le potentiel ségrégatif des suspensions cimentaires, nous avons utilisé des billes en verre de forme parfaitement sphérique et dont le diamètre moyen varie de 150 à 250 μm . Elles sont fournies par l'entreprise Sigmund Lindner sous la référence « SiLibeads Glass beads 5215-7 ». La masse volumique est estimée à 2500 kg/m^3 . Les propriétés physiques de ces particules sont présentées en Annexe III.

2.1.4 Eau

Pour la préparation des suspensions l'eau du robinet a été utilisée. La température de l'eau avant le malaxage et celle de la suspension cimentaire après le malaxage sont mesurées à l'aide d'un thermomètre. Il faut que le malaxage ne produise pas une augmentation de 5⁰C des suspensions.

2.2 Matériels et méthodes

Pour cette étude nous avons fait appel à plusieurs équipements, dont les plus importants sont décrits par la suite.

2.2.1 Méthodologie de malaxage

2.2.1.1 *Protocole de malaxage*

L'opération du malaxage joue un rôle important pour l'obtention d'une pâte de ciment homogène. Un malaxage complet doit assurer la dispersion complète des grains du ciment dans l'eau tout en évitant une augmentation importante de la température. De plus, le malaxage doit garantir la répétabilité des résultats rhéométriques, ce qui est indispensable pour notre travail de caractérisation de la ségrégation dynamique qui s'appuie sur la comparaison des résultats de mesure de gâchées indépendantes d'un même coulis.

C'est pour ces raisons que nous avons élaboré de manière précise la procédure de malaxage.

En premier lieu, nous avons étudié l'influence de deux méthodes de malaxage sur la fiabilité des résultats rhéométriques des coulis cimentaires. Pour cela nous avons utilisé, d'une part, un agitateur à hélice dont la vitesse peut atteindre 2200 tours/min et, d'autre part, un blender du commerce dont la vitesse maximale est 3600 tours/minutes (**Figure 2- 1**).

Compte tenu que la capacité des malaxeurs est différente, la procédure ainsi que le volume malaxé ont été adaptés pour chaque appareil. Avec l'agitateur un volume de coulis de 800 ml a été préparé suivant une procédure de 18 minutes qui se compose de 2 parties. La première partie dure 2 minutes et correspond à l'introduction progressive du ciment dans l'eau sous une vitesse de rotation de 1200 tour/min. La deuxième partie dure 16 minutes et correspond au malaxage avec une vitesse de rotation de 1500 tours/min. En parallèle, nous avons effectué des mesures de température. Les valeurs restent dans une plage acceptable entre 20 et 27°C.



Figure 2- 1 : Agitateur (a) et blender (b) utilisés pour le malaxage des coulis cimentaires

D'autre part, avec le blender, le ciment a été initialement introduit dans l'eau sans agitation pour former un volume de 400 ml de coulis qui est ensuite malaxé durant 60 s. à 3600 tours/min. Dans ces conditions l'augmentation de la température reste faible (inférieure à 5⁰C) . La description des procédures de malaxage est présentée dans le **Tableau 2- 2**.

	Agitateur	Blender
Volume du mélange	800 ml	400 ml
Introduction du ciment dans l'eau	2 min à 1200 tours/min	Sans agitation
Malaxage du coulis	16 min à 1500 tours/min	60 s à 3600 tours/min

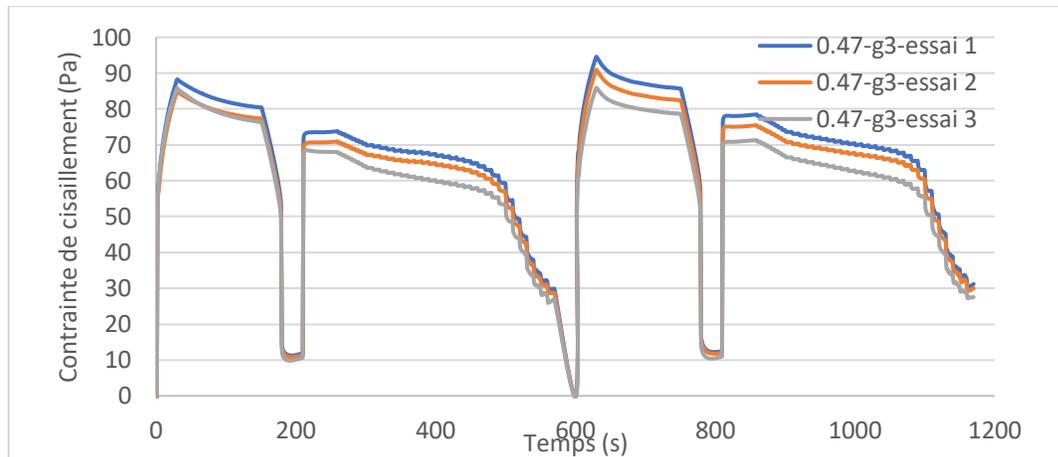
Tableau 2- 2 : Procédure de malaxage des coulis cimentaires

2.2.1.2 Comparaison la fiabilité des résultats rhéométriques entre deux méthodes de malaxage

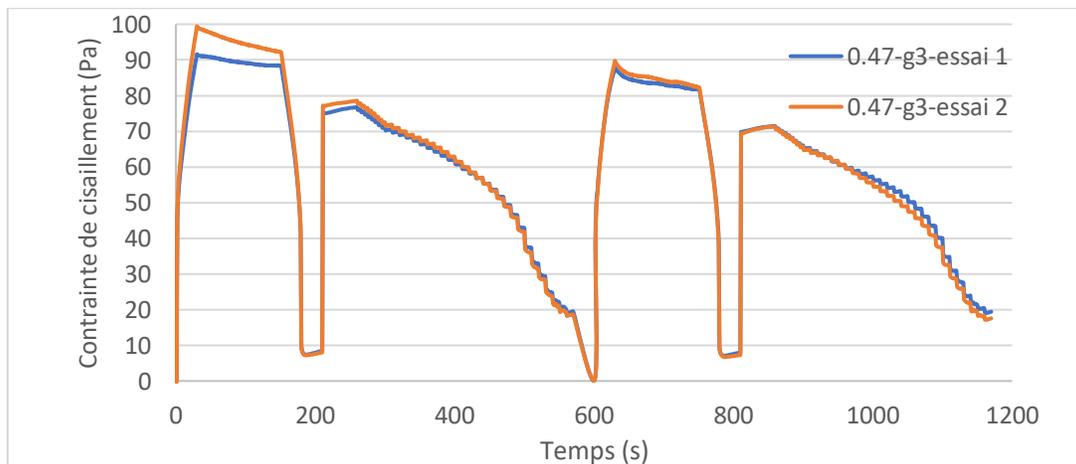
L'objectif de cette partie est de trouver une méthode de malaxage optimale qui assure à la fois une homogénéité d'échantillon et une bonne répétabilité des résultats rhéologiques.

Pour répondre cet objectif, la répétabilité des résultats rhéométriques des coulis malaxés par deux méthodes de malaxage présentées précédemment est étudiée. Plus précisément, on a réalisé pour chaque méthode de malaxage, deux ou trois essais sur un coulis considéré stable ou faiblement ségréatif (E/C = 0,47) et trois essais sur un coulis considéré ségréatif (E/C = 0,65) en utilisant le protocole proposé par (Hoang et al., 2015) présenté sur les **Figure 2- 2** et **Figure 2- 3**.

La **Figure 2- 2** présente la variation de contrainte de cisaillement en fonction du temps du coulis de $E/C=0,47$ malaxé par le blender et l'agitateur. Une faible variation de la contrainte du 1^{er} cycle pour les deux méthodes de malaxage est observée tandis que les résultats du 2^e cycle fluctuent dans le cas du blender. En comparant les résultats lors du 2^e cycle, on trouve que l'agitateur, dont l'écart maximal n'est que de 1,8%, fournit une meilleure répétabilité que le blender qui présente plus de 12% d'écart. De plus, la contrainte du 2^e cycle est toujours plus élevée que celle du 1^{er} cycle et il existe un faible pic au pré-cisaillement du 2^e cycle pour les coulis réalisés avec le blender.



(a)



(b)

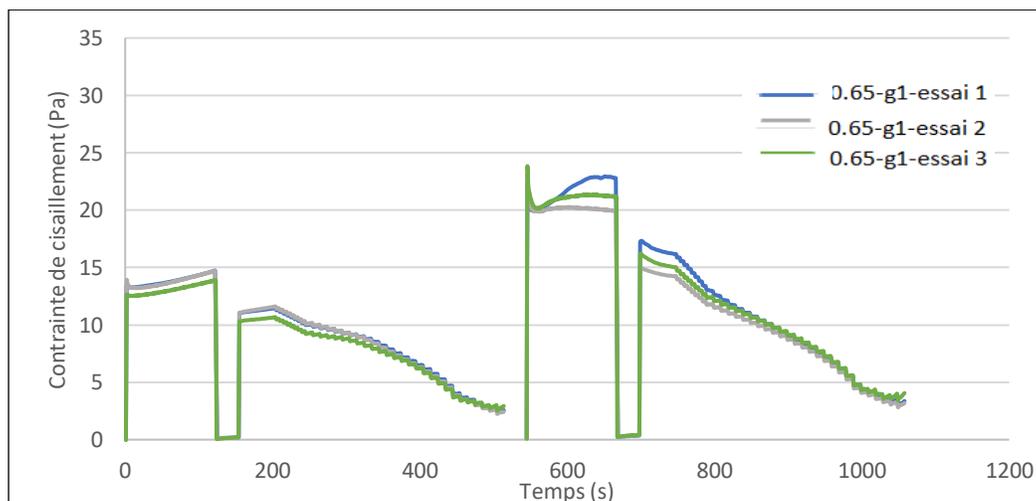
Figure 2- 2 : Variation de la contrainte de cisaillement des essais du coulis $E/C 0,47$ réalisés avec (a) le blender et (b) l'agitateur

En effet, le blender effectue un cisaillement très puissant sur une plus faible quantité de coulis plutôt visqueux qui peut causer une grande destruction des microstructures du coulis. Les grains du ciment, dans ce cas, sont plus dispersés dans l'eau et se restructurent plus rapidement qu'avec un agitateur dont le malaxage est moins intense. Ceci est aussi observé par (Yang et al., 1995). Par conséquent, une augmentation significative de la contrainte est observée au 2^e cycle à cause de la

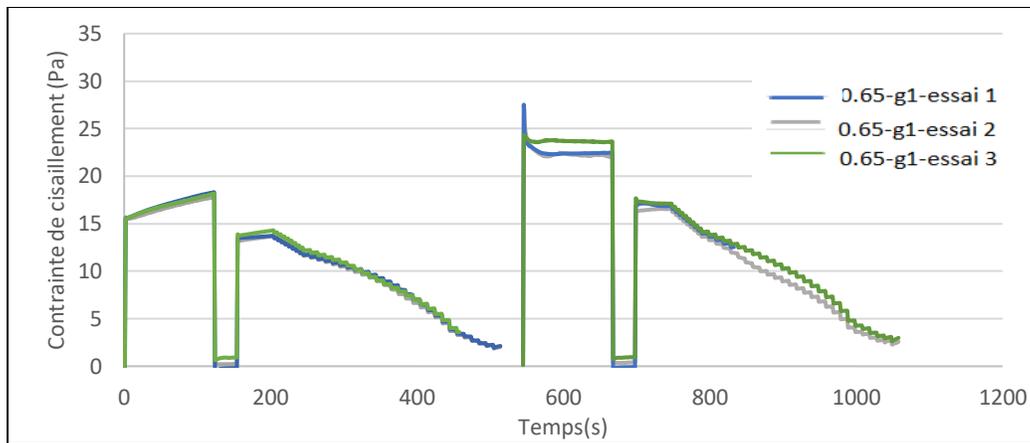
restauration du réseau microstructural. La variation des résultats du 2^e cycle donnée par le blender est la conséquence du caractère aléatoire de cette restructuration. L'existence des grands pics lors du pré-cisaillement pour les essais sur les coulis mélangés avec le blender confirme aussi cette explication. Ces résultats sont cohérents à ceux trouvés dans le travail de (Han et al., 2015) concernant l'influence du malaxage sur le comportement rhéologiques des coulis.

D'autre part, la répétabilité s'améliore avec un coulis moins visqueux ($E/C = 0,65$). Nous observons sur la **Figure 2- 3** que la variation des résultats des essais de deux méthodes est négligeable. Grâce à l'augmentation de la teneur en eau, les particules de ciment se dispersent totalement dans les deux cas et la restructuration est similaire. De plus, l'augmentation de la contrainte et l'apparition d'un pic au pré-cisaillement lors du 2^{ème} cycle s'explique par une possible restructuration des particules. Cette restructuration a également été observée et expliquée dans le travail de (Ferron et al., 2013) ou la taille des floccs dans la pâte soumis à un cisaillement varie de grande à faible intensité ($N = 400-40-400$ tpm). Dans la première période où $N = 400$ tpm, la déstructuration domine qui résulte la diminution de la taille des floccs. Quand l'intensité du cisaillement est réduite ($N = 400$ tpm), l'échantillon commence à restructurer. Nous notons aussi que le gap utilisé pour les essais n'est que 1 mm ce qui résulte aucune ségrégation significative des particules au cours des essais (Hoang et al., 2015).

De plus, la **Figure 2- 4** présente l'augmentation de la température avant et après le malaxage des coulis avec les deux méthodes de malaxage. Nous pouvons observer que la température des coulis malaxés par l'agitateur augmente de $5,3^{\circ}\text{C}$ et de $2,6^{\circ}\text{C}$ respectivement pour les coulis de E/C 0,47 et 0,65. Ceci est compréhensible car l'énergie de malaxage du moteur et la résistance sur les ciseaux est plus élevée dans le cas du coulis plus visqueux. Cette augmentation est toutefois plus faible comparativement à celle du blender ($8,7^{\circ}\text{C}$ pour E/C 0,47 et $5,2^{\circ}\text{C}$ pour E/C 0,65) qui est expliquée par l'augmentation de la vitesse de cisaillement et l'échauffement du moteur du blender pendant le malaxage.



(a)



(b)

Figure 2- 3 : Variation de la contrainte de cisaillement des essais du coulis E/C 0,65 réalisés avec (a) le blender et (b) l'agitateur

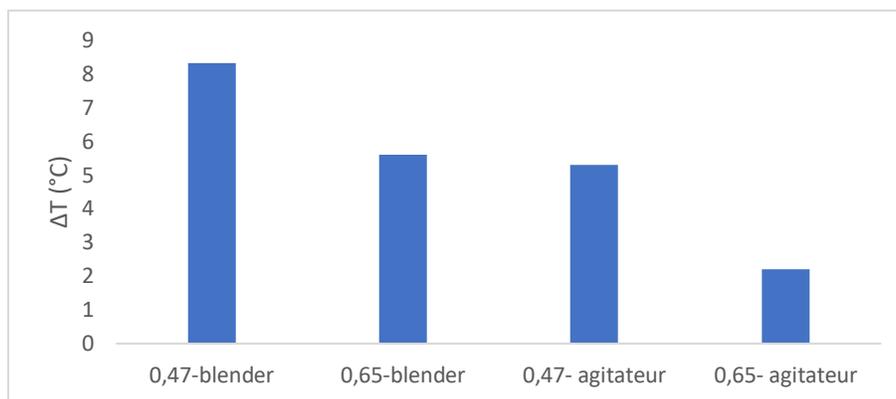


Figure 2- 4 : L'augmentation de la température des suspensions pendant les deux méthodes de malaxage

Pour résumer, l'agitateur présente une intensité de malaxage permettant d'obtenir une meilleure répétabilité ainsi qu'une élévation de température moindre. De plus, sous un malaxage de grande intensité au blender, les billes de verre peuvent être broyées.

2.2.2 Rhéomètre

2.2.2.1 Rhéomètre Haake (configuration A)

Dans son travail, (Hoang et al. 2015) a utilisé le Rhéomètre Haake RS150 pour déterminer les comportements rhéologiques des coulis cimentaires. Ce rhéomètre est un rhéomètre à cylindres coaxiaux muni d'un récipient extérieur, Z43, qui est fixe dont le diamètre $2R_e = 43,4 \text{ mm}$ et une hauteur $H_e = 95 \text{ mm}$. Le mobile intérieur, Z38/S, a le diamètre $2R_i = 38,02 \text{ mm}$ et une hauteur $H_i = 55 \text{ mm}$. Le cisaillement a lieu au niveau de l'entrefer (distance radiale entre les deux cylindres) $\Delta R = R_e - R_i = 2,69 \text{ mm}$. Le ratio entre le rayon de deux cylindres est $RD_i/RD_e = 0,88$. Ceci est considéré convenable comparativement aux diamètres des cylindres pour assurer le cisaillement complet du coulis (Wallevik et al.2015) ($>0,833$). Par conséquent, la détermination de la contrainte de cisaillement en fonction du gradient de cisaillement à l'aide de la mesure du couple

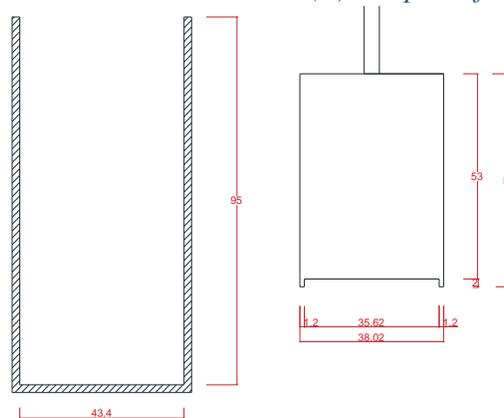
à différentes vitesses angulaires est simplifiée. Le fond du cylindre mobile présente un creux cylindrique de 17,8 mm de rayon et 2 mm de hauteur. De plus, la paroi du récipient est lisse tandis que celle du mobile est striée. Plus précisément, la paroi du mobile se divise entre 100 rainures dont l'épaisseur est 0,2 mm et 0,95 mm de largeur. Les images et les dimensions précises des dispositifs du rhéomètre Haake figurent sur les **Figure 2- 5** et **Figure 2- 6**.



(a)

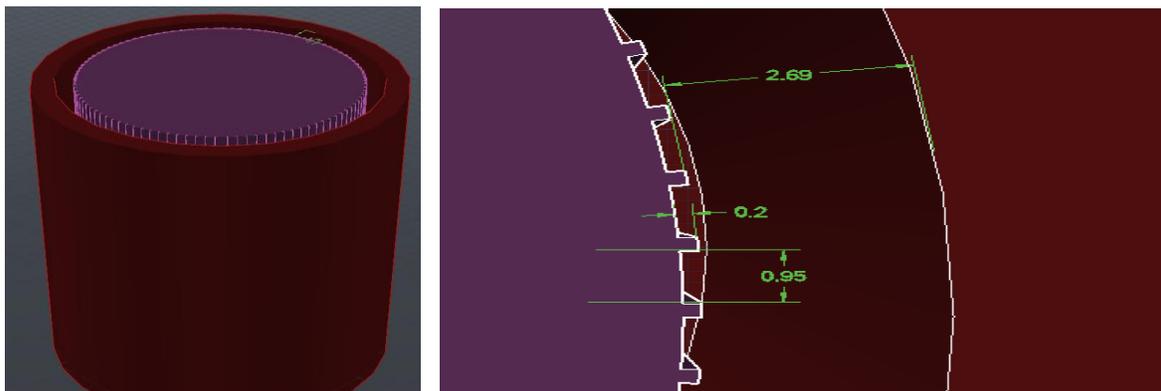
(b)

Figure 2- 5 : (a) Rhéomètre Haake RS150 et (b) récipient fixe Z43 et mobile Z38/S



(a)

(b)



(c)

(d)

Figure 2- 6 : La représentation schématique du rhéomètre Haake : (a) le récipient ;(b) le mobile ; (c) le mobile et le récipient en 3D et (d) le détail des stries sur la paroi du mobile. (Toutes les dimensions sont en millimètres).

La **Figure 2- 7** présente la gamme du taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ et celle de la contrainte de cisaillement τ mesurables par la configuration utilisée pour les deux régimes de mesure. Toutes les mesures effectuées se situent dans le domaine mesurable avec $\dot{\gamma} \leq 500 \text{ s}^{-1}$ et de $1 < \tau \leq 500 \text{ Pa}$.

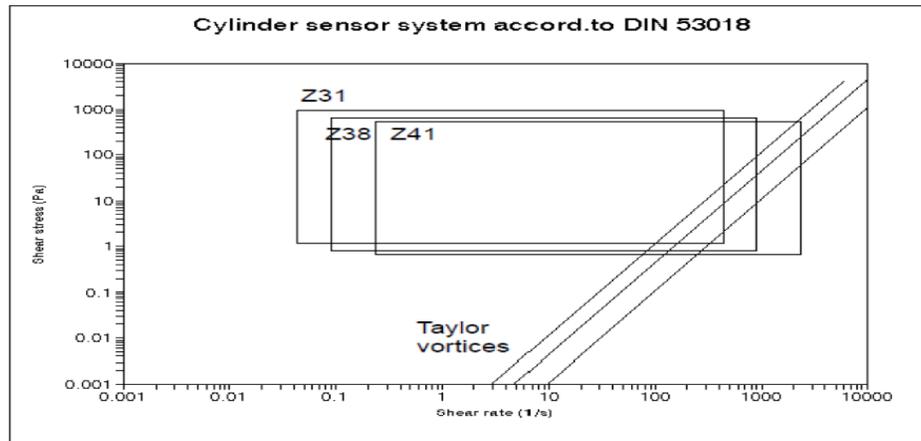


Figure 2- 7 : Domaines du taux de cisaillement et de la contrainte de cisaillement mesurables par le rhéomètre Haake RS150 muni d'un cylindre Z38/S.

2.2.2.2 Rhéomètre Anton Paar (configuration B)

Nos essais rhéologiques sont réalisés à l'aide du rhéomètre disponible au L2MGC (MCR 102 de chez Anton Paar).

Compte-tenu des objectifs de notre étude nous avons opté pour une caractérisation des propriétés rhéologiques des coulis à l'aide d'une géométrie de type Couette à température contrôlée par effet Peltier (**Figure 2- 8**). Le cylindre extérieur (qui constitue le récipient fixe du rhéomètre) a un diamètre de $2R_e = 28,92 \text{ mm}$ et une hauteur $H_e = 67 \text{ mm}$. Le cylindre intérieur (qui constitue la partie mobile) a un diamètre $2R_i = 26,66 \text{ mm}$ et une hauteur de $H_i = 40 \text{ mm}$. Le fond du mobile est creux sur un diamètre de $23,66 \text{ mm}$ et une hauteur de 2 mm . L'entrefer horizontal entre les deux cylindres est $\Delta R = R_e - R_i = 1,13 \text{ mm}$. Cette valeur est petite et correspond à un ratio $R_i/R_e = 0,9219$ élevé. Elle représente la moitié de celle utilisée par (Hoang et al., 2015) (Tableau 2.2). Les parois des cylindres sont striées afin d'éviter le glissement. Plus précisément, la paroi interne du récipient présente 20 rainures de $0,5 \text{ mm}$ de profondeur et $3,13 \text{ mm}$ de largeur. La paroi externe du mobile présente 20 rainures de $0,5 \text{ mm}$ d'épaisseur et $1,34 \text{ mm}$ de largeur. Les détails de cette configuration sont schématisés sur la **Figure 2- 9**.



Figure 2- 8 : Géométrie type Couette : mobile et récipient utilisés pour les essais rhéologiques

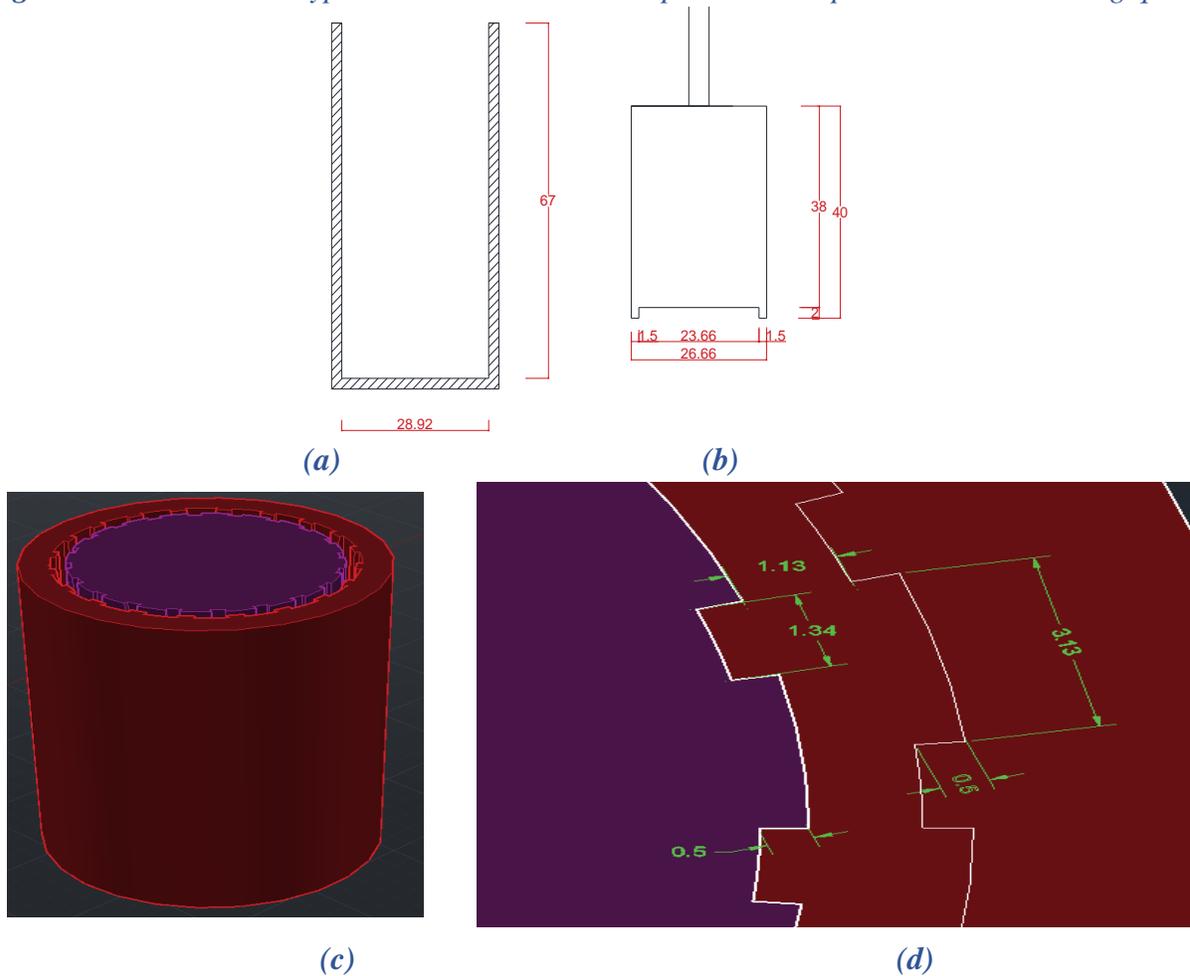


Figure 2- 9 : Représentation schématique de la configuration géométrique du rhéomètre Anton Paar : (a) récipient fixe ;(b) mobile ; (c) mobile et récipient en simulation 3D et (d) détail des rainures sur les parois du mobile et du récipient fixe. (Toutes les dimensions sont en millimètres)

Le calcul de la contrainte et du taux de cisaillement dans le logiciel de pilotage du rhéomètre est effectué en multipliant le couple mécanique mesuré (en Nm) avec le coefficient C_{SS} et la vitesse de rotation (en tours/second) avec le coefficient C_{SR} . Ces coefficients sont déterminés par le fabricant pour les dispositifs :

$$\tau = C_{SS} \times M \quad \text{Eq 2- 1}$$

où τ est la contrainte de cisaillement et M le couple ;

$$\dot{\gamma} = C_{SR} \times \Omega \quad \text{Eq 2- 2}$$

où $\dot{\gamma}$ est le taux de cisaillement et Ω la vitesse de rotation.

Les valeurs des coefficients C_{SS} et C_{SR} sont données dans le **Tableau 2- 3**.

	C_{SR} (s^{-1}/s^{-1})	C_{SS} (Pa/Nm)
Anton Paar	77.3887	19964,3

Tableau 2- 3 : Les coefficients C_{SR} et C_{SS}

2.2.2.3 Influence de la configuration géométrique du confinement de l'écoulement

Les caractéristiques géométriques du rhéomètre jouent un rôle important sur les mesures rhéologiques. Le dispositif choisi pour notre étude, désigné par la suite comme configuration géométrique B, présente des caractéristiques géométriques différentes de celles du dispositif utilisé par (Hoang et al., 2015) désigné par la suite comme configuration géométrique A. Pour mettre en avant cet aspect, nous avons comparé dans le **Tableau 2- 4** les caractéristiques de ces deux configurations.

Un dispositif spécifique du rhéomètre permet, par ailleurs, de régler la distance entre le fond du cylindre mobile et celui du cylindre fixe. Cette distance d'entrefer vertical, appelée par la suite gap, influe sur l'évaluation des contraintes et gradients de cisaillement des coulis ségrégatifs. Dans leur travail, (Hoang et al., 2015) ont réalisé les essais rhéométriques des coulis en variant ce gap de 1 à 10 mm pour caractériser la ségrégation de ces coulis. Ceci amène un changement du volume d'échantillon introduit dans le récipient et de la répartition relative des volumes du coulis dans la partie située entre les deux cylindres latéralement et celle au fond du récipient. La répartition des différents volumes pour les deux configurations en fonction du gap est présentée dans le **Tableau 2- 5**.

Rhéomètre	Configuration B (présente étude)	Configuration A (Hoang et al)
Diamètre du cylindre mobile creux (mm)	26,66	38,02
Diamètre du récipient (cylindre fixe) (mm)	28,92	43,40
Rapport des diamètres mobile/récipient	0,92	0,88

Entrefer horizontal entre le cylindre mobile et le récipient (mm)	1,13	2,69
Hauteur du cylindre mobile (mm)	40	55
Hauteur du récipient (mm)	67	95
Nombre de rainures sur la paroi du mobile	20	100
Profondeur des rainures (mm)	0,5	0,2
Largeur des rainures (mm)	1,34	0,95
Nombre de rainures sur la paroi du récipient	20	0
Profondeur des rainures (mm)	0,5	
Largeur des rainures (mm)	3,13	

Tableau 2- 4 : Caractéristiques géométriques des dispositifs étudiés.

Gap (mm)	Rhéomètre	V _{total} (ml)	V cisailé latéralement entre les deux cylindres (ml)	V entre le bout du cylindre mobile et le fond du récipient (ml)	V _{cisailé} /V _{total} (%)
1	Configuration A	20,39	18,91	1,48	92,7
	Configuration B	9,04	8,32	0,71	92,05
2	Configuration A	21,87	18,91	2,96	86,50
	Configuration B	9,76	8,32	1,43	85,27
3	Configuration A	23,35	18,91	4,44	81,00
	Configuration B	10,48	8,32	2,15	79,42
10	Configuration A	33,7	18,91	14,79	56,10
	Configuration B	15,52	8,32	7,19	53,65

Tableau 2- 5 : Répartition des volumes dans les deux configurations géométriques des rhéomètres en fonction du gap

2.2.2.4 Fiabilités des résultats rhéométriques

L'objectif de cette partie est d'évaluer la fiabilité des mesures rhéologiques effectuées avec le rhéomètre d'Anton Paar (Configuration B). Une huile d'olive a été choisie pour les essais car elle présente un comportement rhéologique newtonien qui est facile à déterminer et une viscosité environ 70 fois supérieure à celle de l'eau. Cette viscosité importante permet d'obtenir des valeurs significatives de couple pour des très faibles taux de cisaillement. Nous pouvons alors étudier de manière concise l'influence des paramètres de mesures pilotées par le rhéomètre. Cette étude préliminaire a été jugée indispensable afin d'évaluer les performances et les zones de confiance des valeurs mesurées par le rhéomètre avant de procéder à la caractérisation rhéologique des coulis cimentaires dont le comportement rhéologique est plus complexe.

2.2.2.4.1 Protocole

Le principal objectif des essais est d'évaluer la précision et la fiabilité des mesures de contrainte de cisaillement pour différents gradients de cisaillement imposés. Ainsi, tous les protocoles suivis se basent sur une série de paliers à gradient de vitesse de déformation constant entre 0,5 et 2000 s^{-1} . L'influence de différents paramètres sur la fiabilité des mesures est étudiée afin de les optimiser. Tous les essais rhéologiques sont effectués à une température constante de 20°C. L'huile d'olive est choisie car son comportement rhéologique est newtonien et sa viscosité est d'environ 70 mPa.s. Compte tenu de la viscosité importante de l'huile d'olive, le gradient de vitesse de déformation minimal utilisé pour nos essais $\dot{\gamma} = 0,5 s^{-1}$ permet d'obtenir des valeurs de contrainte de cisaillement supérieures à la valeur de contrainte minimale mesurable par le rhéomètre

Les valeurs minimales et maximales de la vitesse de rotation et du couple que le rhéomètre est capable d'appliquer ou de mesurer (suivant la fiche technique de l'appareil) sont données dans le **Tableau 2- 6**. Comme il sera démontré par la suite, tous nos essais sont inclus dans ces plages de valeurs.

	Valeur min	Valeur max
Vitesse angulaire (rad/s)	$1 \cdot 10^{-8}$	314
$\dot{\gamma}$ (s^{-1})	1.23×10^{-7}	4000
Couple (Nm)	50×10^{-9}	0,200
Contrainte de cisaillement (Pa)	10^{-3}	3993

Tableau 2- 6 : Plage de valeurs de fonctionnement du rhéomètre Anton Paar avec la configuration géométrique B.

Le protocole comprend 11 paliers de gradient de vitesse de déformation constant entre 0,5 s^{-1} et 1000 s^{-1} . La durée des paliers inférieurs ou égaux à 5 s^{-1} est de 180 s et de 120 s pour les paliers

supérieurs. Une mesure de la contrainte de cisaillement par seconde est effectuée. La température est maintenue constante à 20°C pendant l’essai.

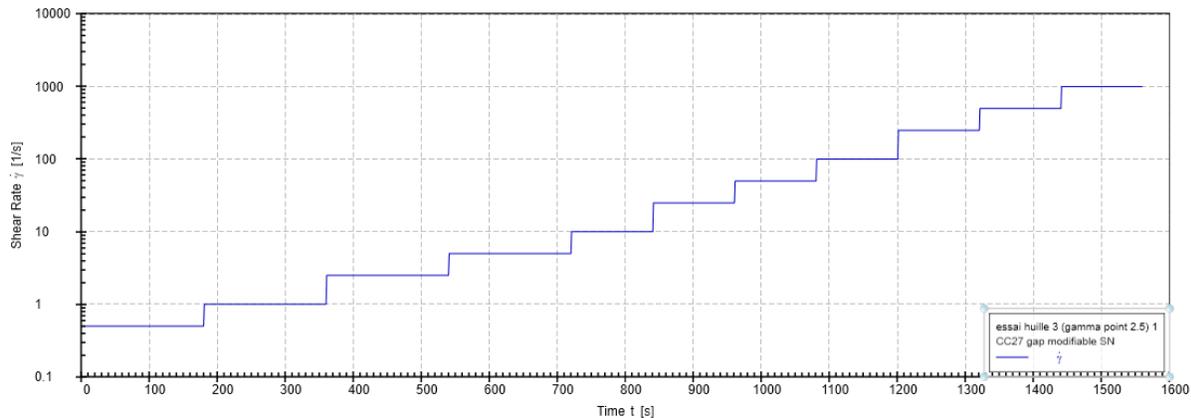


Figure 2- 10 : Protocole suivi pour l’étude la fiabilité des mesures rhéométriques effectuées avec le rhéomètre Anton Paar et la configuration géométrique B.

2.2.2.4.2 Résultats

La Figure 2- 11 montre la variation de la viscosité d’huile d’olive dans des paliers de gradient de cisaillement différents. Nous pouvons distinguer 3 parties dont la fluctuation des résultats est différente (Figure 2- 11) :

- **Partie 1** concernant les paliers de $\dot{\gamma}$ faible entre $0,5 \text{ s}^{-1}$ et 20 s^{-1} où la fluctuation des valeurs est forte.
- **Partie 2** concernant les paliers de $\dot{\gamma}$ entre 25 s^{-1} et 250 s^{-1} où les valeurs sont les plus régulières et présentent la plus faible fluctuation. Cette zone intermédiaire des mesures est la plus fiable et les essais présentent la plus forte répétabilité. La viscosité varie dans une plage inférieure à 1 mPa.s.
- **Partie 3** concernant les paliers de $\dot{\gamma}$ supérieur à 250 s^{-1} où les valeurs de viscosité sont initialement plus fortes que celles les paliers précédents et suivent dans le temps une évolution décroissante asymptotique. Autrement dit, nous rencontrons maintenant un phénomène de turbulence à cause de la grande vitesse de rotation.

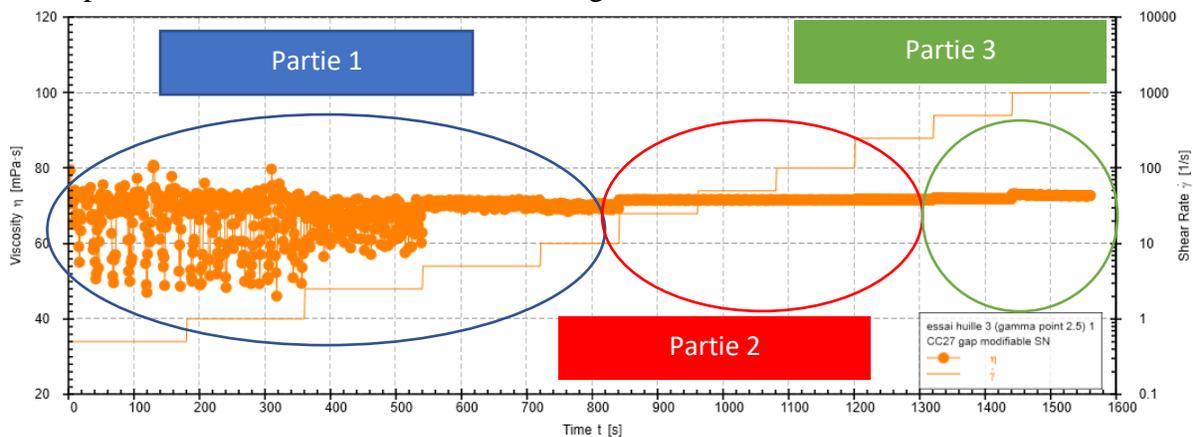


Figure 2- 11 : Variation des valeurs de viscosité pour les différents paliers

Nous calculons aussi le nombre de Reynolds dans les paliers grâce à la viscosité déterminée par les essais égale à 71,5 mPa.s dans le but de savoir le type d'écoulement en fonction de la vitesse de rotation.

$$Re = \frac{\rho \cdot \dot{\gamma} \cdot d^2}{\eta} \tag{Eq 2- 3}$$

- Re Nombre de Reynolds
- ρ Masse volumique du liquide (huile d'olive = 920 kg/m³)
- $\dot{\gamma}$ Gradient de déformation (s⁻¹)
- d Entrefer entre le mobile et le récipient (d = 1,13 mm)
- η Viscosité (Pa.s)

$\dot{\gamma}$ (s ⁻¹)	0.5	1	2.5	5	10	25	50	100	250	500	1000
η (mPa.s)	71,5	71,5	71,5	71,5	71,5	71,5	71,5	71,5	71,5	71,5	71,5
Re	0,008	0,016	0,041	0,082	0,164	0,411	0,822	1,643	4,108	8,215	16,430

Tableau 2- 7 : Nombre Reynolds dans les paliers avec une viscosité supposée

Nous observons sur le **Tableau 2- 7** que le nombre de Reynolds est supérieur à 4 pour les paliers supérieurs à 250 s⁻¹ ce qui correspond à un écoulement qui s'éloigne progressivement de celui de Stokes. Les résultats précédents nous permettent de tracer sur la **Figure 2- 12** la zone de fonctionnement fiable pour nos essais en se basant sur les mesures effectuées avec l'huile d'olive et en tenant compte du domaine de fonctionnement du rhéomètre. Le principal constat est que la zone des mesures fiables est fortement restreinte en comparaison avec les possibilités de mesure de l'appareil. Une vigilance permanente doit être mise en œuvre pour fiabiliser les mesures sur coulis dont le comportement rhéologique est beaucoup plus complexe que celui de l'huile d'olive. Il est important de noter que le gradient de cisaillement de notre protocole utilisé pour les essais rhéométriques varie entre 500 s⁻¹ et 0,1 s⁻¹ ce qui est totalement dans la zone qualifiée de fiable.

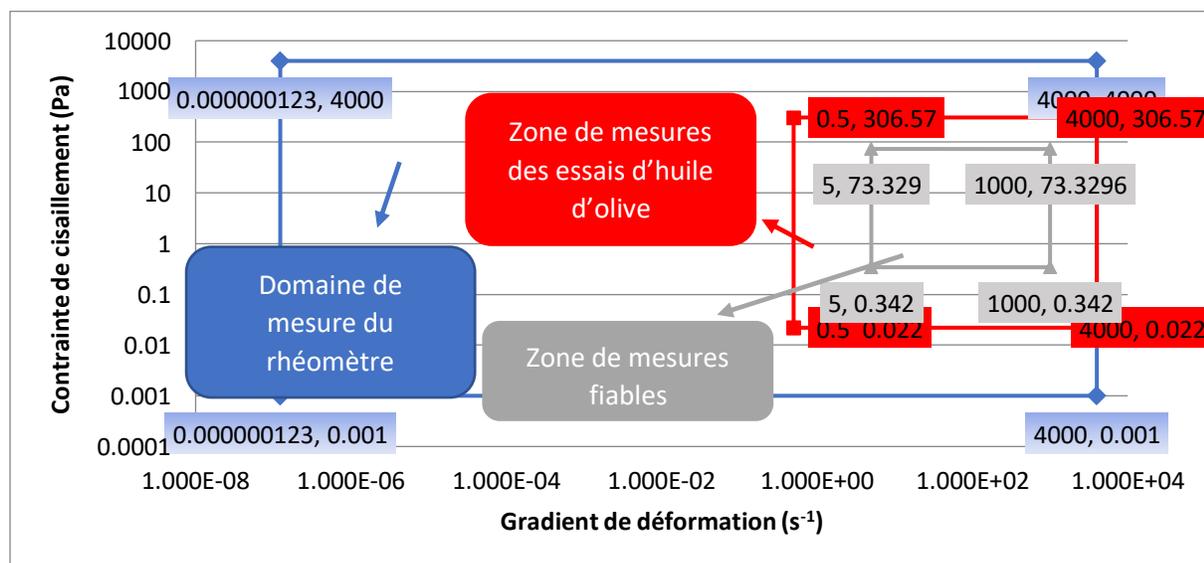


Figure 2- 12 : Détermination des différentes zones dans le domaine de travail du rhéomètre

2.2.3 Mesure de la masse volumique d'échantillon dans le rhéomètre

Nous avons identifié trois volumes caractéristiques correspondant à trois parties (**Figure 2- 13**) : i) partie haute latérale du mobile, ii) partie basse latérale du mobile, iii) partie inférieure du mobile dépendant du gap. Compte-tenu que l'entrefer est petit, nous avons utilisé pour les prélèvements dans les parties latérales, un capillaire cylindrique dont le diamètre est 1,06 mm (suffisant pour passer dans l'entrefer entre les deux cylindres : 1,13mm).

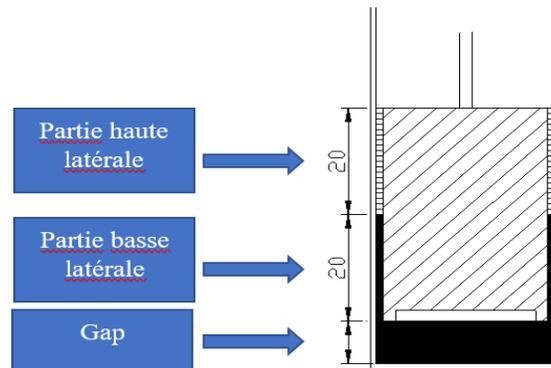


Figure 2- 13 : Détermination des différentes parties du volume total du fluide dans le rhéomètre

Pour les coulis ségrégatifs, il existe éventuellement une couche précipitée au fond du rhéomètre, ce qui entraîne une fraction volumique solide de plus en plus pauvre dans la partie latérale haute. Dans ce cas-là, seule la phase liquide de la partie latérale haute est prélevée. Bien évidemment, la mesure de la masse volumique à plusieurs moments d'un essai rhéométrique demande à recommencer chaque fois tout l'essai à partir du malaxage du coulis et jusqu'au moment désiré. Cette procédure particulièrement lourde permet néanmoins de vérifier la répétabilité des essais rhéométriques en comparant les fractions communes des courbes d'écoulement obtenues.

2.3 Simulations numériques

Pour mieux comprendre l'influence des géométries sur les écoulements dans une configuration type Couette nous avons effectué des simulations numériques. Nous avons utilisé le logiciel COMSOL MULTIPHYSICS version 5.2.

Ce logiciel est un logiciel de simulation polyvalent permettant de modéliser les conceptions, les dispositifs et les processus dans tous les domaines de l'ingénierie, de la fabrication et de la recherche scientifique.

La fonctionnalité de maillage dans le module CFD prend en compte les conditions limites dans les problèmes d'écoulement de fluide afin de calculer des solutions précises. Un maillage de couche limite est automatiquement généré afin de résoudre les gradients de vitesse qui apparaissent généralement sur les surfaces où les conditions de bords sont appliquées.

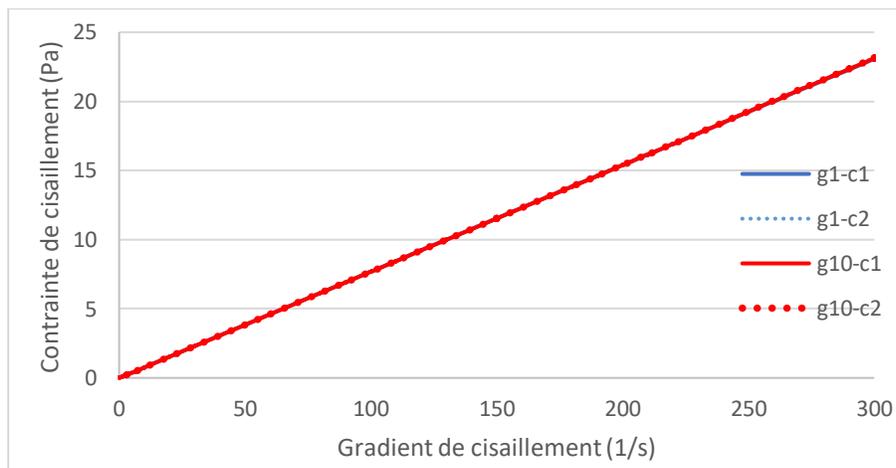
Les interfaces de physique d'écoulement utilisent une méthode des moindres carrés de Galerkin pour discrétiser les équations d'écoulement et générer le modèle numérique dans l'espace (2D, et

3D). La fonction de test est conçue pour stabiliser les termes hyperboliques et le terme de pression dans les équations de transport.

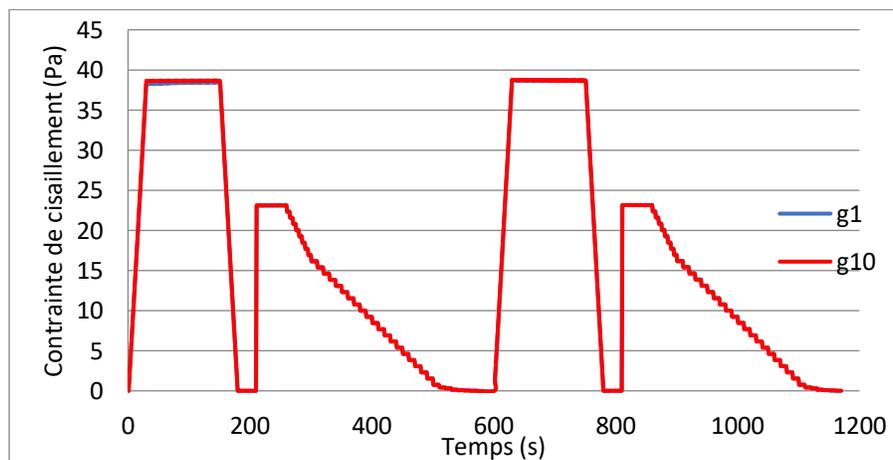
2.4 Vérification de la méthodologie de (Hoang et al.,2015)

2.4.1 Vérification du protocole aux fluides à seuil et Newtonien

Dans cette partie, nous vérifions l'adaptation du protocole de mesure proposé par (Hoang et al., 2015) (**Error! Reference source not found.**) sur un fluide newtonien : l'huile d'olive et sur un fluide à seuil modèle : un gel de Carbopol. Les essais sont réalisés à 20°C avec la configuration B en faisant varier le gap vertical de 1 à 10 mm. Comme ces fluides ne présentent aucune thixotropie, l'indépendance des valeurs de contrainte de cisaillement du gap et du temps est attendue.



(a)



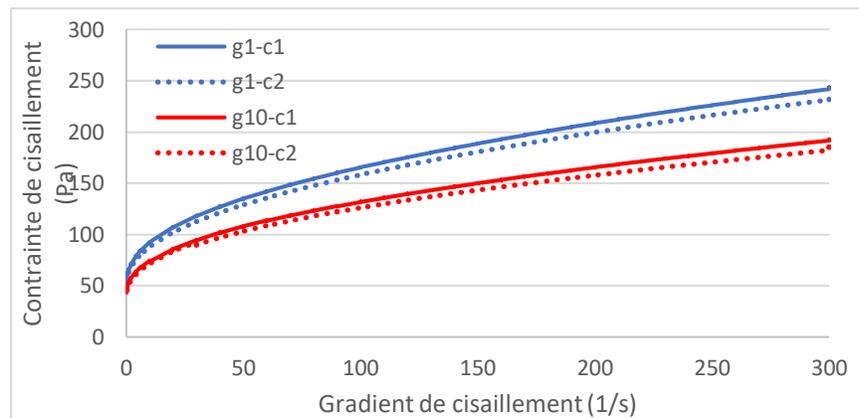
(b)

Figure 2- 14 : Variation de la contrainte de cisaillement de l'huile d'olive en fonction (a) du gradient de cisaillement et (b) du temps

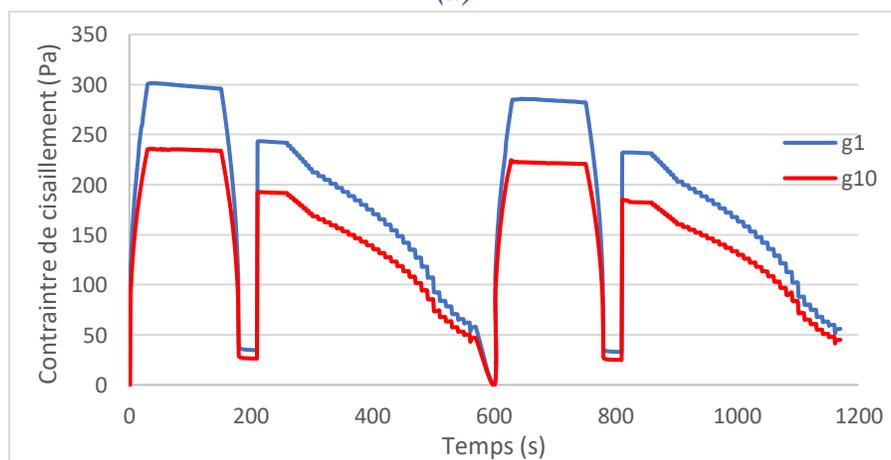
La **Figure 2- 14** montre l'évaluation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps et du gradient de cisaillement sur de l'huile d'olive suivant le protocole de (Hoang et al., 2015). Comme

attendu, nous pouvons observer un comportement Newtonien et les courbes d'écoulement sont confondues quel que soient l'entrefer vertical et le cycle.

Cependant, le gap influe sur les résultats rhéométriques obtenues sur un fluide à seuil modèle (**Figure 2- 15**). Nous observons au premier lieu un comportement d'Herschel-Buckley du fluide et une légère diminution de contrainte de cisaillement au 2^e cycle. Ceci peut être dû à l'évolution du Carbopol sous l'effet du cisaillement, dont le gradient reste ici relativement élevé. Il est probable que les interactions colloïdales du fluide sont détruites au premier cycle et ne se restaurent pas pendant le période de repos . En deuxième lieu, un écart significatif de la valeur contrainte entre les résultats obtenues avec les gaps de 1 et de 10 mm est observé. Il ne peut pas être expliqué par une perte de la phase solide comme celui montré par (Hoang et al., 2015) sur les coulis cimentaires. Ce phénomène a été observé par (Highate et al., 1969) qui a signalé une différence du cisaillement dans la partie inférieure du mobile en modifiant l'entrefer vertical entre les deux cylindres d'un rhéomètre de Couette (**Error! Reference source not found.**). Cette différence entraîne une supériorité de couple exerçant sur la paroi du mobile dans le cas de gaps faibles.



(a)



(b)

Figure 2- 15 : Variation de la contrainte de cisaillement du fluide à seuil modèle en fonction: (a) du gradient de cisaillement et (b) du temps.

Pour résumer, l'application du protocole de (Hoang et al., 2015) effectuée avec la configuration B sur les fluides modèles dans lesquels il n'existe pas la ségrégation entraîne des résultats différents de ceux attendus. Ce protocole s'adapte très bien à un fluide Newtonien car les résultats sont indépendants du gap et du temps. Pourtant, les résultats sur le fluide modèle ne sont pas similaires quand le gap varie même s'il n'existe pas la ségrégation. Comme la caractérisation de la ségrégation des coulis est basée sur l'écart de contrainte entre les gaps, ce phénomène peut causer des problèmes d'interprétation du critère de ségrégabilité tel que proposé par (Hoang et al., 2015) si l'application de la méthodologie est faite de manière stricte.

2.4.2 Vérification sur les coulis cimentaires

L'objectif de cette partie est d'évaluer la méthodologie de (Hoang et al. 2015) d'identification du potentiel de ségrégation des coulis cimentaires sur une configuration de rhéomètre type Couette de géométrie différente. La ségrégabilité des coulis est investiguée sur des coulis cimentaires formulés avec différents rapports E/C = 0,40 ; 0,42 ; 0,45 et 0,65 sans adjuvants superplastifiants. Les essais suivent le protocole introduit dans la **Error! Reference source not found.** en utilisant 2 gaps verticaux de 1 et 10 mm.

2.4.2.1 Etude de la contrainte de cisaillement

2.4.2.1.1 Coulis ségrégatif

La variation de la contrainte de cisaillement d'un coulis formulé avec un rapport E/C = 0,65 en fonction du temps est présentée sur la **Figure 2- 16**. Nous observons initialement que les contraintes de cisaillement obtenues avec un gap de 1 mm sont considérablement supérieures à celles obtenues avec un gap de 10 mm. De plus, cet écart de contrainte devient plus important dans le deuxième cycle de cisaillement. Ceci démontre que la contrainte de cisaillement varie en fonction du gap lorsque le coulis est ségrégatif comme précédemment établi dans le travail de (Hoang et al., 2015).

En outre, avec un gap de 1 mm, nous observons un pic au début du pré-cisaillement du 2^e cycle ainsi que la supériorité des valeurs de contraintes du 2^e cycle ce qui n'est pas le cas lorsque le gap est de 10 mm. Ce phénomène met également en évidence le remaniement des grains de ciment précipités sous cisaillement pendant le 1^{er} cycle et la restauration des forces interparticulaires pendant le temps de repos entre les deux cycles. De plus, l'effet du fond (end effects) joue probablement un rôle sur la supériorité des valeurs du gap de 1 mm comme ceci montré par (Highate et al., 1969).

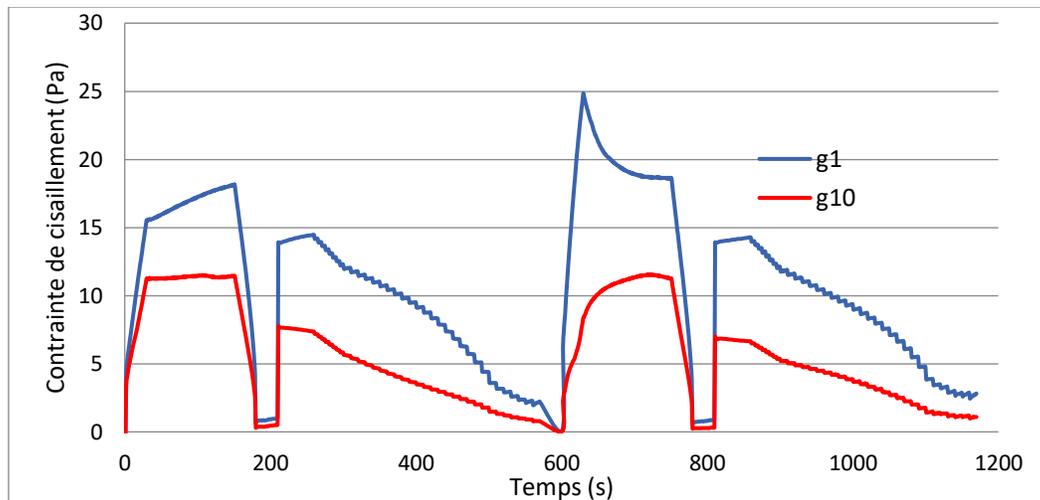


Figure 2- 16 : Variation de contrainte de cisaillement en fonction du temps du coulis de $E/C = 0,65$ sans adjuvant au gap 1 et 10 mm

2.4.2.1.2 Coulis stables

D'après (Hoang et al. 2015), les coulis stables restent homogènes pendant l'essai rhéométrique et les valeurs de contrainte de cisaillement sont indépendantes du gap vertical. Cependant, nos observations sur les **Figure 2- 17**, **Figure 2- 18** et **Figure 2- 19** montrent les différences suivantes :

- Un écart très significatif de la contrainte de cisaillement entre les deux gaps est observé pour la totalité du protocole. De plus, cet écart augmente en diminuant le rapport E/C .
- Avec un gap de 1 mm, les valeurs de contrainte sont similaires pour les deux cycles tandis que les valeurs de contrainte du 1^{er} cycle sont plus élevées que celles du 2^e avec le gap de 10 mm.
- Si nous interprétons ces résultats sur la base des travaux de (Hoang et al., 2015), nous devons arriver à la conclusion que tous ces coulis sont ségrégatifs sous cisaillement. Or, aucun phénomène de ségrégation n'a été observé dans le récipient du rhéomètre à la fin du deuxième cycle et, comme il sera vérifié par la suite, la masse volumique de ces coulis ne varie pas en fonction de la hauteur à la fin des essais. Par ailleurs, les courbes d'écoulement du 1^{er} cycle avec un gap de 1 mm, présentées à la **Figure 2- 20**, nous montrent que l'augmentation du rapport E/C réduit la viscosité apparente ainsi que le seuil d'écoulement. Ceci nous assure de la fiabilité des résultats mesurés par le rhéomètre. De plus, l'écart de contrainte entre les gaps de 1 et 10 mm est similaire à celui observé avec le fluide à seuil modèle ce qui est dû au cisaillement de la partie inférieure du mobile (end-effects). L'intensité du cisaillement de cette partie dépend des propriétés rhéologiques des fluides et les caractéristiques géométriques du rhéomètre. Sur la base de cette analyse, nous pouvons considérer qu'avec la configuration B, la contrainte de cisaillement des fluides à seuil mesurée avec un gap vertical faible est systématiquement surévaluée.

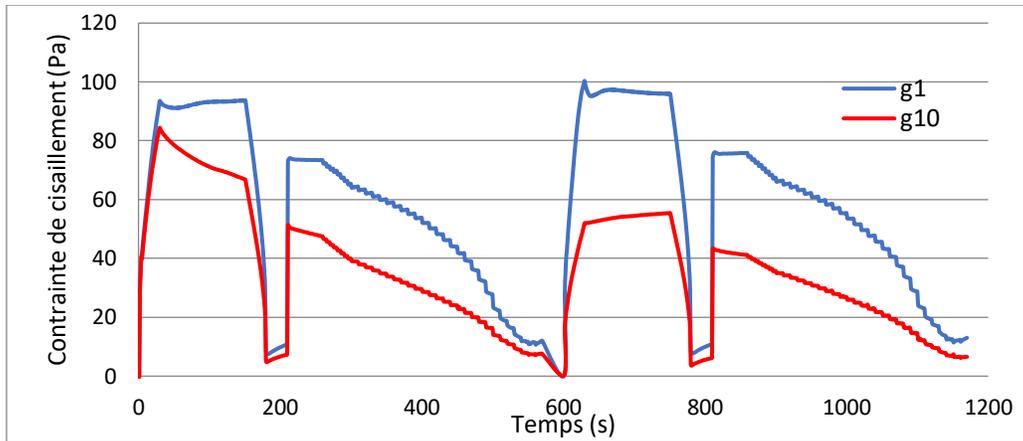


Figure 2- 17 : Variation de contrainte en fonction du temps du coulis de $E/C = 0,40$ sans adjuvant avec les gaps de 1 et de 10 mm.

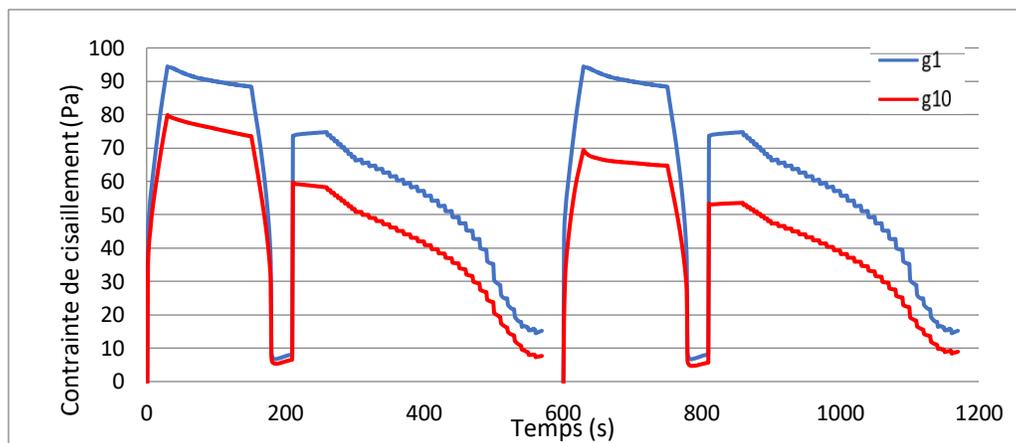


Figure 2- 18 : Variation de contrainte en fonction du temps du coulis de $E/C = 0,42$ sans adjuvant avec les gaps de 1 et de 10 mm.

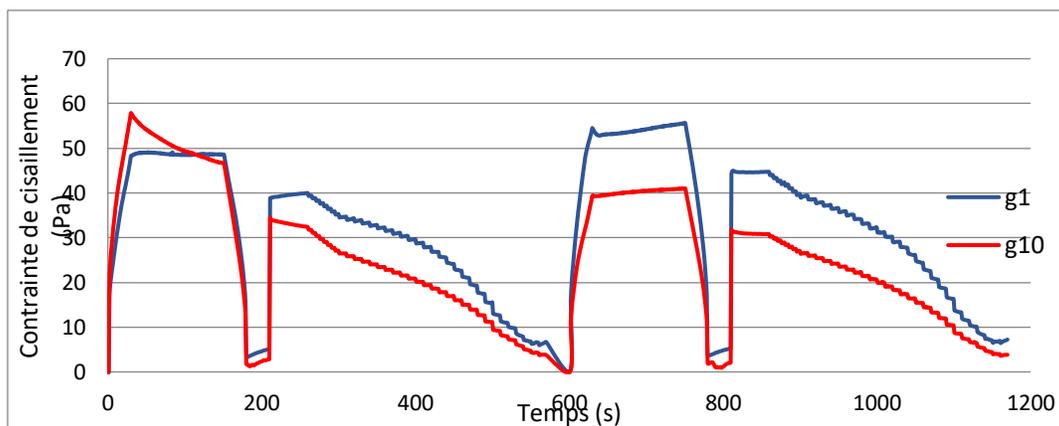


Figure 2- 19 : Variation de contrainte en fonction du temps du coulis de $E/C = 0,45$ sans adjuvant avec les gaps de 1 et de 10 mm.

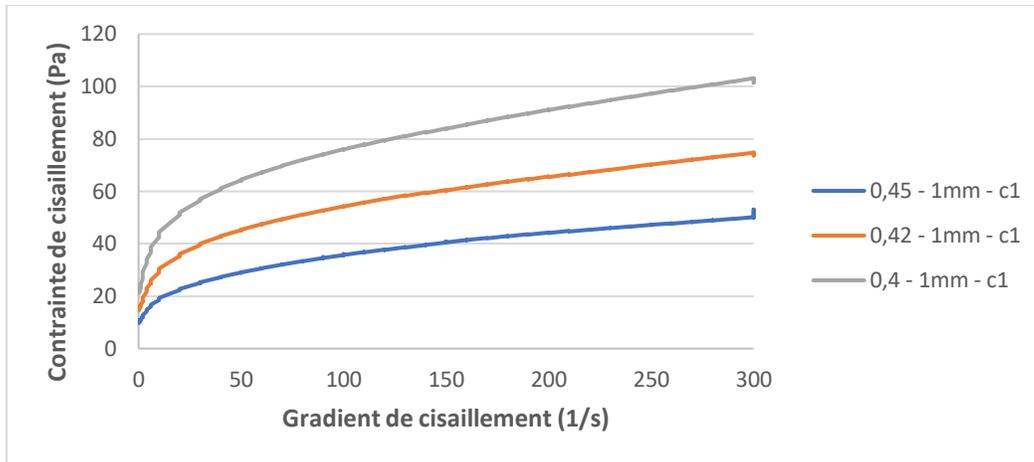


Figure 2- 20 : Courbes d'écoulement des coulis non adjuvantés

2.4.2.2 Critère de ségrégabilité

La **Figure 2- 21** montre les valeurs du critère rhéométrique de ségrégabilité S_g des coulis cimentaires défini par (Hoang et al., 2015) pour évaluer le potentiel de ségrégation des coulis sous cisaillement dans le rhéomètre. Ce critère se base sur la différence relative de la contrainte de cisaillement mesurée au gradient de cisaillement de 300 s^{-1} avec le gap de 1 mm et de 10 mm au cours du premier cycle selon l'équation Eq 2-4.

$$S_g = \frac{\tau_{300}^{g1} - \tau_{300}^{g10}}{(\tau_{300}^{g1} + \tau_{300}^{g10})} \times 100\% \quad \text{Eq 2- 4}$$

Avec τ_{300}^{g1} la contrainte de cisaillement mesurée à la fin du palier de 300 s^{-1} du 1^{er} cycle au gap de 1 mm.

τ_{300}^{g10} la contrainte de cisaillement mesurée à la fin du palier de 300 s^{-1} avec 1^{er} cycle au gap de 10 mm.

Nous rappelons que ce critère est choisi en raison de sa forte corrélation avec la diminution de la fraction solide de la suspension dans la partie haute de l'entrefer horizontal (Hoang et al., 2015). Nous constatons sur la **Figure 2- 21** que la valeur de S_g déterminée sur les essais effectués avec la configuration B du rhéomètre, augmente avec l'augmentation du rapport E/C et du dosage de superplastifiant dans le cas des coulis avec un E/C supérieur à 0,45. En revanche, dans le cas des coulis plus visqueux, avec un rapport d'E/C inférieur ou égal à 0,45, la valeur du critère devient plus importante avec la diminution du E/C du coulis, ce qui est inattendu compte tenu que ces coulis sont stables. De plus, toutes les valeurs du critère sont beaucoup plus élevées que la valeur seuil de 2,5% proposée par (Hoang et al., 2015) comme seuil maximal des coulis stables. Autrement dit, l'application la méthodologie de (Hoang et al. 2015) sur la configuration B, conduit à considérer tous les coulis comme ségrégatifs sous cisaillement. Ces résultats ne correspondent pas aux observations visuelles et les mesures de masse volumique des coulis à faible rapport E/C ni aux résultats de (Hoang et al. 2015) ou ceux trouvés dans la littérature (Banfill et al., 2011), (Bhatty et Banfill, 1982). Comme ce critère joue un rôle vital sur la caractérisation de la

ségrégation des coulis, une étude plus approfondie sur l'influence de la géométrie utilisée sur les résultats rhéométriques des coulis est nécessaire ainsi qu'une vérification de l'évolution de la masse volumique du coulis pendant les essais.

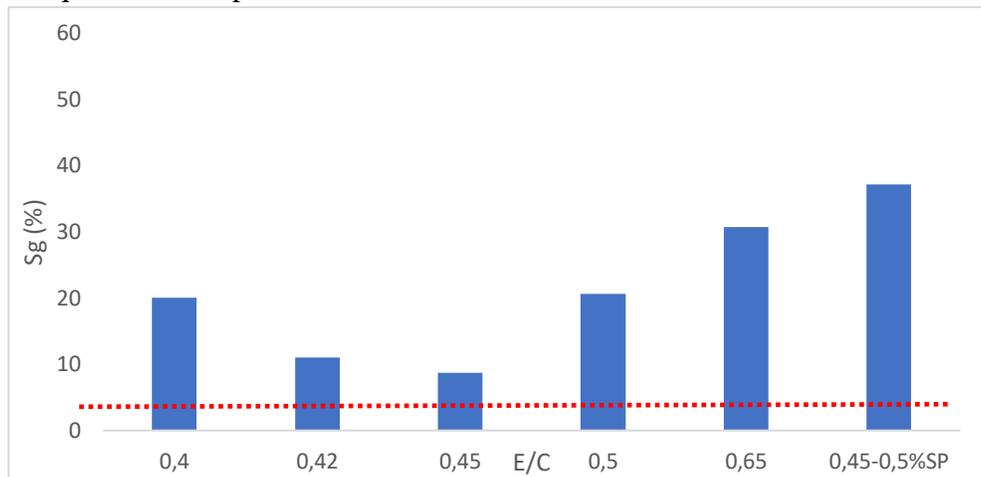


Figure 2- 21 : Variation du critère rhéométrique de ségrégabilité des coulis sous cisaillement en fonction des paramètres de formulation en appliquant le protocole de (Hoang et al. 2015) sur configuration B du rhéomètre

Notre avis est que l'écart de contrainte de cisaillement entre le gap de 1 et de 10 mm n'est pas pertinent pour caractériser la ségrégation des coulis en utilisant la configuration B. Nous pensons en effet que l'origine de ce problème vient des perturbations de mesures au gap faible en raison de phénomènes type 'end-effects', ce qui probablement n'est pas le cas dans la configuration A utilisé par (Hoang et al., 2015). Nous rappelons que les 'end-effects' dépendent principalement des caractéristiques géométriques des cylindres et plus particulièrement de la configuration géométrique du fond du cylindre mobile et probablement de la présence de rainures sur ce cylindre et aussi sur le récipient dans cette partie. Influence du gap vertical sur les comportements rhéologiques.

Nous avons supposé dans la partie précédente que de possibles phénomènes d'end-effects perturbent la mesure des propriétés rhéologiques des fluides à seuil en fixant la valeur de gap minimal à 1 mm. Par conséquent l'écart de la contrainte de cisaillement ne peut pas être interprété pour caractériser la ségrégabilité des coulis cimentaires sous cisaillement. Pourtant, (Highate et al., 1969) ont montré que ces phénomènes peuvent être négligeables si le gap devient plus grand (environ 3 à 4 mm). De plus, (Hoang et al., 2015) ont indiqué que pour les gaps supérieurs à 4 mm, les contraintes de cisaillement mesurées des coulis ségrégatifs sont similaires car il existe suffisamment d'espace pour que la ségrégation des particules cimentaires se fasse et que le remaniement lors du pré-cisaillement n'apparaisse plus. Dans cette partie, nous essayerons à étudier l'influence du gap sur les essais rhéologiques des coulis stables et instables effectués avec la configuration B. Notre objectif est de trouver le gap à partir duquel le phénomène de 'end-effects' devient négligeable. Dans cet objectif, les résultats rhéométriques des coulis considérés stables (E/C=0,45 et E/C=0,40) et d'un coulis considéré ségrégatif (E/C=0,65) en variant le gap de 1 à 10 mm en utilisant la configuration B sont présentés.

La **Figure 2- 22** montre la variation de la contrainte de cisaillement du coulis ségréatif avec un rapport $E/C=0,65$ pendant les deux cycles de cisaillement pour des valeurs de gaps variables entre 1 à 10 mm. Nous observons un comportement rhéologique qui diffère significativement en fonction du gap, ce qui est la principale caractéristique du comportement d'un coulis ségréatif. En effet, les contraintes de cisaillement diminuent sensiblement avec l'augmentation du gap. Cette diminution est beaucoup plus forte pour les gaps de 1 à 3 mm et s'atténue progressivement jusqu'au gap de 10 mm. De plus, l'intensité du pic au début du pré-cisaillement du 2^e cycle correspondant au remaniement des particules ségréguées au 1^{er} cycle diminue en augmentant le gap puis disparaît aux gaps supérieurs à 4 mm. Ces résultats confirment l'hypothèse de (Hoang et al., 2015) sur le remaniement des particules.

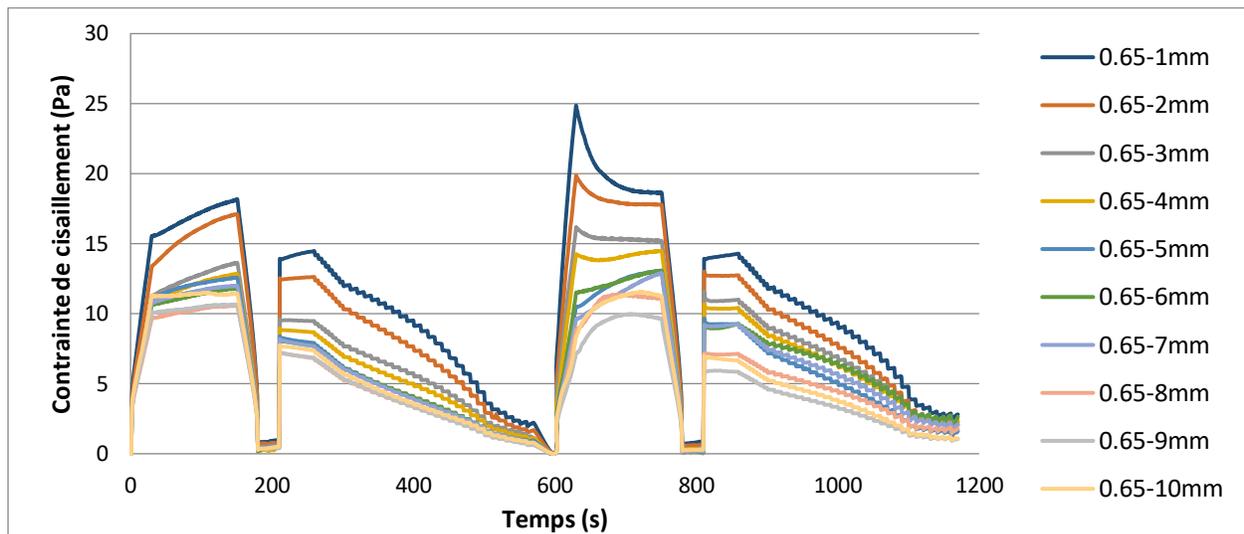
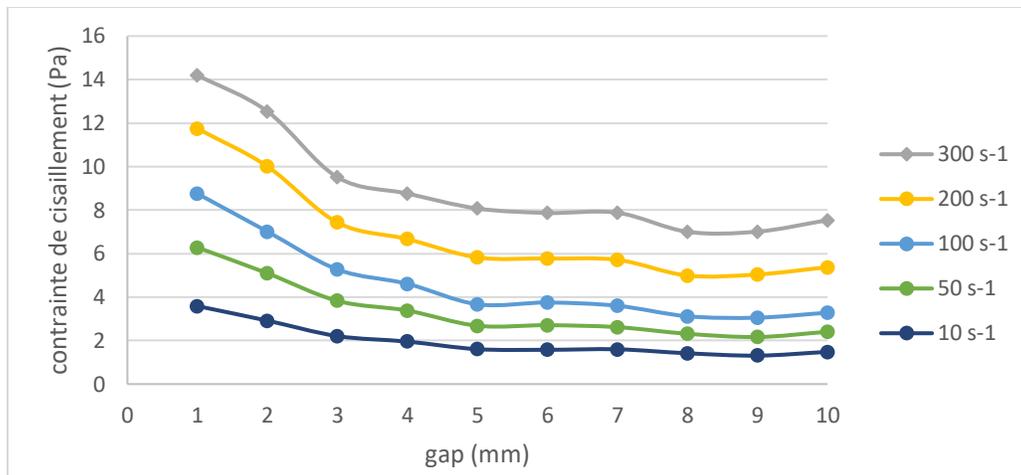
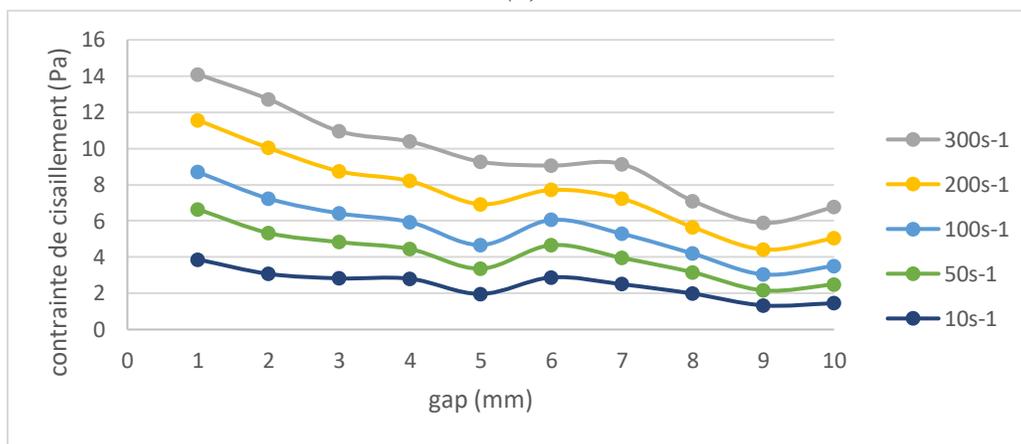


Figure 2- 22 : Variation de contrainte de cisaillement en fonction du temps du coulis de $E/C = 0,65$ pour des gaps variables entre 1 et 10 mm.

Afin de mieux illustrer ce phénomène, la **Figure 2- 23** présente les valeurs moyennes de la contrainte de cisaillement aux paliers de 300, 200, 100, 50 et 10 s^{-1} au 2 cycles du coulis. Nous constatons en effet que cette diminution de la contrainte de cisaillement avec l'augmentation du gap affecte tous les paliers de cisaillement pour ce coulis avec un $E/C=0,65$. Cette diminution de la contrainte de cisaillement est à relier directement à la ségrégation dynamique de ce coulis qui, de toute évidence, commence dès le pré-cisaillement. Il faut signaler que ces résultats confirment ceux de (Hoang et al. 2015) pour un coulis ségréatif. Cependant, nous observons aussi que l'évolution de la valeur moyenne aux gaps inférieurs à 3 mm est différente à celle des gaps supérieurs. Plus précisément, une forte diminution de contrainte est observée en changeant le gap de 1 à 3 mm tandis que la diminution devient plus régulière pour les gaps supérieurs. Nous notons aussi que la diminution de contrainte entre le gap 3 et 10 mm devient plus prononcée au 2^e cycle ce qui peut induire une ségrégation plus forte au cours du 2^e cycle.



(a)



(b)

Figure 2- 23 : Variation de la contrainte de cisaillement moyenne du coulis de $E/C = 0,65$ pour différents paliers de taux de cisailent (a) du 1er cycle et (b) du 2e cycle en fonction du gap

Comparativement au coulis ségrégatif précédent, les coulis stables ($E/C=0,40 ; 0,45$) présentent un comportement différent (Figure 2- 24, Figure 2- 25). Pour ces coulis, seuls les essais réalisés avec des valeurs de gaps de 1 et 2 mm présentent une contrainte de cisaillement plus forte. A partir d’une valeur de gap de 3 mm, la contrainte de cisaillement évolue que très peu quel que soit cette valeur du gap. Ce comportement particulier pour les faibles valeurs de gap n’est pas le résultat d’une ségrégation des particules de ciment car la masse volumique du coulis reste stable pendant l’essai rhéométrique (Figure 2- 28 b, c). Nous rappelons que ce comportement particulier n’a pas été observé par (Hoang et al. 2015). Les simulations numériques (chapitre 4) vont nous permettre de mieux comprendre ce phénomène.

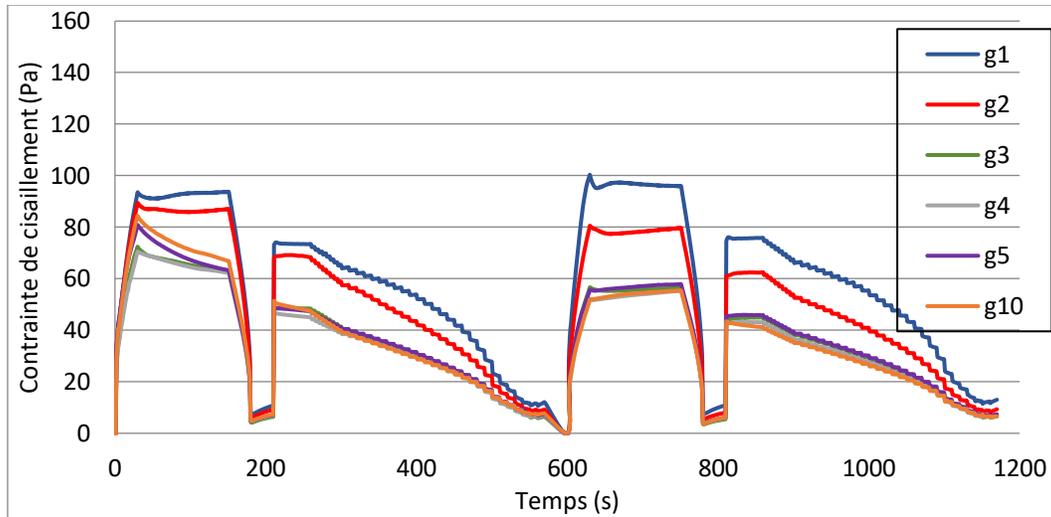


Figure 2- 24 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps d'un coulis cimentaire de $E/C=0,40$ pour des gaps variables entre 1 et 10 mm.

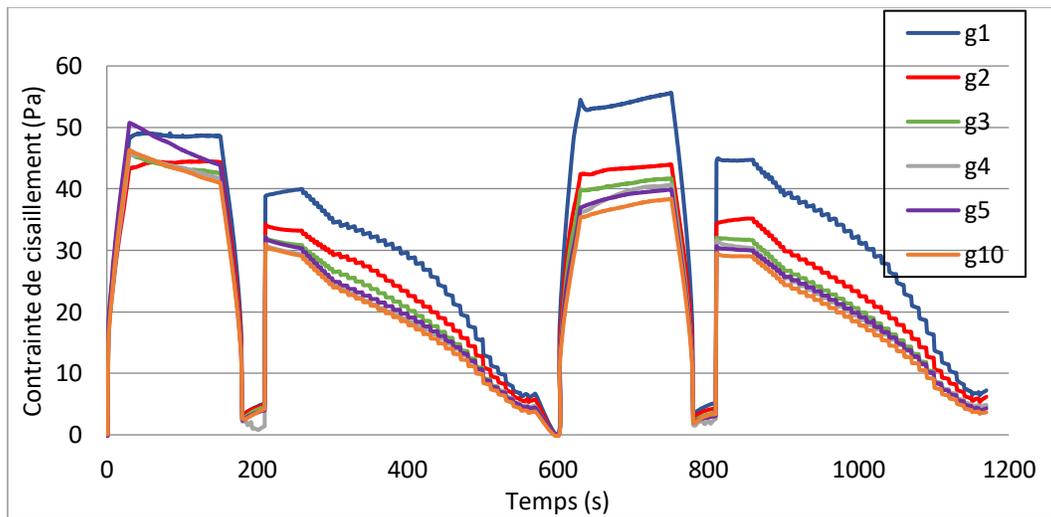
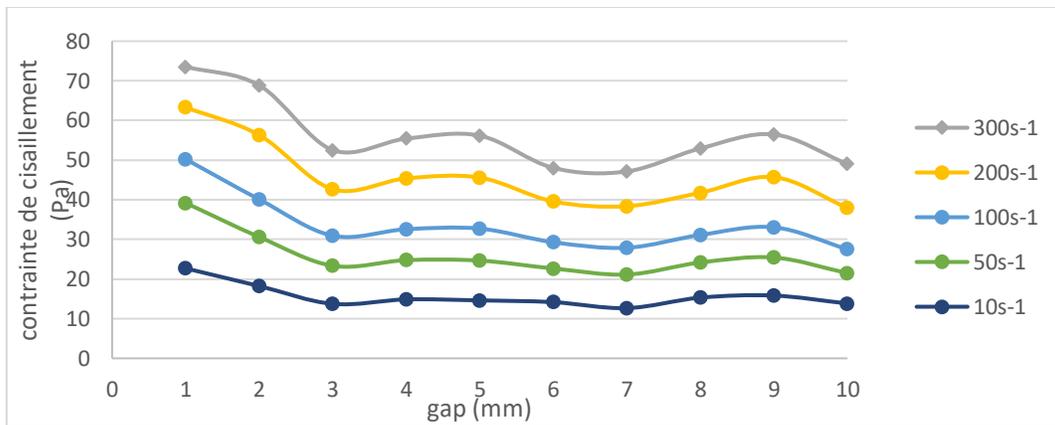
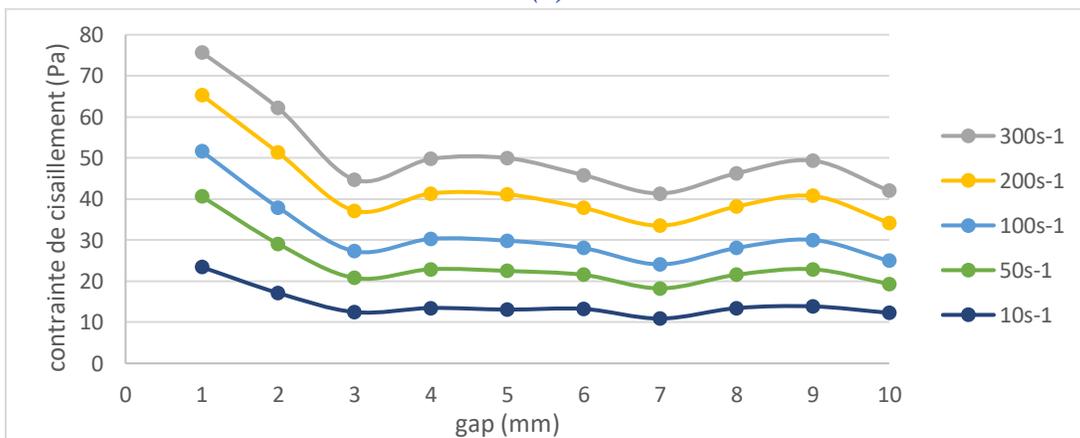


Figure 2- 25 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps d'un coulis cimentaire de $E/C=0,45$ pour des gaps variables entre 1 et 10 mm.

Les **Figure 2- 26** et **Figure 2- 27** présentent les valeurs moyennes de la contrainte de cisaillement des coulis aux paliers de 300, 200, 100, 50 et 10 s^{-1} aux 2 cycles. Nous constatons en effet qu'à partir d'un gap de 3 mm, la contrainte est indépendante du gap pour les 2 cycles, ce qui est cohérent avec le comportement d'un coulis stable. Cette stabilité correspond à celle de la masse volumique en fonction du gap. Nous notons aussi que l'évolution de la valeur moyenne de contrainte est similaire entre les 2 cycles. Nous retrouvons ici des résultats cohérents, similaires à ceux de (Highate et al., 1969).

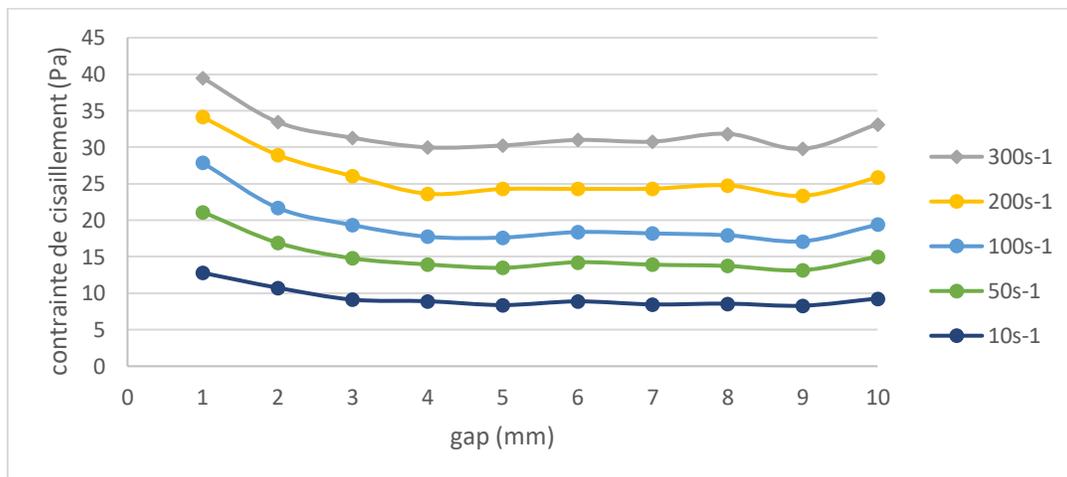


(a)

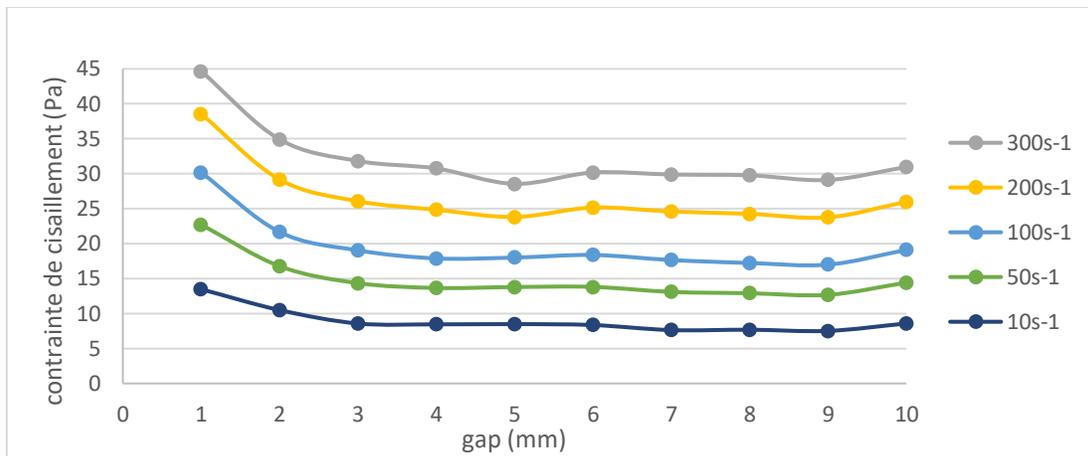


(b)

Figure 2- 26 : Variation de la contrainte de cisaillement moyenne d'un coulis de $E/C = 0,40$ pour différents paliers de taux de cisaillement (a) du 1^{er} cycle et (b) du 2^e cycle en fonction du gap

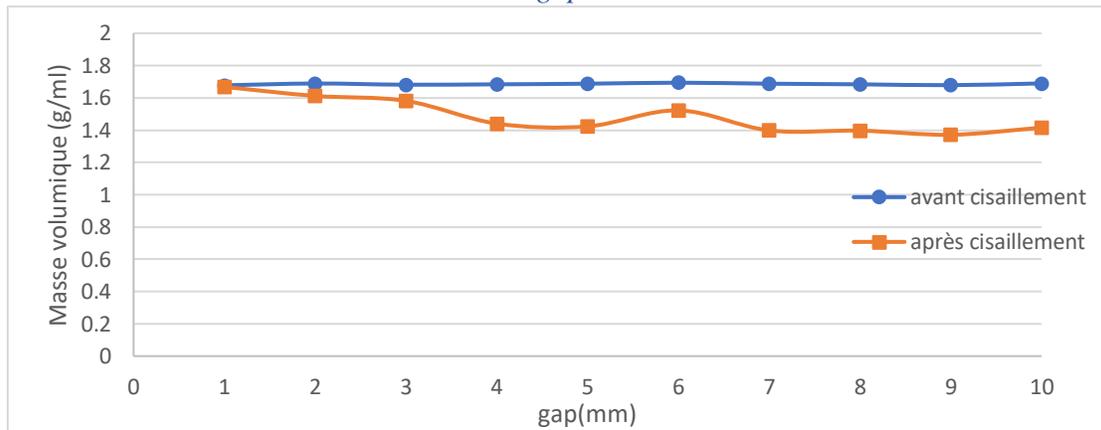


(a)

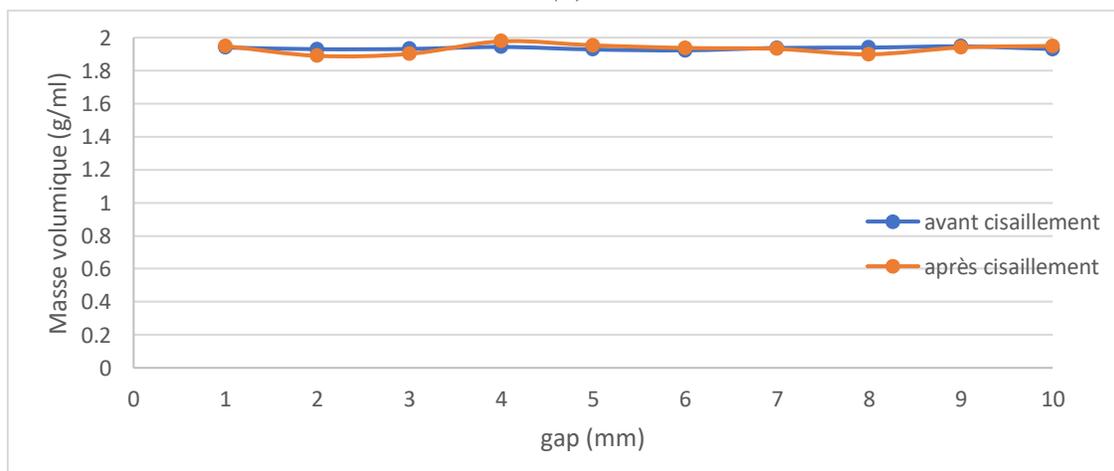


(b)

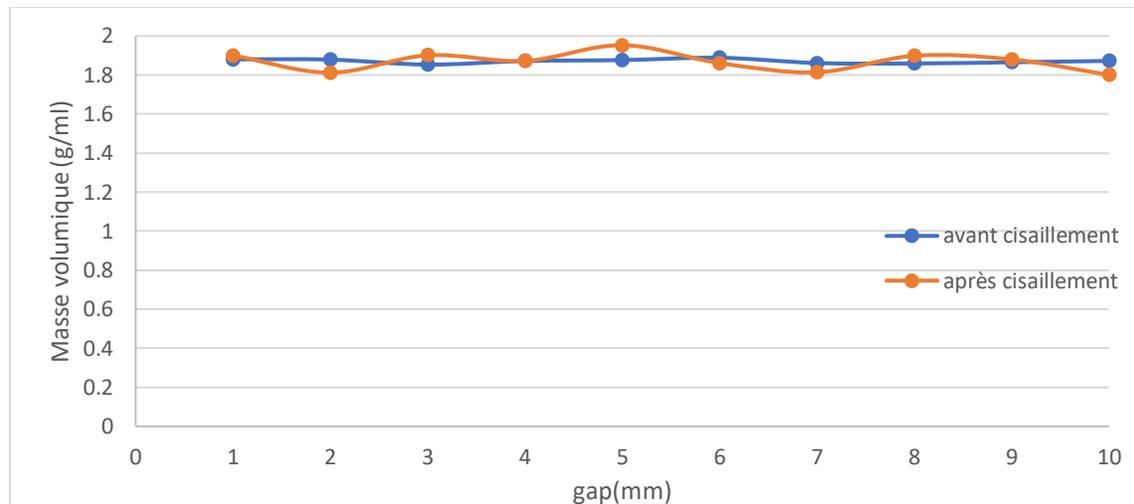
Figure 2- 27 : Variation de la contrainte de cisaillement moyenne d'un coulis de $E/C = 0,45$ pour différents paliers de taux de cisaillement (a) du 1^{er} cycle et (b) du 2^e cycle en fonction du gap



(a)



(b)



(c)

Figure 2- 28 : Variation de la masse volumique du coulis dans la moitié haute de l'entrefer en fonction du gap. Coulis de (a) $E/C = 0,65$, (b) $E/C = 0,40$ et (c) $E/C = 0,45$

La **Figure 2- 28** illustre l'influence de la valeur du gap sur la variation de la masse volumique des coulis pendant l'essai dans la moitié haute de l'entrefer horizontal. Nous constatons que le coulis $E/C=0,65$ présente une diminution significative de sa masse volumique sous l'effet d'un cisaillement à partir d'une valeur de gap de 3 mm. Nous observons par contre que la masse volumique des coulis formulés avec des rapports $E/C=0,45$ et $E/C=0,40$ après cisaillement reste très proche de celle avant cisaillement. Cette observation met en évidence la ségrégation des particules de ciment sous cisaillement des coulis formulés avec un rapport $E/C=0,65$. Le phénomène de sédimentation sous cisaillement est amplifié en augmentant le gap car l'espace disponible pour la ségrégation au fond du récipient est plus important. En revanche, les coulis avec des valeurs $E/C=0,40$ et $E/C=0,45$ restent stables sous cisaillement indépendamment du gap. Ces résultats confirment ceux de (Hoang et al. 2015). Nous constatons par ailleurs, une certaine fluctuation des valeurs de la masse volumique après cisaillement à cause du volume particulièrement faible du prélèvement (0,26 ml) qui a servi pour la mesure. Nous notons également que malgré une stabilité des masses volumiques pour les suspensions formulées avec $E/C=0,40$, les résultats des figures précédents présentaient des phénomènes 'end-effects' pour des gaps inférieurs à 3 mm.

Grâce à l'analyse précédente, nous concluons que la caractérisation de la ségrégation dynamique des coulis effectuée avec la configuration géométrique B ne doit pas prendre en compte les rhéogrammes effectués avec le gap de 1 mm et de 2 mm mais doit prendre en compte les rhéogrammes effectués avec le gap de 3 mm (en comparaison avec ceux effectués avec le gap de 10 mm) pour éviter les 'end-effects'. En effet, nous avons démontré que les 'end-effects' causent des perturbations aux mesures pour les valeurs de gap de 1 et de 2 mm qui deviennent négligeables à des valeurs de gaps supérieurs. Nous avons également vérifié qu'il existe une similarité des

valeurs de contrainte de cisaillement avec des gaps supérieurs de 3 mm dans le cas du fluide à seuil modèle présenté précédemment (**Figure 2- 29**).

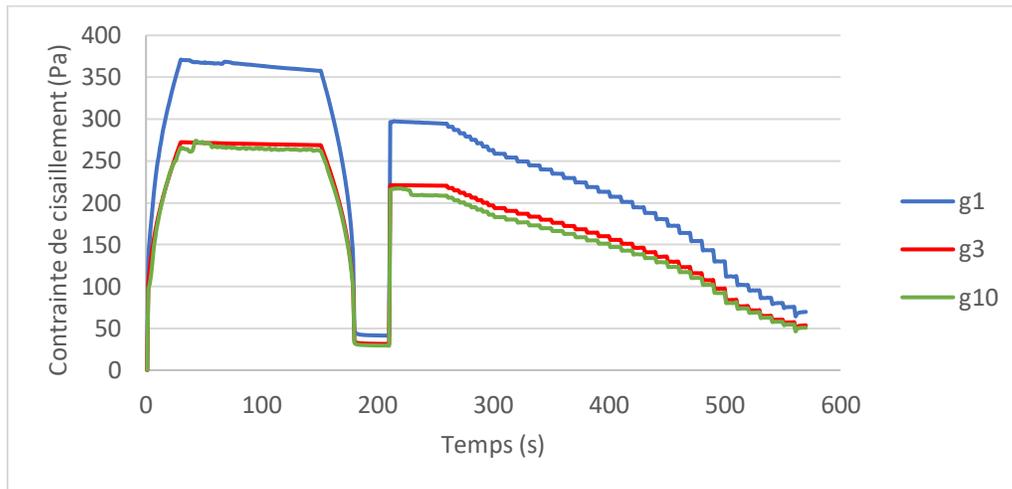


Figure 2- 29 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps du fluide à seuil pour des gaps de 1, 3 et 10 mm.

Avec ce changement dans le protocole de (Hoang et al., 2015), les rhéogrammes des coulis stables sont très proches alors que dans le cas des coulis ségrégeatifs les rhéogrammes diffèrent significativement. De plus, dans le cas d'un coulis ségrégeatif, la rhéogramme obtenue avec le gap de 3 mm correspond à un fluide globalement plus visqueux que celui avec le gap de 10 mm à cause de la sédimentation des particules de ciment vers le fond du récipient et la diminution de la fraction volumique solide dans l'entrefer latéral en fonction de la hauteur

2.4.2.3 Modification du critère de ségrégeabilité

Etant donné que la ségrégeation des coulis cimentaires peut être caractérisée par la différence de contrainte entre le gap de 3 et 10 mm, le critère de ségrégeabilité défini par (Hoang et al., 2015) devient pour la configuration B :

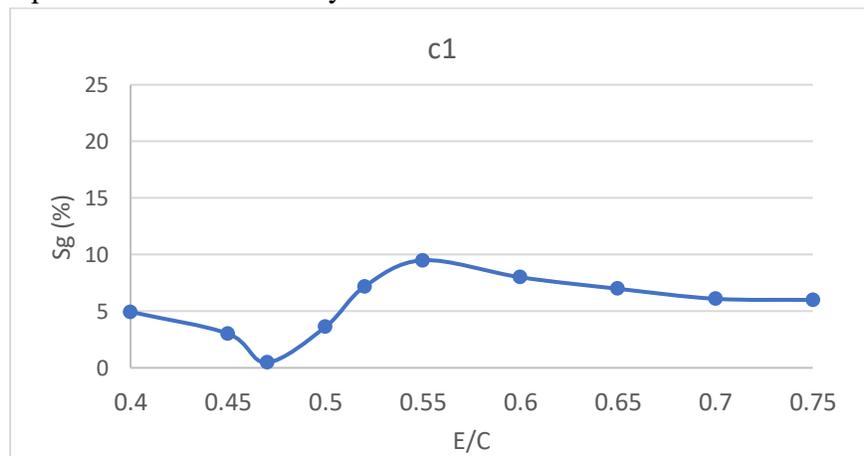
$$S_g = \frac{\tau_{300}^{g3} - \tau_{300}^{g10}}{(\tau_{300}^{g3} + \tau_{300}^{g10})} \times 100\% \quad \text{Eq 2- 5}$$

Avec τ_{300}^{g3} la contrainte de cisaillement mesurée à la fin du palier de 300 s^{-1} du 1^{er} et 2^e cycle avec un gap de 3 mm.

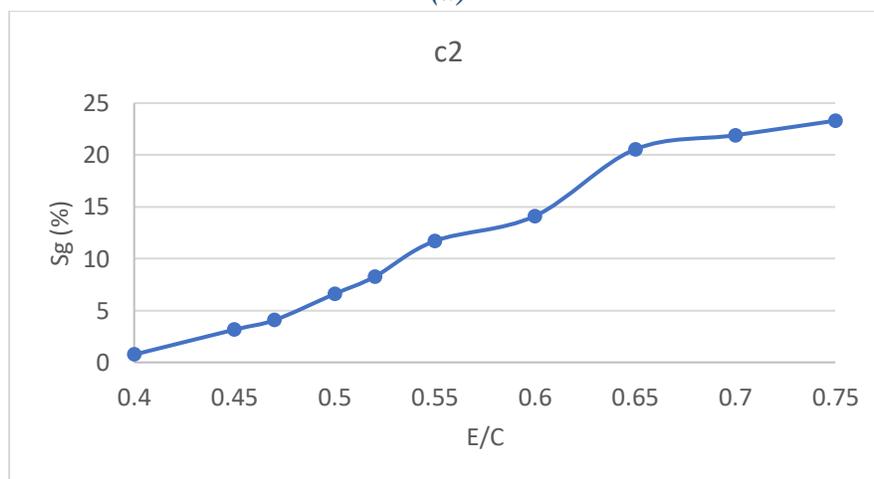
τ_{300}^{g10} la contrainte de cisaillement mesurée à la fin du palier de 300 s^{-1} avec 1^{er} et 2^e cycle avec un gap de 10 mm.

D'après (Hoang et al. 2015), la ségrégeation des particules cimentaires est complète à la fin du 1^{er} cycle de cisaillement, donc le critère S_g , qui est la différence relative de la contrainte mesurée à 300 s^{-1} du 1^{er} cycle entre les deux gaps, augmente en fonction du rapport E/C. Pourtant, les résultats obtenus sur un coulis d'un E/C=0,65 effectués avec la configuration B présentent une diminution

de la contrainte plus forte au 2^e cycle ce qui laisse penser que la ségrégation n'est pas suffisamment avancée au cours du 1^{er} cycle. Ce constat est confirmé en observant la **Figure 2- 30-a** qui présente la variation en fonction de E/C du critère de ségréabilité appliqué au 1^{er} cycle en fonction du rapport E/C des coulis. On trouve que le critère S_g calculé sur le 1^{er} cycle présente une évolution indépendante du rapport E/C et donc du potentiel de ségrégation. Pour les coulis stables ($E/C \leq 0,45$) la valeur du critère S_g augmente avec la diminution du rapport E/C ce qui est la tendance inverse de celle trouvée par (Hoang et al. 2015). Ce phénomène a été rencontré dans le cas des coulis stables au gap de 1 mm. De plus, il n'existe qu'une partie des coulis ségréatifs (de 0,45 à 0,55) qui présente une augmentation du S_g en fonction du rapport E/C. Au-delà de $E/C=0,55$, le critère S_g diminue avec l'augmentation du E/C. Cette évolution ne peut pas signifier la précipitation des particules cimentaires sous l'influence du cisaillement. Cette tendance est en contradiction avec l'hypothèse de la ségrégation dynamique des coulis qui augmente avec l'augmentation du teneur en eau. En effet, nous pouvons constater qu'avec la configuration B le critère de ségréabilité ne peut pas s'appliquer dans le cas du 1^{er} cycle.



(a)



(b)

Figure 2- 30 : Variation du critère de ségréabilité en fonction du rapport E/C calculée avec l'équation 2-6 mesurée avec la configuration B (a) au 1er cycle et (b) au 2e cycle

En revanche, ce critère présente des résultats plus logiques en calculant la différence relative de la contrainte de cisaillement mesurés à 300 s^{-1} pour les gaps de 3 et 10 mm lors du 2^e cycle. La **Figure 2- 30-b** présente une augmentation continue de la valeur de S_g en fonction du rapport E/C ce qui est cohérent vis à vis de l'influence attendue du rapport E/C sur la ségrégation dynamique. En supposant que le coulis de E/C = 0,45 est le seuil de ségrégation sous cisaillement (Hoang et al., 2015), nous pouvons proposer aussi un seuil de S_g qui est environ 3,1% correspondant au coulis 0,45, au-delà duquel le comportement rhéologique est significativement influencé par le gap. Dans ce dernier cas, les courbes d'écoulement deviennent « apparentes » dans le sens où elles représentent le comportement d'un coulis hétérogène avec un gradient de la fraction volumique solide sur la hauteur du volume cisailé.

Il est intéressant d'observer sur la **Figure 2- 31** la variation de la valeur du critère S_g au 1^{er} et au 2^e cycle en fonction du rapport E/C sur des essais réalisés avec la configuration A de (Hoang et al. 2015). Avec cette configuration, une augmentation de la valeur du critère S_g en fonction du rapport E/C lors du 2^e cycle pour des coulis sans adjuvant est observée. Cette évolution est plus représentative du comportement des coulis faiblement ségrégatifs que celle du 1^{er} cycle. De plus, nous observons aussi une fluctuation du critère dans le cas des coulis stables (E/C <0,45) ce qui correspond aussi à nos résultats. Ceci démontre que la très faible ségrégation de ces coulis visqueux à lieu essentiellement au cours du 2^e cycle.

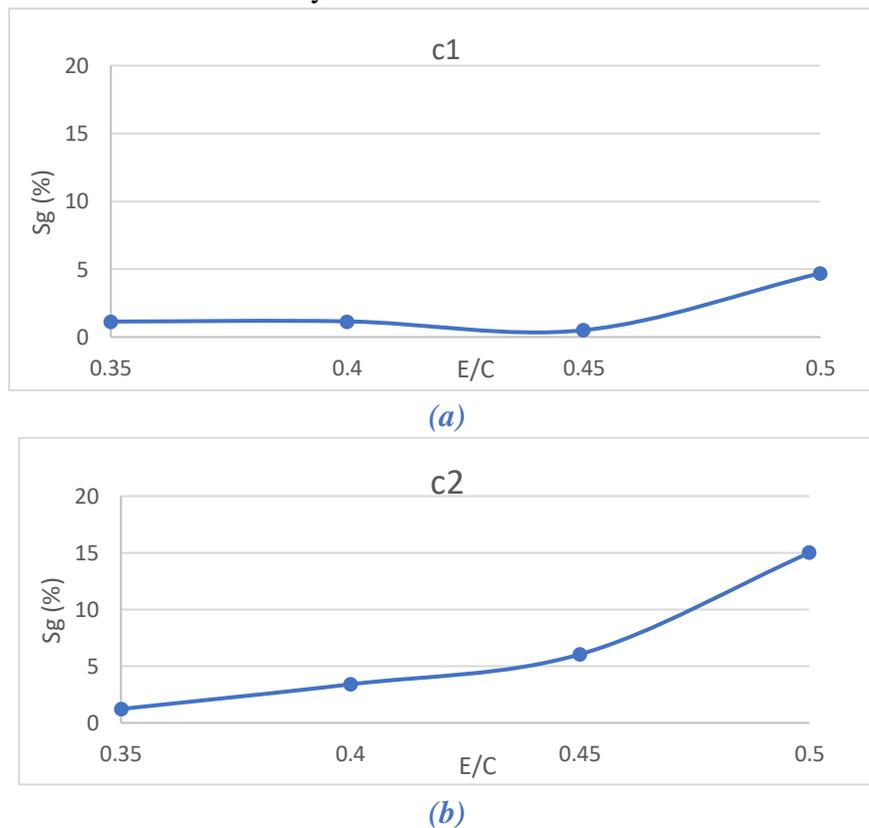


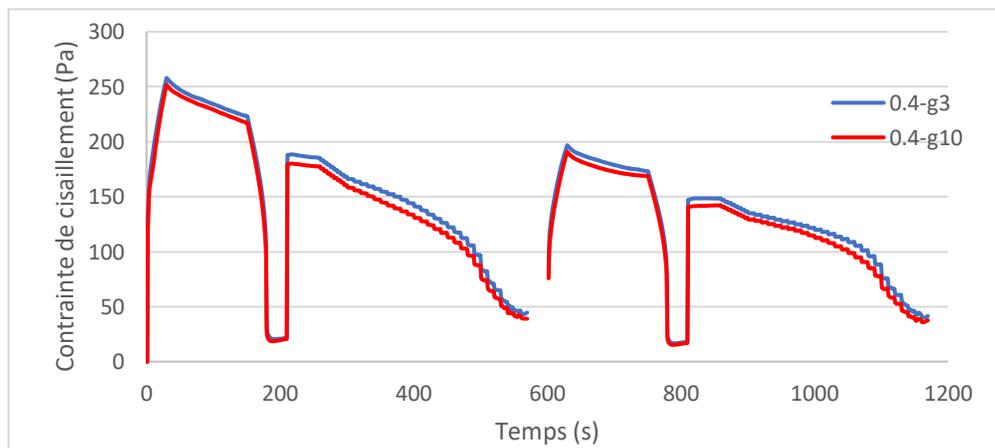
Figure 2- 31 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction du rapport E/C calculée avec l'équation 2-4 pour les essais avec la configuration A (a) au 1^{er} cycle et (b) au 2^e cycle d'après (Hoang et al. 2015)

Pour résumer, ces résultats nous aident à constater que la ségrégation dynamique des coulis effectuée pendant les essais avec la configuration B n'a lieu que très partiellement au cours du 1^{er} cycle, alors qu'elle prend toute son ampleur au cours du 2^e cycle. Ceci est vérifié par une augmentation du critère de ségrégabilité en fonction du rapport E/C au 2^e cycle tandis que le 1^{er} cycle on observe des fluctuations du critère aussi bien pour les coulis stables que ceux ségrégatifs. De plus, les valeurs du critère de ségrégabilité au 2^e cycle sont plus élevées que celles du 1^{er} cycle dans le cas des coulis ségrégatifs démontrant une grande perte des particules solides dans les parties cisailées au 2^e cycle. Après analyse des résultats de (Hoang et al. 2015), nous montrons également que la variation du S_g au 2^e cycle est plus prononcée que celle du 1^{er} cycle.

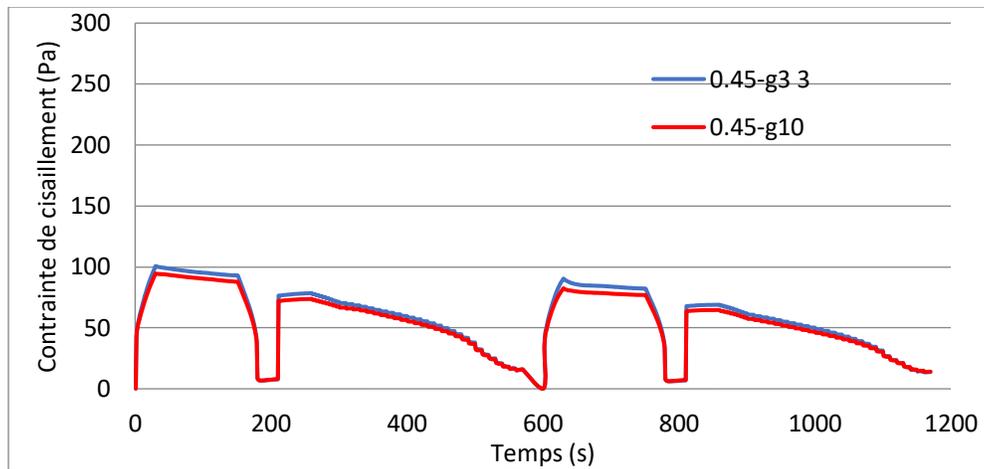
2.4.2.4 Evolution de la contrainte de cisaillement et du critère de ségrégabilité

Dans la partie précédente, nous avons montré que la caractérisation de la ségrégation des coulis effectuée avec la configuration B n'était pas achevée à la fin du 1^{er} cycle. Plus précisément, la ségrégation est amplifiée par le cisaillement du 2^e cycle. Dans cette partie, nous étudions l'évolution du critère de ségrégabilité ainsi que la diminution de contrainte au cours des essais rhéométriques des coulis afin de comprendre l'évolution de la ségrégation des coulis au cours d'essai.

Nous comparons premièrement la variation de la contrainte de cisaillement des différents coulis mesurée lors d'essais réalisés avec des entrefers de 3 et 10 mm en utilisant la configuration B. Les coulis stables ($E/C=0,40$ et $E/C= 0,45$) présentent un comportement similaire à celui trouvé par (Hoang et al. 2015) (**Figure 2- 32**). Nous observons une homogénéité du comportement rhéologique indépendamment du gap. Autrement dit, les valeurs de contraintes obtenues lors du 1^{er} et 2^e cycle avec des gaps de 3 et 10 mm sont très proches. Cette similarité de valeur de contrainte pour les 2 gaps reste stable aux deux cycles et correspond à la similarité en fonction du gap de la masse volumique et signifie l'absence de la ségrégation au cours de l'essai. Cependant, il existe une diminution de contrainte au 2^e cycle qui ne peut pas être le résultat d'une éventuelle ségrégation au 2^e cycle. La raison de cette diminution peut être une évolution des coulis sous l'influence de l'histoire du cisaillement.

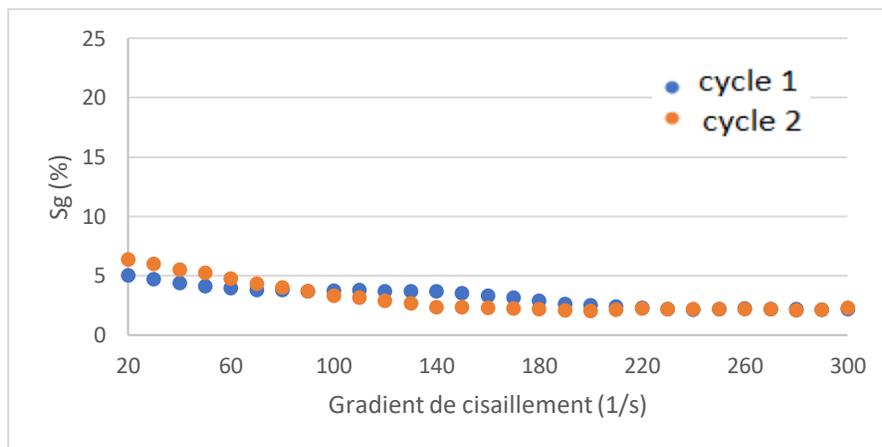


(a)

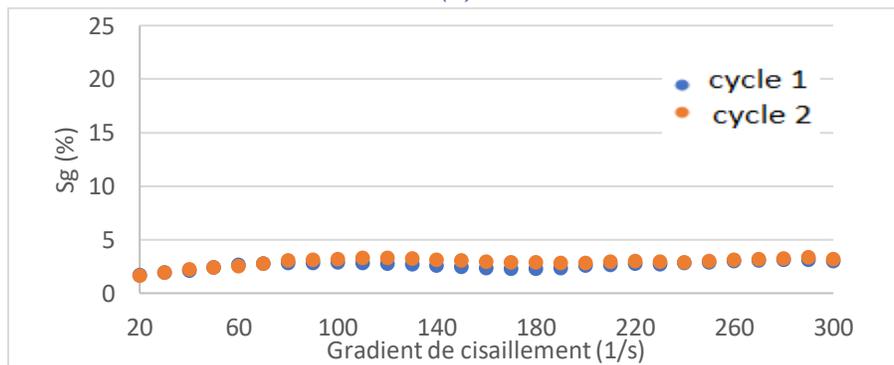


(b)

Figure 2- 32 : Variation de la contrainte de cisaillement entre les gaps de 3 et 10 mm mesurée avec la configuration B en fonction du temps des coulis stables de (a) $E/C = 0,4$ et (b) $E/C = 0,45$



(a)



(b)

Figure 2- 33 : Variation du critère de ségrégabilité généralisé pour les différents paliers du gradient de cisaillement des coulis stables de (a) $E/C = 0,40$ et (b) $E/C = 0,45$

La **Figure 2- 33** présente la variation du critère de ségréabilité S_g , généralisé à tous les paliers de gradient de cisaillement mesurés de deux coulis stables avec un $E/C=0,4$ et $0,45$. Nous observons une similarité du S_g entre les 2 cycles et sa stabilité en fonction du gradient de cisaillement. Ce résultat démontre l'indépendance du critère de ségréabilité de la valeur du gradient. Ce résultat est cohérent à celui trouvé par (Hoang et al., 2015) pour les coulis stables avec les gaps de 1 et de 10 mm caractérisés avec la configuration A.

De plus, le coulis ségréatif formulé à un rapport $E/C=0,65$ présente un faible écart de contrainte entre le gap 3 et 10 mm qui augmente lors du deuxième cycle (**Figure 2- 34**). Ce résultat est incohérent avec le constat de (Hoang et al., 2015) selon lequel la ségrégation est complète au 1^{er} cycle. Dans notre cas, l'écart de contrainte pour les deux gaps augmente significativement au 2^e cycle, ce qui peut être interprété comme une ségrégation plus forte lors du 2^e cycle. Ce résultat amène le constat suivant : avec la configuration B, la caractérisation de ségrégation évaluée avec le critère S_g est plus fiable lors du 2^e cycle.

Nous notons aussi une augmentation de contrainte de cisaillement au cours du 2^e cycle dans le cas du gap 3 mm ce qui est dû à une restauration rapide des réseaux interparticulaires au cours du temps de repos. A fort taux de cisaillement (300 s^{-1}), les microstructures des floccs de ciment dans un coulis dont le rapport E/C est élevé sont fortement détruites et se restructurent beaucoup plus rapidement grâce à une évolution décroissante du cisaillement. Ce phénomène est plus rapide dans le cas des coulis avec E/C élevé que le cas des coulis plus visqueux selon (Han et al., 2015) et (Ferron et al., 2012). Evidemment, la diminution de contrainte au 2^e cycle lorsque le gap est de 10 mm correspond à la ségrégation complète des particules.

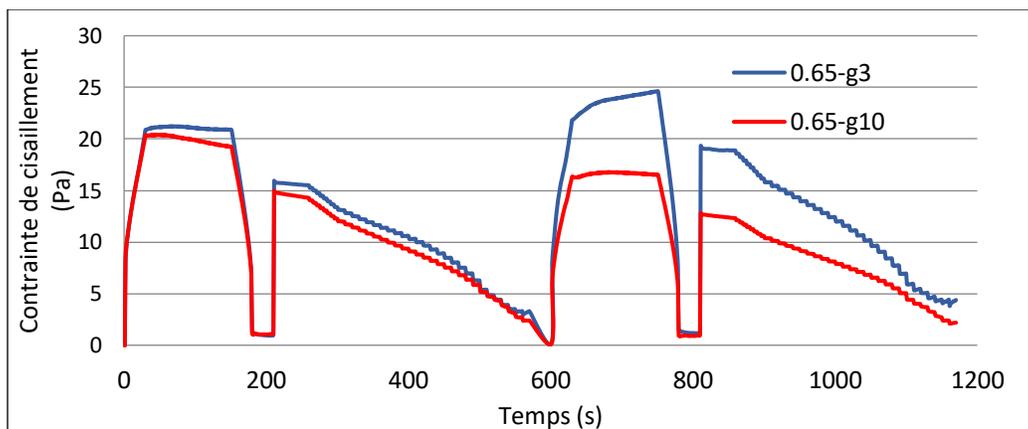


Figure 2- 34 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps du coulis ségréatif de $E/C=0,65$ aux gaps de 3 et 10 mm mesurée avec la configuration B.

La **Figure 2- 35** présente la variation du critère de ségréabilité généralisé à tous les paliers du gradient de cisaillement mesurés pour un coulis ségréatif ($E/C=0,65$). Nous observons premièrement que les valeurs du S_g au 2^e cycle sont plus élevées que celles au 1^{er} cycle ce qui correspond à la supériorité de l'écart de contrainte au 2^e cycle. Ceci signifie aussi que la ségrégation a lieu en grande partie au 2^e cycle. De plus, nous observons une stabilité des valeurs

du critère au cours de l'essai dans les 2 cycles ce qui signifie que la ségrégation des particules cimentaires complète dès la fin du pré-cisaillement du 2^e cycle et il n'apparaît pas dans les paliers de mesures.

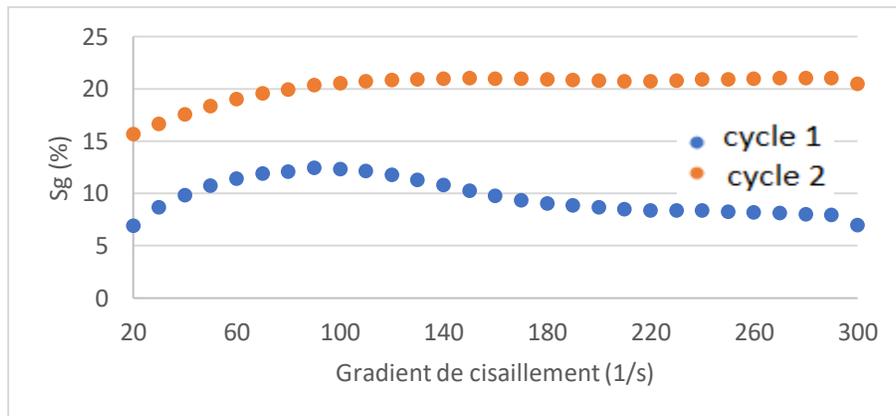
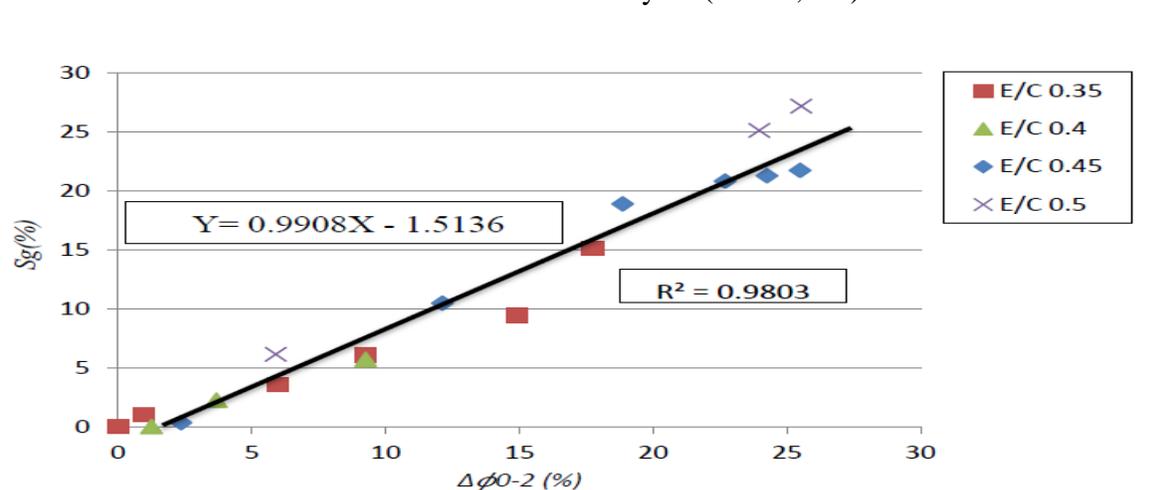


Figure 2- 35 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction des gradients de cisaillement pour le coulis ségrégatif de E/C = 0,65

2.4.2.5 Corrélation entre le critère de ségrégabilité et la diminution de la fraction solide

La formule du critère de ségrégation (Eq 3-2) utilisée pour caractériser le potentiel de ségrégation dynamique des coulis dans le travail de (Hoang et al. 2015) a été validé en corrélant les valeurs avec la diminution de la fraction solide entre le début d'essai et la fin du 1^{er} cycle et du 2^e cycle (Figure 2- 36 et Figure 2- 37). Nous soulignons que les indices $\Delta\phi_{0-2}$ et $\Delta\phi_{0-4}$ représentent la diminution de la fraction solide entre le début d'essai et à la fin du 1^{er} et 2^e cycle respectivement. Nous pouvons aussi observer une forte corrélation entre les valeurs du critère de ségrégabilité des coulis avec la diminution de la fraction solide au 2^e cycle ($R^2 = 0,908$).



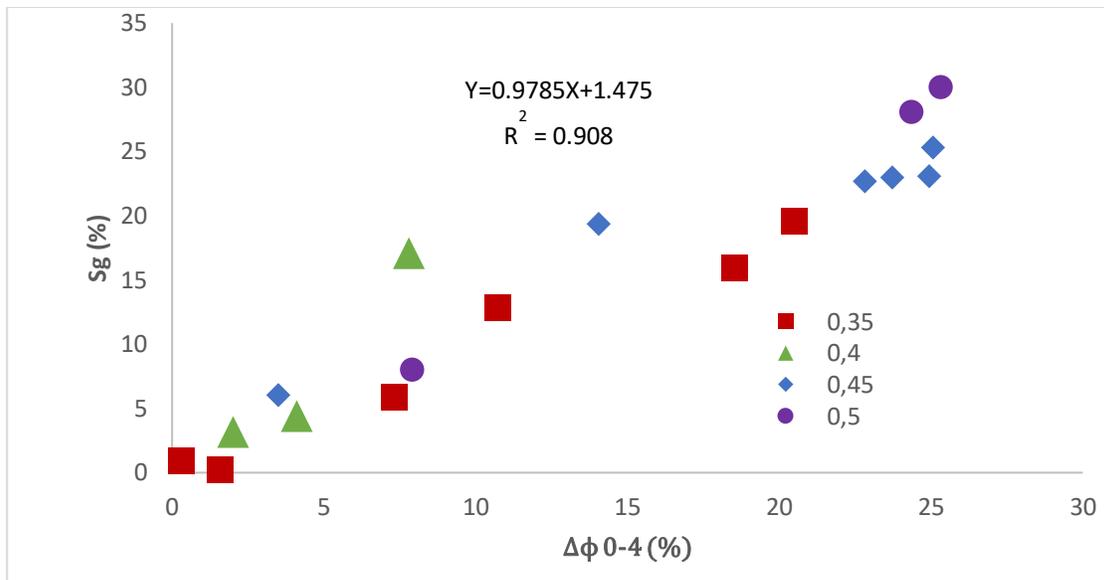


Figure 2- 37 : Corrélation entre le critère de ségrégabilité et la diminution de la fraction solide entre le début d’essai et la fin du 2e cycle d’après (Hoang et al. 2015)

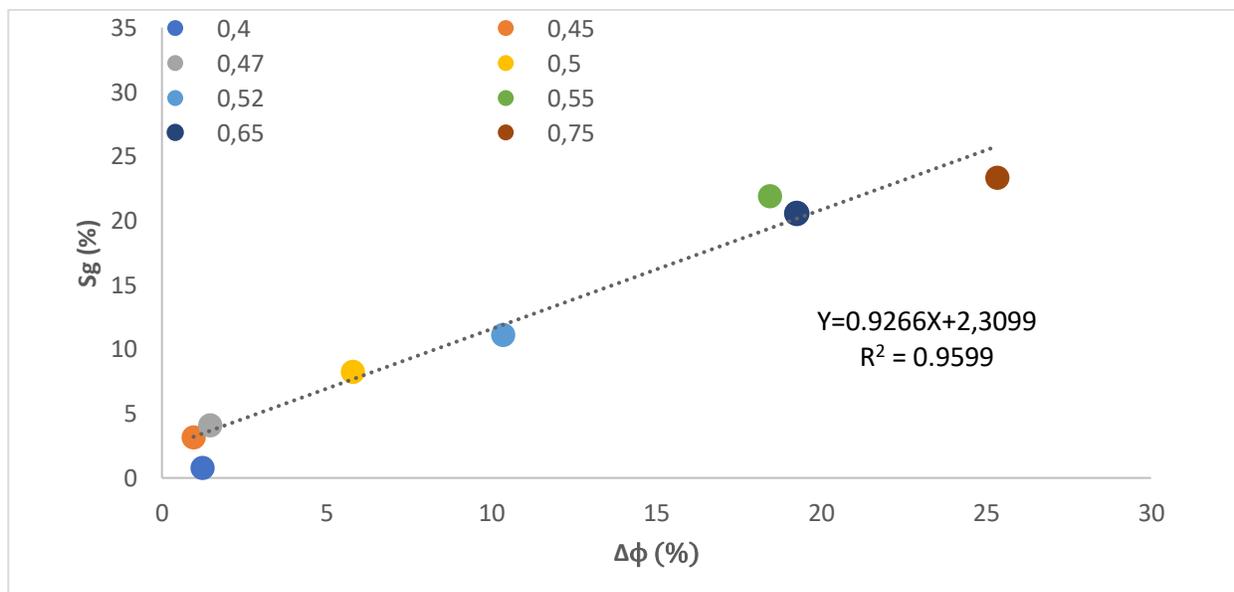


Figure 2- 38 : Corrélation entre le critère rhéométrique de ségrégabilité adapté à la configuration Bet la diminution de la fraction solide entre le début d’essai et la fin du 2e cycle

Avec la configuration B, nous mettons en évidence une forte corrélation entre le critère de la ségrégabilité modifié (2^e cycle au lieu du 1^{er} cycle et gap de 3 et 10 mm au lieu de 1 et 10 mm) pour l’adapter à la configuration B et la diminution de la fraction solide des coulis dans la partie haute du mobile entre le début et la fin de l’essai (Figure 2- 38). Nous pouvons observer clairement que le critère S_g modifié est fortement corrélé avec la diminution de fraction solide avec un coefficient de corrélation pour l’ensemble des coulis étudiés R² = 0,95. Il faut noter aussi que, dans notre cas, les valeurs du S_g au 1^{er} cycle ne correspondent pas à la diminution de la fraction solide.

Ces résultats montrent que la méthodologie de (Hoang et al. 2015) peut être appliquée avec la configuration B en appliquant le critère de la ségrégabilité modifié basé sur l'écart relatif de contrainte à un gradient de cisaillement de 300 s^{-1} lors du 2^e cycle entre les gaps de 3 et de 10 mm. Ceci démontre aussi que dans notre cas, la précipitation des particules cimentaires sous l'effet du cisaillement de la géométrie a lieu essentiellement au cours du 2^e cycle pour les raisons suivantes : i) Une évolution plus logique du critère de ségrégabilité au 2^e cycle tandis que le 1^{er} cycle observe une diminution du critère avec l'augmentation du rapport E/C pour les coulis dont le E/C est supérieur à 0,55 ; ii) Une supériorité d'écart de contrainte au 2^e cycle pour des coulis ségrégatifs tandis que les coulis stables observent une similarité du critère entre les 2 cycles ; iii) Une forte corrélation entre le critère de ségrégabilité et la diminution de la fraction solide entre le début et la fin d'essai trouvée aux 2 études.

2.5 Conclusion

Dans la première partie de ce chapitre, nous avons présenté de manière générale des matériaux et des appareils utilisés pour nos essais expérimentaux. Le choix des matériaux a été effectué de manière de pouvoir étudier l'influence des différents paramètres de formulation des coulis cimentaires sur le phénomène de ségrégation sous cisaillement. Pour la détermination des caractéristiques rhéologiques des particules colloïdales et non-colloïdales, nous avons utilisé le rhéomètre rotatif à cylindres coaxiaux avec les cylindres à surface striée et à entrefer étroit comparable à celui utilisé par (Hoang et al., 2015). Grâce à ses avantages (surface striée, entrefer étroit), le rhéomètre peut déterminer avec une bonne approximation les caractéristiques rhéologiques des suspensions lorsqu'ils restent homogènes et ne ségrégent pas. La stabilité de cette suspension a été aussi vérifiée par des mesures de masse volumique de la partie haute de la suspension dans le rhéomètre avant et après les essais.

Dans la deuxième partie de chapitre, la méthodologie spécifique pour caractériser la ségrégation dynamique des coulis cimentaires développée par (Hoang et al., 2015) a été vérifiée de façon critique quant à sa possibilité d'être appliquée avec un autre rhéomètre de type de Couette avec des caractéristiques géométriques différentes (configuration B). Cette méthodologie permet de déterminer la ségrégation des coulis cimentaires à l'aide de la différence relative des valeurs de contrainte de cisaillement mesurées à deux valeurs différentes d'entrefer vertical (gap). Cette différence est fortement corrélée avec la diminution de la fraction volumique du coulis dans la partie haute de l'entrefer latéral du rhéomètre. Un critère de ségrégabilité des coulis était donc proposé. D'après (Hoang et al., 2015), les coulis dont le critère dépasse 2,5% sont ségrégatifs sous cisaillement.

Cependant, l'application de cette méthodologie sur les essais rhéométriques effectués avec la configuration B a donné des résultats incohérents en raison de configuration géométrique différente du rhéomètre par rapport à celui utilisé par (Hoang et al., 2015). En effet, un écart relatif de contrainte entre le gap 1 et 10 mm d'un coulis stable au repos a été toujours observé, ce qui est

en contradiction avec les résultats de (Hoang et al., 2015) où les courbes d'écoulement des coulis stables sont indépendantes du gap. Ceci a entraîné la première modification où nous avons utilisé la comparaison des résultats obtenus lors d'essais réalisés avec des gaps de 3 et de 10 mm. Avec cette modification nous observons une stabilité des comportements des coulis stables. La surestimation de la contrainte de cisaillement qui apparaît à faible gap (1 et 2 mm) est reliée aux phénomènes locaux ('end effects') dans la partie inférieure au mobile de la configuration B.

La première modification a entraîné aussi le changement du calcul du critère de ségrégabilité. Cependant, nous avons observé aussi une diminution de la ségrégabilité en fonction du E/C dans le cas des coulis fortement ségréatifs ($E/C > 0,65$) au 1^{er} cycle tandis que le 2^e cycle a observé les résultats cohérents avec les mesures de masse volumique dans la partie haute du volume cisailé et avec ceux de (Hoang et al., 2015). Ceci permet de constater que la ségrégation des coulis causée par la configuration B a eu lieu au 2^e cycle au lieu du 1^{er} cycle. Donc, on a réalisé une deuxième modification de la méthodologie où la différence de contrainte de cisaillement au 2^e cycle à un gradient de cisaillement de 300 s^{-1} pour les gaps de 3 et de 10 mm a été utilisé pour caractériser le potentiel de ségrégation des coulis. De plus, un seuil minimal de 3% a été fixé pour désigner les coulis cimentaires qui ségrégent sous cisaillement selon ce nouveau critère de ségrégabilité.

L'analyse de l'évolution du critère de ségrégabilité au cours d'essai nous permet de constater que la ségrégation devient plus prononcée au 2^e cycle avec la configuration B alors qu'elle était totalement compléte au 1^{er} cycle avec la configuration A de (Hoang et al. 2015). Plusieurs hypothèses peuvent être émises pour expliquer le retard de ségrégation des coulis dans le cas de la configuration B. Premièrement, la plus grande la finesse des grains de ciment utilisé dans notre étude ainsi qu'à l'infériorité du volume d'échantillon dans notre configuration (environ la moitié de celle de (Hoang et al., 2015)) doivent être pris en compte. De plus, la différence des caractéristiques géométriques des parois du récipient et du mobile (nombre et profondeur des rainures) ainsi que la dimension de l'entrefer horizontal entre le mobile et le récipient (l'entrefer de la configuration A est le double de celui de la configuration B) peuvent aussi empêcher la précipitation des particules cimentaires au cours des essais rhéométriques. Afin de vérifier l'influence des caractéristiques géométriques du rhéomètre sur la ségrégabilité des particules des suspensions cimentaires, nous avons réalisé une simulation numérique de l'écoulement des du fluide entre les 2 cylindres des configurations A et B à l'aide du logiciel COMSOL MULTIPHYSICS présentée dans le Chapitre 4.

CHAPITRE 3

ETUDE EXPERIMENTALE DE LA SEGREGATION STATIQUE ET DYNAMIQUE DES PARTICULES COLLOIDALES ET NON-COLLOIDALES DANS LES SUSPENSIONS CIMENTAIRES

Dans le chapitre précédent, nous avons défini un protocole spécifique pour caractériser la ségrégation sous cisaillement des particules cimentaires qui s'adapte à la configuration du rhéomètre de cylindres coaxiaux utilisé pour les essais (configuration B). Plus précisément, la ségrégation est caractérisée par l'écart relatif de contrainte entre le gap de 3 et de 10 mm et le critère de ségrégabilité est calculé en utilisant les résultats au palier de cisaillement de 300 s^{-1} du 2^e cycle. Ces choix ont été faits en premier lieu pour éviter le phénomène de « end-effects » qui perturbe les résultats aux gaps de 1 et de 2 mm ce qui n'est pas le cas dans la configuration A utilisé par (Hoang et al.,2015). En deuxième lieu, l'évolution du phénomène de ségrégation dans le rhéomètre étant plus lente dans la configuration B, l'évaluation du critère de ségrégabilité au cours du 2^e cycle montre une corrélation très satisfaisante avec la diminution de la fraction volumique entre le début et la fin de l'essai.

Dans ce chapitre, nous élargissons l'application de cette méthodologie sur les autres principaux paramètres de composition des suspensions cimentaires tels que la présence de superplastifiant et l'incorporation de particules non-colloïdales. Nous vérifions également les spécificités du comportement rhéologique des coulis ségrégatifs sous cisaillement et nous dégagons l'influence de chaque paramètre de composition sur la ségrégabilité des coulis sous cisaillement. Afin de répondre à notre objectif concernant l'évaluation de la ségrégabilité des particules colloïdales et non-colloïdales dans les suspensions cimentaires, les résultats expérimentaux des coulis avec et sans billes de verre sont analysés.

Nous présentons premièrement l'étude de la ségrégabilité des coulis cimentaires sous l'effet du cisaillement causée par différents mobiles (vane et cylindre avec fond cône) afin de choisir un mobile optimal pour la caractérisation de la ségrégation. Deuxièmement, une étude détaillée sur le critère de ségrégabilité généralisé sur tout les paliers de cisaillement permet de comprendre l'évolution de la ségrégation au cours des essais rhéométriques ainsi que le retard de ségrégation observé au chapitre précédent. De plus, la ségrégation des particules non-colloïdales dans les suspensions cimentaires peut être caractérisée en comparant les rhéogrammes et l'évolution du critère. En parallèle, la ségrégation statique des billes de verre dans les suspensions cimentaires est également présentée.

3.1. Influence de la géométrie du mobile sur la ségrégation des coulis

Dans cette partie, nous étudions l'influence de la géométrie des mobiles sur la ségrégation dynamique des coulis cimentaires. Pour répondre à cet objectif, les essais sur un coulis fortement ségréгатif formulé avec un rapport E/C=0,7 sont réalisés avec 3 mobiles (vane, cylindre à fond creux, cylindre à fond cône). Les résultats des rhéogrammes obtenus avec des entrefers de 3 et 10 mm sont comparés.

3.1.1. Introduction des mobiles

Le cylindre à fond cône a un diamètre $2R_i = 26,66$ mm qui est le même que celui du cylindre à fond creux. Sa hauteur est $H_i = 47$ mm qui se compose d'une partie cylindrique de 40 mm de hauteur et une partie de cône au fond avec 7 mm de hauteur. La paroi latérale du mobile est striée de la même façon du cylindre à fond creux afin d'éviter le glissement. Plus précisément, les parois du mobile se divisent entre 20 rainures dont l'épaisseur est 0,5 mm.

Le mobile de vane se compose d'un cylindre de 2 mm de diamètre au milieu et 4 ailles rectangulaires de 9 mm de longueur et 1 mm de largeur. Donc, le diamètre total du mobile est de 22 mm. Sa hauteur est $H_i = 40$ mm identique à celle du cylindre à fond creux. Les formes des mobiles sont présentées dans la **Figure 3- 1**. Dans les 3 cas, nous utilisons le même récipient de la configuration B présenté dans le chapitre 2. Donc, l'entrefer horizontal entre le récipient et les cylindres mobiles est égal à 1,13 mm et 3,46 mm entre le récipient et le mobile de vane. Nous rappelons aussi que la ségrégation sous cisaillement est déterminée par une diminution relative de contrainte à même taux de cisaillement pour différentes hauteurs du gap.

Nous faisons remarquer aussi que les deux différents types de géométries (cylindres et vane) amènent deux configurations de calcul différentes qui changent les coefficients de conversion, présentés dans le **Tableau 3- 1**.

	$C_{SR} (s^{-1}/s^{-1})$	$C_{SS} (Pa/Nm)$
Cylindres	77,3887	19964,3
Vane	60	93850

Tableau 3- 1 : Coefficient de conversion de la configuration B.

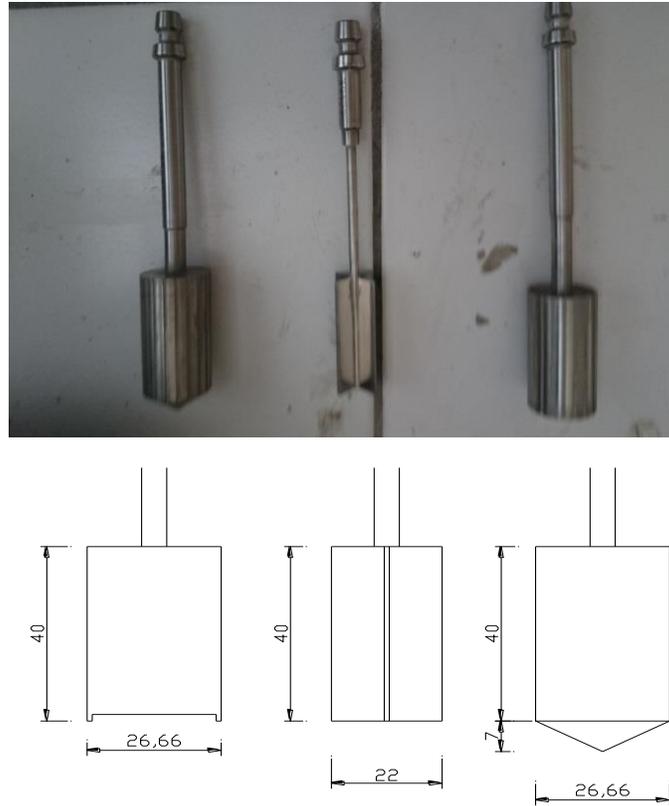


Figure 3- 1 : Les mobiles utilisés avec le rhéomètre Anton Paar

3.1.2. Résultats expérimentaux

Le comportement rhéologique du coulis formulé avec un rapport $E/C = 0,70$ caractérisé avec trois géométries différentes sont présentés sur les **Figure 3- 3**, **Figure 3- 4** et **Figure 3- 5**. Une première observation nous aide à constater que les mobiles utilisés modifient les valeurs de contraintes de cisaillement et peuvent donc influencer sur la caractérisation du potentiel de ségrégation d'un coulis. Nous observons dans le cas des mobiles cylindriques un comportement rhéofluidifiant qui suit le modèle de Herschel-Buckley tandis que le vane donne un comportement rhéoépaississant (**Figure 3- 6**, **Figure 3- 2** et **Figure 3- 7**). Nous observons aussi que la contrainte mesurée avec la géométrie vane est beaucoup plus élevée que celle mesurée par les cylindres. Ceci peut être expliqué par le cisaillement du coulis entre les ailes du vane en plus du cisaillement dans l'entrefer ou le gap vertical. D'après (Potanin, 2010), il n'existe pas un temps suffisant pour que le coulis dans cette zone atteigne son état d'équilibre. Sa structuration, due à la thixotropie, augmente la viscosité, ce qui entraîne une augmentation du couple exercé sur le mobile.

Afin de caractériser la ségrégation du coulis, nous nous intéressons à l'écart relatif de la contrainte de cisaillement au cours du 2^e cycle des essais réalisés à des valeurs de gap de 3 et 10 mm. À un taux de cisaillement de 300 s^{-1} , la géométrie vane et le cylindre à fond cône ne permettent pas d'observer de différence significative de contrainte de cisaillement entre les deux gaps, ce qui peut être interprété comme l'absence de ségrégation pendant l'essai, tandis qu'un écart de contrainte

est bien observé dans l'essai avec le cylindre à fond creux. Ceci démontre que la ségrégation d'un coulis sous cisaillement est identifiable en utilisant une géométrie particulière. Autrement dit, notre méthodologie ne peut pas être appliquée avec les mobiles avec des géométries de type cylindre à fond conique et vane.

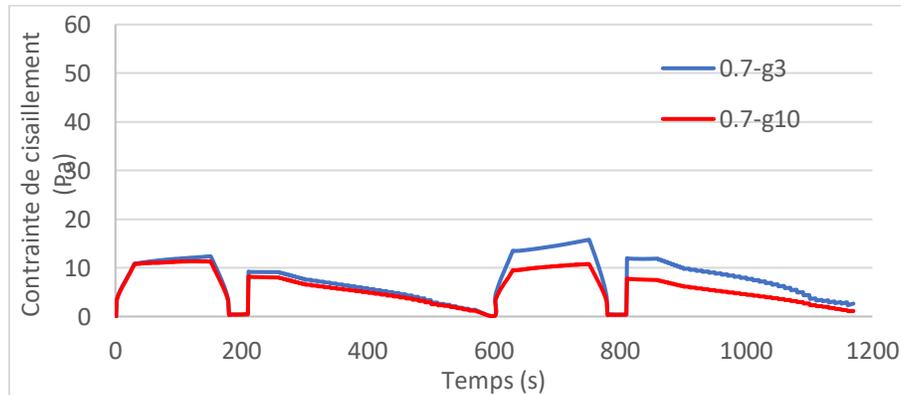


Figure 3- 3 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps d'un coulis de $E/C = 0,7$ sans adjuvant mesurée avec le mobile cylindre à fond creux.

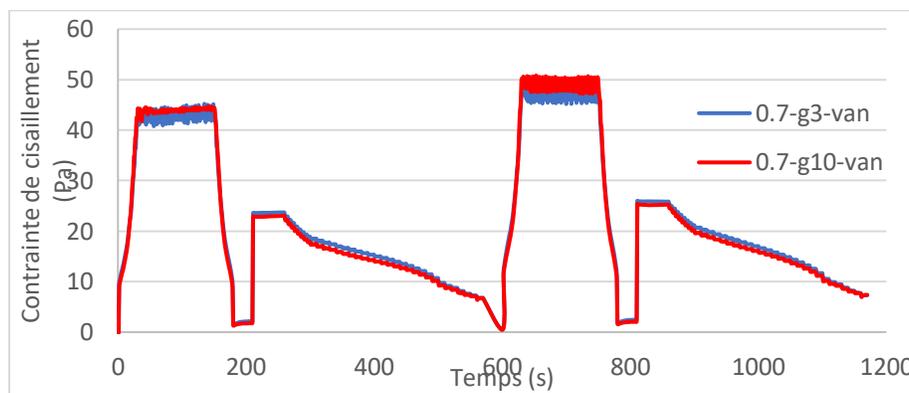


Figure 3- 4 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps d'un coulis de $E/C = 0,7$ sans adjuvant mesurée avec le mobile vane.

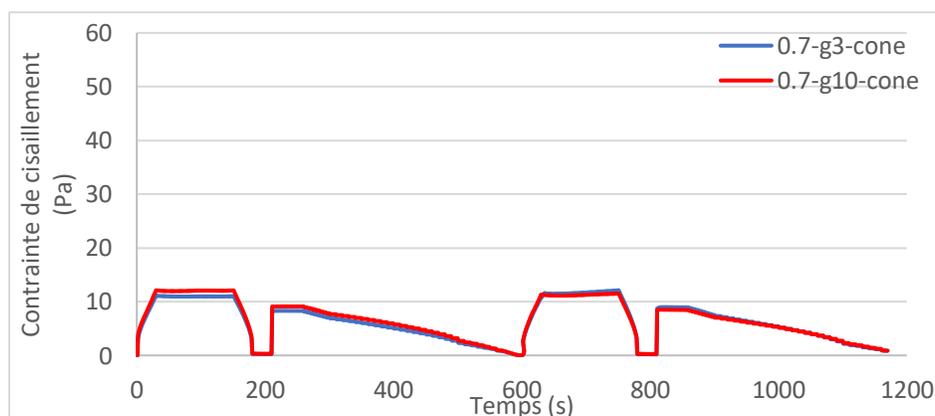


Figure 3- 5 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps d'un coulis de $E/C = 0,7$ sans adjuvant mesurée avec le mobile cylindre à fond conique

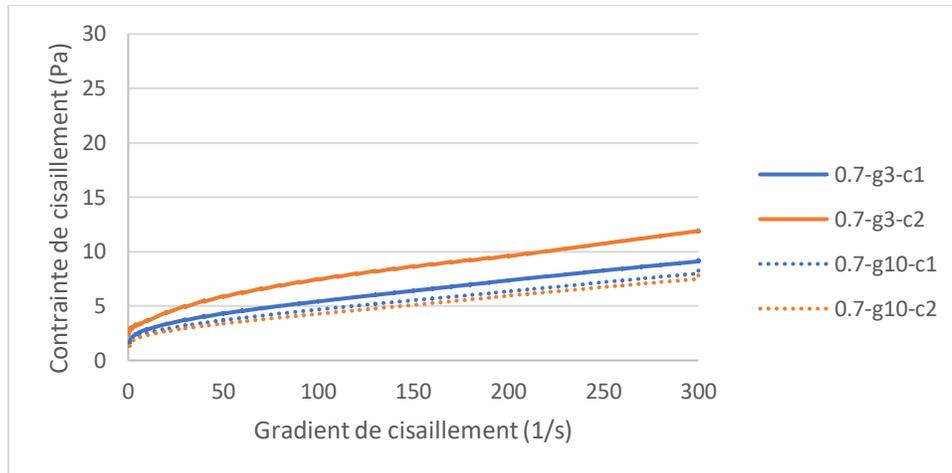


Figure 3- 6 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du gradient de cisaillement d'un coulis de $E/C = 0,7$ sans adjuvant mesurée avec le mobile cylindre à fond creux.

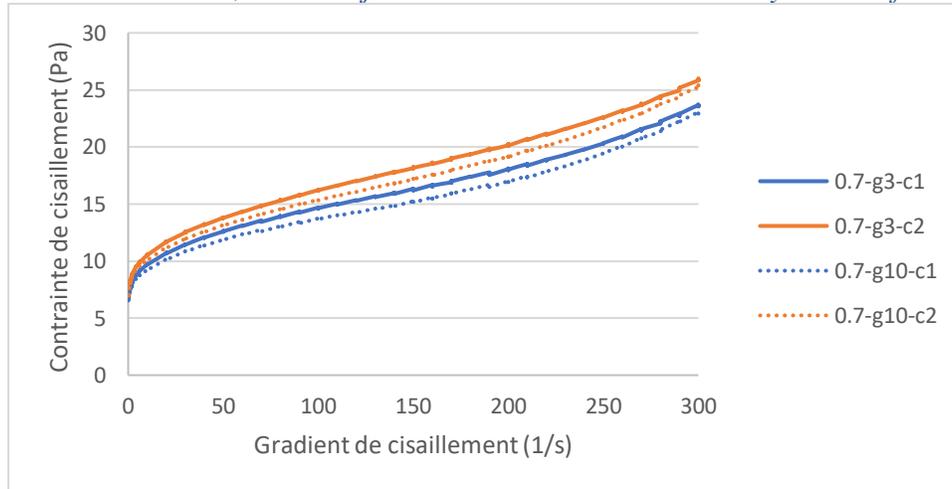


Figure 3- 7 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du gradient de cisaillement d'un coulis de $E/C = 0,7$ sans adjuvant mesurée avec le mobile vane.

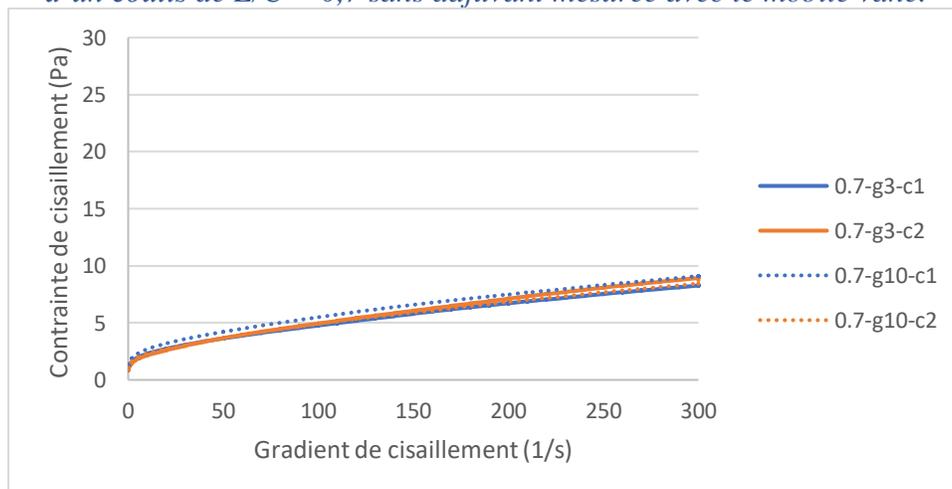


Figure 3- 8 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du gradient de cisaillement d'un coulis de $E/C = 0,7$ sans adjuvant mesurée avec le mobile cylindre à fond conique.

3.1.3. Analyse

L'explication des phénomènes observés réside dans la différence de cisaillement de la suspension dans la partie inférieure aux mobiles. L'hypothèse de remaniement des particules ségréguées au fond du récipient quand le gap est faible est avancée pour expliquer les résultats précédents. Nous avons indiqué qu'il existe un volume fortement cisailé au sein de l'entrefer latéral du mobile et un volume faiblement cisailé au niveau de la partie inférieure au mobile. Le cisaillement des coulis dans ces parties change avec les différents mobiles. Voici les hypothèses avancées pour expliquer ces résultats :

- Dans le cas du cylindre à fond creux et d'un gap de 10 mm, les particules de ciment, sous l'effet d'un cisaillement, peuvent se déplacer vers la partie inférieure au mobile qui est faiblement cisailée. Celles-ci forment une couche dense au fond du récipient. Avec un gap de 3 mm, tout le volume de la suspension est cisailé, donc, la couche inférieure du mobile est remaniée vers la partie latérale, ce qui empêche une ségrégation aussi marquée que celle avec un gap est 10 mm. Ainsi, un écart de contrainte entre les 2 gaps est observé à cause de la ségrégation ce qui entraîne les valeurs du critère de ségréabilité S_g qui est égal à 7,69% pour le 1^{er} cycle et 25,36% pour le 2^e cycle. Ceci est cohérent à nos résultats expérimentaux dans le chapitre 2 où nous avons montré que la ségrégation d'un coulis ségréatif est plus avancée dans le 2^e cycle.
- Dans le cas du cylindre à fond conique, quand le gap vertical entre le fond du récipient et du sommet du cône est de 3 mm, il existe (comparativement au cylindre à fond creux) une zone plus faiblement cisailée autour de la partie conique du mobile dont la hauteur est 7 mm. Alors, cette zone laisse assez de place pour la ségrégation des particules même avec le gap de 3 mm. Le remaniement de la couche précipitée est dans ce cas très faible. Ce qui entraîne de faibles différences avec le gap de 10 mm. Les valeurs du critère de ségréabilité sont alors faibles égales à 2,72% pour le 1^{er} cycle et 4,72% pour le 2^e cycle.
- En revanche, la contrainte de cisaillement dans la partie inférieure au mobile dans le cas du vane est beaucoup plus élevé que celle des cylindres (**Figure 3- 7**) en raison de la forme du mobile qui, par ces ailettes, permet de cisailier fortement cette partie au même titre que la partie latérale. Grâce à cette forte capacité de cisaillement, le vane permet le remaniement des particules ségréguées même pour le gap de 10 mm. Ainsi, aucun écart significatif de contrainte n'est détecté démontrant l'absence de la ségrégation au cours d'essai et les valeurs du critère de ségréabilité n'est que 1,5% pour le 1^{er} cycle et 1,7% pour le 2^e cycle.

Ces explications seront confirmées par la simulation d'écoulement de fluides réalisés avec le logiciel Comsol dans le chapitre 4.

3.2. Ségrégation dynamique des coulis cimentaires

Afin d'approfondir notre étude sur l'évolution de la ségrégation des coulis au cours des essais rhéométriques ainsi que de vérifier notre hypothèse sur le processus de ségrégation dans la configuration B, nous présentons ci-dessous les variations de la contrainte de cisaillement des différents coulis ségrégeurs mesurés avec le cylindre creux. Nous notons que les coulis ségrégeurs sont divisés en 2 groupes : i) coulis faiblement ségrégeurs dont le rapport de E/C est inférieure à 0,65; ii) coulis fortement ségrégeurs dont le rapport d'E/C est supérieure à 0,65. Les résultats complets pour tous les coulis cimentaires étudiés sont présentés dans l'annexe 1.

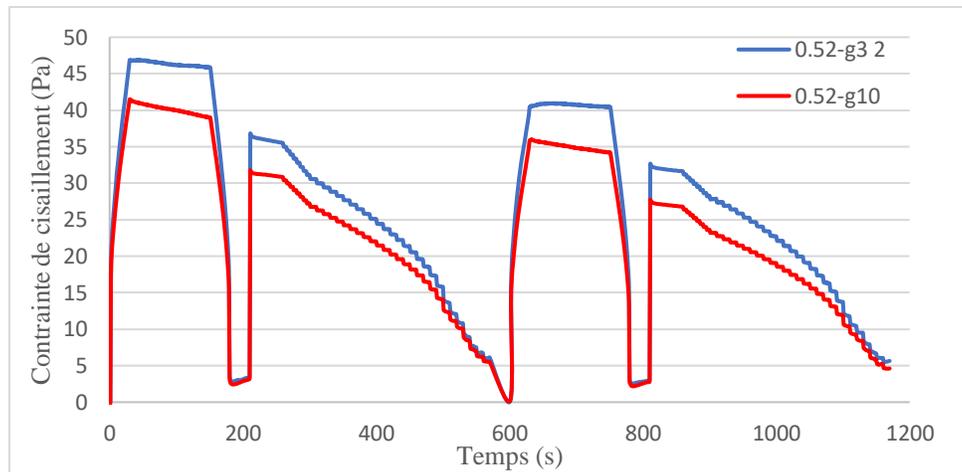
3.2.1. Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du rapport E/C

La variation de contrainte des coulis formulés avec des rapports E/C=0,52 et E/C=0,55 qui sont supposés être faiblement ségrégeurs sous cisaillement est présentée sur la **Figure 3- 9**. Nous observons généralement que les contraintes de cisaillement obtenues avec un gap de 3 mm sont toujours supérieures à celles obtenues avec un gap de 10 mm. De plus, cet écart augmente légèrement au deuxième cycle de cisaillement. Ceci démontre que la contrainte de cisaillement varie en fonction du gap au 2^e cycle lorsque le coulis est ségrégeur et ces résultats sont cohérents à ceux de (Hoang et al. 2015) sur la présence d'une ségrégation en fonction du temps qui commence dès le début du pré-cisaillement et continue jusqu'à la fin d'essai dans le cas du gap 10 mm. Nous observons que les valeurs de contrainte du 2^e cycle sont systématiquement inférieures à celles du 1^{er} cycle, ce qui peut être dans le cas du gap de 10 mm dû à la réduction du remaniement des floes de ciment à cause de la valeur importante du gap, ce qui permet d'avoir plus de place pour la formation d'une couche dense des particules cimentaires au fond du récipient. Dans le cas du gap de 3 mm, cette diminution est due à la diminution des floes de ciment au 2^e cycle à cause du fort cisaillement au 1^{er} cycle comme ceci observé par (Ferron et al., 2013).

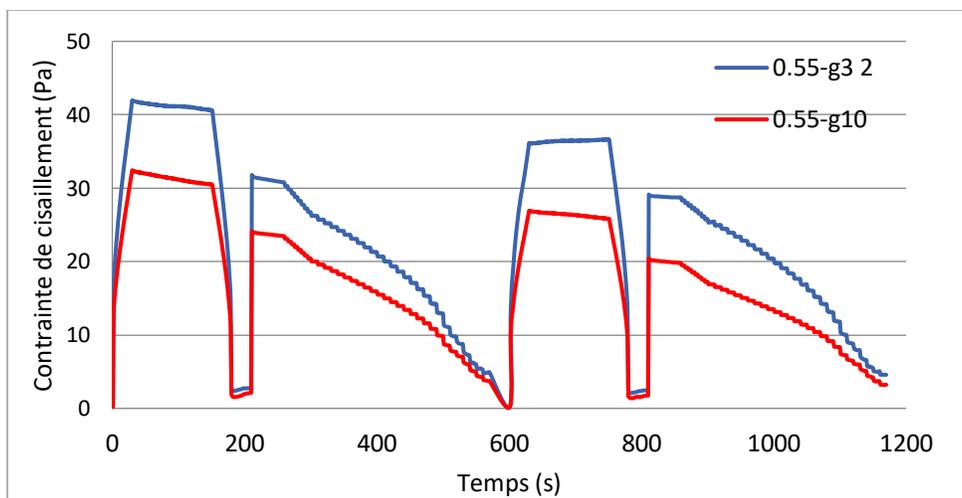
Nous illustrons la variation de contrainte en fonction du temps des coulis fortement ségrégeurs E/C = 0,70 et E/C = 0,75 sur la **Figure 3- 10**. L'écart de contrainte au 1^{er} cycle de ce coulis est beaucoup plus faible que celui obtenu avec des coulis E/C = 0,52 et E/C = 0,55 (6,4% et 8,1% en comparant avec 6,9% et 13,7% respectivement). Ce résultat est incohérent avec les constats de (Hoang et al., 2015) qui a affirmé que la ségrégation apparaît dès le 1^{er} cycle. Pourtant, l'écart de contrainte augmente significativement au 2^e cycle et devient plus élevé que celui des coulis E/C = 0,52 et E/C = 0,55. Ceci signifie une grande différence du comportement des coulis entre les 2 gaps causée une ségrégation forte au 2^e cycle. Ce résultat amène à un constat qu'avec la configuration du rhéomètre choisie, la ségrégation apparaît essentiellement au 2^e cycle au lieu du 1^{er} cycle.

De plus, nous observons une augmentation de la contrainte au 2^e cycle dans le cas des mesures effectuées avec un gap de 3 mm ce qui est dû à une restauration rapide des réseaux interparticulaires au cours du temps de repos. A fort cisaillement (300 s^{-1}), les microstructures des

flocs de ciment dans un coulis, dont le rapport E/C est très élevé, sont fortement détruites et se restructurent beaucoup plus rapidement sous l'effet du cisaillement décroissant (Han et al., 2015) et (Ferron et al., 2013).

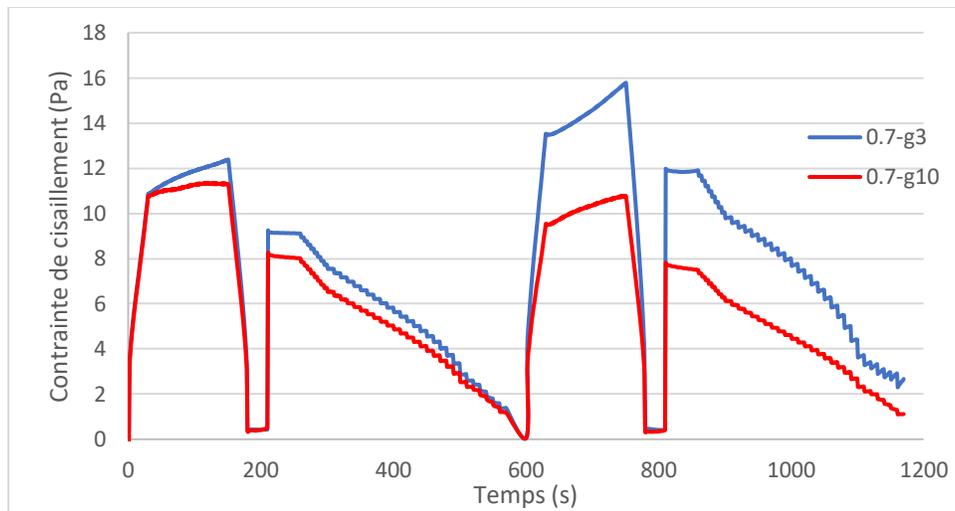


(a)

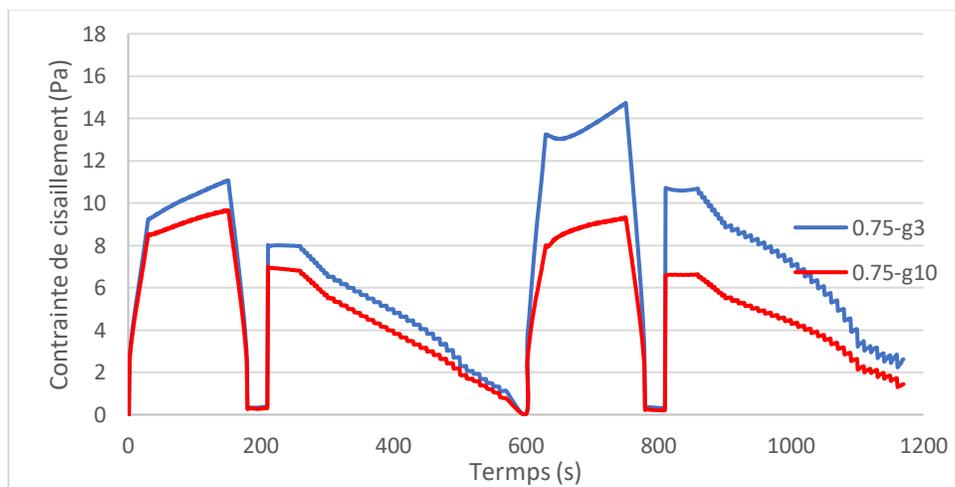


(b)

Figure 3- 9 : Variation de la contrainte de cisaillement mesurées avec des gaps de 3 et 10 mm en fonction du temps des coulis faiblement ségréatifs de (a) $E/C = 0,52$ et (b) $E/C = 0,55$



(a)



(b)

Figure 3- 10 : Variation de la contrainte de cisaillement mesurées avec des gaps de 3 et 10 mm en fonction du temps des coulis fortement ségrégatifs de (a) $E/C = 0,70$ et (b) $E/C = 0,75$.

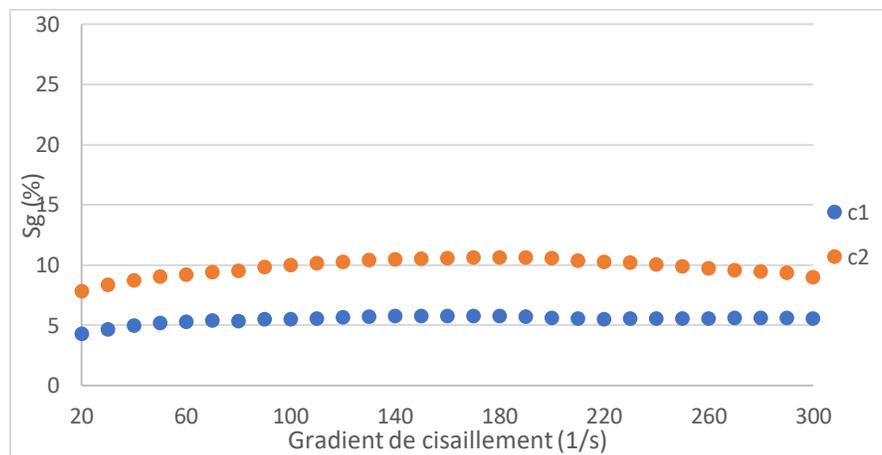
3.2.2. Etude du critère de la ségrégabilité

Nous étudions maintenant la variation du critère de ségrégabilité des coulis ségrégatifs pour les différents paliers de gradient cisaillement. Ce critère généralisé est calculé en utilisant la formule 2-6 développée au chapitre 2 pour chaque palier de cisaillement.

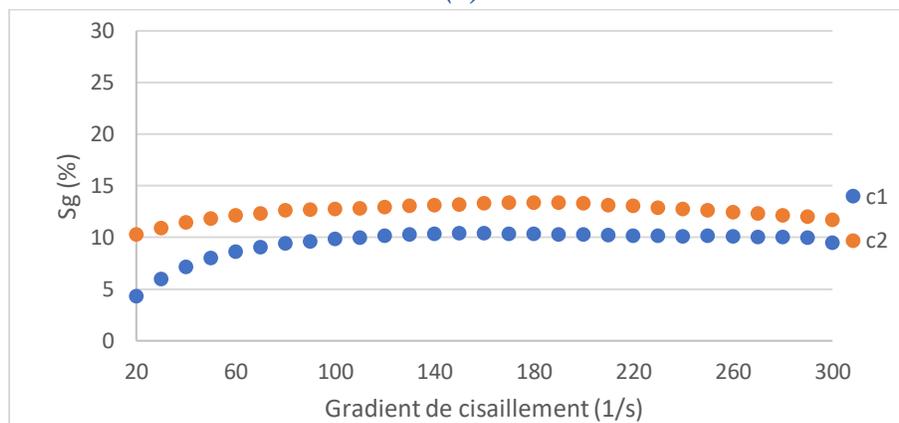
3.2.2.1. Coulis faiblement ségrégatif

La **Figure 3- 11** présente la variation du critère de ségrégabilité en fonction du gradient de cisaillement de coulis faiblement ségrégatif ($E/C = 0,52$ et $E/C = 0,55$). Nous pouvons observer que le critère de ségrégabilité au 1^{er} cycle reste stable, ce qui démontre l'homogénéité du coulis sous cisaillement au cours du 1^{er} cycle.

Nous observons une supériorité des valeurs du critère au 2^e cycle en comparant avec le 1^{er} cycle. Autrement dit, une augmentation d'écart de contrainte entre le gap de 3 et de 10 mm est détectée lors du 2^e cycle. Cet écart indique une augmentation de la précipitation des particules au cours du 2^e cycle. Ceci n'a pas été observée par (Hoang et al.,2015) avec la configuration A qui avait constaté que la ségrégation est effective dès la fin du 1^{er} cycle. La relative stabilité du critère de ségrégabilité au cours des différents paliers de mesure du premier cycle et sont augmentation au cours du deuxième cycle signifie que, dans notre cas, la majorité des particules cimentaires ségrége sous l'effet du cisaillement pendant le pré-cisaillement du 2^e cycle et les 30 secondes de repos. Ce constat est conforté par les résultats des coulis fortement ségrégatifs dans le travail de (Hoang et al. 2015) présentés sur la **Figure 3- 13**. Le critère de ségrégabilité augmente significativement dès le début du pré-cisaillement du 1^{er} cycle et continue jusqu'à la fin de l'essai. Nous observons que la valeur du critère trouvée à la fin d'essai est environ le triple de celle au palier de 300s⁻¹.



(a)



(b)

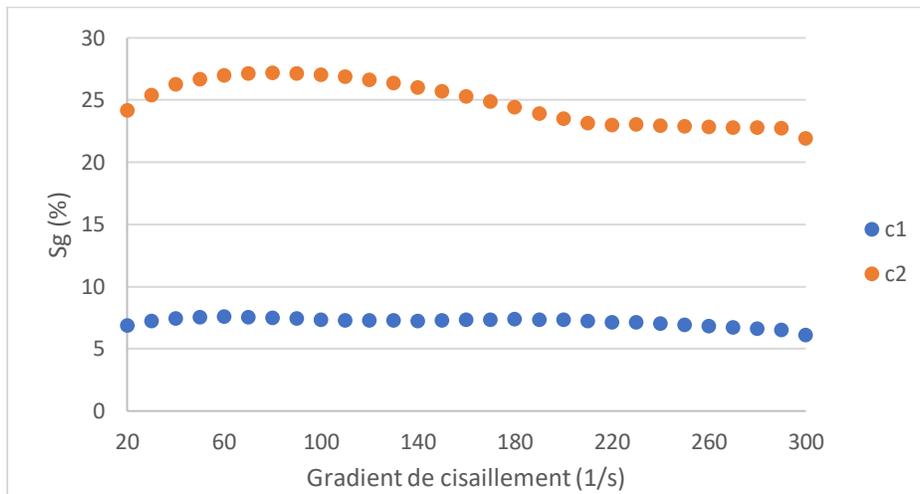
Figure 3- 11 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction des gradients de cisaillement pour des coulis faiblement ségrégatifs de (a) $E/C = 0,52$ et (b) $E/C = 0,55$

3.2.2.2. Coulis fortement ségrégatifs

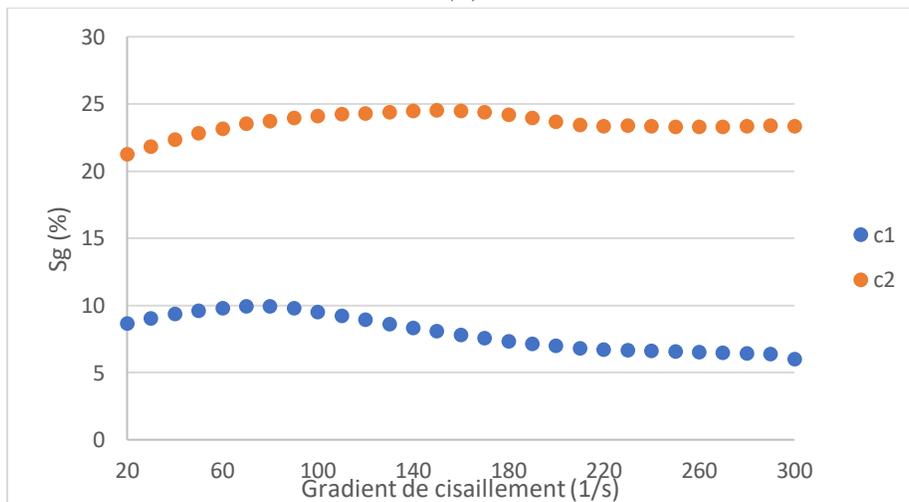
Pour les coulis fortement ségrégatifs ($E/C = 0,70$ et $E/C = 0,75$) (**Figure 3- 12**), la ségrégation commence au pré-cisaillement du 1^{er} cycle et continue ensuite aux différents paliers de mesures. Une augmentation du critère S_g en diminuant le gradient de cisaillement est alors observée. Pourtant, les valeurs du critère au 1^{er} cycle sont faibles et proches des valeurs des coulis faiblement ségrégatifs (environ 6% au gradient de 300 s^{-1}). Ceci démontre que sous l'effet du cisaillement du 1^{er} cycle, la ségrégation des particules est similaire pour différents E/C . Cependant, nous observons que la ségrégation devient beaucoup plus importante au cours du 2^e cycle dont les valeurs du critère sont très significativement supérieures à celles du 1^{er} cycle (22 et 23,5 pour les coulis d' E/C 0,7 et 0,75 respectivement). Ceci signifie une grande perte des parties solides dans l'entrefer latéral au 2^e cycle. Ces résultats du 2^e cycle sont similaires à ceux observés par (Hoang et al., 2015) pour des coulis ségrégatifs dès le 1^{er} cycle. Autrement dit, dans notre cas (configuration B), le phénomène de ségrégation est observé essentiellement au cours du 2^e cycle. Il est bien évident que l'écart du critère de ségrétabilité entre le 1^{er} et 2^e cycle augmente en fonction du rapport E/C correspondant au potentiel de la ségrégation des coulis.

Dans leur travail, (Hoang et al., 2015) ont montré que la ségrégation des coulis est complète au 1^{er} cycle. Dans le cas de mesures effectués à un gap de 1 mm, à cause du cisaillement à forte intensité de la partie inférieure du mobile, les particules ségrégées sont remaniées vers la partie latérale du mobile et une similarité de contrainte de cisaillement entre le 1^{er} et 2^e cycle est observée. Ce phénomène n'apparaît pas quand le gap est de 10 mm car le cisaillement dans la partie inférieure du mobile est faible et il existe assez de place pour la précipitation des particules. Donc, les particules se déplacent vers le fond du récipient dès le 1^{er} cycle. Ce constat est renforcé par la variation du critère de ségrétabilité des coulis fortement ségrégatifs $E/C = 0,45$ avec 0,8% de superplastifiant et $E/C = 0,50$ avec 0,6% de superplastifiant dans le travail de (Hoang et al., 2015) présenté dans la **Figure 3- 13**. Nous observons premièrement une similarité des valeurs du critère entre les 2 cycles, ce qui démontre que le phénomène de ségrégation dynamique sous l'effet du cisaillement des 2 cycles est similaire. Ces observations confirment l'indication de (Hoang et al., 2015) concernant la ségrégation complète au 1^{er} cycle ainsi que le remaniement des particules avec un gap de 1 mm. De plus, une augmentation sans cesse du critère en diminuant le gradient de cisaillement aux 2 cycles montre la progression de la ségrégation pendant l'essai rhéométrique.

Concernant les valeurs du critère, une augmentation significative du critère avec la diminution du gradient de cisaillement est observée dans le cas de la configuration A (environ le triple) tandis que cette augmentation devient beaucoup plus faible avec la configuration B. Autrement dit, l'augmentation de valeur du critère de la configuration B peut être négligeable et considérée comme une fluctuation de mesure signifiant une homogénéité du coulis dans les différents paliers de mesures. Ceci démontre que la ségrégation des particules colloïdales sous l'effet du cisaillement dans la configuration B apparaît principalement au pré-cisaillement à 500 s^{-1} au 2^e cycle et les périodes de repos, elle n'a pas lieu pendant les paliers de gradient descendant.

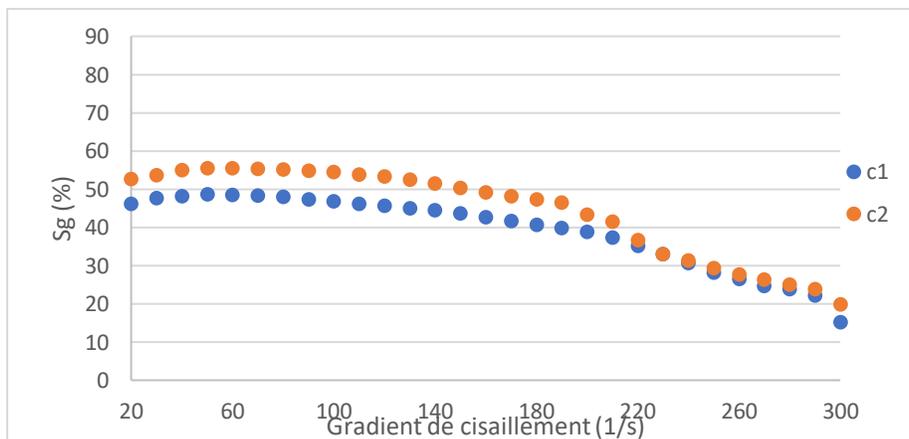


(a)

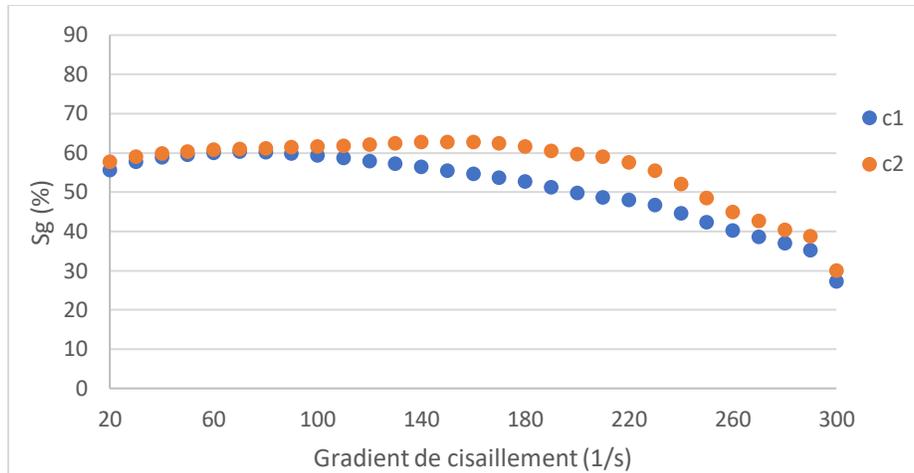


(b)

Figure 3- 12 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction des gradients de cisaillement pour un coulis fortement ségrégatif de (a) E/C = 0,70 et (b) E/C = 0,75



(a)



(b)

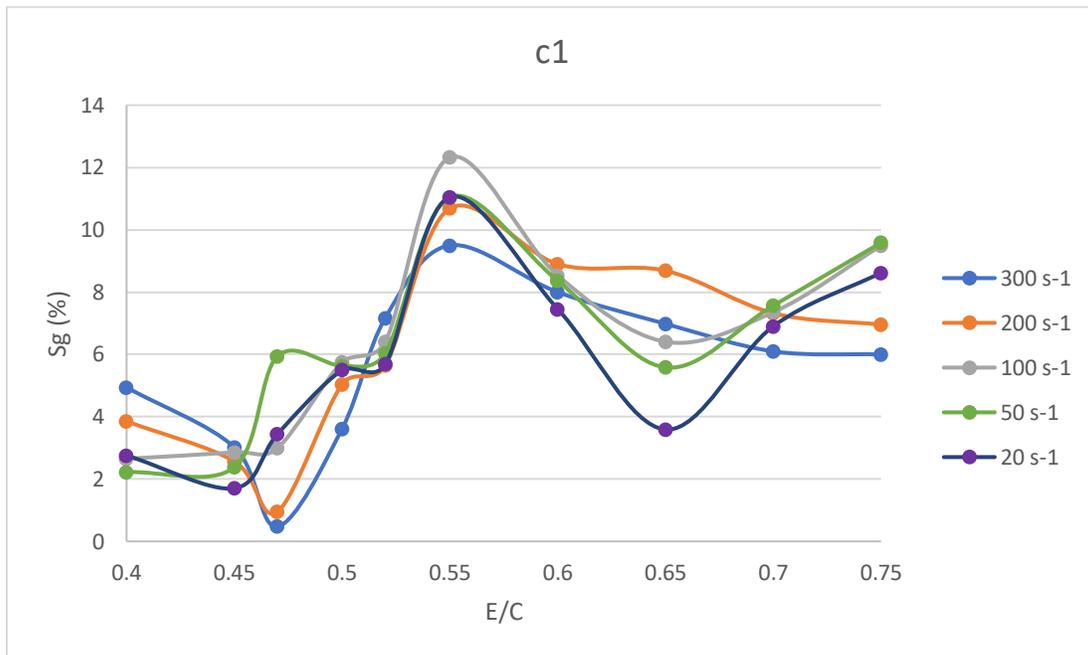
Figure 3- 13 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction des gradients de cisaillement pour des coulis ségrégatifs de (a) $E/C = 0,45$ et $0,8\%$ de SP et (b) $E/C = 0,50$ et $0,4\%$ de SP (Hoang et al. 2015)

Nous étudions ensuite la variation du critère de ségrégabilité des coulis en fonction du rapport E/C dans quelques paliers de gradients de cisaillement caractéristiques ($300 ; 200 ; 100 ; 50$ et 20 s^{-1}) effectués avec la configuration B (Figure 3- 14). Nous observons que la variation du critère de ségrégabilité S_g aux différents gradients de cisaillement est très différente entre les 2 cycles. Au 2^e cycle, l'évolution du critère est plus logique et correspond à celui de (Hoang et al., 2015) car l'augmentation du critère de ségrégabilité en fonction du rapport d'E/C est observée démontrant l'augmentation du potentiel de ségrégation au 2^e cycle avec l'augmentation rapport d'E/C. De plus, les valeurs du critère de ségrégabilité calculé aux différents paliers sont très proches. Pour les coulis stables ($E/C < 0,45$) les valeurs du critère S_g sont similaires et démontrent l'homogénéité du coulis au cours d'essai.

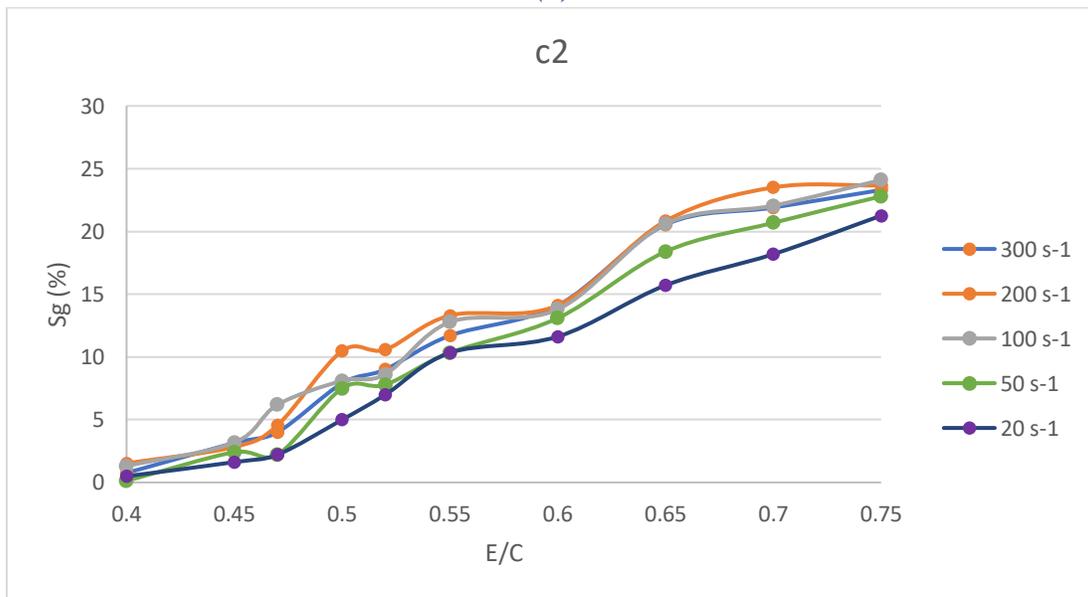
En revanche, au 1^{er} cycle, nous observons premièrement une grande fluctuation du critère de ségrégabilité en fonction du rapport d'E/C pour les coulis ségrégatifs ($E/C > 0,45$). Plus précisément, le critère augmente en fonction du E/C pour les coulis dont E/C varie entre $0,47$ à $0,55$ tandis qu'une diminution du critère en augmentant le rapport E/C est observée pour les coulis dont E/C est supérieur à $0,55$. De plus, les valeurs du critère des différents paliers aussi fluctuent significativement. Dans le cas des coulis stables ($E/C < 0,45$), nous observons que les du critère augmente en diminuant le rapport d'E/C ce qui n'est pas logique en tenant en compte l'augmentation du potentiel de ségrégation en fonction du rapport d'E/C.

De plus, les valeurs de S_g aux différents taux de cisaillement du 1er cycle présentent un minima à une valeur de $E/C = 0,47$ qui est très proche de celle observée par (Hoang et al., 2015) et considérée comme le seuil de stabilité des coulis. En outre, dans le cas de ce coulis, nous observons que les paliers de taux de cisaillement de 50 et 20 s^{-1} présentent des valeurs de S_g supérieures aux autres

gradients de cisaillement, ceci montre encore la différence de la restructuration entre les 2 gaps, ce qui augmente l'écart relative de la contrainte.



(a)



(b)

Figure 3- 14 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction du rapport E/C à différents gradients de cisaillement (a) au 1er cycle et (b) au 2e cycle

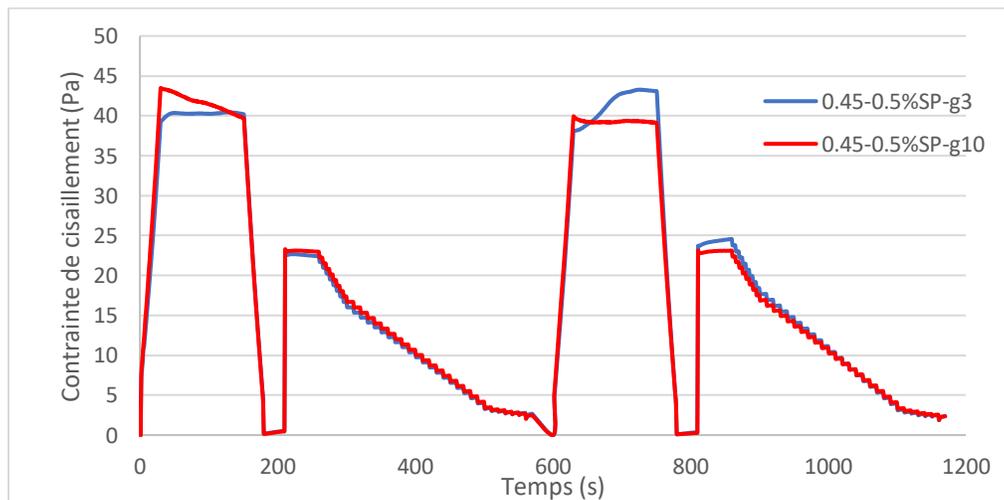
3.2.3. Influence du superplastifiant

Afin de mettre en évidence l'influence du superplastifiant sur la ségrégation dynamique des coulis caractérisée avec la configuration B, nous avons effectué une série d'essai avec des coulis

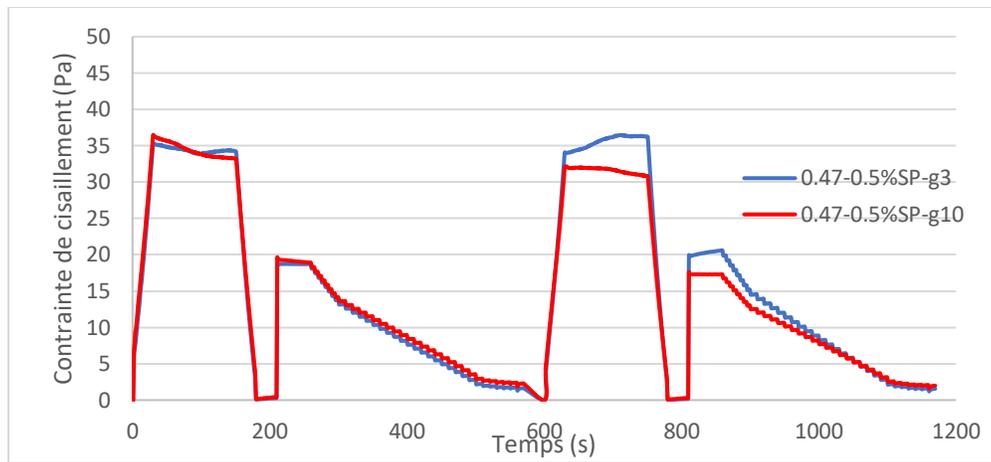
cimentaires adjuvantés avec 0,5 % de superplastifiant (SP) en faisant varier le rapport E/C entre 0,45 et 0,60. Nous présentons dans cette section les résultats des essais de caractérisation concernant les évolutions du critère de ségréabilité au cours des essais rhéométriques et les variations de contrainte de cisaillement lors des différents cycles du protocole de caractérisation.

3.2.3.1. Coulis stables

Les **Figure 3- 15** et **Figure 3- 16** présentent la variation de la contrainte de cisaillement et du critère de ségréabilité des coulis formulés avec des E/C de 0,45 et 0,47 et 0,5% de SP. Nous rappelons que ces coulis sans adjuvant sont stables sous cisaillement. Nous observons une similarité des valeurs de contrainte de cisaillement entre les deux gaps au 1^{er} cycle tandis qu'un écart est observé au 2^e cycle. Autrement dit, sous l'effet du superplastifiant, les particules cimentaires d'un coulis stable commencent à précipiter vers le fond du récipient au cours du 2^e cycle. Nous pouvons constater que sous l'effet du superplastifiant, un coulis stable peut devenir ségréatif et la ségrégation a lieu essentiellement au 2^e cycle. Bien évidemment, l'écart de contrainte de cisaillement au 2^e cycle du coulis avec un E/C de 0,47 est plus élevé de celui du coulis avec un E/C de 0,45 (15,1% pour le E/C =0,47 et 5,3% pour le coulis de E/C = 0,45 avec 0,5% de superplastifiant). Ce constat est renforcé par la variation du critère de ségréabilité au cours des essais présenté dans la **Figure 3- 16**. Nous observons qu'au 1^{er} cycle, les valeurs du critère sont très faibles et inférieures à 5% ce qui signifie que la ségrégation est très faible. Au 2^e cycle, le critère augmente et devient plus élevé que 5% et suit une même tendance dans le cas des coulis ségréatifs. Nous observons aussi une augmentation du critère avec la diminution du gradient de cisaillement indiquant la ségrégation en fonction du temps.

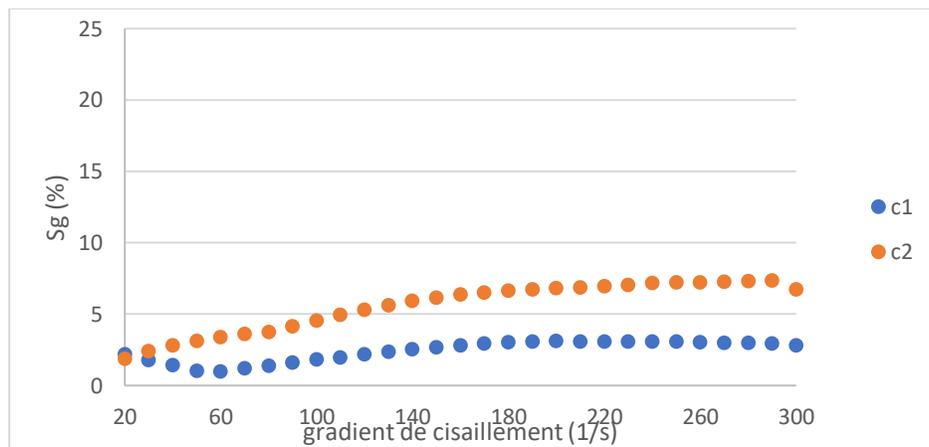


(a)

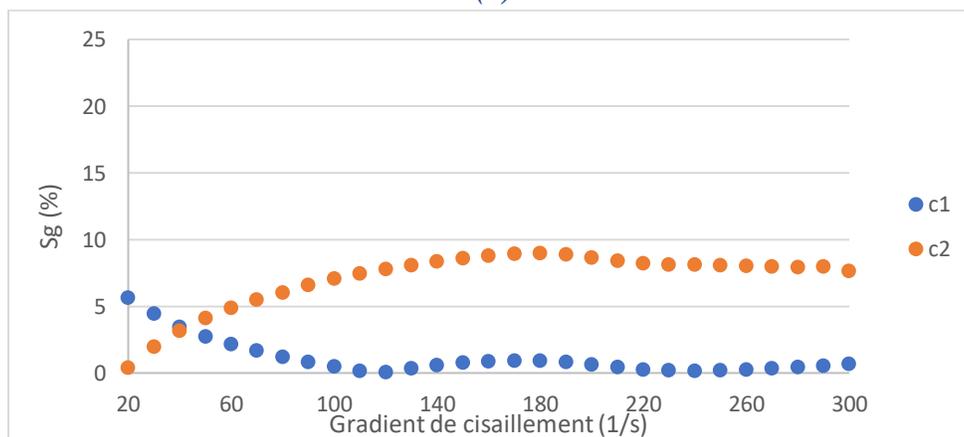


(b)

Figure 3- 15 : Variation de la contrainte de cisaillement des coulis de (a) $E/C=0,45$ et 0,5 % de SP et (b) $E/C=0,47$ et 0,5% de SP



(a)



(b)

Figure 3- 16 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction des gradients de cisaillement des coulis de (a) $E/C = 0,45$ et 0,5% de SP et (b) $E/C = 0,47$ et 0,5% de SP

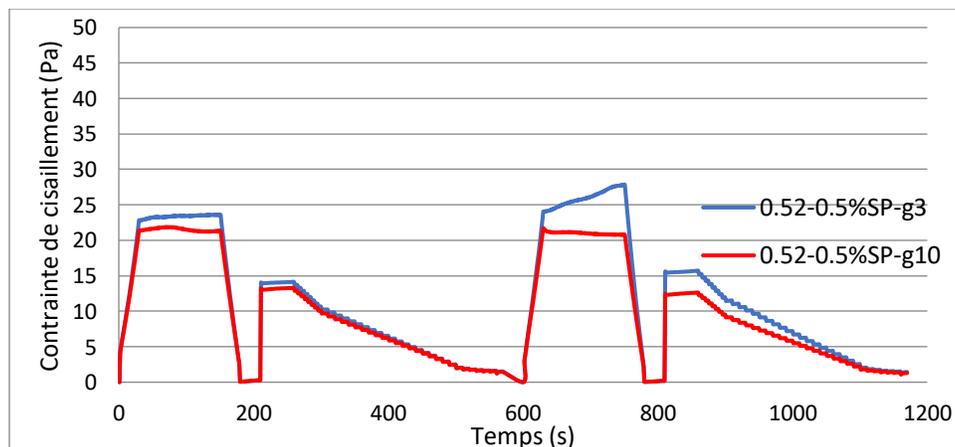
3.2.3.2. Coulis ségrégatifs

Les **Figure 3- 17** et **Figure 3- 18** illustrent la variation de contrainte de cisaillement et du critère de ségrégabilité au cours des essais des coulis formulés avec un $E/C = 0,52$ et $E/C = 0,55$ avec 0,5% de SP. Nous rappelons que ces coulis sans adjuvant sont ségrégatifs sous cisaillement.

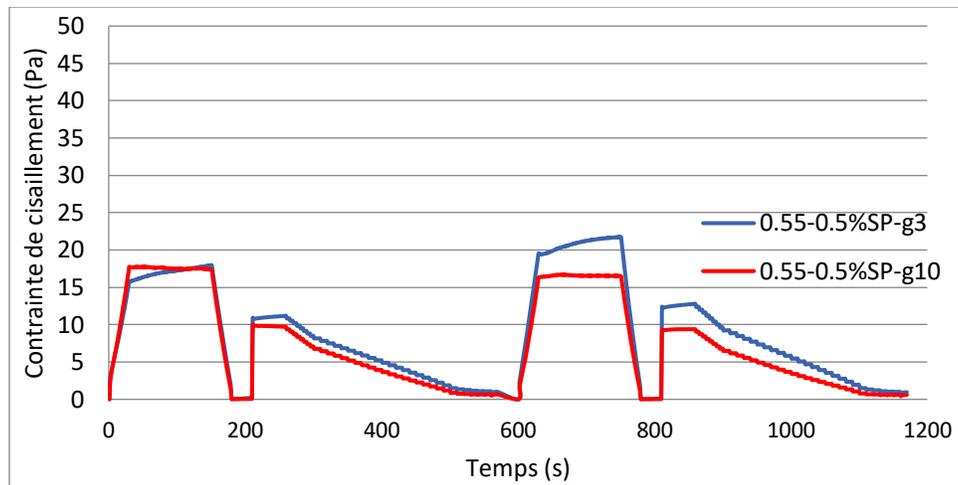
Nous constatons que le dosage de 0,5% de superplastifiant augmente le potentiel de ségrégation des coulis ségrégatifs. Ce résultat est en accord avec les résultats de la littérature présentés au chapitre 1 ([Error! Reference source not found.](#)) (Neubauer et al. 1998). La **Figure 3- 17** montre une augmentation de l'écart de contrainte au 2^e cycle comme ce qui a été observée dans le cas des coulis ségrégatifs sans adjuvant. Cette augmentation est plus importante que celle observée dans le cas des coulis sans adjuvant.

La **Figure 3- 18** présente la comparaison des valeurs du critère entre les coulis sans adjuvant et ceux adjuvantés avec 0,5% de SP. Nous observons que les valeurs du critère de ségrégabilités au 1^{er} cycle sont similaires tandis qu'au 2^e cycle les valeurs du critère des coulis adjuvantés sont plus élevées que celles des coulis sans adjuvant. Autrement dit, l'écart au 2^e cycle devient plus important grâce à la présence du superplastifiant. Cette observation démontre que la présence du superplastifiant augmente le potentiel de ségrégation des coulis au 2^e cycle ce qui a été observée aussi par (Hoang et al., 2015).

Ces résultats permettent de constater que le superplastifiant augmente le potentiel de ségrégation au cours du 2^e cycle. Ceci est supporté par la variation du critère de ségrégabilité des coulis adjuvantés et ceux sans adjuvant en fonction du E/C présentée sur la **Figure 3- 19**. Nous observons, en effet, que les valeurs du critère des coulis avec 0,5% de SP sont toujours plus élevées que celles des coulis sans adjuvant avec un écart quasiment constant de 3% pour tous les coulis. Cet écart est équivalent à une augmentation du rapport E/C de 0,05 environ.

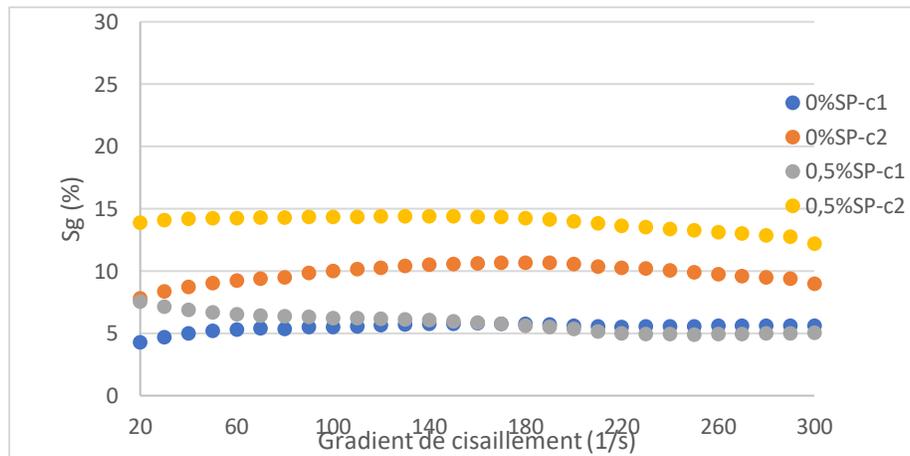


(a)

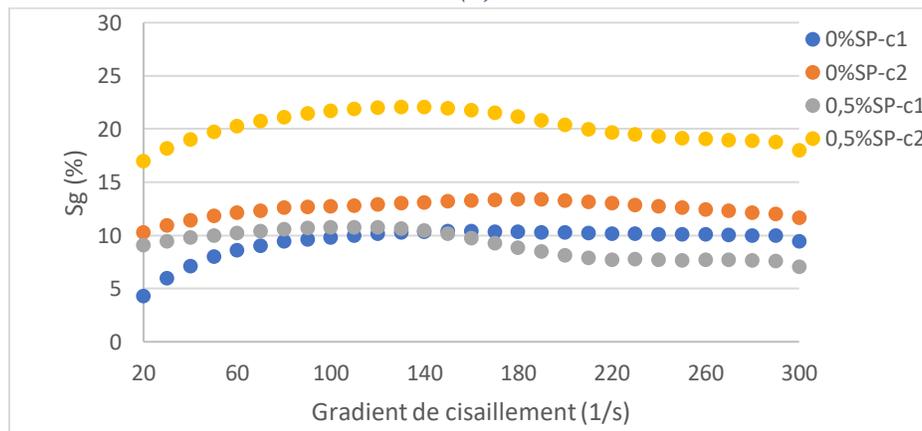


(b)

Figure 3- 17 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps des coulis de (a) $E/C = 0,52$ et $0,5\%$ de SP et (b) $E/C=0,55$ et $0,5\%$ de SP



(a)



(b)

Figure 3- 18 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction des gradients de cisaillement des coulis de (a) $E/C = 0,52$ et 0% ou $0,5\%$ de SP et (b) $E/C = 0,55$ et 0% ou $0,5\%$ de SP

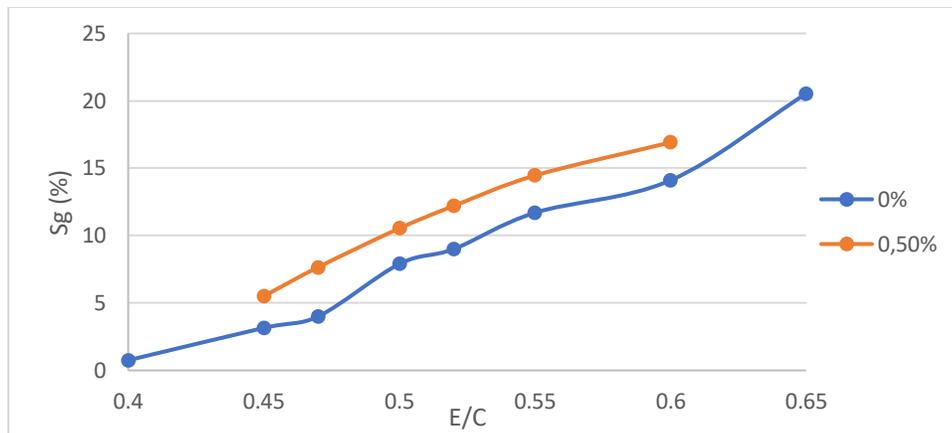


Figure 3- 19 : Variation du critère de ségrégabilité évalué au palier de 300 s^{-1} du 2^e cycle en fonction du rapport E/C des coulis avec et sans adjuvant superplastifiant

En résumant, l'addition d'un dosage de superplastifiant augmente le potentiel de ségrégation des coulis ce qui est démontré par la supériorité du critère de ségrégabilité des coulis adjuvantés en comparant avec celui des coulis sans adjuvant. De plus, cette augmentation du potentiel de ségrégation ne dépend pas du rapport d'E/C pour la plage des valeurs étudiée car nous observons un écart systématique environ 3% du critère de ségrégabilité entre les coulis adjuvantés et sans adjuvant pour toutes les valeurs du rapport E/C.

3.3. Ségrégation des particules non-colloïdales dans les suspensions cimentaires

Dans la partie précédente, nous avons réussi à déterminer une méthodologie pour caractériser la ségrégation des coulis cimentaires et à définir un critère de ségrégabilité qui relie quantitativement certaines caractéristiques du comportement rhéologique à la diminution de la fraction volumique de la suspension cimentaire située en partie haute du volume latéral cisailé. Dans cette section, le potentiel de ségrégation sous cisaillement de billes de verre incorporées dans des formulations de suspensions cimentaires est étudié en appliquant la même méthodologie.

3.3.1. Conservation des billes pendant le malaxage

Avant de réaliser les essais rhéométriques des coulis avec la présence des billes en verre, nous vérifions que les billes ne sont pas endommagées par le malaxage. Après le malaxage, une partie d'échantillon a été tamisé sous eau pour récupérer les billes avec un tamis de $80\ \mu\text{m}$. Afin d'éliminer toutes les particules cimentaires potentiellement fixées autour des billes, le résidu du tamisage est placé dans un bain d'acide pendant 24 heures. La morphologie des billes a ensuite été vérifiée à l'aide du MEB. Les **Figure 3- 20**, **Figure 3- 21** et **Figure 3- 22** illustrent les clichés obtenus au MEB des billes avant, après le malaxage et après la dissolution du ciment par l'acide.

Nous pouvons observer sur la **Figure 3- 20** que la forme initiale des billes est presque sphérique, et leurs diamètres sont entre $150\text{-}250\ \mu\text{m}$ comme indiqué dans la fiche technique. De plus, après le malaxage, les billes n'ont pas été détruites, elles en avaient gardé leur forme (zone 1) et leurs tailles n'avaient pas évolué (**Figure 3- 21**). Cependant, nous observons quelques billes sont liées entre

elles par le ciment (zone 2) restant après le tamisage. La **Figure 3- 22** nous aide à constater la conservation des billes après l'attaque d'acide. La quantité de ciment restante a été dissoute et la forme des billes reste sphérique.

Ainsi, la méthode de malaxage utilisée ne cause pas de destruction des billes. De plus, il reste quelques grains ciment qui ont été tous dissous par la mise en solution dans un bain d'acide. On souligne que la masse des particules de ciments restantes après le tamisage est très petite par rapport à la masse totale de billes ($m_{\text{ciment}} / m_{\text{bille}} = 0.5\%$). Autrement dit, cette masse est négligeable, ce qui nous confirme la bonne validité du protocole de malaxage utilisé.

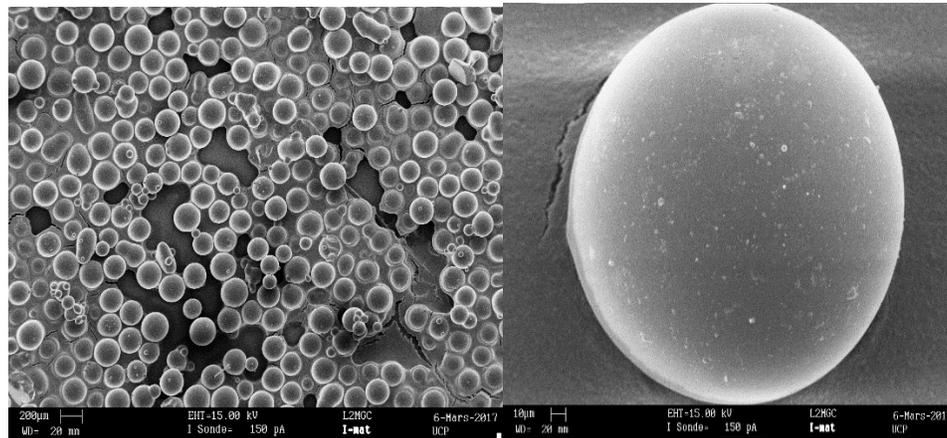


Figure 3- 20 : Image des billes de diamètre 150-250µm avant le malaxage.

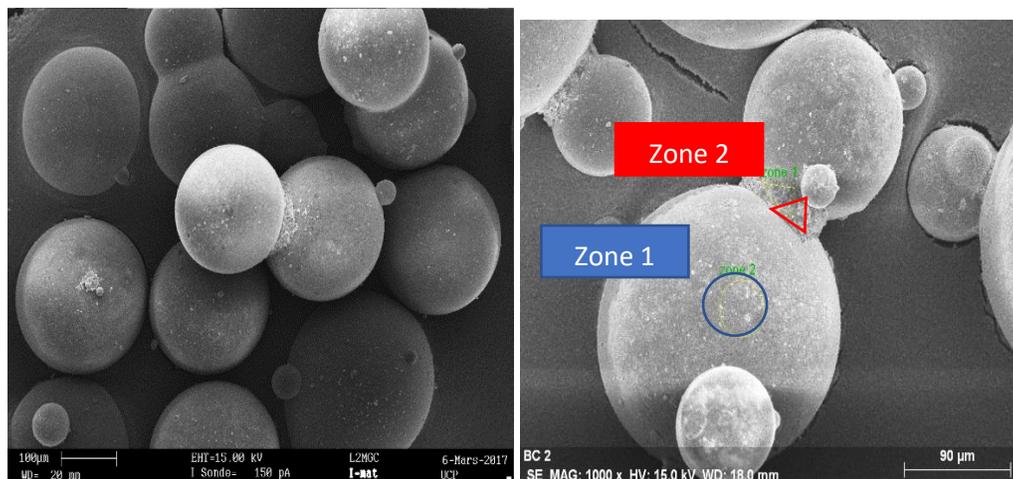


Figure 3- 21 : Image des billes après le malaxage.

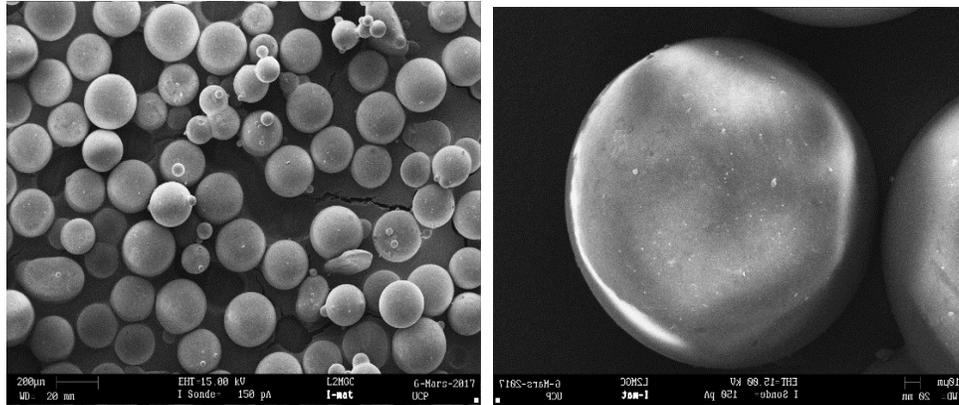


Figure 3- 22 : Image des billes après l'attaque d'acide.

3.3.2. Ségrégation statique des particules non-colloïdales dans les suspensions cimentaires

3.3.2.1. Protocole

Afin de caractériser la ségrégation statique des billes en verre dans une suspension cimentaire, nous utilisons un tube cylindrique de 3,5 cm de diamètre et 6,7 cm de hauteur. Le but de ce choix est de reproduire la ségrégation dans le récipient du rhéomètre car leurs dimensions sont similaires. L'évolution de la ségrégation statique est analysée sur la base du protocole suivant :

- i. Premièrement, un volume donné de billes est initialement introduit dans l'eau et ensuite le ciment sous agitation. La suspension est malaxée suivant la procédure présentée dans le **Tableau 3- 2** qui est très similaire à celle employée pour les suspensions sans billes.
- ii. Ensuite, la suspension est versée dans 6 tubes plastiques de 3,5 cm de diamètre et 6,7 cm de hauteur qui sont ensuite couverts par leurs bouchons pour éviter l'évaporation d'eau. Trois tubes servent à mesurer la densité des billes et trois tubes servent à caractériser l'évolution de la fraction volumique de la suspension à 3 temps différents (à 0h, 2h et 6h après le malaxage). Ces moments sont choisis en tenant compte du temps de début de prise du ciment.
- iii. À chaque temps, des échantillons dans les parties haute et basse du tube sont prélevés, pesés et mis séparément dans des coupelles en aluminium. Ils sont ensuite conservés dans une étuve à 105⁰C pendant au moins 24h et jusqu'à la stabilité de la masse afin de s'assurer de l'élimination complète de l'eau. La fraction solide du mortier est ensuite pesée.
- iv. Parallèlement, des échantillons dans les deux parties d'autres tubes, sont passés au tamis de 80 μm sous eau pour récupérer les billes. Le refus du tamisage est ensuite attaqué par l'acide nitrite HNO₃ pendant 24h afin de dissoudre toutes les particules de ciment. Finalement, la densité des billes dans les deux parties du tube est déterminée par le rapport massique entre les billes et la suspension prélevée. On signale que la masse du prélèvement était également mesurée avant le tamisage.

Afin de comprendre l'influence des particules non-colloïdales sur la ségrégation statique des suspensions cimentaires. Les essais sont réalisés avec un coulis stable ($E/C = 0,45$) et un ségréatif ($E/C = 0,65$) qui sont mélangés avec un volume donné des billes de 150-250 μm représentant 5 et 10% du volume total.

Nous rappelons aussi que (Coussot et al., 2005) ont proposé un critère sur la possibilité de sédimentation d'une particule sphérique de rayon R et de masse volumique ρ déterminé par la relation (eq 1 – 36). En appliquant ce critère sur nos formulations, le seuil critique de sédimentation calculé est très faible (0,080-0,111 Pa) comparativement au seuil d'écoulement du coulis mesuré expérimentalement. Donc, une stabilité des billes dans les suspensions est attendue. La description détaillée des essais ainsi que les caractéristiques calculées sont introduites dans le **Tableau 3- 3**.

(Billes+eau)	800 ml
Introduction du ciment dans la suspension	2 minutes à 1200 tours/min
Malaxage du mortier	16 minutes à 1500 tours/min

Tableau 3- 2 : Procédure de malaxage des coulis comportant de particules non-colloïdales.

E/C		0,65			0,45	
$V_{\text{bille}}/V_{\text{total}}$	%	0	5	10	0	5
$m_{\text{bille}}/m_{\text{total}}$	%	0	7,20	14,10	0	6,5 0
$m_{\text{eau}}/m_{\text{solide}}$		0,65	0,58	0,51	0,45	0,41
Masse volumique	<i>g/ml</i>	1,69	1,73	1,77	1,87	1,90
m_{bille} par tube	<i>g</i>	0	7,31	14,62	0	7,31
τ_0 <i>expérimental</i>	<i>Pa</i>	1,18	1,45	1,94	7,04	9,50
τ_0 <i>critique</i>	<i>Pa</i>	0,11	0,11	0,11	0,08	0,08
V_{tube}	<i>ml</i>	58,5				

Tableau 3- 3 : Caractéristiques des formulations cimentaires étudiées

3.3.2.2. Résultats

3.3.2.2.1. Ségrégation des billes dans les suspensions cimentaires

La ségrégation des billes dans les coulis d'un rapport E/C = 0,65 avec 10% billes et E/C = 0,45 avec 5% billes est caractérisée par l'évolution du rapport m_{bille}/m_{total} dans les parties haute et basse du tube en fonction du temps présentée sur les **Figure 3- 23** et **Figure 3- 24**.

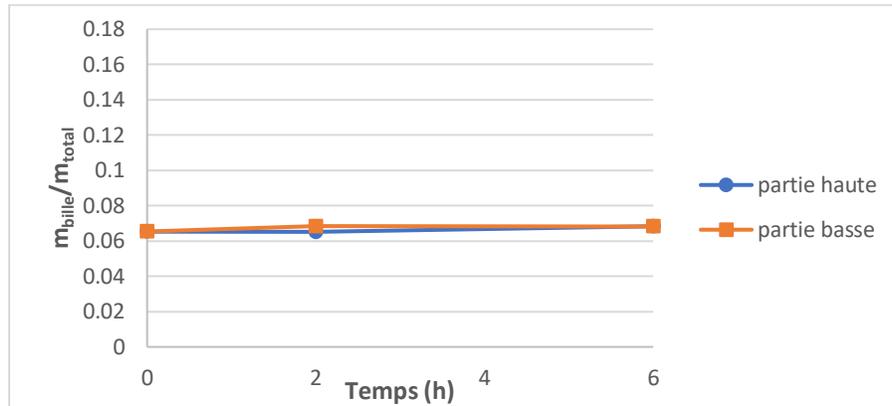


Figure 3- 23 : Evolution du rapport m_{bille}/m_{total} de la suspension de E/C = 0,45 avec 5% de billes dans les deux parties du tube (m_{bille}/m_{total} calculé = 0,065)

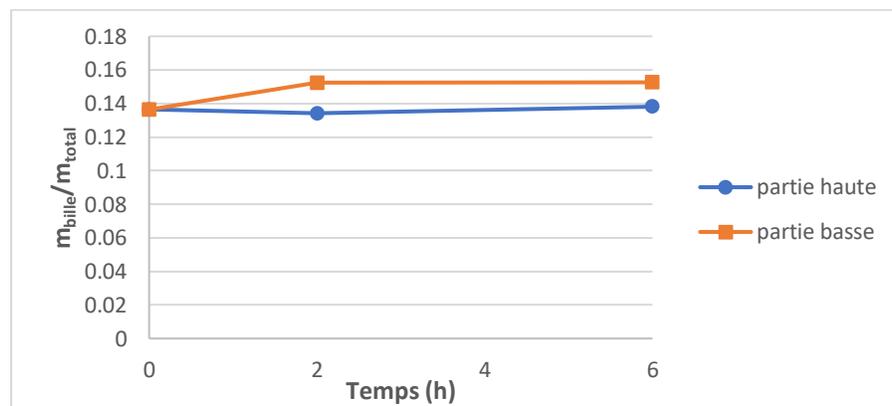


Figure 3- 24 : Evolution du rapport m_{bille}/m_{total} de la suspension de E/C = 0,65 avec 10% de billes dans les deux parties du tube (m_{bille}/m_{total} calculé = 0,141)

Nous observons sur les **Figure 3- 23** et **Figure 3- 24** que le rapport m_{bille}/m_{total} reste quasi-constant en fonction du temps dans le cas ce qui signifie qu'aucune ségrégation existe. Ces résultats correspondent au critère de (Coussot et al., 2005). De plus, les rapports mesurés sont similaires aux valeurs calculées dans le tableau 3-3. Une variation légère du rapport m_{bille}/m_{total} (de 0,136 à 0,153) dans les parties haute et partie basse du coulis de E/C = 0,65 est due plutôt à la fluctuation des mesures comme le confirme la stabilité de la masse des billes dans les deux parties du tube du mortier 0,65 avec 5% de billes en fonction du temps (**Figure 3- 25**). l'homogénéité d'échantillon

après le la mise en place dans le tube et jusqu'à la prise prouve la stabilité des billes dans les suspensions cimentaires étudiées.

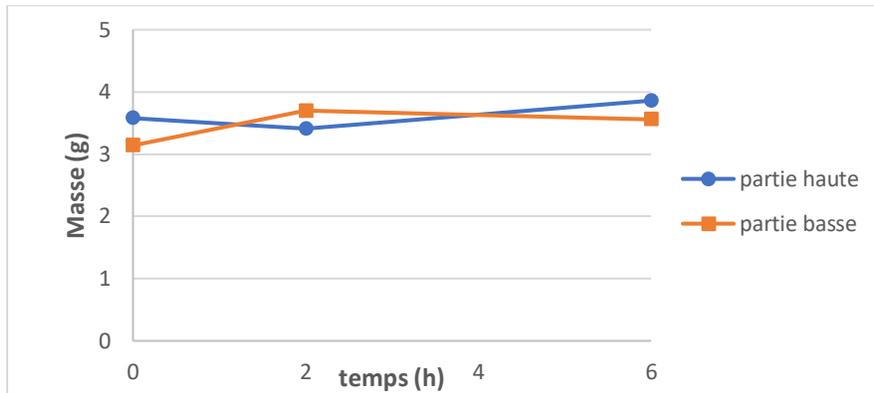


Figure 3- 25 : Evolution de la masse des billes de la suspension de E/C=0,65 et 5% de billes dans les deux parties du tube.

3.3.2.2.2. Evolution du rapport E/C sous l'influence des particules non-colloïdales

Nous évaluons dans cette partie l'évolution du rapport E/C en fonction du temps des coulis de E/C = 0,65 et 0,45 sans billes. Les résultats sont présentés aux Figure 3- 26 et Figure 3- 27.

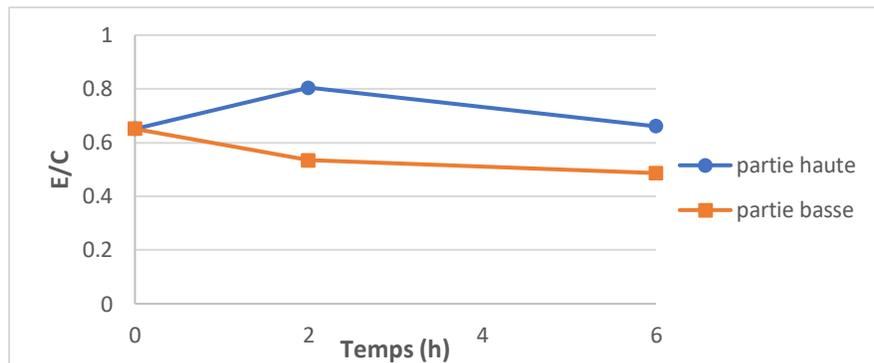


Figure 3- 26 : Variation du rapport E/C dans les 2 parties du tube du coulis de E/C = 0,65 sans billes

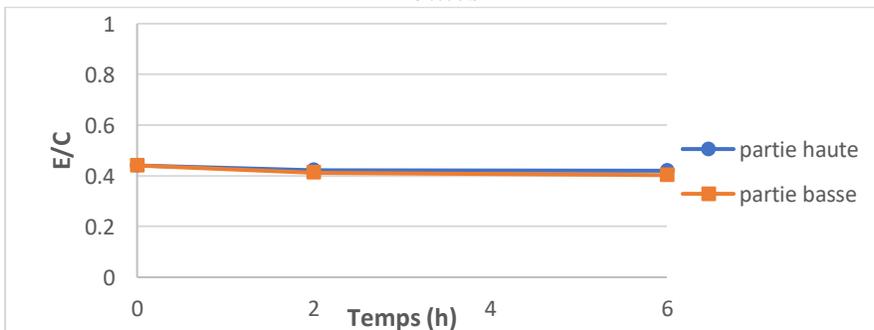


Figure 3- 27 : Variation du rapport E/C dans les 2 parties du tube du coulis de E/C = 0,45 sans billes

Nous observons sur la **Figure 3- 26**, que le rapport E/C dans les parties haute et basse du coulis ségréatif avec un E/C = 0,65, changent significativement en fonction du temps. Une augmentation dans la partie haute et une diminution dans la partie basse indiquent un changement de concentration volumique. Les particules cimentaires se déplacent vers le fond du tube sous l'effet gravitaire durant les 2 premières heures. De plus, dans la période de 2h à 6h, nous observons une légère diminution de la teneur en eau due au début de l'hydratation du ciment. Contrairement au coulis ségréatif, la ségrégation n'est pas observée dans le cas du coulis avec un E/C = 0,45. Les rapports d'E/C des parties haute et basse restent similaires et constants en fonction du temps.

Nous cherchons maintenant à déterminer l'influence des particules non-colloïdales sur la ségrégation des suspensions. L'évolution du rapport E/C des suspensions formulées avec un rapport E/C = 0,65 et 10% de billes et E/C = 0,45 et 5% de billes est aussi mesurée pour comprendre la ségrégation des particules cimentaires dans ces suspensions. Les résultats sont présentés dans les **Figure 3- 29** et **Figure 3- 34**.

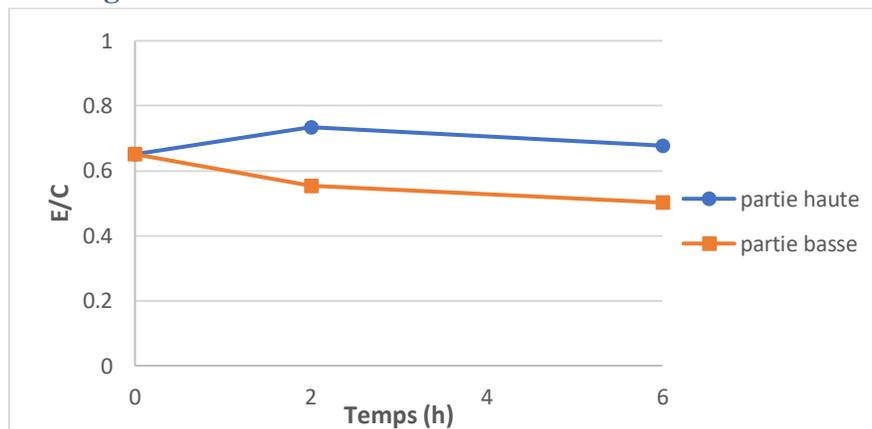


Figure 3- 28 : Variation du rapport E/C dans les 2 parties du tube de la suspension de E/C = 0,65 et 10% de billes

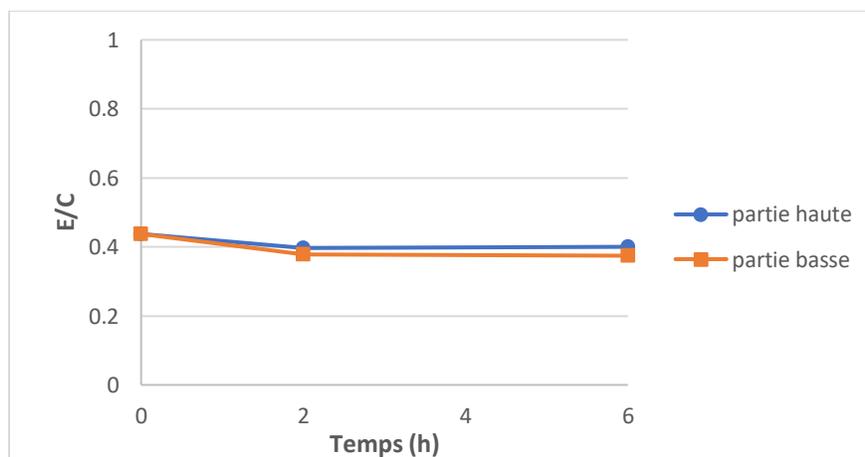


Figure 3- 29 : Variation du rapport E/C dans les 2 parties du tube de la suspension de E/C=0,45 et 5% de billes

Les phénomènes observés sur les **Figure 3- 30** et **Figure 3- 31** sont similaires à ceux observés dans le cas des coulis sans billes (**Figure 3- 32** et **Figure 3- 33**). En effet, l'augmentation du rapport E/C dans la partie haute et sa diminution dans la partie basse est liée à la ségrégation des particules cimentaires dans le cas du coulis formulé avec un E/C = 0,65. Ceci est dû au déplacement des grains de ciment car nous avons préalablement vérifié que les billes restent stables dans la suspension. De plus, le rapport reste quasi constant en fonction du temps dans le cas du coulis stable formulé avec un E/C = 0,45. La faible diminution du rapport E/C est provoquée probablement par l'hydratation du ciment et la formation des produits hydratés qui résistent à 105°C. Notre conclusion sur la ségrégation des particules cimentaires est renforcée par l'évolution en fonction du temps du rapport eau/solide de la suspension formulée avec un E/C= 0,65 et 5% de billes sur la **Figure 3- 34**. Nous rappelons que le rapport E/S est le rapport de masse entre l'eau et la masse totale des particules solides (ciment + billes). Dans le cas du coulis de E/C = 0,65 avec 5% de billes, le rapport E/S calculé est égale à 0,58.

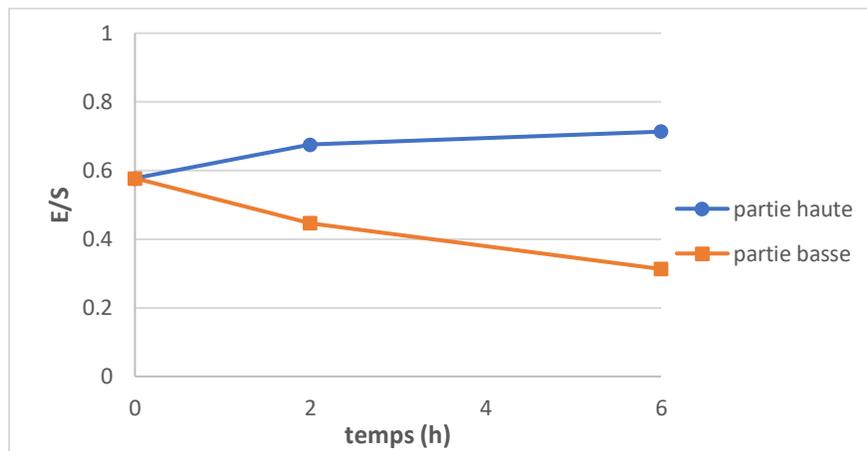


Figure 3- 34 : Variation du rapport E/S dans les 2 parties du tube de la suspension de E/C = 0,65 et 5% de billes (E/S calculé = 0,58)

Dans ce paragraphe, la ségrégation des phases solides dans les suspensions est caractérisée en mesurant l'évolution de la densité des billes et du rapport E/C en fonction du temps. Une stabilité des billes dans les suspensions correspondant au critère de (Coussot et al., 2005) est validée. On signale aussi que la mesure des rapports E/C et E/S n'est pas très fiable à cause de la fixation d'une partie de l'eau aux produits hydratés. De plus, nous observons que la variation du rapport d'E/C en fonction du temps des coulis sans billes et avec billes est similaire ce qui démontre la ségrégation des particules cimentaires est indépendante de la présence ou non d'un volume de particules non-colloïdales. Ceci est cohérent au constat de (Roussel et al., 2012) concernant l'absence des interactions physico-chimiques entre les particules colloïdales et non-colloïdales.

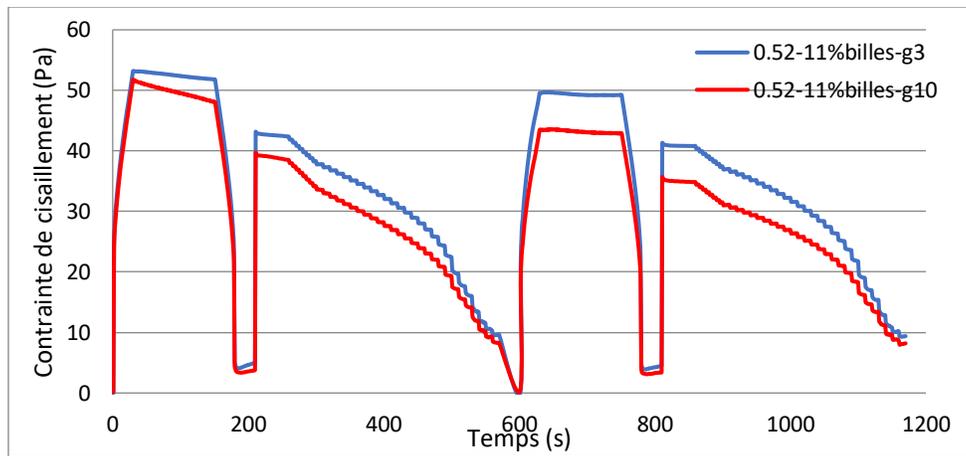
3.3.3. Ségrégation dynamique des particules non-colloïdales dans les suspensions cimentaires

3.3.3.1. *Variation de la contrainte de cisaillement*

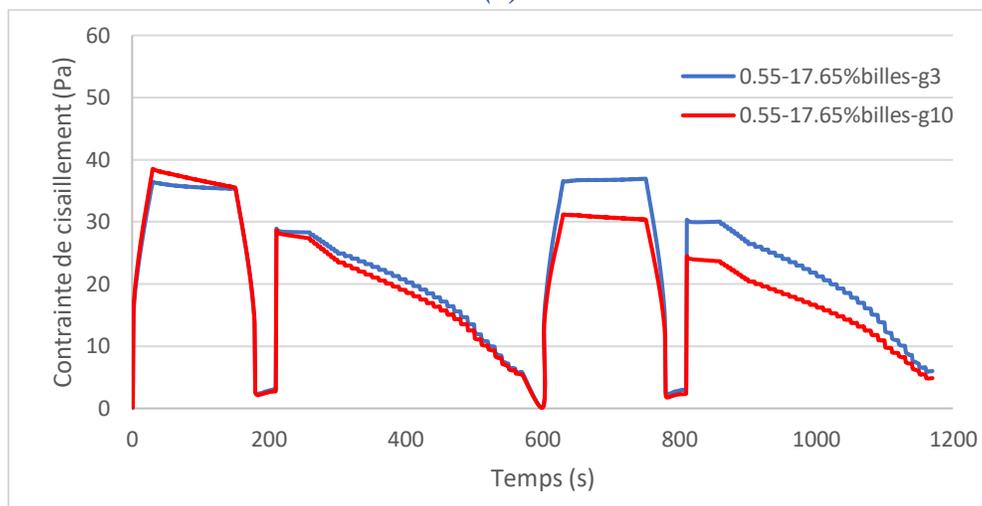
La **Figure 3- 35** présente la variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps des suspensions faiblement ségréгатives avec un $E/C = 0,52$ et 11% de billes et avec un $E/C = 0,55$ et 17,65% de billes. Nous pouvons constater en premier lieu que les valeurs de la contrainte de cisaillement des suspensions avec billes sont toujours plus élevées que celles des coulis sans billes. Ce résultat est cohérent à celui trouvé par (Mahaut et al.,2008) qui a indiqué que la présence des particules non-colloïdales augmente le seuil d'écoulement et la viscosité.

En deuxième lieu, nous observons que l'écart relatif des contraintes mesurées entre le gap de 3 mm et le gap de 10 mm suit la même tendance que les coulis ségréгатifs de même E/C sans billes. La valeur du critère de ségréгатibilité S_g dans les 2 cas est également similaire. Ceci démontre une stabilité sous cisaillement des particules non-colloïdales malgré la ségréгатion des particules cimentaires. Autrement dit, la présence des billes n'influe pas sur la ségréгатion dynamique des particules cimentaires. Ce constat correspond au résultat de (Roussel et al. 2010) qui a indiqué qu'il n'existe aucune interaction physico-chimique des particules colloïdales et non-colloïdales.

Par contre, le comportement change avec des suspensions fortement ségréгатives avec un rapport $E/C = 0,70$ et 17,65% de billes et avec un rapport $E/C = 0,75$ et 25% de billes (**Figure 3- 36**). Nous observons dans le cas de suspensions avec billes un écart de contrainte significatif entre les deux gaps dès le 1^{er} cycle, beaucoup plus élevé que celui observé sur les coulis sans billes. Cet écart devient encore plus important au 2^e cycle, ce qui est cohérent au comportement sous cisaillement des coulis sans billes de même E/C . En revanche, la valeur du critère de ségréгатibilité S_g au cours du 2^e cycle de la suspension avec billes est aussi plus élevée en comparant avec celle du coulis sans billes. Ce phénomène est encore plus prononcé dans le cas d'une suspension encore plus fluide avec un rapport $E/C = 0,75$ et 25% billes (**Figure 3- 36b**). La présence des billes augmente le critère de ségréгатibilité au 2^e cycle. Ces résultats démontrent une perte des particules solides non seulement colloïdales mais aussi non-colloïdales de ces coulis. Ceci est cohérent avec les résultats trouvés par (Ovarlez et al. 2012) qui a indiqué la sédimentation des particules non-colloïdales dans les suspensions sous l'effet d'un cisaillement.

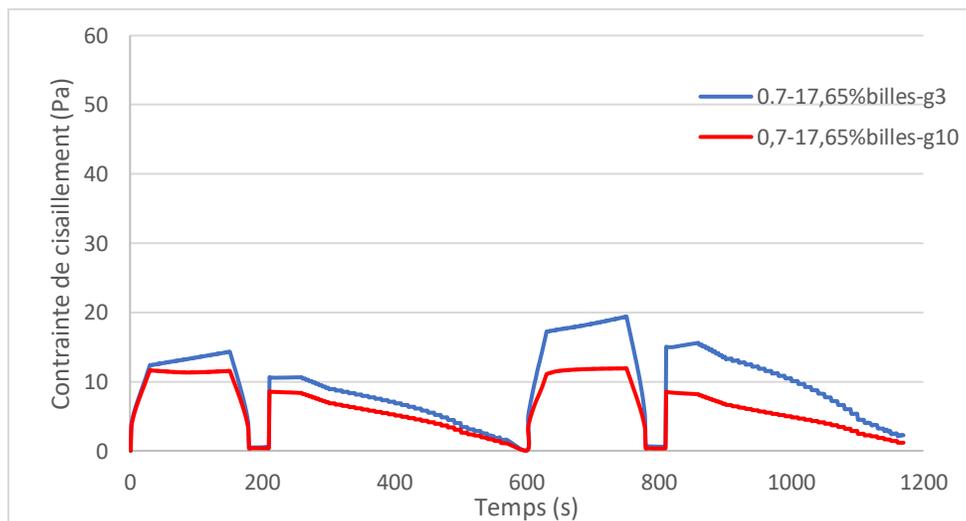


(a)

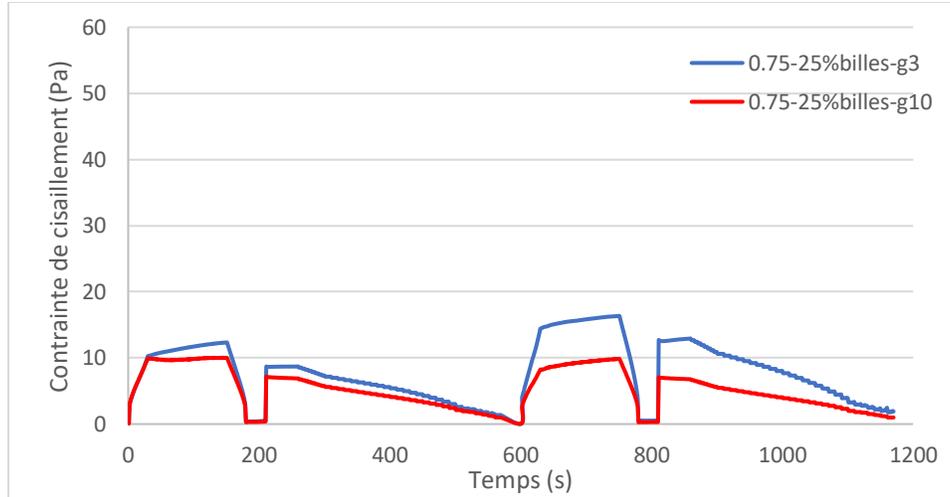


(b)

Figure 3- 35 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps des suspensions de (a) $E/C = 0,52$ et 11% de billes et (b) $E/C = 0,55$ et 17,65% de billes



(a)



(b)

Figure 3- 36 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps des suspensions de (a) E/C = 0,70 et 17,65% billes et (b) E/C = 0,75 et 25% billes

En se référant aux résultats précédents, nous constatons que la ségrégation dynamique des billes n’apparaît que dans le cas des coulis fortement ségrégatifs (E/C > 0,65) et n’a pas lieu dans le cas des coulis faiblement ségrégatifs. Deuxièmement, nous pouvons déterminer un seuil de E/C, au-delà duquel, nous observons l’apparition de la ségrégation dynamique des billes et au-dessous duquel les billes ne précipitent pas vers le fond du récipient. Afin de clarifier ce constat, nous évaluons la vitesse de ségrégations des particules cimentaires et des billes dans les suspensions étudiées grâce à la relation (eq 3-1) de (Ovarlez et al., 2012). Nous rappelons que cette relation se décrit sous la forme :

$$V(\phi) = \frac{\alpha |\rho_s - \rho_f| g a^2}{\eta[\dot{\gamma}(\phi)]} f_{Newt}(\phi) \tag{Eq 3-1}$$

α la constante de drainage observée dans le régime ‘plastique’ d’un fluide Newtonien égale à 1/18 (Ovarlez et al. 2012)

$\eta[\dot{\gamma}(\phi)]$ la viscosité apparente de la suspensions cisailé au gradient de cisaillement $[\dot{\gamma}(\phi)]$

$\dot{\gamma}(\phi)$ le gradient de cisaillement des particules non-colloïdales dans un fluide cisailé au gradient $\dot{\gamma}$ qui peut se décrire :

$$\dot{\gamma}(\phi) = \dot{\gamma} \sqrt{\left(1 - \frac{\phi_s}{\phi_{div}}\right)^{2.5\phi_{div}} (1 - \phi_s)^{-1}} \tag{Eq 3-2}$$

Où $\phi_{div} = 60,5\%$

$f_{Newt}(\phi)$ la fonction d’obstacle comme en tenant compte l’environnement des particules qui peut se décrit :

$$f_{Newt}(\phi) = \frac{\eta_f(1 - \phi_s)}{\eta} \quad \text{Eq 3 - 3}$$

Avec η_f est la viscosité apparente du fluide interstitiel cisailé au gradient de cisaillement $\dot{\gamma}$

Coulis (E/C - % billes)	ϕ_s (%)	ρ_f ($\frac{g}{cm^3}$)	ρ_s ($\frac{g}{cm^3}$)	d (mm)	η (Pa. s)	η_f (Pa. s)	$f_{Newt}(\phi)$	V (mm/s)	Distance de segregation (mm)
0,52-11%	11	1,8302	2,5	0,00025	0,116	0,0901	0,691	0,014	0,679
0,55-17,65%	17,65	1,818	2,5	0,00025	0,0796	0,0653	0,676	0,020	0,985
0,70-17,65%	17,65	1,702	2,5	0,00025	0,028	0,025	0,735	0,071	3,565
0,75-25%	25	1,692	2,5	0,00025	0,0229	0,022	0,721	0,087	4,325

Tableau 3- 4 : La vitesse de ségrégation des billes dans les suspensions cimentaires étudiées au palier de 300 s^{-1} (durée 50 s) du 2^e cycle avec le gap de 10 mm

Le **Tableau 3- 4** présentent la vitesse de ségrégation et la distance de ségrégation des billes en verre dans les suspensions étudiées au palier de 300 s^{-1} du 2^e cycle avec le gap de 10 mm où la ségrégation est la plus prononcée. Nous soulignons que les valeurs du η_f et η sont la viscosité apparente du coulis sans billes et de la suspension avec billes de même rapport d'E/C. En effet, les résultats confirment notre constat sur l'absence de la ségrégation des billes dans les suspensions faiblement ségrégatives (E/C = 0,52 et E/C = 0,55) dans lesquelles la distance de ségrégation des billes après 50 secondes cisillées à 300 s^{-1} est seulement 0,679 et 0,985 mm. Dans les paliers suivants dont la durée et l'intensité de cisaillement sont plus faibles et la viscosité apparente devient plus élevée, il est bien évident que la vitesse de ségrégation et la distance de ségrégation des billes vont être encore plus faibles. Ceci entraîne la quasi-stabilité des billes au cours du 2^e cycle comme ce qui a été constaté par les résultats expérimentaux (**Figure 3- 35**). En revanche, pour les suspensions fortement ségrégatives (E/C = 0,70 et E/C = 0,75) résulte une vitesse de ségrégation significativement plus élevée (0,071 et 0,087 mm/s) ce qui conduit à la ségrégation des billes au cours du 2^e cycle.

3.3.3.2. Variation du critère de ségrégabilité

Les **Figure 3- 37** et **Figure 3- 38** présentent la comparaison de la variation du critère de ségrégabilité en fonction du gradient de cisaillement des coulis avec un rapport E/C = 0,52 sans et avec 11% de billes ainsi qu'avec un rapport E/C = 0,55 sans et avec 17,65% de billes. Nous pouvons observer une valeur constante de S_g , pour les différents paliers ce qui signifie une stabilité des particules non-colloïdales sous l'influence du cisaillement. Ceci confirme le constat précédent sur l'absence de la ségrégation des billes sous l'effet du cisaillement pour des paliers court, il subsiste néanmoins une ségrégation des particules cimentaires entre le premier et le second cycle.

Nous notons aussi que la présence de billes ne change pas l'évolution du critère de ségrégabilité au cours d'essai.

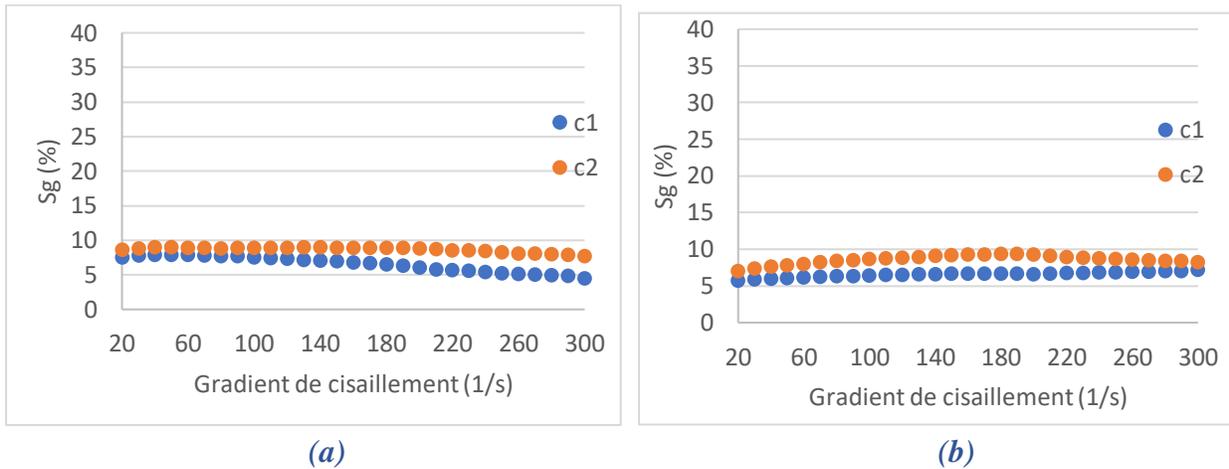


Figure 3- 37 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction du gradient de cisaillement des suspensions cimentaires de (a) $E/C = 0,52$ et 11% billes et (b) $E/C = 0,52$ sans billes

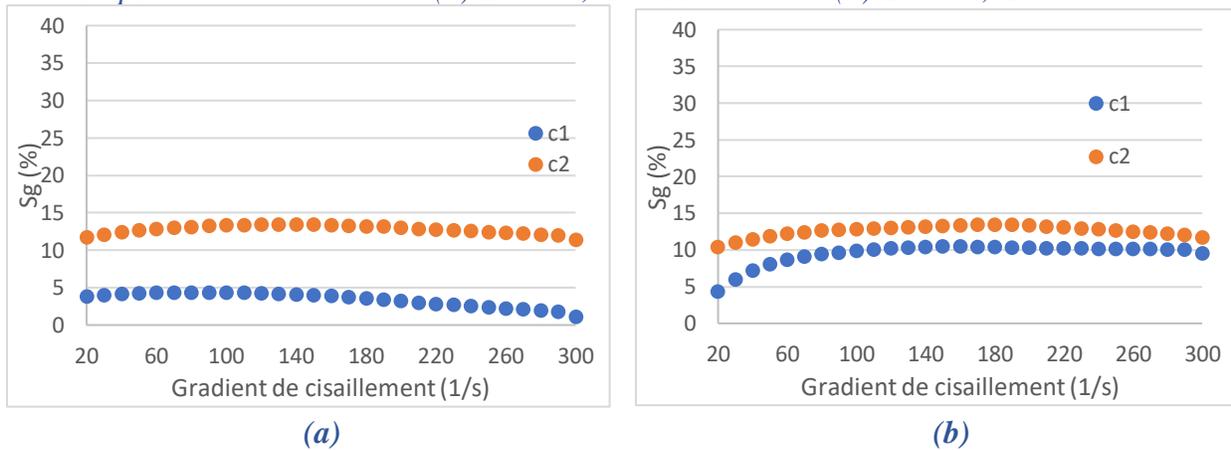


Figure 3- 38 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction du gradient de cisaillement des suspensions cimentaires de (a) $E/C = 0,55$ et 17,65% billes et (b) $E/C = 0,55$ sans billes

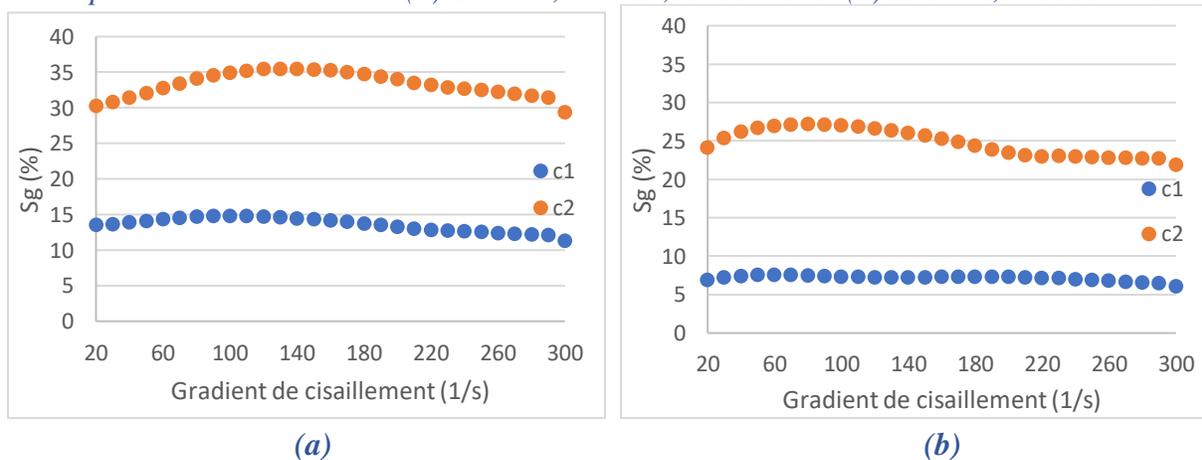


Figure 3- 39 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction du gradient de cisaillement des suspensions cimentaires de (a) $E/C = 0,70$ et 17,65% billes et (b) $E/C = 0,70$ sans billes

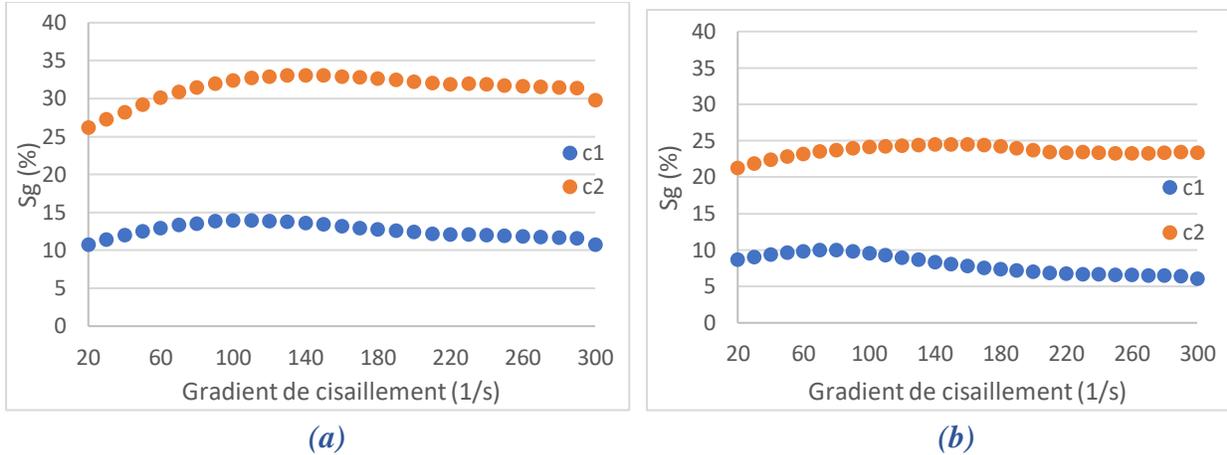


Figure 3- 40 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction du gradient de cisaillement des suspensions cimentaires de (a) $E/C = 0,75$ et 25% billes et (b) $E/C = 0,75$ sans billes

Par contre, la ségrégation des billes est détectée en observant les **Figure 3- 40** et **Figure 3- 39** qui présentent la variation du S_g au cours des essais rhéométriques des suspensions formulées avec un rapport $E/C = 0,70$ sans et avec 17,65% de billes et avec un rapport $E/C = 0,75$ sans et avec 25% de billes. Nous observons une augmentation environ 6% de valeur du critère du coulis avec billes en comparant à celui sans billes, ce qui implique une ségrégation des particules solides commençant dès le début du 2^e cycle. De plus, les valeurs du critère S_g sont beaucoup plus élevées dans le cas des coulis avec billes que celles des coulis sans billes ce qui démontre la ségrégation des particules colloïdales et non-colloïdales sous cisaillement.

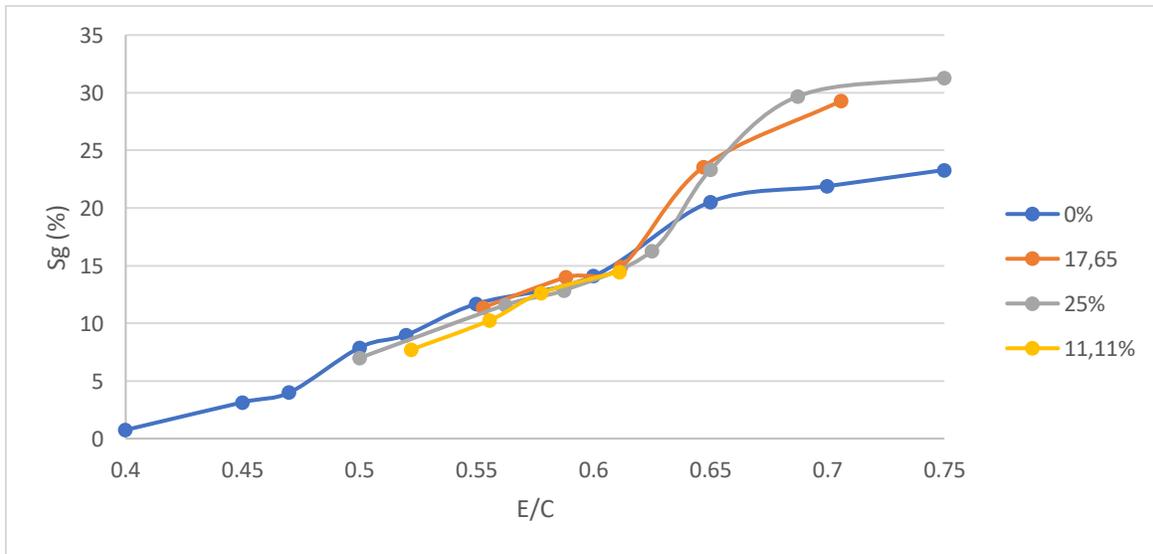


Figure 3- 41 : Variation du critère de ségrégabilité au gradient de cisaillement de 300 s^{-1} au 2^e cycle en fonction du rapport E/C des suspensions cimentaires avec des différents volumes de billes

Ces constats sont encore plus probants sur la **Figure 3- 41** illustrant la variation du critère de ségrégabilité des suspensions sans billes et avec billes. Nous observons, en effet, que la valeur du critère des suspensions avec billes dont le rapport E/C est inférieur à 0,65 reste très proche de celle

sans billes quel que soit le volume de billes introduit dans le mélange. Ceci signifie que le comportement de la suspension vis-à-vis de la ségrégation reste le même avec la présence de billes malgré le changement des caractéristiques rhéologiques. Dans le cas des coulis fortement ségrégatifs ($E/C > 0,65$), la ségrégation des billes est détectée par l'augmentation de la valeur du critère. De plus, cette ségrégation semble indépendante du volume de particules non-colloïdales pour les plages de valeurs étudiées ($\leq 25\%$).

3.4. Synthèse

Dans ce chapitre, nous avons commencé notre étude par le choix d'un mobile optimal pour la caractérisation de la ségrégation des coulis cimentaires. Ensuite, les résultats expérimentaux des suspensions cimentaires sans et avec billes de multiples compositions ont été présentés pour évaluer le potentiel de ségrégation des particules colloïdales et non-colloïdales dans des suspensions cimentaires. L'évolution du critère de ségrégabilité au cours des essais rhéométriques est aussi étudiée afin de comprendre l'évolution de la ségrégation pendant l'essai.

Il en résulte que, le mobile à cylindre à fond creux semble le plus adapté pour l'application de notre méthodologie de caractérisation de la ségrégation des particules colloïdales et non-colloïdales dans les suspensions cimentaires. Nous avons observé un écart de contrainte entre les gaps de 3 mm et 10 mm au 2^e cycle dans le cas des suspensions ségrégatives, ce qui n'est pas le cas en utilisant le mobile de géométrie cylindre à fond conique et le vane. La différence du cisaillement dans la partie inférieure au mobile qui, selon le cas peut provoquer ou non le remaniement des particules ségrégées en fonction du semble être la cause de ces résultats.

Concernant la ségrégation des particules colloïdales du ciment, les coulis faiblement ségrégatifs ($E/C < 0,65$) observent une relative stabilité du critère de ségrégabilité au cours du 1^{er} cycle et 2^e cycle. Cependant, l'augmentation du critère entre les deux cycles signifie que la ségrégation a essentiellement lieu sous l'effet du pré-cisaillement au début du 2^e cycle. Ceci confirme notre hypothèse sur le retard de la ségrégation évoquée dans le chapitre 2 pour la configuration géométrique de notre rhéomètre (configuration B). Dans le cas des coulis fortement ségrégatifs ($E/C > 0,65$), la ségrégation devient plus rapide. Elle commence au 1^{er} cycle et se renforce pendant le pré-cisaillement du 2^e cycle.

Nous avons vérifié, que la ségrégation statique des particules non-colloïdales n'est pas effective dans nos suspensions cimentaires conformément au critère proposé dans la littérature (Coussot et al., 2005). En revanche, en ce qui concerne la ségrégation dynamique, les suspensions ségrégatives doivent être distingués en 2 types : faiblement ségrégatives (avec un rapport E/C inférieur à 0,65) et fortement ségrégatives (avec un rapport E/C supérieur à 0,65). Nous avons montré qu'il n'existe aucune ségrégation dynamique des billes dans le cas des suspensions stables et faiblement ségrégatives quel que soit le volume de billes introduit (inférieure à 25%). La ségrégation des billes est détectée seulement dans le cas des suspensions fortement ségrégatives où la valeur du critère de ségrégabilité des suspensions avec billes est significativement plus élevée que celle des coulis sans billes. Le calcul de la vitesse de ségrégation confirme aussi ce constat.

Chapitre 4

SIMULATION DE L'ÉCOULEMENT DES FLUIDES DANS UNE GEOMETRIE A CYLINDRES COAXIAUX

Dans le chapitre précédent, nous avons réussi à adapter la méthodologie de (Hoang et al., 2015) sur la caractérisation de la ségrégation des coulis cimentaires à une autre configuration (cylindres coaxiaux possédant des caractéristiques géométriques différentes). Plus précisément, il a tout d'abord été montré que le critère se basant sur l'écart entre les contraintes de cisaillement des gaps 3 et 10mm pouvait être utilisé pour caractériser la ségrégation au lieu de celui obtenu entre les gaps de 1 et 10mm. Ceci peut être dû au phénomène de "end-effects" qui dépend de la géométrie des cylindres utilisés et de la vitesse de pénétration du mobile dans le fluide. De plus, dans la nouvelle géométrie, sous l'effet du cisaillement, la ségrégation des particules cimentaires est plus prononcée au 2^e cycle qu'au 1^{er} cycle comme précédemment observé par (Hoang et al., 2015). Ces résultats ne sont pas cohérents avec ceux de (Hoang et al., 2015) qui ont constaté que la ségrégation des coulis était terminée à la fin du 1^{er} cycle de cisaillement. Ce résultat suggère qu'il existe un retard de ségrégation dans la nouvelle configuration géométrique.

Cependant, les résultats expérimentaux ne permettent pas d'expliquer la différence de ségrégation des coulis sous l'effet du cisaillement entre les deux configurations. Dans ce chapitre, nous tentons d'expliquer les phénomènes précédents et de comprendre l'influence des caractéristiques géométriques sur l'écoulement du fluide et les résultats rhéométriques. Dans ce but, l'écoulement d'un volume de fluide au sein de plusieurs configurations de cylindres coaxiaux est simulé en 3 dimensions. L'écoulement des fluides Newtoniens ainsi que des fluides à seuil dans les rhéomètres de types de Couette est largement étudié dans la littérature. Toutefois, à notre connaissance, il existe peu d'études traitant le cisaillement de la partie inférieure du fluide par la base du mobile ainsi que l'influence de la rugosité de la paroi des cylindres sur l'écoulement et les résultats rhéométriques.

Dans ce chapitre, nous comparons tout d'abord l'écoulement d'un fluide Newtonien pour deux configurations A et B utilisés dans la partie expérimentale et qui se différencient par les dimensions et l'état de surfaces (rugosité). Les propriétés d'un coulis stable sont introduites dans le logiciel COMSOL MULTIPHYSICS et les résultats permettent d'expliquer le phénomène de remaniement des particules dans les faibles gaps proposés par (Hoang et al., 2015). Deuxièmement, l'influence de la rugosité de la paroi des cylindres sur l'écoulement du fluide est étudiée en réalisant la simulation dans des configurations imaginaires, correspondant à des modifications de la configuration B. Enfin, nous étudions l'écoulement du fluide dans les autres mobiles (cylindres, cônes et vane) dont les résultats expérimentaux ont été présentés dans le chapitre 3.

4.1. Mise en équation du problème

Nous étudions ici l'écoulement des fluides à l'état équilibre : la viscosité est indépendante du temps en fonction du gradient de cisaillement local. En appliquant ce modèle à la géométrie de Couette, le problème peut être considéré comme un cas particulier du problème d'écoulement en régime permanent où la variable de vitesse angulaire est gardée constante (Potanin, 2010).

L'écoulement d'un fluide incompressible, isotrope et isotherme à une vitesse de rotation constante est gouverné par les équations de Navier-Stokes (conservation de masse et de quantité de mouvement) sous la forme suivante (Potanin 2010) :

$$\nabla \cdot \mathbf{v} = 0 \quad (\text{Eq 4 - 1})$$

$$\rho \frac{\partial \mathbf{v}}{\partial t} + \rho \mathbf{v} \cdot \nabla \mathbf{v} + 2\rho \boldsymbol{\Omega} \times \mathbf{v} + \rho \boldsymbol{\Omega} \times \mathbf{r} \times \mathbf{r} = \nabla \cdot (-p\boldsymbol{\delta} + \boldsymbol{\sigma}) \quad (\text{Eq 4 - 2})$$

Avec $\boldsymbol{\Omega}$ la vitesse de rotation

ρ la masse volumique du fluide

\mathbf{v} la vitesse

$\boldsymbol{\sigma}$ le tenseur de contrainte

p la pression

$\boldsymbol{\delta}$ le tenseur unité

Le tenseur de gradient de cisaillement $\dot{\boldsymbol{\gamma}}$ s'exprime selon :

$$\dot{\boldsymbol{\gamma}} = \nabla \mathbf{u} + (\nabla \mathbf{u})^T \quad (\text{Eq 4 - 3})$$

Et son amplitude vaut :

$$\dot{\gamma} = \sqrt{\frac{1}{2} \dot{\boldsymbol{\gamma}} : \dot{\boldsymbol{\gamma}}} \quad (\text{Eq 4 - 4})$$

La viscosité Newtonienne μ du fluide cisailé au gradient de cisaillement $\dot{\boldsymbol{\gamma}}$ s'exprime selon :

$$\boldsymbol{\sigma} = \mu \dot{\boldsymbol{\gamma}} \quad (\text{Eq 4 - 5})$$

Avec $\boldsymbol{\sigma}$ le tenseur des contraintes de cisaillement.

COMSOL Multiphysics® version 5.2 a été utilisé pour la simulation de l'écoulement des fluides dans différentes configurations. Dans notre étude, les maillages ont été générés à l'aide de l'option maillage dynamique des fluides du logiciel. Les tailles d'élément maximale et minimale sont de 4,94 mm et 1,48 mm, respectivement. La fonctionnalité de maillage contrôlée physiquement dans le module CFD prend en compte les conditions limites dans les problèmes d'écoulement de fluide afin de calculer des solutions précises. Les interfaces de physique des écoulements utilisent une méthode des moindres carrés de Galerkin pour discrétiser les équations d'écoulement et générer

le modèle numérique dans l'espace. La fonction de test est conçue pour stabiliser les termes hyperboliques et le terme de pression dans les équations de transport. Une méthode de Newton amortie appropriée est définie pour la résolution d'équations numériques d'écoulement non linéaires.

4.2. Procédure de simulation

Nous considérons le coulis comme un fluide Newtonien homogène de viscosité apparente μ de valeur constante, en référence aux résultats de (Olivia et al., 2015) concernant la simulation e l'écoulement d'un fluide Binghamien dans une géométrie Couette à l'aide du logiciel COMSOL Multiphysics®. Ils ont conclu qu'un fluide Newtonien de viscosité μ cisailé à une intensité supérieure à 15 tours par minutes atteint le comportement d'un fluide à seuil dont la viscosité apparente est la même.

La simulation avec COMSOL Multiphysics® demande comme données d'entrée :

- i) La masse volumique du fluide (ρ).
- ii) La viscosité dynamique du fluide (μ). Nous avons choisi pour cette valeur la viscosité apparente d'un coulis stable de rapport $E/C=0.4$ cisailé à $300s^{-1}$ calculée au 1^{er} cycle dans l'essai avec un gap de 1mm dans la configuration A et 3mm dans la configuration B. La viscosité apparente expérimentale de ce coulis est respectivement 0,3274 Pa.s et 0,1043 Pa.s pour les essais effectués dans les configurations A et B. Le palier de $300s^{-1}$ est choisi en raison de sa durée de 50s qui est suffisamment longue pour que les coulis atteignent leur état d'équilibre. Pour chaque configuration, plusieurs simulations sont réalisées en changeant le gap de 1 à 10mm en utilisant cette même valeur de viscosité μ .
- iii) La vitesse angulaire (Ω). Dans nos simulations, le gradient de cisaillement est fixé à $300s^{-1}$. Cette valeur est obtenue en multipliant le gradient de cisaillement au coefficient de conversion C_{SR} . La vitesse angulaire Ω calculée avec le coefficient de conversion C_{SR} est 355,3 tpm pour la configuration A et 232,3 tpm pour la configuration B. La différence entre les deux vitesses angulaires est évidemment due à la différence des caractéristiques géométriques des deux configurations. D'après (Olivia et al., 2015), un fluide à seuil peut être modélisé comme un fluide Newtonien pour une telle vitesse de cisaillement.

Après les calculs numériques, le couple M_{num} peut être déterminé en intégrant la contrainte évaluée sur les surfaces des mobiles qui est ensuite convertie en contrainte de cisaillement τ_{num} en multipliant le couple par un coefficient de conversion C_{SS} pour chaque configuration.

4.3. Influence de la géométrie des cylindres coaxiaux sur la caractérisation de la ségrégation des suspensions cimentaires

4.3.1. Géométries

Les deux configurations A et B correspondent aux géométries des cylindres coaxiaux utilisés pour les essais expérimentaux. La géométrie exacte des mobiles et des récipients (incluant les stries)

des 2 configurations sont implémentées dans la simulation pour différents gaps (**Error! Reference source not found.**et **Error! Reference source not found.**). On rappelle ici que les parois des deux cylindres coaxiaux sont striées pour la configuration B ; tandis que seul le cylindre mobile est strié pour le cas de la configuration A. Le maillage des géométries des configurations est présenté à la **Error! Reference source not found.**. Concernant les conditions limites, les surfaces des cylindres mobiles tournent à la vitesse angulaire Ω alors que les surfaces des récipients restent fixes (**Error! Reference source not found.**).

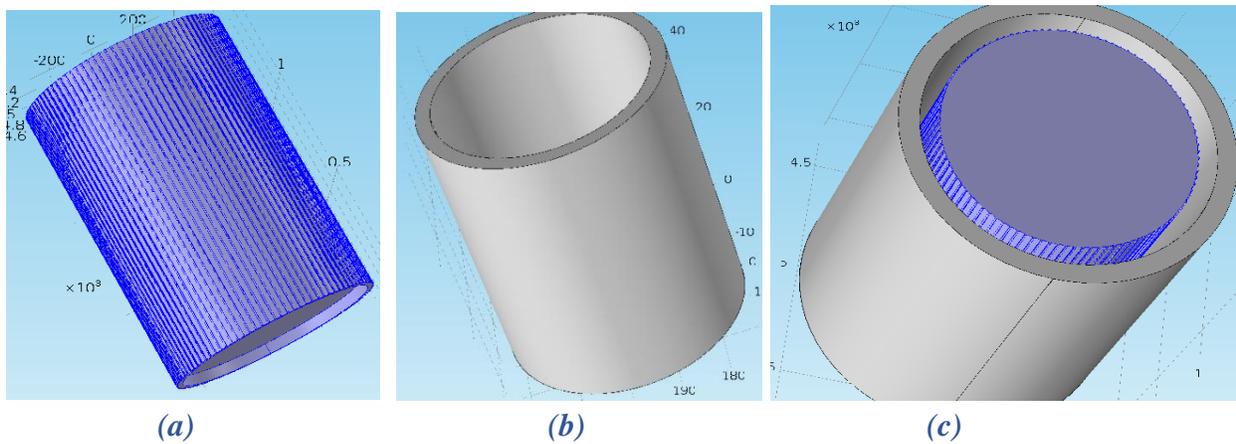


Figure 4- 1 : (a) Géométrie du mobile (en bleu) ; (b) géométrie du récipient ; (c) la configuration A modélisées dans Comsol®.

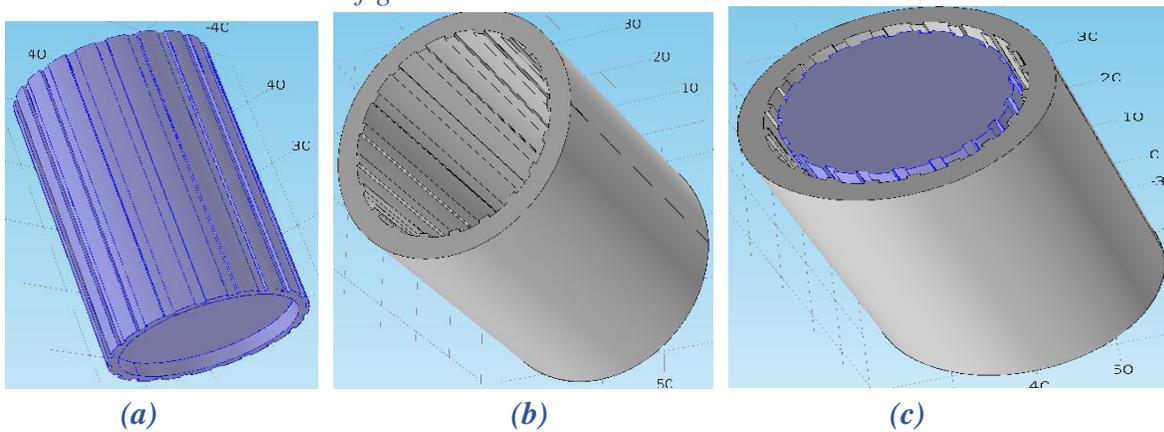


Figure 4- 2 : (a) Géométrie du mobile (en bleu) ; (b) géométrie du récipient ; (c) la configuration B modélisées dans Comsol®.

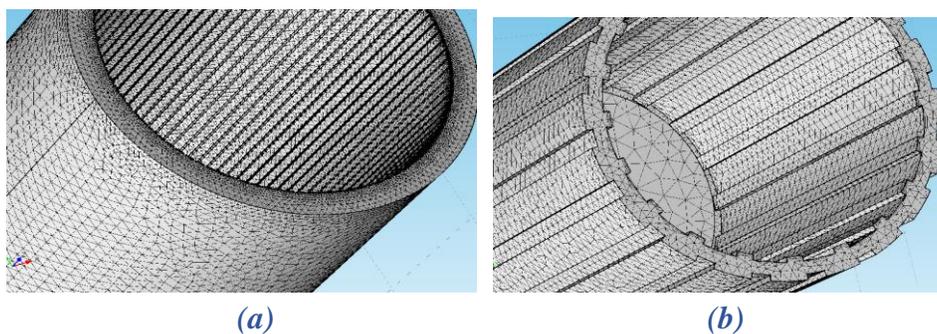


Figure 4- 3 : Maillages en 3D dans Comsol® des matériaux cisailés dans (a) la configuration A et (b) de la configuration B.

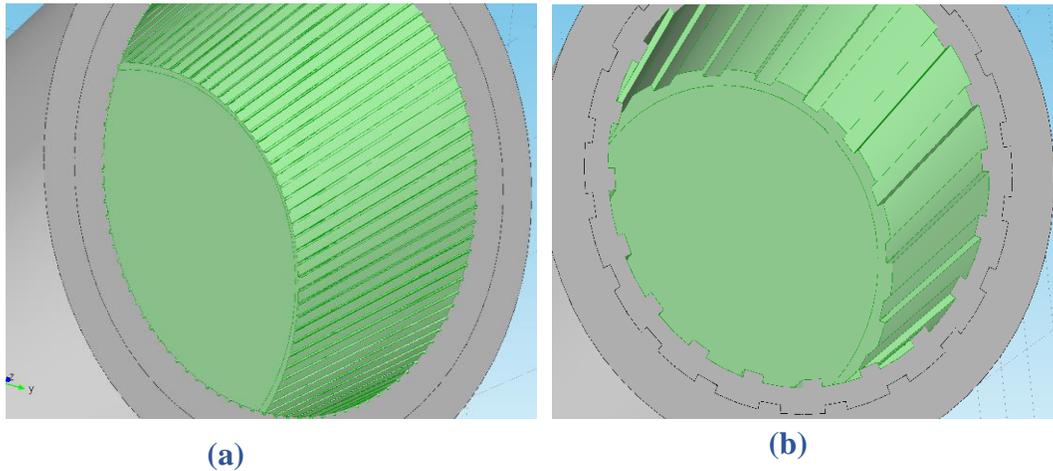


Figure 4- 4 : Surfaces tournantes (en vert) dans la configuration A (a) et la configuration B (b).

4.3.2. Résultats

Dans cette partie, nous étudions le cisaillement tangentiel et longitudinal dans les configurations A et B d'un fluide Newtonien dont la viscosité est la viscosité apparente du coulis de rapport E/C = 0,4 présentée dans la partie II. L'étude du cisaillement tangentiel doit nous permettre de mieux comprendre les différences observées du phénomène de ségrégation entre deux configurations tandis que celle du cisaillement longitudinal doit nous permettre de confirmer l'hypothèse de (Hoang et al., 2015) concernant le remaniement des particules ségrégées aux faibles gaps. Tenant compte de ces objectifs, nous considérons que l'échantillon dans le rhéomètre comprend 2 parties : i) une partie cisailée latérale du mobile et ii) une partie inférieure du mobile (**Error! Reference source not found.**). De plus, la **Error! Reference source not found.** présente le schéma des rainures et des stries sur les parois des cylindres de deux configurations.

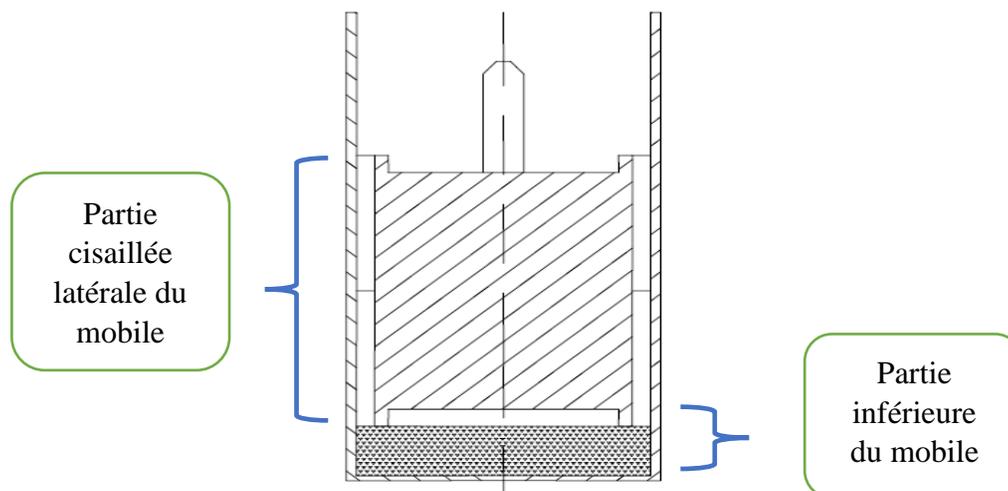


Figure 4- 5 : Les deux parties du fluide dans le rhéomètre.

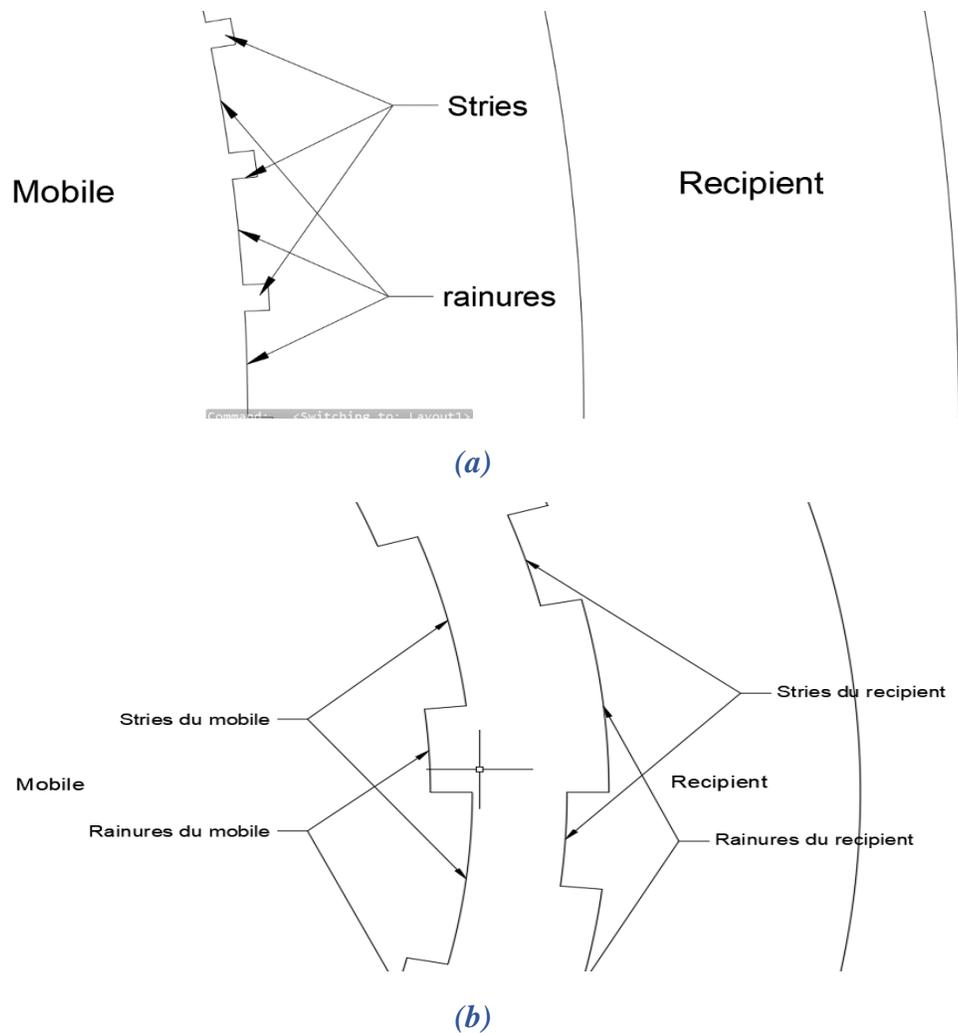


Figure 4- 6 : Schéma des stries et des rainures sur les parois des cylindres de la configuration A (a) et de la configuration B (b).

4.3.2.1. Cisaillement circonférentiel

4.3.2.1.1. Partie cisillée latérale du mobile

La **Error! Reference source not found.** montre la distribution du gradient de cisaillement total pour tout le volume de fluide dans la configuration A avec un gap de 1mm. Bien que la vitesse de rotation du mobile soit grande, un écoulement laminaire homogène qui se décompose en couches parallèles concentriques glissant les unes sur les autres est observé. Le profil du gradient de cisaillement reste homogène dans tout le volume de l'échantillon. Ceci est cohérent avec les résultats trouvés par (Olivia et al., 2015) concernant l'écoulement d'un fluide Newtonien entre les deux cylindres d'un rhéomètre à cylindres coaxiaux lisses. Ces observations signifient aussi que les rainures sur la paroi du mobile de la configuration A, dont les dimensions sont significativement petites comparativement à l'entrefer horizontal entre les deux cylindres (0,2 et 2,69mm), n'ont pas une forte influence sur les résultats rhéométriques et l'écoulement du fluide. Le mobile fonctionne

dans ce cas comme un cylindre dont la surface est lisse et l'influence des rainures peut être négligée. Une observation plus détaillée montre de petites hétérogénéités du gradient de cisaillement dans la région proche du mobile (**Error! Reference source not found.**). Plus précisément, le gradient de cisaillement est égal à 0 s^{-1} entre les stries du mobile ce qui signifie que l'échantillon dans cette région n'est pas cisailé. Des observations similaires ont déjà été faites par de multiples auteurs (Zhu et al., 2010), (Yang et al., 1997), (Keentok et al., 1985), (Wallevik et al., 1997) à partir de simulations d'écoulements en géométrie vane où l'échantillon entre les deux ailes du vane est cisailé faiblement tandis que le gradient de cisaillement dans la région proche des ailes atteint des valeurs plus élevées. Evidemment, les valeurs de 400 s^{-1} trouvées proches de la paroi du mobile sont observées aux extrémités des stries comme montré dans la **Error! Reference source not found.** qui présente la variation du gradient de cisaillement sur la section horizontale au milieu du mobile.

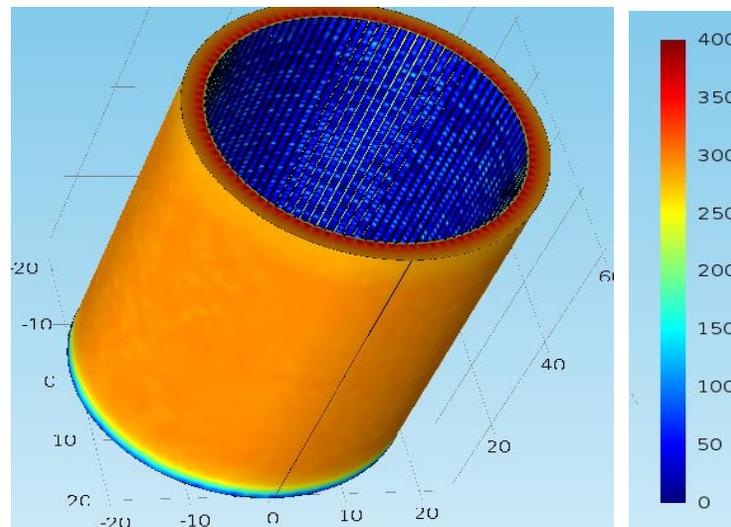


Figure 4- 7 : Distribution du gradient de cisaillement dans la simulation du coulis stable E/C 0,4 dans la configuration A avec un gap de 1mm.

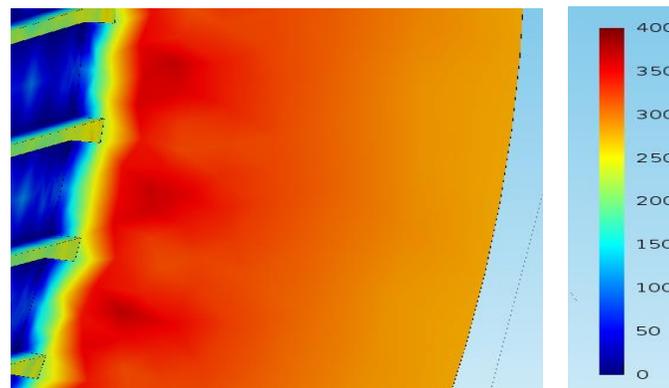


Figure 4- 8 : Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale au milieu du mobile dans la configuration A avec un gap de 1mm

La **Error! Reference source not found.** montre la distribution du gradient de cisaillement pour tout le volume de fluide dans la configuration B avec un gap de 1mm. Nous observons que les stries sur les parois du mobile et du récipient influent significativement sur le cisaillement du fluide. Contrairement à l'écoulement laminaire typique trouvé avec la configuration A, une hétérogénéité du profil de gradient de cisaillement est observée à différentes positions sur les parois du mobile et du récipient horizontalement et verticalement. Plus précisément, le gradient de cisaillement obtient sa valeur maximale aux extrémités des stries et une valeur nulle au milieu des rainures.

Les conditions aux limites imposées avaient pour objectif de créer un cisaillement de 300s^{-1} dans tout l'échantillon mais la **Error! Reference source not found.** montre que le gradient de cisaillement varie entre 0 à 350s^{-1} sur la section horizontale et change de manière très significative sur des distances très faibles. Autrement dit, dans une période très courte, l'échantillon est soumis à de multiples vitesses d'écoulement, ce qui entraîne un écoulement plus hétérogène que celui observé dans la configuration A.

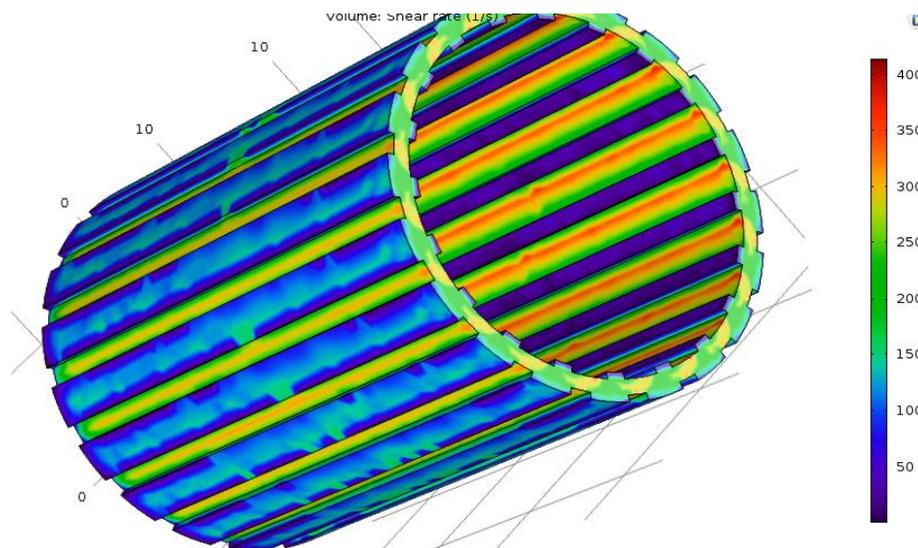


Figure 4- 9 : Distribution du gradient de cisaillement dans la configuration B avec un gap de 1mm

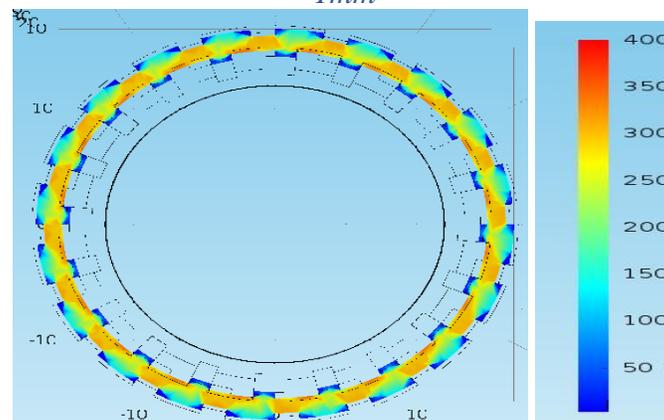


Figure 4- 10 : Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale au milieu du mobile dans la configuration A avec un gap de 1 mm

La **Error! Reference source not found.** présente la variation du gradient de cisaillement en fonction de la distance au cylindre mobile dans les régions au milieu des stries et au milieu des rainures du mobile de la configuration A, à mi-hauteur du mobile. Le gradient de cisaillement atteint sa valeur maximale à 0,2 mm du bord de la strie du cylindre mobile tandis qu'il reste constant à une valeur de 300s^{-1} de 1,5 mm jusqu'à la paroi du récipient. Cette constance de la valeur du gradient de cisaillement dans la majorité du volume de l'échantillon est compréhensible compte tenu de l'entrefer latéral qui est considéré petit (le rapport de rayon entre les deux cylindres est inférieur à 1 : $R_i/R_e = 0.87$) (Macosko et al., 1994) (Schramm et al., 1994). De plus, les variations du gradient de cisaillement au droit des rainures et au droit des stries sont très similaires, seule une légère différence est observée dans la région proche des stries. L'homogénéité du gradient dans la majorité du volume cisailé est due aux rainures de faible épaisseur comparativement à l'entrefer latéral (0.2mm comparé à 2.69mm) et la paroi lisse du récipient.

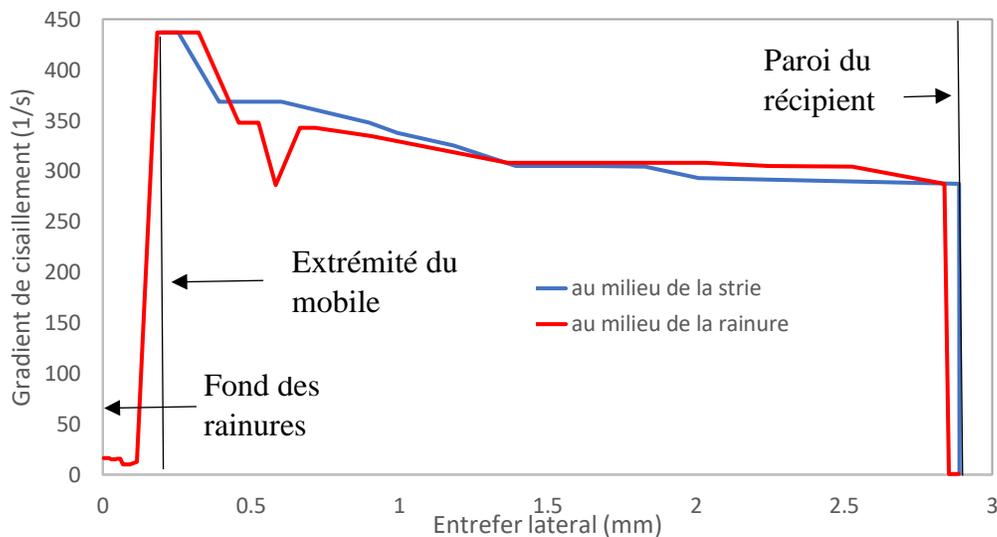


Figure 4- 11 : Variation du gradient de cisaillement entre les rainures et entre les stries à mi-hauteur du mobile avec un gap de 1mm dans la configuration A

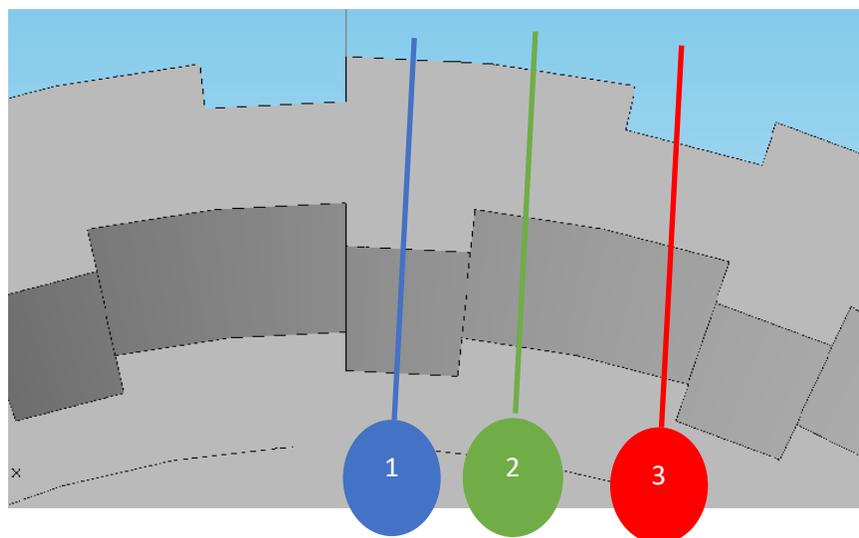


Figure 4- 12 : Différentes positions locales étudiées sur une section horizontale de la partie latérale du mobile dans la configuration B

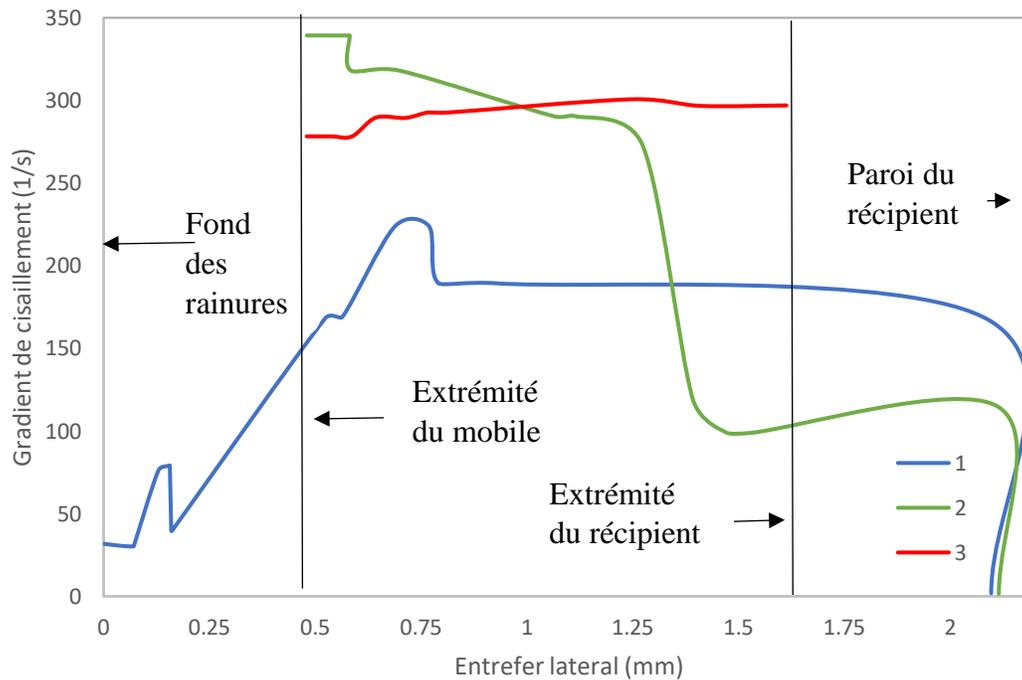


Figure 4- 13 : Variations du gradient de cisaillement en fonction de l'entrefer horizontal pour différentes positions locales dans la configuration B avec 1mm de gap

Dans le cas de la configuration B, comme les parois du mobile et du récipient sont striées, nous étudions le cisaillement dans les positions relatives entre le mobile et le récipient présentées dans la **Error! Reference source not found.** Nous observons de nombreuses perturbations locales de l'écoulement en raison des rainures de grandes dimensions présentes à la surface des deux cylindres. Comme le montre la **Error! Reference source not found.**, la variation du gradient de cisaillement en fonction de l'entrefer latéral dépend de la position relative entre le mobile et le récipient. Le gradient atteint sa valeur maximale quand les deux stries se font face (position 3) et sa valeur est minimale lorsque les deux rainures se croisent (position 1). Par conséquent, la valeur du gradient de cisaillement varie entre 220 s^{-1} et 340 s^{-1} . De plus, à cause de la grande épaisseur des rainures (0,5mm) comparativement à l'entrefer horizontal (1,13mm), le volume cisailé local change aussi significativement. Plus précisément, le volume cisailé lorsque les rainures se croisent peut-être le triple de celui correspondant à la rencontre des stries ce qui entraîne une très forte hétérogénéité du cisaillement. Une autre raison de cette hétérogénéité provient de la largeur des rainures qui est très supérieure à celle de la configuration A car les cylindres de la configuration B se composent seulement de 20 rainures au lieu de 100 rainures sur la paroi du mobile de la configuration A.

Les résultats précédents montrent que les rainures sur les parois du mobile et du récipient de la configuration B perturbent l'écoulement qui n'est plus laminaire, contrairement à ce qui a été

trouvé dans la configuration A. La variation du gradient de cisaillement dans la configuration B varie significativement dans les positions différentes entre le mobile et le récipient. Plus précisément, le gradient de cisaillement reste constant et similaire à 300 s^{-1} dans la position 3 dont l'entrefer horizontal entre les deux cylindres est plus petit (1,13mm). Cependant, la position 1 où les rainures du mobile et du récipient sont face à face conduit à un entrefer horizontal plus élevé (2,13mm) et une variation du gradient similaire à celle de la configuration A. Pour la position intermédiaire (position 2), une diminution du gradient en fonction de l'entrefer latéral est observé, en cohérence aux résultats de (Olivia et al., 2015) et (Ovarlez et al., 2012). Nous observons à l'extrémité des stries du mobile que la position 2 conduit à une valeur de gradient la plus importante (339 s^{-1}) tandis que celles des positions 1 et 3 sont beaucoup plus faibles (168 s^{-1} et 278 s^{-1}). Ces hétérogénéités plus fortes des taux de cisaillement sont observées avec cette configuration par rapport à la configuration A, ce qui peut modifier le chemin suivi par les particules cimentaires qui migrent sous l'effet du cisaillement. Plusieurs travaux sur la ségrégation ont montré que, sous l'effet du cisaillement dans un écoulement laminaire, les particules se déplacent vers la surface du récipient extérieur où le gradient de cisaillement est plus faible et précipitent ensuite vers le fond du récipient à cause des efforts gravitaires (Hoang et al., 2015) (Ovarlez et al., 2011). Ce phénomène peut avoir lieu dans la configuration A, où un écoulement laminaire existe dans la majorité d'échantillon. En revanche, dans la configuration B, les particules cimentaires sont soumises à différents gradients de cisaillement sur une période très courte. Cet écoulement non laminaire pourrait être responsable du retard de ségrégation au 1^{er} cycle de cisaillement observé dans le chapitre 3.

4.3.2.1.2. Partie inférieure du mobile

Les **Error! Reference source not found.** et **Error! Reference source not found.** présentent la distribution du gradient de cisaillement et sa variation dans la section horizontale à une hauteur de 0,5 mm sous la face inférieure du mobile, dans la configuration A pour des gaps respectivement de 1 et 10 mm. Pour un gap de 1mm, une zone de très fort cisaillement (jusqu'à 740 s^{-1}) peut être observée à l'aplomb de l'entrefer latéral. Plus précisément, à partir de l'axe du cylindre, le gradient de cisaillement augmente et atteint sa valeur maximale à l'aplomb de l'entrefer avant de décroître jusqu'à 0 s^{-1} à la surface du récipient. De plus, la valeur maximale du gradient de cisaillement dans cette section atteint 740 s^{-1} , ce qui est beaucoup plus élevé que dans la partie latérale du mobile (300 s^{-1}) (**Error! Reference source not found.**a). Autrement dit, la partie inférieure de l'échantillon est soumise à un cisaillement d'intensité très élevée que l'on trouve généralement dans le malaxage. Ainsi, dans le cadre des coulis ségrégatifs, les particules cimentaires qui ségrègent à cause du cisaillement dans la partie latérale puis vers le fond du récipient peuvent être facilement remaniées vers la partie supérieure.

En revanche, dans le cas du gap de 10 mm, le gradient de cisaillement à 0.5 mm sous la base inférieure du mobile atteint une valeur maximale de 300 s^{-1} à l'aplomb de l'entrefer et diminue dans la partie située sous le cylindre mobile. Dans cette configuration, les particules ségrègent plus facilement vers la partie inférieure du récipient où le cisaillement est plus faible au lieu d'être renvoyées dans la partie supérieure. Ainsi, le remaniement dans le cas du gap de 10 mm (s'il existe)

est beaucoup plus faible que pour le gap de 1 mm. Ceci explique les résultats de (Hoang et al., 2015) sur des coulis ségrégatifs où nous observons une similarité des valeurs de contrainte de cisaillement aux 1^{er} cycle et 2^e cycle dans le cas du gap de 1mm tandis qu'une diminution de contrainte de cisaillement au 2^e cycle est observée dans le cas du gap de 10mm. Il faut noter aussi que pour les deux gaps, il existe une zone très faiblement cisillée à la paroi du récipient où la valeur du gradient de cisaillement est inférieure à 100s^{-1} .

Nous pouvons constater que l'intensité du cisaillement dans la partie inférieure du mobile diminue avec l'augmentation de la profondeur de l'échantillon en observant la **Error! Reference source not found.** qui montre le profil du gradient de cisaillement aux positions de 5 mm et 9,5 mm en-dessous du mobile dans le cas du gap de 10 mm. Les valeurs maximales du gradient de cisaillement à 5 mm et 9,5 mm en-dessous du mobile sont seulement de 80 s^{-1} et 40 s^{-1} respectivement ce qui est significativement plus faible que les valeurs obtenues à 0,5 mm en-dessous du mobile (300 s^{-1}).

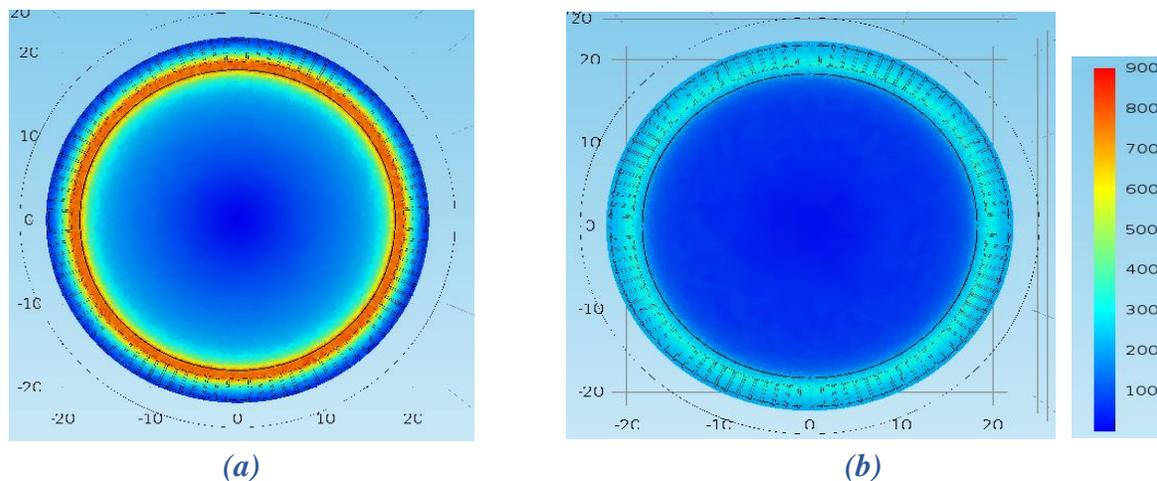


Figure 4- 14 : Distribution du gradient de cisaillement dans la section horizontale à 0,5 mm au-dessous du mobile dans la configuration A avec des gaps de 1 mm (a) et 10 mm (b).

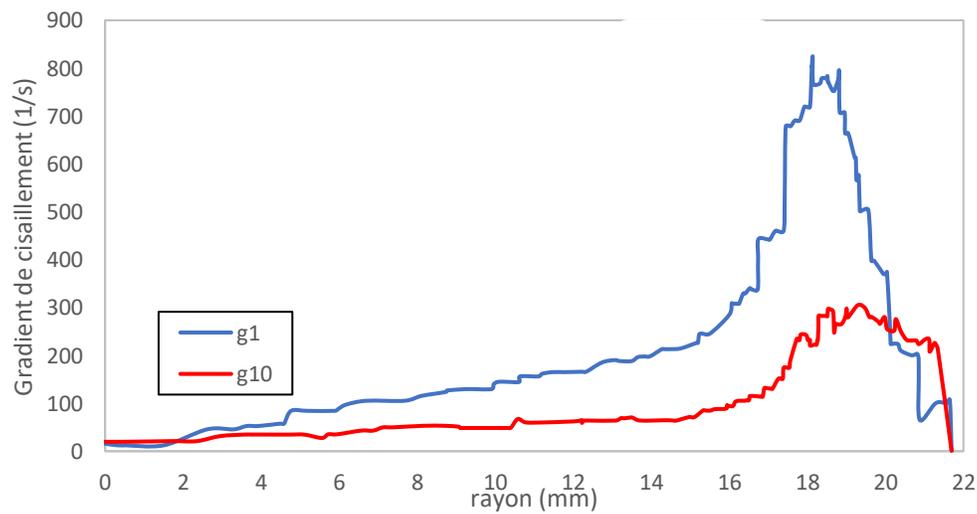


Figure 4- 15 : Variation du gradient de cisaillement en fonction de la distance entre l'axe du mobile et du récipient à 0,5 mm au-dessous du mobile dans la configuration A avec les gaps de 1 et 10 mm

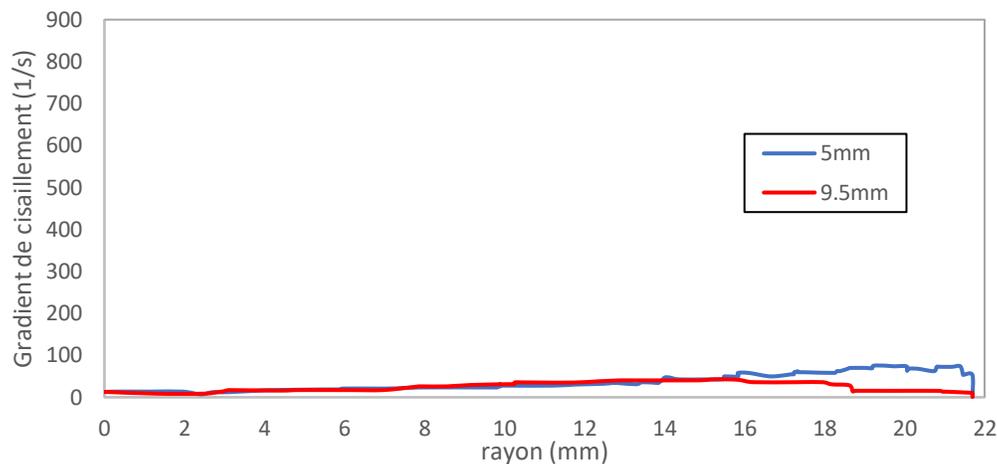


Figure 4- 16 : Variation du gradient de cisaillement en fonction la distance entre l'axe du mobile et du récipient à 5 mm et 9,5 mm en-dessous du mobile dans la configuration A pour un gap de 10 mm

Les **Error! Reference source not found.** et **Error! Reference source not found.** présentent la distribution du gradient de cisaillement et sa variation dans la section horizontale dans la configuration B à 0,5mm en dessous du mobile, pour des gaps de 1 et 10mm. Les résultats sont similaires à ceux de la configuration A car le fluide à l'aplomb de l'entrefer du mobile est extrêmement cisailé dans le cas des petits gaps et avec une même variation. Le profil du gradient de cisaillement suit la même tendance, avec toutefois des valeurs plus faibles que pour la configuration A. Plus précisément, en observant les **Error! Reference source not found.**a et **Error! Reference source not found.**a seule la zone située à proximité de la surface du récipient possède un gradient nul. A partir de l'axe du cylindre, le gradient de cisaillement augmente jusqu'à la zone située à l'aplomb de l'entrefer où il atteint sa valeur maximale. Cependant, la valeur maximale du gradient est 350s^{-1} dans le cas du gap de 1mm, ce qui est beaucoup plus faible que celle obtenue dans la configuration A, même si elle dépasse le cisaillement dans la partie située dans l'entrefer (300s^{-1}). Cette valeur maximale est encore plus faible dans le cas du gap 10mm (environ 230s^{-1}) et inférieure à la valeur de 300s^{-1} obtenue dans la partie latérale du mobile. De plus, à cause de ce faible cisaillement, le cisaillement aux positions 5mm et 9,5mm en-dessous du mobile dans le cas du gap de 10mm est presque nul (**Error! Reference source not found.**). Par conséquent, le remaniement des particules dans le cas du gap de 10mm est très peu probable. Ceci permet de constater que le remaniement dans la configuration B est plus faible que dans la configuration A.

Le cisaillement de la partie inférieure du mobile peut être comparé au cisaillement rencontré dans les géométries plan-plan dont l'intensité dépend seulement de la vitesse de rotation du plan tournant et du volume de l'échantillon. Nous avons vu dans le chapitre 2 que la vitesse angulaire du mobile dans la configuration A est plus élevée que celle de la configuration B à cause de leurs

dimensions géométriques. Ceci explique le plus fort cisaillement dans cette région dans la configuration A. Concernant le remaniement des particules dans le cas d'un coulis ségréatif, la configuration B provoque un plus faible remaniement comparativement à la configuration A. Ceci explique les pics observés au pré-cisaillement pour un gap de 1mm dans les essais avec la configuration A tandis qu'aucun pic n'est observé dans les essais avec un gap de 3mm effectués avec la configuration B.(Figure 3- 10)

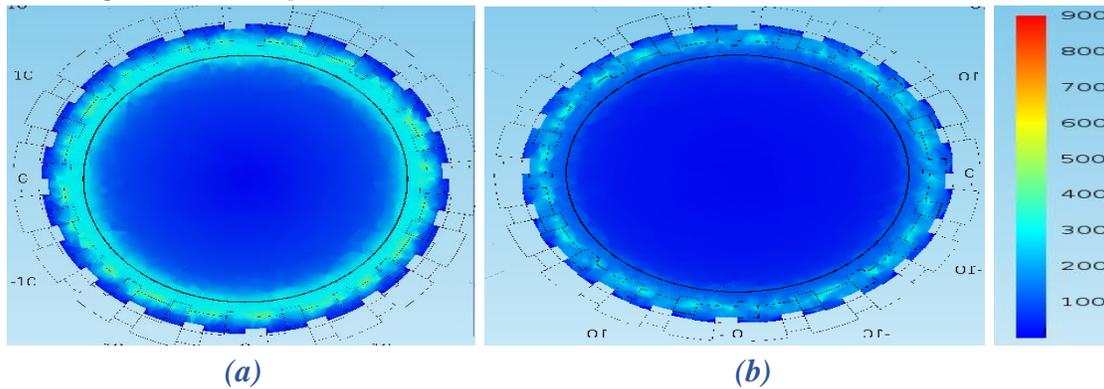


Figure 4- 17 : Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale à 0,5mm en-dessous du mobile dans la configuration B pour des gaps de 1mm (a) et 10mm (b)

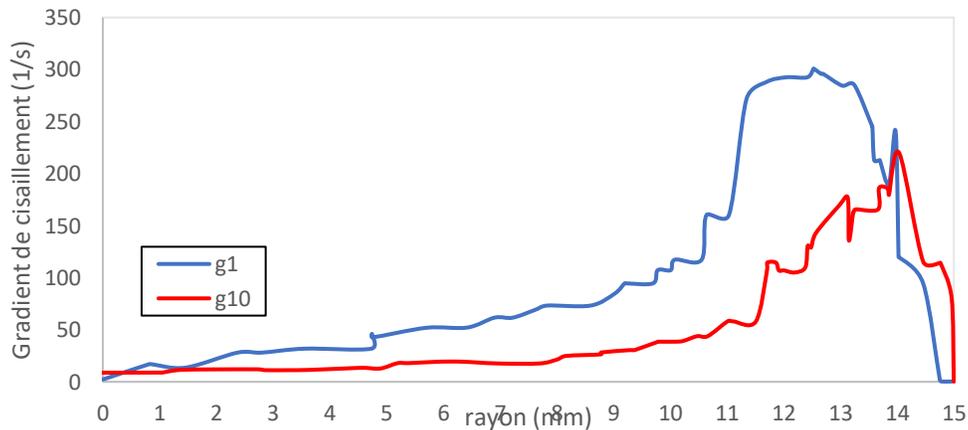


Figure 4- 18 : Variation du gradient de cisaillement en fonction de la distance entre l'axe du mobile et du récipient à 0,5mm au-dessous du mobile dans la configuration B pour des gaps de 1mm et 10mm.

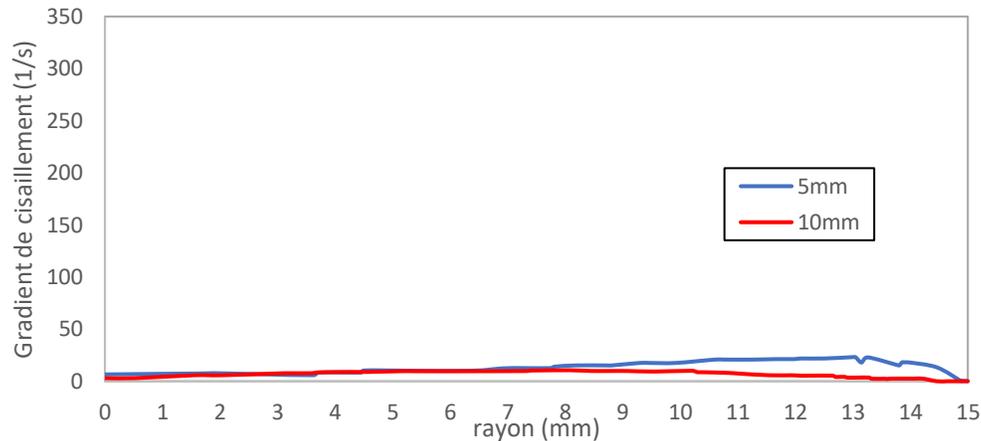


Figure 4- 19 : Variation du gradient de cisaillement en fonction de la distance entre l'axe du mobile et du récipient à 5mm et 10mm au-dessous du mobile dans la simulation du coulis 0,4 effectué avec la configuration B

4.3.2.2. Cisaillement longitudinal

4.3.2.2.1. Partie cisailée latérale du mobile

Les **Error! Reference source not found.** et **Error! Reference source not found.** présentent respectivement la distribution verticale du gradient de cisaillement dans les configurations A et B avec des gaps de 1 et 10 mm. Ces résultats confirment les observations précédentes. Une homogénéité du gradient de cisaillement est bien observée au long de la hauteur du mobile dans la configuration A tandis que le profil vertical du gradient de cisaillement dans la configuration B est moins homogène. De plus, dans le cas du gap de 1mm, nous observons aussi une valeur plus élevée du gradient de cisaillement à l'aplomb de l'entrefer sous le mobile dans la configuration A par rapport à la configuration B.

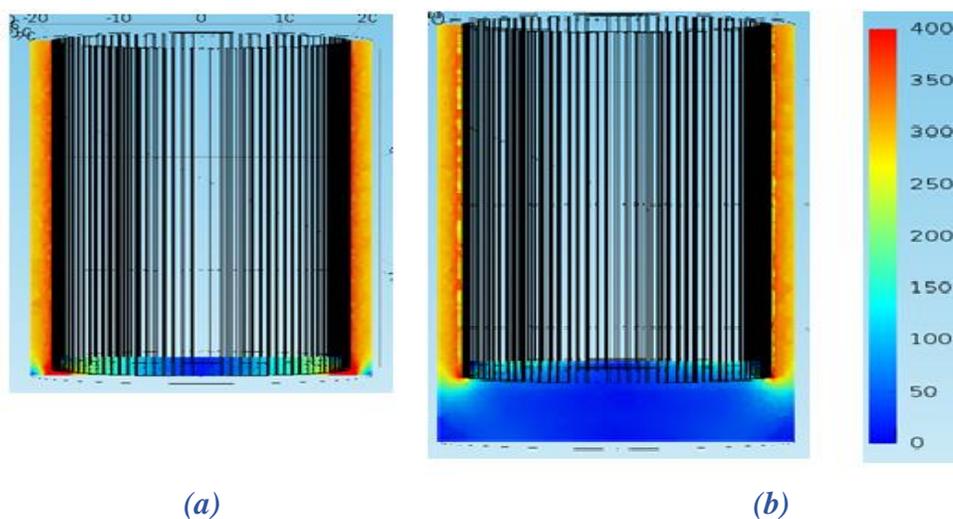


Figure 4- 20 : Distribution verticale du gradient de cisaillement dans la configuration A avec des gaps de 1 et 10mm

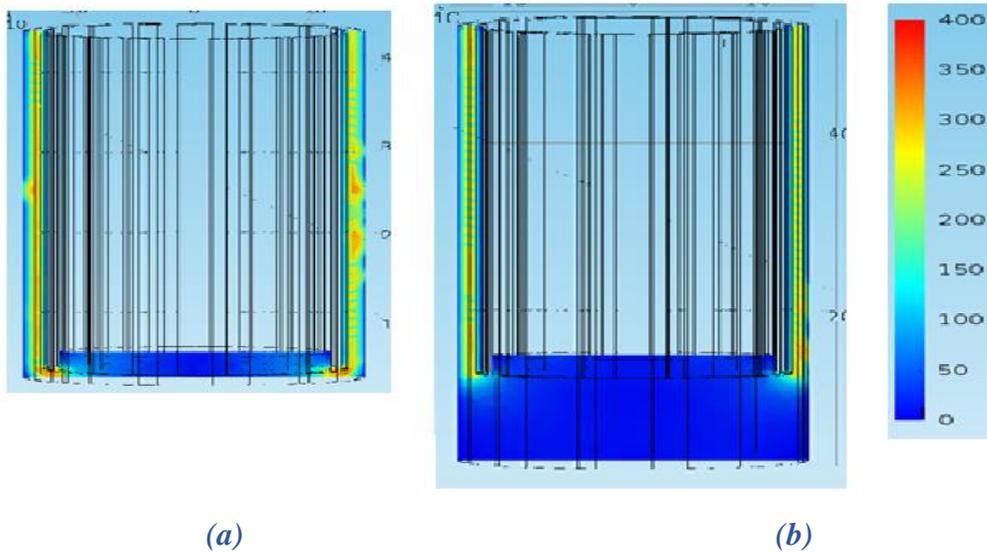


Figure 4- 21 : Distribution verticale du gradient de cisaillement dans la configuration B avec des gaps de 1 et 10 mm

4.3.2.2.2. Partie inférieure du mobile

Dans cette partie nous étudions le cisaillement longitudinal de la partie d'échantillon inférieure du mobile. Plus précisément, la distribution du gradient de cisaillement en fonction de la profondeur à l'extrémité du fond du mobile (**Error! Reference source not found.**) avec les gaps différents est étudiée.

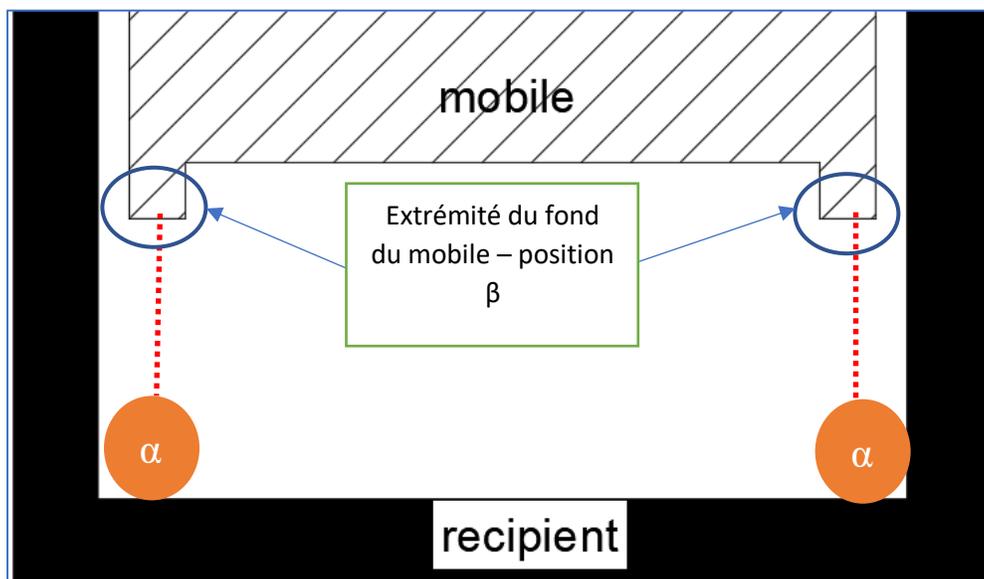


Figure 4- 22 : Zones locales étudiées dans la partie inférieure du mobile pour les deux configurations

La **Error! Reference source not found.** présente la variation du gradient de cisaillement en fonction de la profondeur à l'extrémité du fond du mobile (position α) dans le cas des gaps différents extraite dans la simulation avec la configuration A. Comme ceci a été discuté dans les

parties précédentes, le gradient de cisaillement atteint sa valeur maximale juste à la sous-face du cylindre mobile (position β) et est considérablement plus élevé que dans la partie supérieure. Dans une observation plus détaillée, on trouve que la partie inférieure du mobile n'est pas cisailée de la même façon avec la variation du gap. Ce gradient maximal dans le cas des petits gaps (inférieurs à 4mm) diminue rapidement de 1400s^{-1} à 750s^{-1} tandis qu'une similarité de la variation du gradient est trouvée dans les cas des gaps supérieurs à 4mm. Pour tous les gaps élevés (supérieurs à 4mm), la distribution du gradient de cisaillement en fonction de la profondeur est similaire ce qui signifie une similarité de l'influence du mobile sur le cisaillement de cette partie en changeant le gap. Ceci est cohérent avec les observations expérimentales de (Hoang et al.,2015) où une similarité des résultats rhéométriques d'un coulis ségréatif entre les gaps de 4 à 10mm a été observée.

De plus, dans la section 4.3.2.1 on a montré que la zone juste à la sous-face du cylindre mobile (position β) peut être soumise à un cisaillement plus élevé que 300s^{-1} entraînant le phénomène de re-malaxage des particules ségrégées. De plus, la formation d'une couche dense de particules ségrégées pouvait se produire dans la région où l'intensité du cisaillement est inférieure à 300s^{-1} . Dans le cas du gap de 1mm, il n'existe aucune région cisailée à moins de 300s^{-1} et la hauteur de cette région dans le cas des gaps 2mm et 3mm est respectivement 1 et 2mm, ce qui n'est pas suffisant pour la ségrégation des particules issues de la partie supérieure, dans ce cas un remaniement se produit. Dans le cas des gaps supérieurs à 4 mm, la hauteur de la région cisailée à moins de 300s^{-1} est supérieure à 3mm ce qui est suffisamment grand pour que la ségrégation des particules soit effective et qu'aucun remaniement n'apparaisse. Ces constats confirment les résultats expérimentaux observés par (Hoang et al., 2015) concernant la similarité du comportement rhéométrique des coulis ségréatifs aux gaps supérieurs à 4mm.

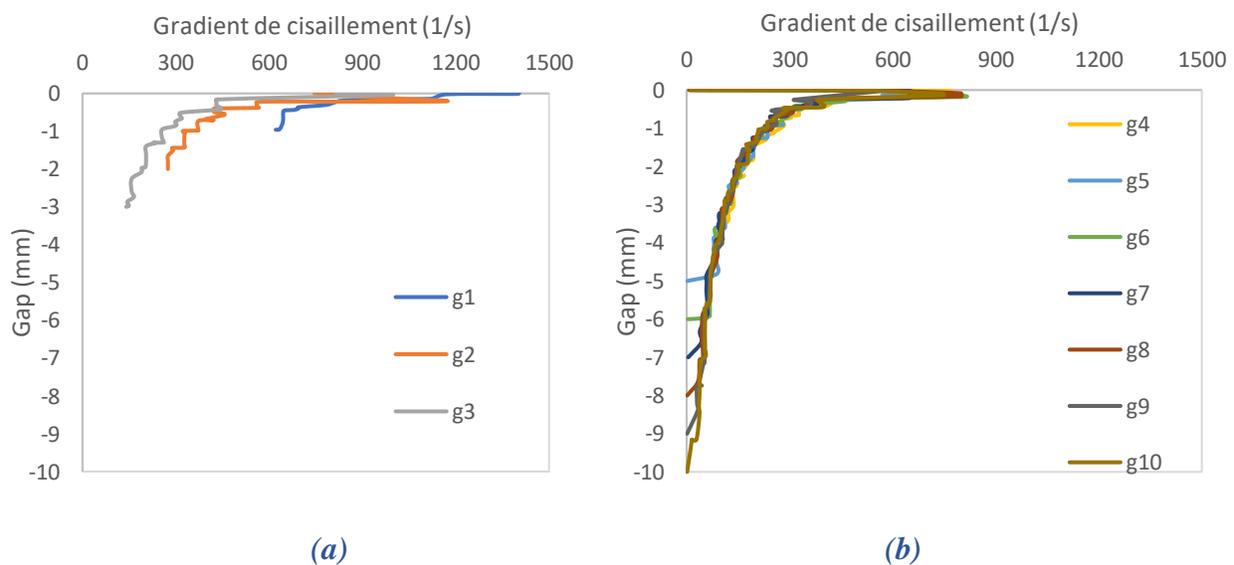


Figure 4- 23 : Variation du gradient de cisaillement en fonction de la profondeur à l'extrémité du fond du mobile (position α) pour un gap de (a) 1 à 3mm et (b) 4 à 10mm sous le mobile dans la simulation avec la configuration A

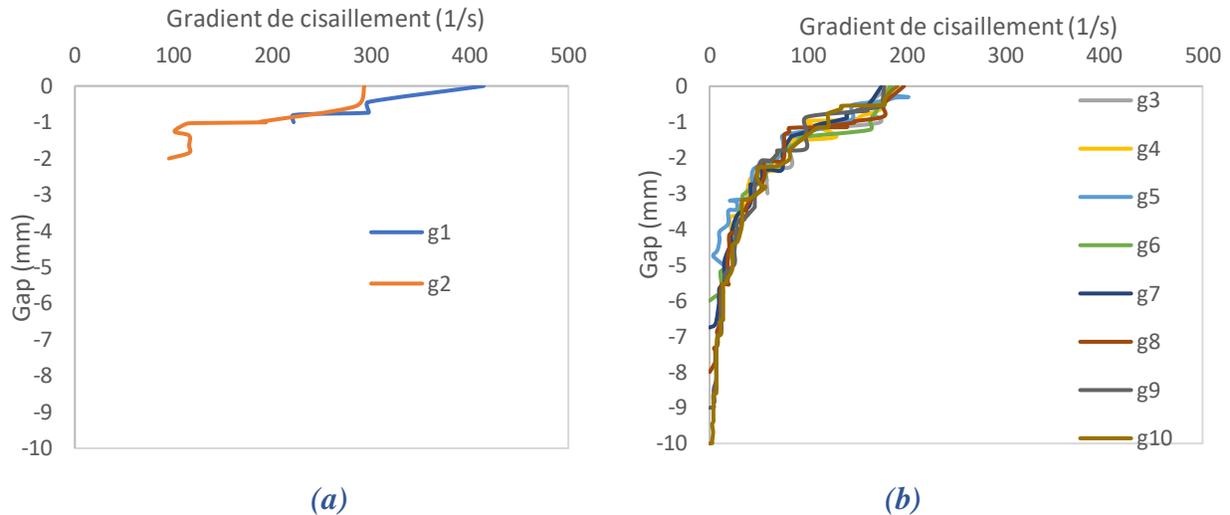


Figure 4- 24 : Variation du gradient de cisaillement en fonction de la profondeur à l'extrémité du fond du mobile (position α) pour un gap de (a) 1 à 3mm et (b) 4 à 10mm inférieur du mobile dans la simulation avec la configuration B

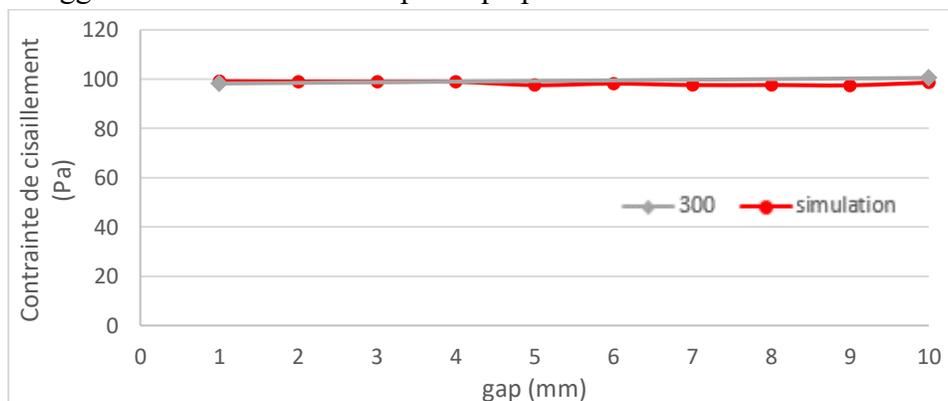
Les résultats obtenus avec la configuration B (**Error! Reference source not found.**) sont similaires avec ceux présentés précédemment car la valeur maximale du gradient de cisaillement est obtenue en sous-face du mobile (position β) et diminue en fonction de la profondeur. Cependant, cette valeur maximale est beaucoup plus faible que celle de la configuration A. Le gap de 1mm est le seul où l'on puisse observer un cisaillement supérieur à 300s^{-1} dans la partie inférieure (350s^{-1}). De plus, la similarité de la variation du gradient de cisaillement est obtenue à partir du gap de 3mm au lieu de 4mm dans la configuration A. Ceci peut être expliqué par la faiblesse du cisaillement dans la configuration B.

Pour résumer, l'échantillon dans la partie inférieure du mobile est cisailé dans toutes les configurations étudiées. L'intensité de ce cisaillement est plus élevée dans le cas des gaps faibles. À partir de l'axe du cylindre, le gradient de cisaillement augmente jusqu'à l'aplomb de l'entrefer où il atteint sa valeur maximale, puis il diminue en fonction de l'entrefer horizontal. Dans le cas des faibles gaps, les valeurs maximales du gradient de cisaillement sont plus élevées que dans la partie cisailée latérale du mobile (l'entrefer). Ceci est cohérent avec les résultats trouvés par (Highate et al., 1969) et le phénomène de remaniement des particules ségréguées observé par (Hoang et al., 2015). Cette intensité dépend de la vitesse de rotation du mobile, ce qui explique la supériorité du cisaillement dans cette partie pour la configuration A par rapport à la configuration B. D'autre part, dans la configuration A, des variations du gradient de cisaillement similaires sont obtenues pour des gaps compris entre 4 et 10mm tandis que des variations similaires sont obtenues pour des gaps compris entre 3mm et 10mm pour la configuration B. Ceci est cohérents à la similarité des résultats expérimentaux des coulis ségrégatifs avec le gap de 4 à 10mm observés par (Hoang et al., 2015) (configuration A) et à celle des coulis stables avec les gaps variants entre 3 et 10mm dans notre étude (configuration B).

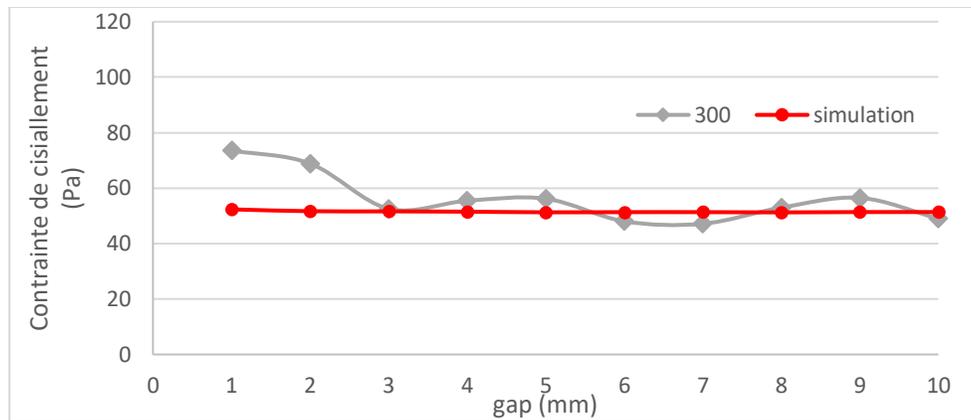
Concernant le cisaillement dans la partie latérale du mobile, la simulation avec la configuration A présente quelques hétérogénéités du gradient de cisaillement près de la surface du mobile mais l'écoulement entre les deux cylindres n'est pas influencé par les rainures sur la paroi du mobile. Ceci est dû aux petites dimensions des stries comparativement à l'entrefer horizontal. Par conséquent, un écoulement laminaire typique et une homogénéité du cisaillement vertical et horizontal sont observés dans tout le volume de l'échantillon. En revanche, dans la configuration B dont les dimensions des rainures sur les surfaces du récipient et du mobile sont grandes, de nombreuses perturbations de l'écoulement sont observées. Le coulis est soumis à de multiples gradients de cisaillement différents ce qui peut influencer le potentiel de ségrégation vers le fond du récipient observé dans la configuration A.

4.3.3. Simulation des essais de caractérisation de la ségrégabilité

La **Error! Reference source not found.** présente la comparaison entre les valeurs expérimentales et simulées du coulis E/C 0,4 en variant le gap dans les deux configurations. Nous pouvons observer une stabilité de la contrainte de cisaillement simulée en fonction du gap. Ceci démontre que malgré le cisaillement à grande intensité de la partie inférieure du mobile, la variation du gap n'influence pas les résultats rhéométriques des coulis stables. Ce résultat est dû au fait que le couple exercé sur la paroi inférieure du mobile est négligeable au regard de celui exercé sur la face latérale, la surface de la paroi latérale étant très grande devant celle de la base du mobile. De plus, aucune différence significative entre les valeurs numériques et expérimentales n'est obtenue dans les deux configurations. Autrement dit, en introduisant la viscosité apparente calculée par des essais à 300s^{-1} pour un gap quelconque dans le logiciel COMSOL, on obtient une valeur exacte de contrainte de cisaillement par la simulation. Ces résultats sont cohérents avec ceux de (Olivia et al., 2015) et confirment que le comportement d'un fluide à seuil est similaire à celui d'un fluide Newtonien pour un cisaillement de forte intensité. Ceci confirme aussi la validité de nos simulations. Toutefois, il faut noter que ces résultats ne permettent pas encore d'expliquer le phénomène rencontré aux faibles gaps dans la configuration B où une contrainte de cisaillement beaucoup plus élevée est observée pour les gaps de 1 à 3mm. Ce phénomène peut être dû à l'existence d'agglomérats au fond du récipient qui perturbent la rotation du mobile.



(a)



(b)

Figure 4- 25 : Comparaison entre les valeurs expérimentales (gris) et simulées (rouge) de contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,4 sans adjuvant dans les configurations (a) A et (b) B

Dans les parties précédentes, il a été montré que l'intensité très élevée du cisaillement dans la partie inférieure du mobile n'affecte pas la valeur du couple total exercé sur la paroi du mobile dans les deux configurations. L'explication vient du fait que la surface du fond du mobile est très faible comparativement à la surface latérale du mobile.

De plus, il a été montré précédemment que les rainures de grandes dimensions sur les parois des géométries de la configuration B conduisent à un écoulement hétérogène. Nous vérifions aussi s'il existe un écoulement turbulent causé par la configuration B en calculant le nombre de Reynolds dans chaque palier à l'aide de la relation 2-3. En général, l'écoulement d'un fluide à seuil écoulant dans un tube cylindrique devient turbulent lorsque le nombre de Reynold est supérieur à 2100 (Coté and Gillam., 1989). De plus, (Ravelet et al., 2010) ont trouvé un changement de la courbe couple en fonction de la vitesse de rotation, caractéristique d'un écoulement turbulent d'un fluide à seuil de viscosité 0,917 quand le nombre de Reynold est égal à 10000.

Le tableau 4-1 présente le nombre de Reynolds des coulis étudiés dans cette étude calculé au palier de $300s^{-1}$ pour les deux configurations. La viscosité μ est la viscosité apparente. Nous observons que tous les nombres de Reynolds à $300s^{-1}$ varient entre 2 à 142, signifiant que le régime d'écoulement dans les deux configurations est encore laminaire. Alors, les hétérogénéités du cisaillement dans la configuration B sont causées principalement par les caractéristiques géométriques. Nous rappelons que la ségrégation des coulis cimentaires dans notre étude est caractérisée par l'écart de contrainte de cisaillement entre les gaps 3 et 10mm, donc, dans le cas d'un coulis stable, cette hétérogénéité de cisaillement dans la configuration B ne cause pas les problèmes illustrés par la similarité de contrainte entre les 2 gaps. En revanche, dans le cas des coulis ségrégatifs, le changement d'écoulement affecte les conditions de la ségrégation. Les particules sont cisailées à différentes intensités, ce qui peut empêcher la migration vers le fond du récipient. Cette observation est renforcée par les résultats expérimentaux des coulis effectués avec la configuration B dans le chapitre 3 où la ségrégation est plus prononcée au 2^e cycle plutôt qu'au 1^{er} cycle. Cependant, ces résultats ne peuvent pas expliquer la valeur beaucoup plus élevée de la

contrainte de cisaillement aux petits gaps (1 à 3mm) dans la configuration B avec le cas d'un coulis stable.

		gap(mm)	1	10
Configuration B	0,40	τ (cycle 1) (Pa)	73,54	49,01
		μ (Pa.s)	0,25	0,16
		Re	3,03	4,54
		τ (cycle 2) (Pa)	75,69	42,01
		μ (Pa.s)	0,25	0,14
		Re	2,94	5,30
	0,65	τ (cycle 1) (Pa)	14,20	7,53
		μ (Pa.s)	0,05	0,03
		Re	13,73	25,88
		τ (cycle 2) (Pa)	14,09	6,76
		μ (Pa.s)	0,05	0,02
		Re	13,83	28,86
Configuration A	0,40	τ (cycle 1) (Pa)	98,22	100,51
		μ (Pa.s)	0,33	0,34
		Re	12,85	12,55
		τ (cycle 2) (Pa)	111,67	104,32
		μ (Pa.s)	0,37	0,35
		Re	1,99	12,10
	0,45 avec 1%SP	τ (cycle 1) (Pa)	14,20	9,08
		μ (Pa.s)	0,05	0,03
		Re	86,07	134,65
		τ (cycle 2) (Pa)	14,46	8,62
		μ (Pa.s)	0,05	0,03
		Re	84,52	141,86

Tableau 4-1 : Nombre de Reynolds des coulis évalués pour le palier de $300s^{-1}$ avec les configurations A et B

Ces résultats soulèvent encore des questions sur l'influence de la dimension des rainures sur l'écoulement entre les deux cylindres de la configuration B. Dans la partie suivante, l'influence de la dimension des rainures sur la nature de l'écoulement dans l'entrefer (laminaire ou non) va être étudiée.

4.4. Etude de l'influence des rainures

Dans cette partie, on évalue l'influence de la configuration géométrique (dimension des rainures et valeur de l'entrefer) sur l'écoulement du fluide. Notre objectif est de déterminer une rugosité (dimensions des rainures) des parois qui permet d'obtenir un écoulement laminaire du fluide.

Afin de répondre à cette question, on étudie l'écoulement du fluide dans des configurations dérivées de la configuration B. Ces configurations sont :

- Configuration C : Le mobile est celui de la configuration B, la surface du récipient est lisse et l'entrefer horizontal est de 1,13mm (identique à celui de la configuration B). Le diamètre du récipient est 14,46mm.
- Configuration D : le récipient est celui de la configuration B, la surface du mobile est lisse et l'entrefer horizontal entre les deux cylindres est 1,13mm (identique à celui de la configuration B).
- Configuration E : La surface du mobile est striée avec les mêmes dimensions que la configuration B, la surface du récipient est lisse et l'entrefer horizontal entre les deux cylindres est 1,63mm car on élimine les stries sur la paroi du récipient. Donc, le diamètre du récipient est 14,96mm au lieu du 14,46mm.

Les configurations C et D conservent l'entrefer horizontal entre les 2 cylindres afin d'étudier uniquement l'influence des rainures sur la paroi du récipient et du mobile sur l'écoulement. La configuration E permet d'évaluer le rôle de l'entrefer horizontal entre les deux cylindres sur l'écoulement du fluide et de déterminer l'épaisseur de la zone influencée par les rainures. Malheureusement, il n'existe aucune géométrie correspondante pour réaliser les essais expérimentaux dans ces configurations. Toutes les simulations sont réalisées en utilisant la viscosité apparente du coulis stable de $E/C = 0,4$ calculée à $300s^{-1}$ du 1^{er} cycle avec 3mm de gap effectué avec la configuration B.

4.4.1. Géométries des configurations

Les **Error! Reference source not found.** et **Error! Reference source not found.** présentent les sections horizontales des géométries des configurations C, D et E ainsi que leurs modélisations dans COMSOL. Nous utilisons la viscosité apparente du coulis stable E/C 0,4 cisailé au $300s^{-1}$ mesurée avec la configuration B et le même maillage que la configuration B.

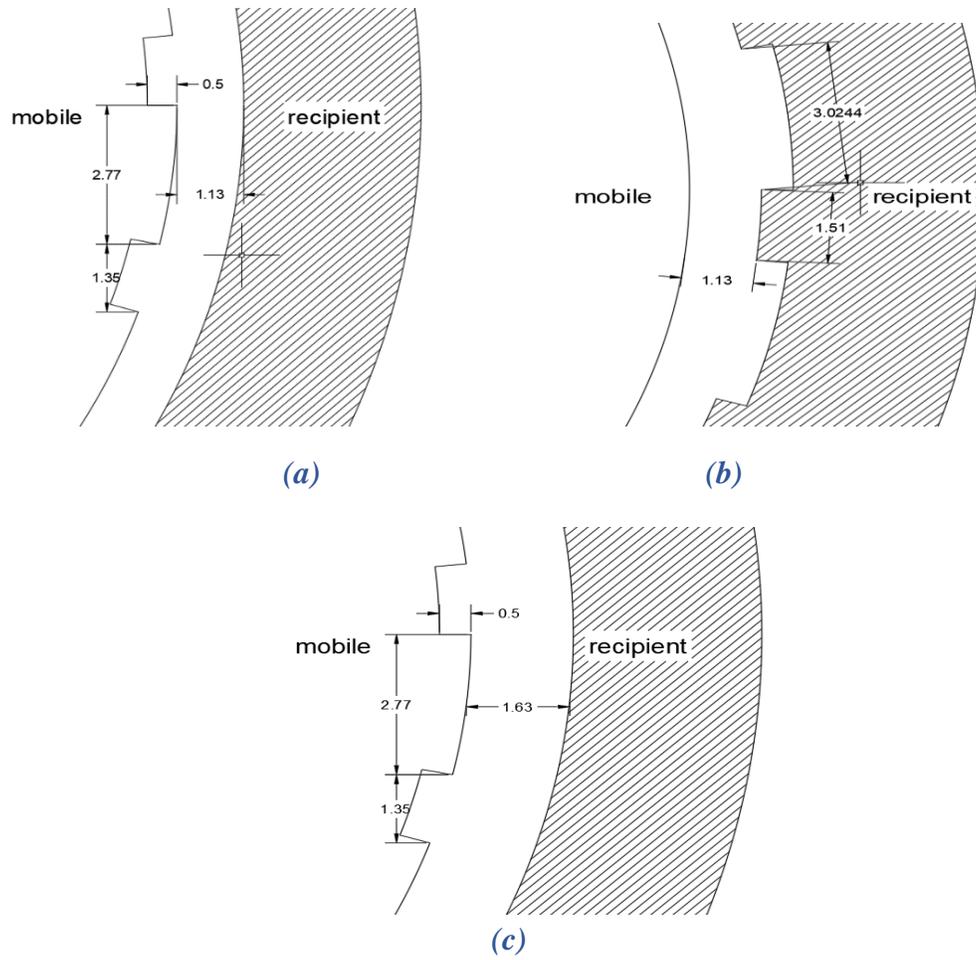
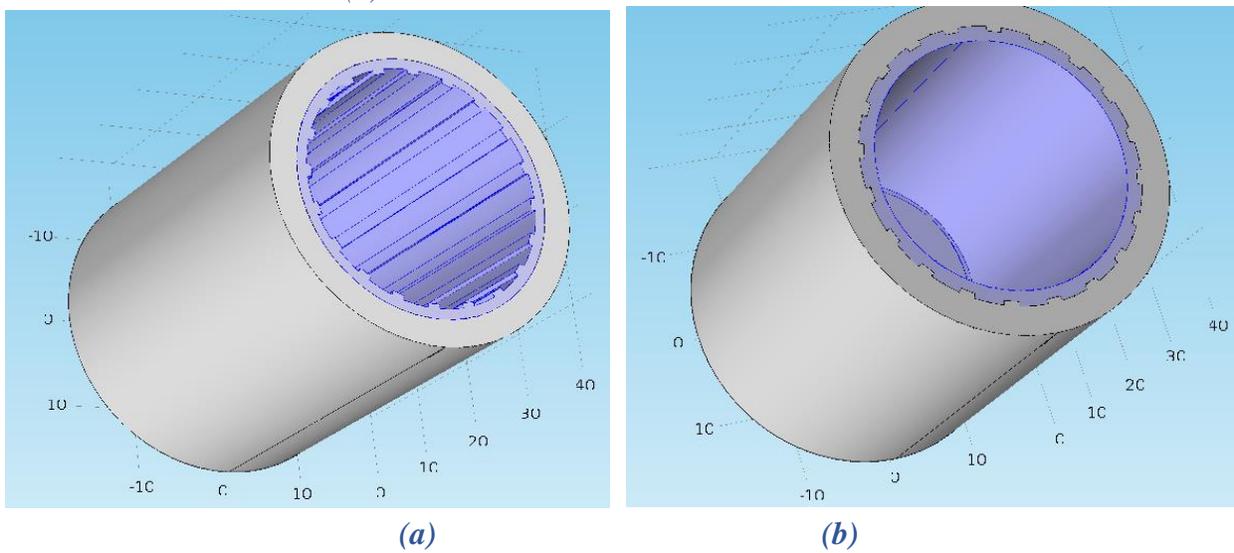


Figure 4- 26 : Sections horizontales du mobile et du récipient dans les configurations (a) C, (b) D et (c) E. Toutes les dimensions sont en millimètres.



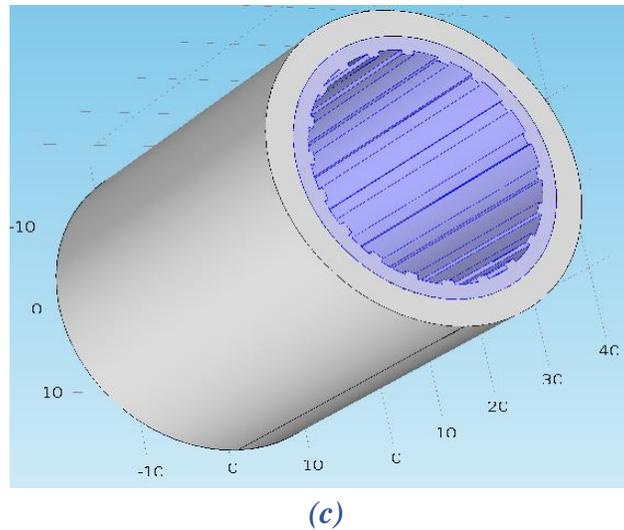


Figure 4- 27 : Géométries du mobile et du récipient dans les configurations (a) C et (b) D et (c) E modélisées dans Comsol®

4.4.2. Résultats

4.4.2.1. Cisaillement circonférentiel

4.4.2.1.1. Partie cisillée latérale du mobile

La **Error! Reference source not found.** montre la distribution du gradient de cisaillement dans la simulation du coulis de $E/C=0.4$ avec un gap de 1 mm effectuée avec la configuration C. Malgré les rainures de grandes dimensions sur la paroi du mobile, un écoulement laminaire est observé sur la majorité du volume de l'échantillon, à la fois horizontalement et verticalement. Le profil du gradient de cisaillement reste homogène dans tout le volume d'échantillon. Ces observations signifient que les rainures sur la paroi du mobile n'influencent pas de manière significative les résultats rhéométriques et l'écoulement du coulis. Le mobile se comporte comme un cylindre à paroi lisse et l'influence des rainures est négligeable. Une observation plus détaillée nous donne des hétérogénéités du gradient de cisaillement dans la région proche du mobile. Plus précisément, le gradient de cisaillement est égal à $0s^{-1}$ au fond des rainures du mobile ce qui signifie que l'échantillon dans cette région n'est pas cisillé (**Error! Reference source not found.**). Il existe aussi une zone proche des stries du mobile dont l'épaisseur est très faible qui est cisillée avec une intensité plus forte.

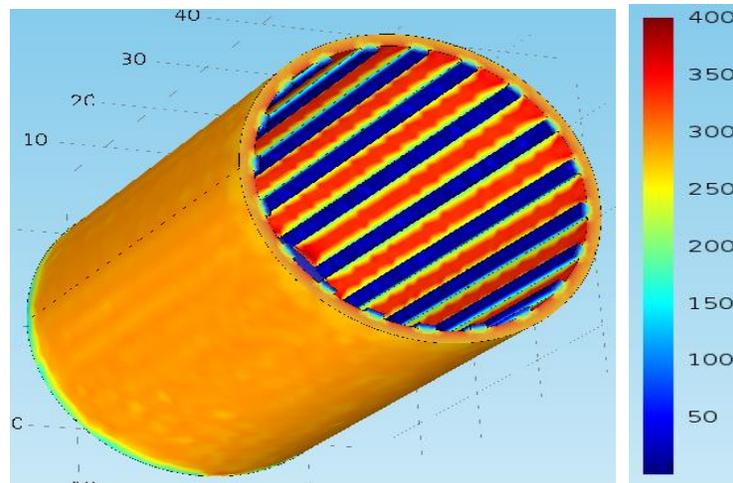


Figure 4- 28 : Distribution du gradient de cisaillement dans la simulation du coulis stable $E/C=0,4$ dans la configuration C avec un gap de 1mm

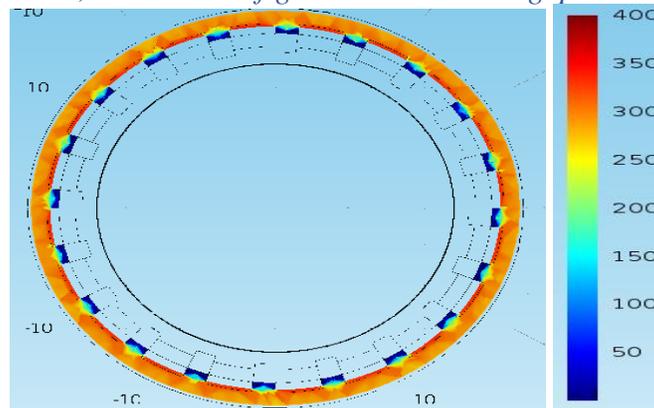


Figure 4- 29 : Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale au milieu du mobile dans la configuration C avec un gap de 1mm

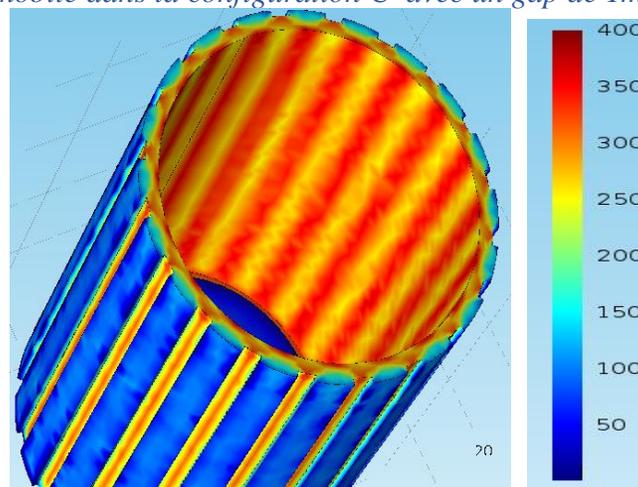


Figure 4- 30 : Distribution du gradient de cisaillement dans la simulation du coulis stable $E/C=0,4$ dans la configuration D avec un gap de 1mm

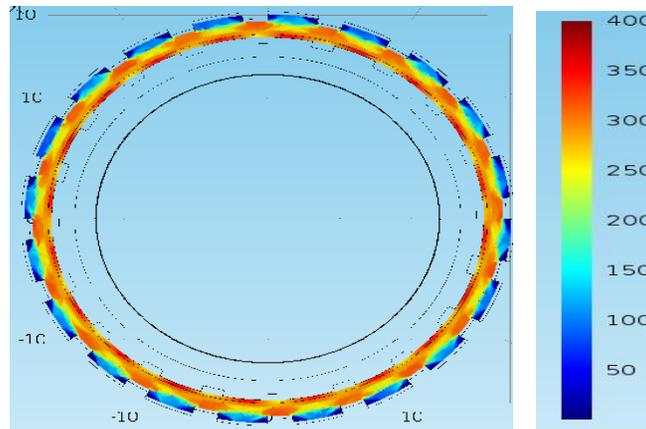


Figure 4- 31 : Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale au milieu du mobile dans la simulation du coulis stable E/C 0,4 dans la configuration D avec un gap de 1mm

En revanche, les rainures sur les parois du récipient influent significativement sur le cisaillement du fluide comme observé dans la configuration D. La **Error! Reference source not found.** montre la distribution du gradient de cisaillement du volume totale de l'échantillon dans la configuration D pour la simulation du coulis de E/C 0,4. Contrairement à l'écoulement laminaire typique trouvé avec la configuration C, on obtient le même phénomène que dans la configuration B, c'est-à-dire des hétérogénéités du profil de gradient de cisaillement à différentes positions sur la paroi du récipient. Plus précisément, le gradient de cisaillement est nul au fond des rainures et la valeur est maximale au bord des stries. De plus, malgré la paroi lisse du mobile, le cisaillement de la région proche du mobile n'est pas homogène. Les valeurs du gradient de cisaillement dans les zones se trouvant faces aux stries sont plus élevées que celles qui s'opposent aux rainures. Le gradient du cisaillement varie entre 0 et 350s^{-1} sur la section horizontale et change significativement sur une distance très faible (**Error! Reference source not found.**). Ces résultats nous permettent de constater que les rainures sur la paroi du récipient jouent un rôle important sur l'écoulement du fluide entre les deux cylindres dans la configuration D. Ces rainures entraînent un écoulement loin d'être laminaire comme ceci a été observé dans la simulation avec la configuration B. Sous l'effet du cisaillement, le fluide est cisailé radialement et pas seulement tangentiellement.

Comme pour la configuration C, le gradient de cisaillement dans la configuration E est distribué de manière homogène dans tout le volume de l'échantillon grâce à la paroi lisse du récipient (**Error! Reference source not found.**). Cependant, l'entrefer horizontal étant plus important dans la simulation E, l'intensité du cisaillement dans la partie latérale du mobile est plus faible que dans la configuration C. De plus, l'intensité du cisaillement dans la région inférieure du mobile est aussi plus élevée que celui dans l'entrefer ce qui permet un remaniement des particules ségréguées, comme pour la configuration A.

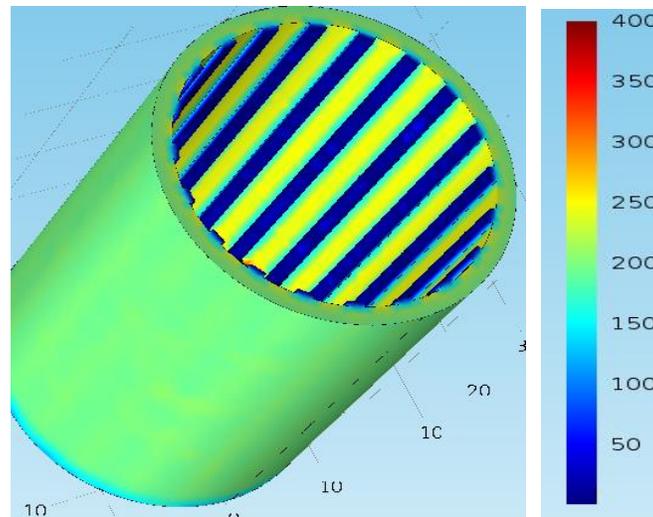


Figure 4- 32 : Distribution du gradient de cisaillement pour un coulis stable E/C 0,4 dans la configuration E avec un gap de 1mm

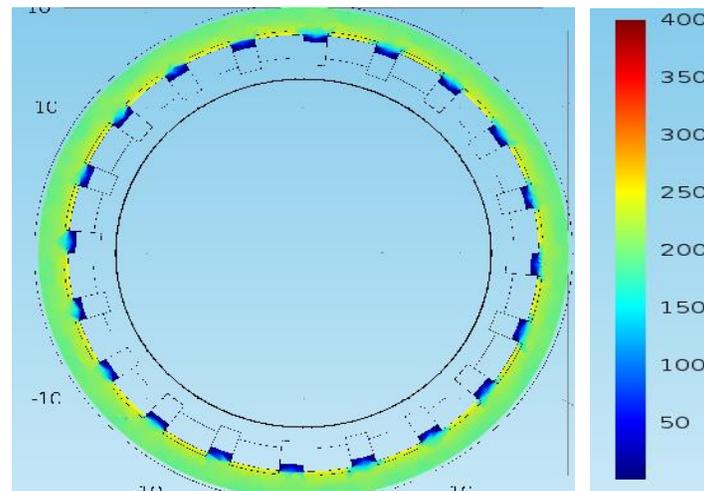


Figure 4- 33 : Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale au milieu du mobile dans la configuration E avec un gap de 1mm

La **Error! Reference source not found.** présente la variation du gradient de cisaillement en fonction de l'entrefer dans les régions au milieu des stries et au milieu des rainures du mobile de la configuration C. Le gradient de cisaillement atteint sa valeur maximale à la position 13,33 mm qui correspond au bord de la strie tandis qu'il reste quasi constant à une valeur de 300s^{-1} dans la majorité de l'entrefer. De plus, les variations du gradient de cisaillement dans les deux régions étudiées sont similaires, sauf une petite zone à proximité des stries. Nous pouvons constater que l'écoulement dans la configuration C dont la paroi du récipient est lisse et la paroi du mobile est striée conduit à un cisaillement dont la valeur est similaire à celle calculée par les équations théoriques. Ces résultats sont aussi similaires à ceux trouvés par la simulation avec la configuration A qui possède également un récipient avec une paroi lisse et un mobile strié avec des rainures plus petites.

Un phénomène identique est observé dans la **Error! Reference source not found.** qui présente la variation du gradient de cisaillement en fonction de l'entrefer horizontal dans la configuration E. A cause de l'augmentation de l'entrefer, la majorité du fluide dans la configuration E est cisailé à 200 s^{-1} au lieu de 300 s^{-1} . Il est aussi important de noter que dans les 2 configurations C et E, nous observons une zone perturbée proche du mobile dont l'épaisseur est de $0,5 \text{ mm}$ ce qui correspond à une distance de $13,8 \text{ mm}$ de l'entrefer. Ces résultats sont cohérents avec les résultats trouvés dans la configuration A pour laquelle l'épaisseur de la zone perturbée est aussi de $0,5 \text{ mm}$. Ainsi, quelles que soient les dimensions et le nombre de rainures sur la paroi du mobile, il existe une zone perturbée dont l'épaisseur est d'environ $0,5 \text{ mm}$ où le fluide est soumis à des gradients de cisaillement différents. La partie extérieure à cette zone suit un écoulement homogène. Dans la configuration A, l'épaisseur totale du fluide dans la partie latérale du mobile est de $2,69 \text{ mm}$, soit 5 fois l'épaisseur de la zone perturbée, un écoulement homogène dans la majorité de l'échantillon est donc obtenu. Dans la configuration B, l'entrefer horizontal n'est que $1,13 \text{ mm}$ et l'écoulement du fluide est influencé par les rainures sur les parois du récipient et du mobile en même temps, ce qui entraîne des hétérogénéités de cisaillement importantes.

Dans le cas du récipient lisse, à cause des rainures de grandes dimensions sur la surface du mobile dans la configuration B, l'écoulement entre les deux cylindres présente de nombreuses fluctuations locales. Comme illustré sur la **Error! Reference source not found.**, la variation du gradient de cisaillement en fonction de l'entrefer latéral dépend de la position relative entre le mobile et le récipient. Le gradient atteint sa valeur maximale au bord des stries et sa valeur minimale au fond des rainures. Par conséquent, la valeur du gradient de cisaillement varie entre 260 s^{-1} et 320 s^{-1} dans une période très courte. De plus, en raison de la largeur importante des rainures sur la paroi du récipient le volume cisailé localement change significativement ce qui entraîne une hétérogénéité importante de cisaillement.

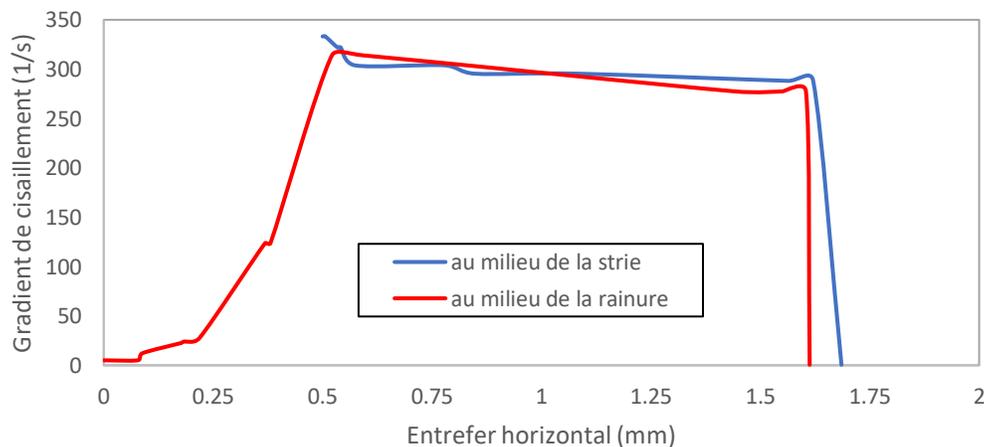


Figure 4- 34 : Variation du gradient de cisaillement au milieu d'une rainure et au milieu d'une strie à mi-hauteur du mobile avec 1 mm de gap effectué avec la configuration C

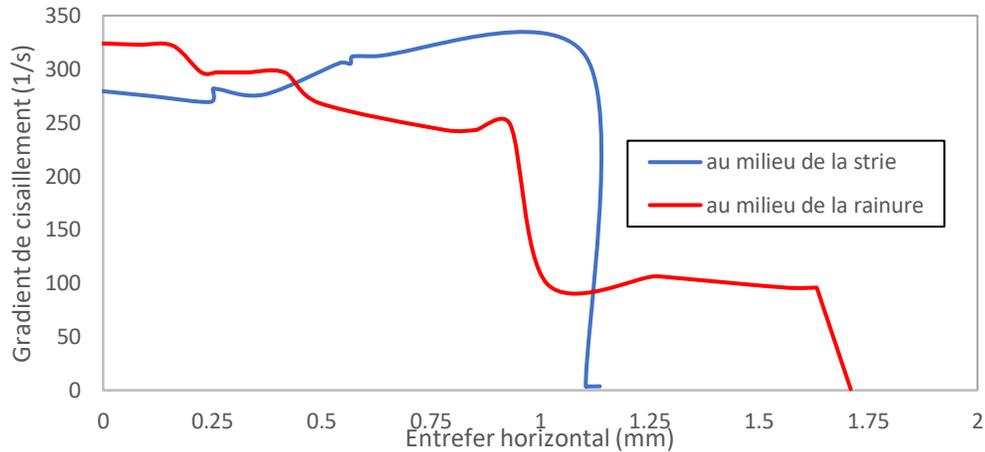


Figure 4- 35 : Variation du gradient de cisaillement au milieu des rainures et au milieu des stries à mi-hauteur du mobile avec 1mm de gap effectué avec la configuration D

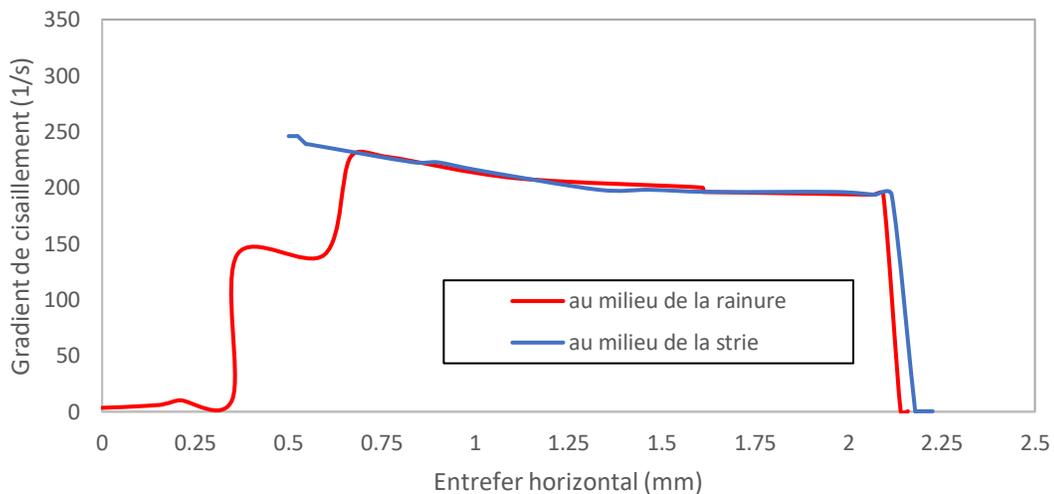


Figure 4- 36 : Variation du gradient de cisaillement au milieu des rainures et au milieu des stries à mi-hauteur du mobile avec 1mm de gap effectué avec la configuration E

Les résultats précédents permettent de constater que les rainures sur la paroi du récipient (configuration D) jouent un rôle important sur l'écoulement du fluide entre les deux cylindres. Ceci entraîne un écoulement hétérogène qui modifie la ségrégation dans le cas des coulises ségrégatifs. Cependant, dans les configurations C et D pour lesquelles la paroi du récipient est lisse, l'écoulement est laminaire et le cisaillement est homogène dans la majorité de l'échantillon. De plus, les rainures influent sur l'écoulement sur une épaisseur de 0.5mm pour toutes les dimensions des configurations étudiées.

Dans le cadre de la ségrégation, le déplacement des particules vers la surface périphérique du récipient sous l'effet du cisaillement et leur précipitation vers le fond du récipient à cause des efforts gravitaires sont renforcés dans les configurations C et E avec un récipient lisse. En revanche, les rainures et stries de grandes dimensions sur la paroi du récipient dans la configuration D entraînent des variations rapides du gradient qui provoquent une recirculation des particules

cimentaires et un retard de la ségrégation. Autrement dit, le retard de ségrégation des coulées cimentaires observé dans les essais expérimentaux avec la configuration B (rhéomètre Anton Paar) est dû aux rainures sur la paroi du récipient.

4.4.2.1.2. Partie inférieure du mobile

Les **Error! Reference source not found.** et **Error! Reference source not found.** présentent respectivement la distribution et la variation du gradient de cisaillement entre l'axe du mobile et du récipient dans la configuration C avec des gaps de 1 et 10mm, à 0,5mm en dessous du mobile. Nous observons que l'échantillon dans cette région est extrêmement cisailé dans le cas du gap 1mm et à partir du centre du fond du mobile. Le gradient de cisaillement augmente et atteint sa valeur maximale à l'aplomb de l'entrefer avant de s'annuler à la surface du récipient. Ces résultats sont similaires à ceux obtenus avec la configuration B car les fonds du mobile sont identiques dans les deux configurations. Pourtant, la valeur maximale du gradient de cisaillement est plus élevée que celle de la configuration B. Cette valeur maximale, dans le cas du gap de 10mm, est égale à 250 s^{-1} et est aussi plus élevée que dans la configuration B.

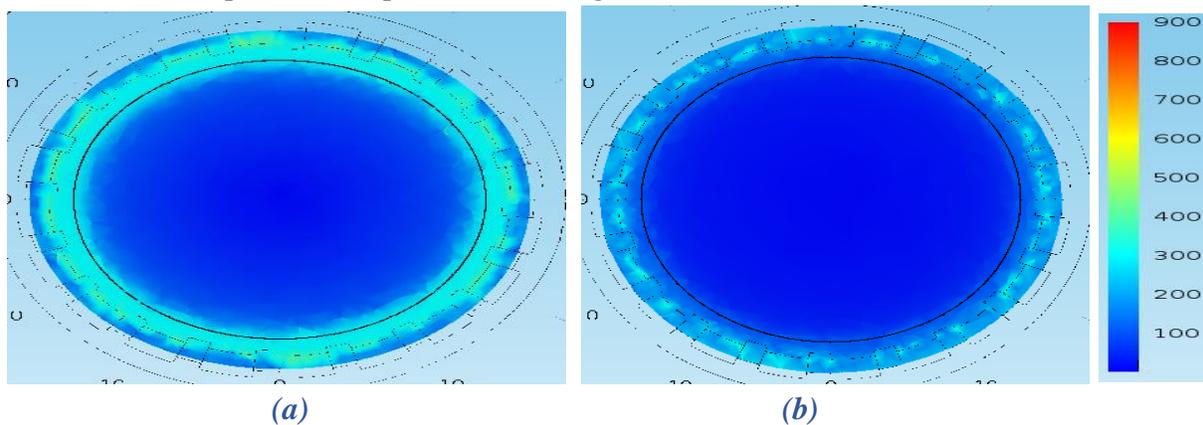


Figure 4- 37 : Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale à 0,5mm en-dessous du mobile avec la configuration C pour un gap de (a) 1mm et (b) 10mm

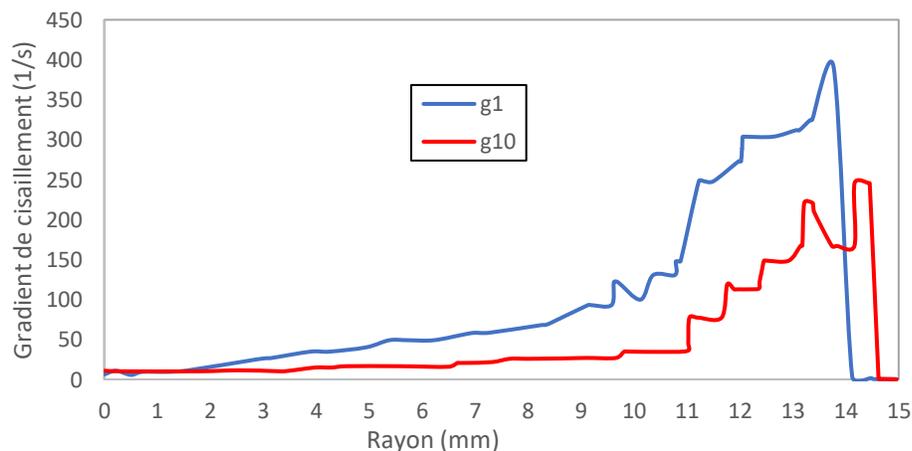


Figure 4- 38 : Variation du gradient de cisaillement en fonction de la distance entre l'axe du mobile et du récipient à 0,5mm en-dessous du mobile dans la configuration C pour un gap de 1mm et 10mm

Les résultats sont similaires dans le cas de la configuration D (**Error! Reference source not found.** et **Error! Reference source not found.**). Le profil du gradient de cisaillement suit la même tendance et la région près du récipient est la seule qui soit non cisillée (gradient de cisaillement= $0s^{-1}$). On rappelle que le cisaillement de la partie inférieure du mobile peut être considéré comme un cisaillement dans les géométries plan-plan dont l'intensité dépend seulement de la vitesse de rotation du plan tournant (ou dans ce cas de la vitesse angulaire du mobile) et du volume de l'échantillon. Bien évidemment, la surface du fond et la vitesse angulaire du mobile dans les configurations B, C, D sont similaires.

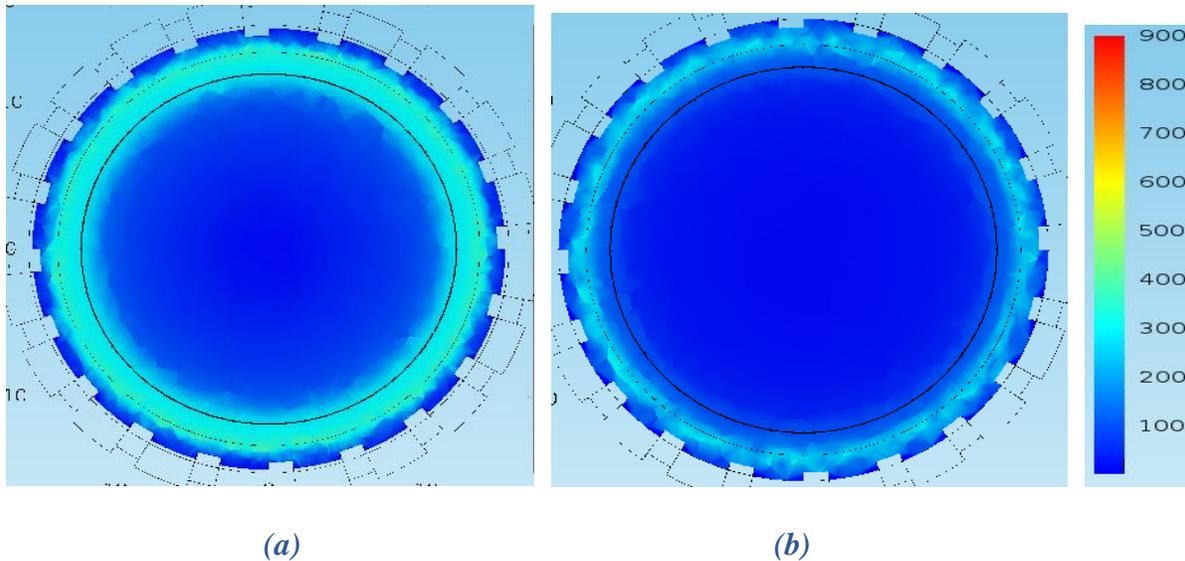


Figure 4- 39 : Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale à 0,5mm en-dessous du mobile dans la configuration D avec un gap de (a) 1mm et (b) 10mm

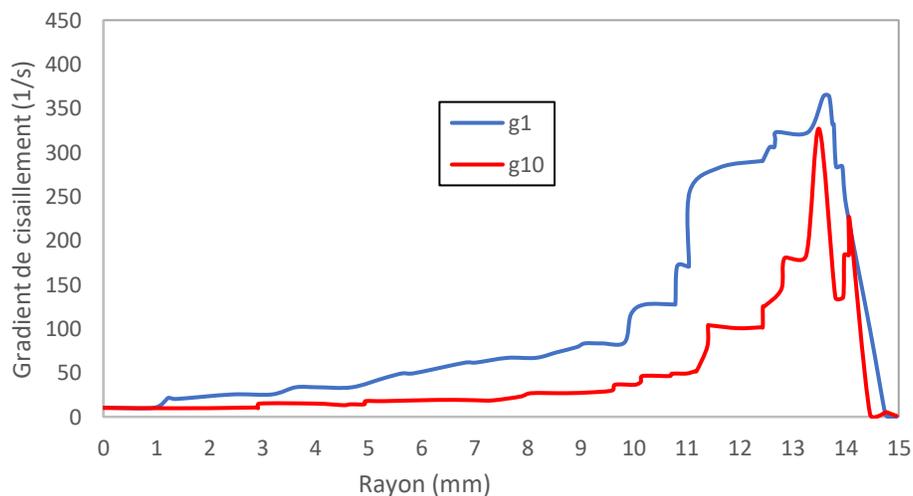


Figure 4- 40 : Variation du gradient de cisaillement en fonction de la distance entre l'axe du mobile et du récipient à 0,5mm en-dessous du mobile dans la configuration D pour un gap de 1mm et 10mm

Cependant, malgré la similarité du fond et de la vitesse angulaire du mobile, l'intensité du cisaillement dans la région inférieure du mobile de la configuration E est plus élevée que celles des configurations B, C et D. En observant les **Error! Reference source not found.** et **Error! Reference source not found.**, nous pouvons voir que le gradient augmente en fonction de l'entrefer horizontal à partir du centre du fond et atteint sa valeur maximale à l'aplomb de l'entrefer. Cette valeur est d'environ 460s^{-1} pour le gap de 1 mm et de 270s^{-1} pour celui de 10 mm ce qui démontre un remaniement de plus forte intensité pour cette configuration que dans les configurations B, C et D. Ceci nous permet de constater que l'augmentation de l'entrefer horizontal augmente l'intensité du cisaillement de la partie inférieure du mobile.

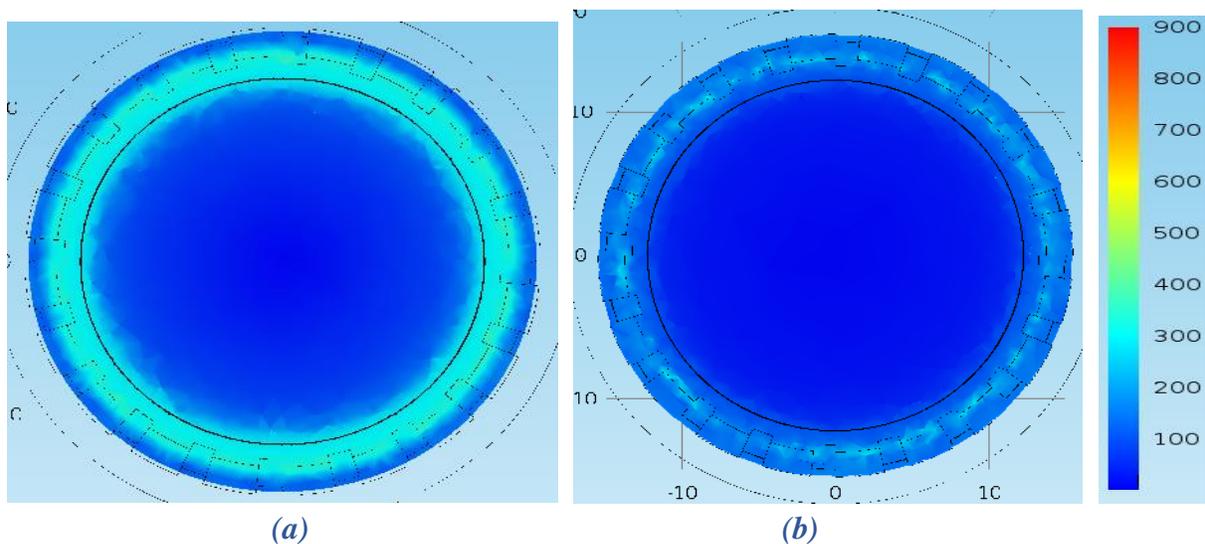


Figure 4- 41 : Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale à 0,5mm en-dessous du mobile dans la configuration E pour un gap de (a) 1mm et (b) 10mm

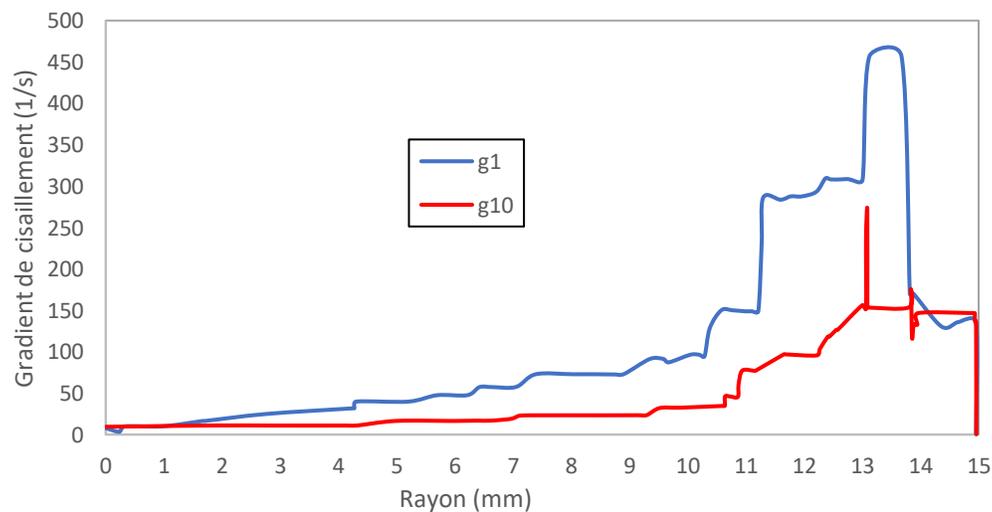


Figure 4- 42 : Variation du gradient de cisaillement en fonction de la distance entre l'axe du mobile et du récipient à 0,5mm en-dessous du mobile dans la configuration E pour un gap de 1mm et 10mm

4.4.2.2. Cisaillement longitudinal

4.4.2.2.1. Partie cisillée latérale du mobile

Contrairement à la distribution homogène du gradient de cisaillement radial, nous observons des hétérogénéités du cisaillement longitudinal de l'échantillon dans les configurations C et D (**Error! Reference source not found.** et **Error! Reference source not found.**). Ces hétérogénéités correspondent aux zones perturbées par les rainures. En effet, dans ces configurations, le rapport entre l'entrefer et la zone perturbée par les rainures est faible. Dans le cadre de la ségrégation, ces hétérogénéités peuvent changer les conditions de précipitation des particules vers le fond du récipient ou plus précisément, entraîner un retard de la ségrégation dynamique. Dans le cas de la configuration E (**Error! Reference source not found.**), nous observons un écoulement laminaire typique, similaire à celui obtenu dans la configuration A. Ceci peut être expliqué par l'entrefer horizontal qui est plus que le triple de l'épaisseur de la zone perturbée par les rainures ce qui entraîne une homogénéité du cisaillement le long de l'échantillon. Grace aux résultats précédents, il est probable de conclure que pour avoir un écoulement homogène du fluide, il faut que les rhéomètres de types Couette équipés avec des mobiles striés aient un entrefer horizontal entre les deux cylindres au moins égaux au triple de l'épaisseur de la zone perturbée par les rainures).

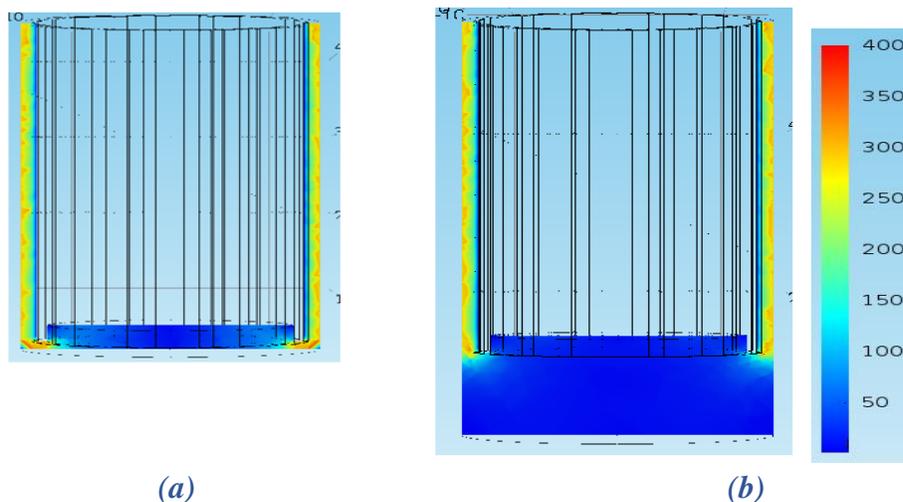


Figure 4- 43 : Distribution verticale du gradient de cisaillement dans la configuration C pour un gap de (a) 1mm et (b) 10mm

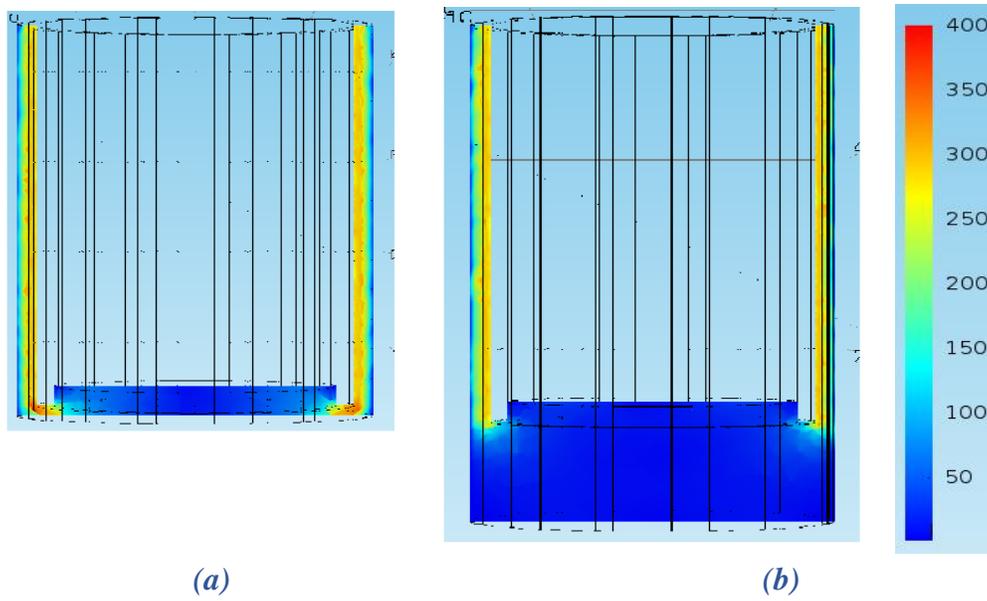


Figure 4- 44 : Distribution verticale du gradient de cisaillement dans la configuration D pour un gap de 1mm et (b) 10mm

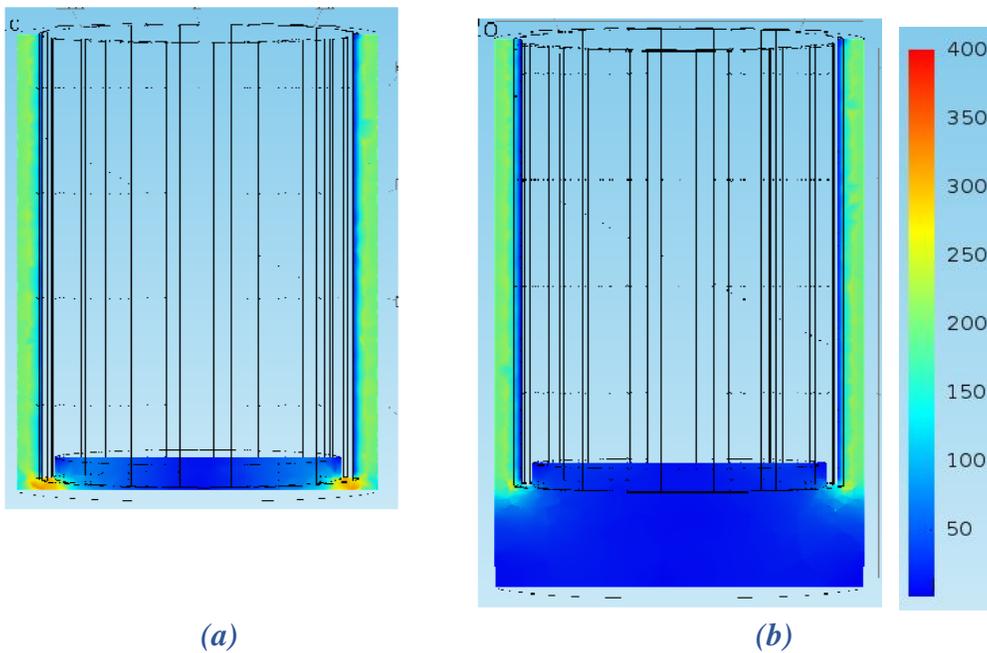


Figure 4- 45 : Distribution verticale du gradient de cisaillement dans la configuration E pour un gap de (a) 1mm et (b) 10mm

4.4.2.2.2. Partie inférieure du mobile

Les **Error! Reference source not found.**, **Error! Reference source not found.** et **Error! Reference source not found.** présentent la variation du gradient de cisaillement en fonction de la profondeur par rapport au fond du mobile dans les configurations C, D et E. Nous pouvons observer que les variations du cisaillement dans les 3 trois configurations sont similaires. Dans le

cas des gap faibles (1 et 2mm), le fluide situé dans la partie inférieure du mobile est cisailé avec une intensité plus forte que pour les gaps plus élevés. Ce résultat est similaire aux résultats de la configuration B, ce qui démontre que la variation verticale du gradient de cisaillement dans la région inférieure du mobile ne dépend que la dimension du fond du mobile et de sa vitesse de rotation.

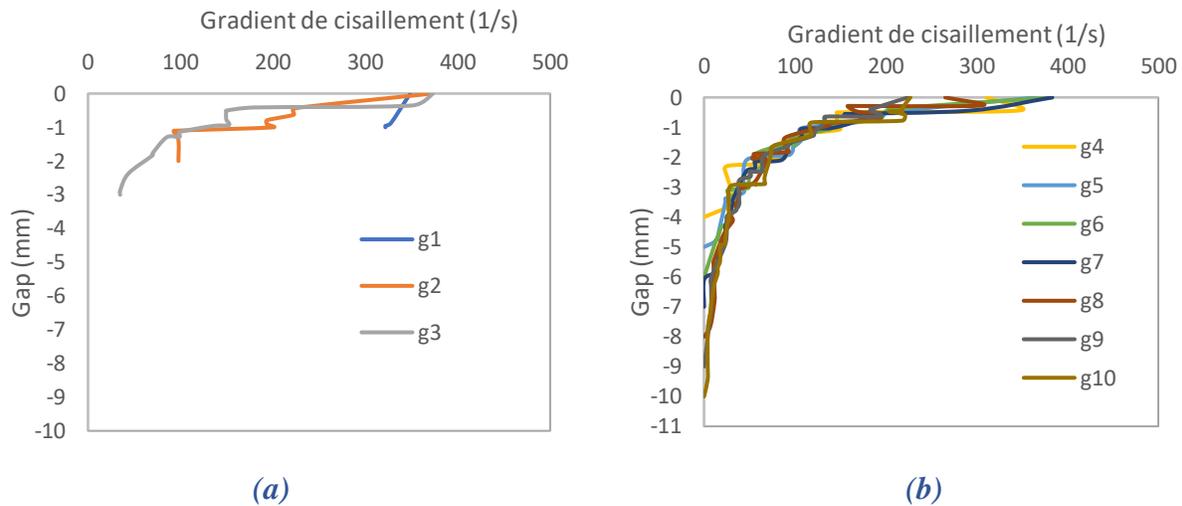


Figure 4- 46 : Variation du gradient de cisaillement en fonction de la profondeur à l'extrémité du fond (position α) du mobile dans la configuration C pour des gaps de (a) 1 à 3mm et (b) 4 à 10mm

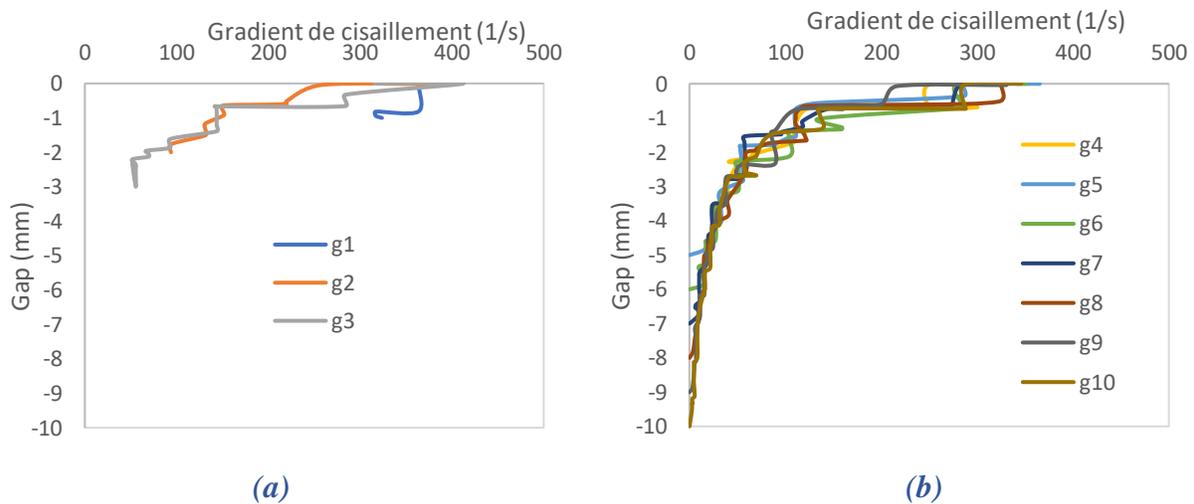


Figure 4- 47 : Variation du gradient de cisaillement en fonction de la profondeur à l'extrémité du fond du mobile (position α) dans la configuration D pour des gaps de (a) 1 à 3mm et (b) 4 à 10mm

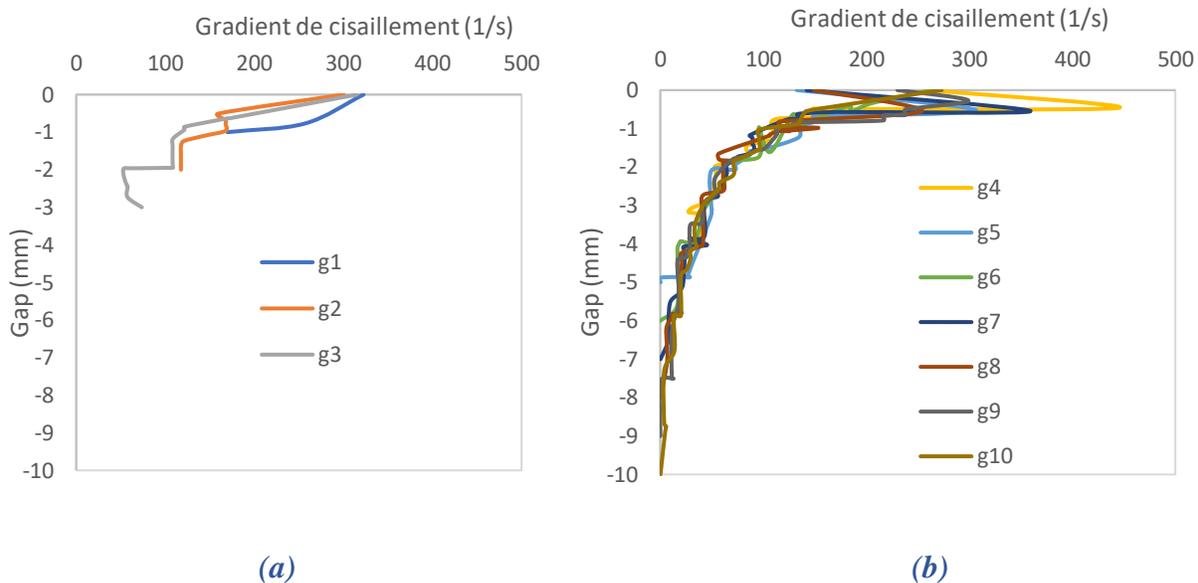


Figure 4- 48 : Variation du gradient de cisaillement en fonction de la profondeur à l'extrémité du fond du mobile (position α) dans la configuration E pour des gaps de (a) 1 à 3mm et (b) 4 à 10mm

4.5. Simulation des configurations avec le mobile cylindre+cône et vane

Dans cette partie, nous élargissons notre étude à l'écoulement du fluide dans les configurations avec le mobile cylindrique possédant un cône à sa base (configuration F) et le mobile vane (configuration G) dont les résultats expérimentaux ont été présentés dans le chapitre 4. Ces deux configurations reprennent le récipient utilisé dans la configuration B.

4.5.1. Géométries

Nous rappelons que le mobile cylindre+cône dans la configuration F possède la même géométrie latérale que dans la configuration B (mêmes rainures). La seule différence entre les deux géométries est un cône de 7 mm de hauteur disposée au fond du mobile. Comme les deux configurations comprennent le même récipient, l'entrefer horizontal entre les deux cylindres est identique (1,13mm).

Le mobile vane dans la configuration G se compose d'une tige cylindrique de 2 mm de diamètre à laquelle sont reliées 4 ailes rectangulaires de 9mm de longueur et 0,5mm de largeur. L'entrefer horizontal entre le mobile et le récipient est ici de 3,46mm. Les représentations schématiques de ces configurations sont présentées dans les **Error! Reference source not found.**, **Error! Reference source not found.** et **Error! Reference source not found.**. Les viscosités apparentes et les vitesses angulaires sont calculées pour 300s^{-1} au 1^{er} cycle de cisaillement des essais expérimentaux à l'aide des coefficients du tableau 4-1.

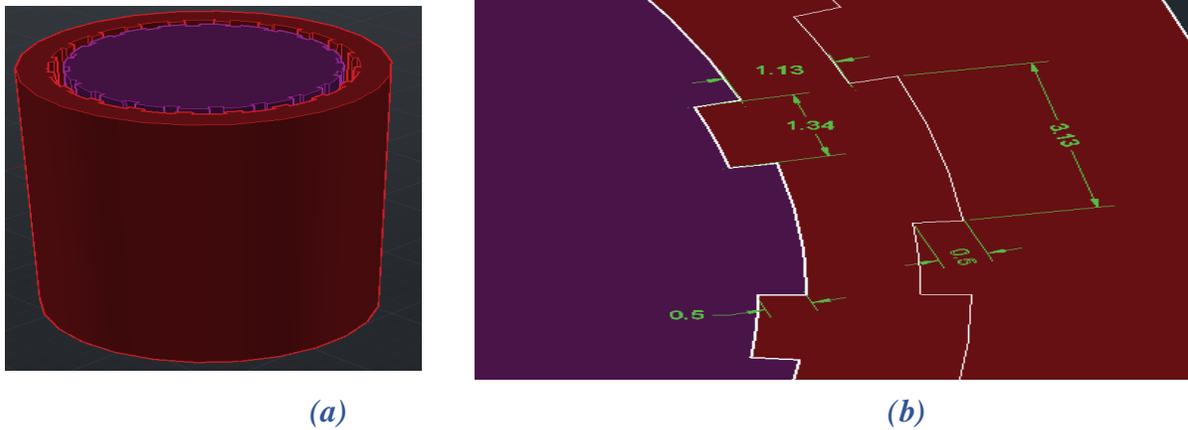


Figure 4- 49 : Représentation schématique de la configuration F : (a) mobile et récipient en 3D et (b) détail de l’entrefer entre le mobile et le récipient. Toutes les dimensions sont en millimètres.

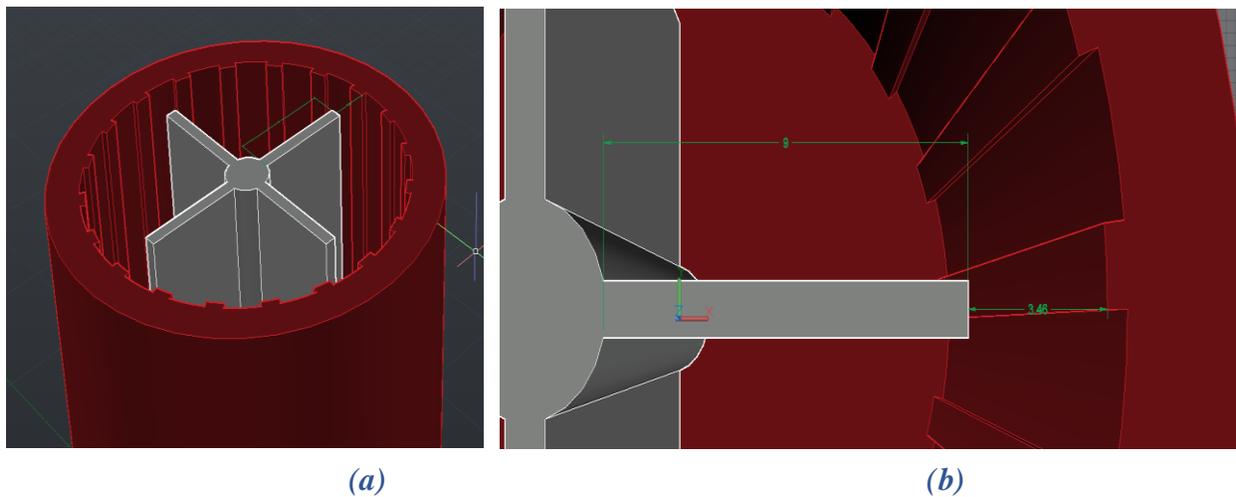


Figure 4- 50 : Représentation schématique de la configuration G : (a) mobile et récipient en 3D et (b) détail de l’entrefer entre le mobile et le récipient. Toutes les dimensions sont en millimètres.

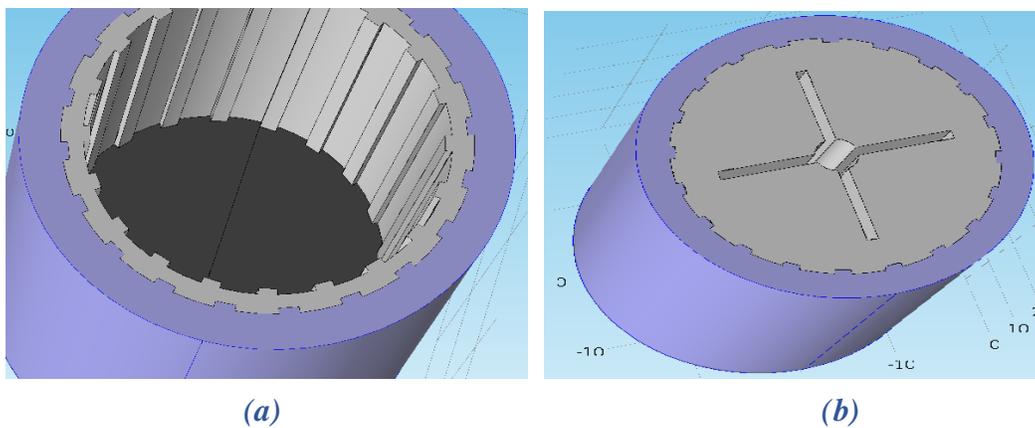


Figure 4- 51 : Simulation des géométries et du matériau de (a) la configuration F et (b) la configuration G

4.5.2. Résultats

Dans cette partie, nous présenterons les résultats des calculs d'écoulement d'un coulis stable de rapport $E/C=0,4$ effectués avec les configurations F et G. La vitesse angulaire du mobile calculée grâce au coefficient de conversion est 3,46 tpm et 5 tpm pour les configurations F et G respectivement.

4.5.2.1. Cisaillement circonférentiel

4.5.2.1.1. Partie cisailée latérale du mobile

La **Error! Reference source not found.** montre la distribution du gradient de cisaillement du volume total du fluide entre les cylindres dans la configuration F pour un gap de 1mm. Comme les caractéristiques géométriques des parois du mobile et du récipient de cette configuration sont similaires à celles de la configuration B, nous observons une similarité de la distribution du gradient de cisaillement dans la partie latérale du mobile. Des hétérogénéités du gradient de cisaillement sont observées aux différentes positions sur les parois du mobile et du récipient horizontalement et verticalement. D'autre part, la partie de l'échantillon située sous le cône est faiblement cisailée (**Error! Reference source not found.b**) comparativement au cisaillement dans l'entrefer. Ceci diffère significativement du cisaillement de la partie inférieure du mobile de la configuration B où la valeur du gradient de cisaillement est égale ou supérieure à celle dans la partie latérale du mobile dans le cas des gaps faibles (1-3mm). Cette faible intensité de cisaillement est due au cône au fond du mobile dont le diamètre est plus petit en comparant avec la partie cylindrique. Concernant la ségrégation, à cause de cette faible intensité de cisaillement dans la région de 7mm de hauteur sous le cône, l'apparition du remaniement des particules ségrégées devient peu probable, même dans le cas des gaps faibles.

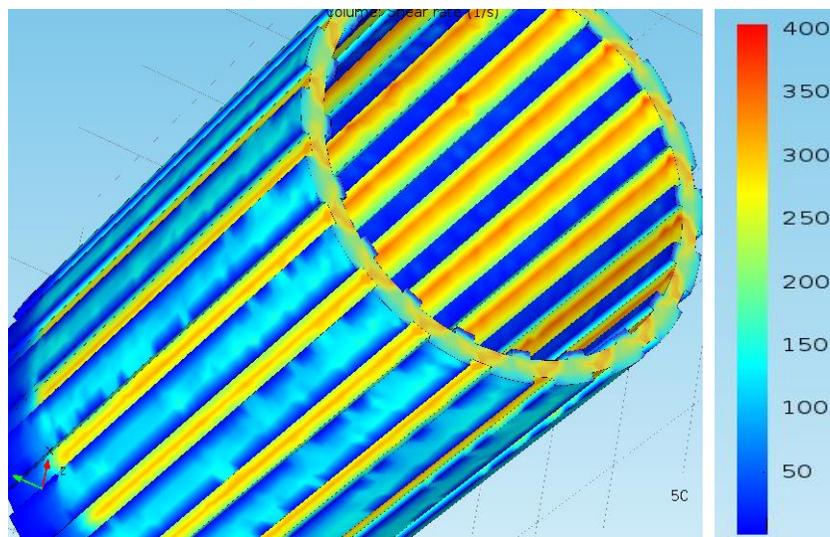


Figure 4- 52 : Distribution du gradient de cisaillement dans la simulation avec la configuration F pour un gap de 1mm

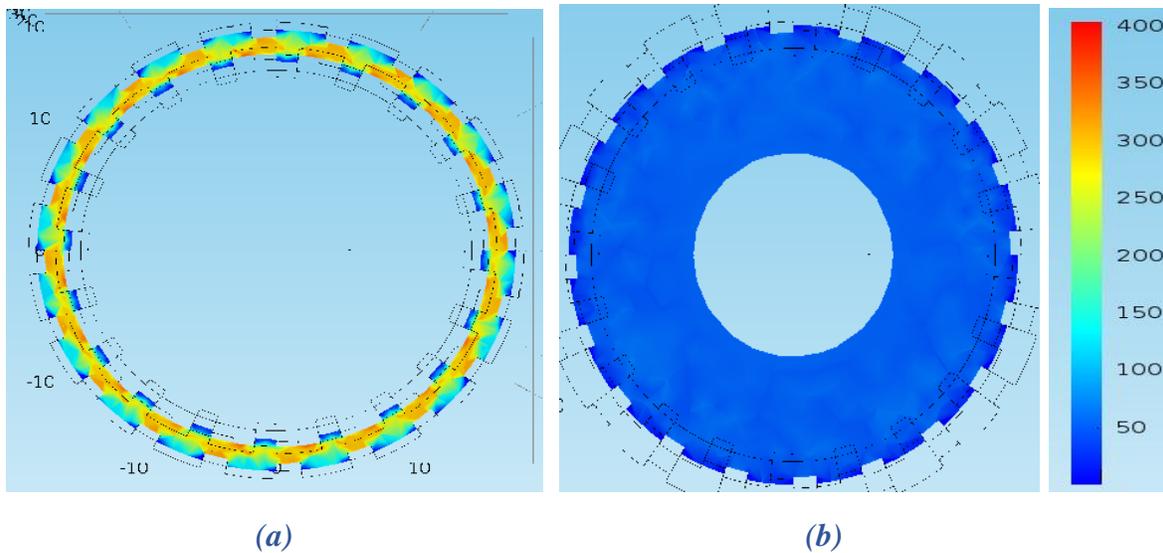


Figure 4- 53 : Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale (a) au milieu de la partie latérale du mobile (b) au milieu du cône au fond du mobile dans la configuration F pour un gap de 1mm

Les **Error! Reference source not found.** et **Error! Reference source not found.** présentent la distribution du gradient de cisaillement dans le volume total et sur la section horizontale au milieu de la partie latérale du mobile dans la simulation avec 1mm de gap effectué avec la configuration G. Nous observons premièrement une distribution typique du gradient de cisaillement résultant de l'écoulement dans une géométrie de type vane comme dans la littérature (Potanin, 2010). Le gradient obtient sa valeur maximale aux extrémités des pales du vane et sa valeur minimale est obtenue dans les régions situées entre les ailes. De plus, nous observons des hétérogénéités du gradient à la paroi du récipient bien que l'entrefer horizontal entre le mobile et le récipient soit grand (3,46mm), ce qui est dû aux rainures sur la paroi du récipient comme discuté précédemment.

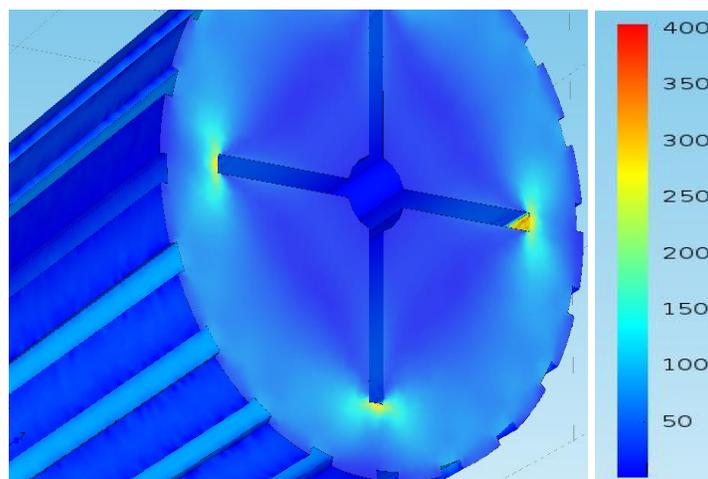


Figure 4- 54 : Distribution du gradient de cisaillement dans la simulation avec la configuration G pour un gap de 1mm

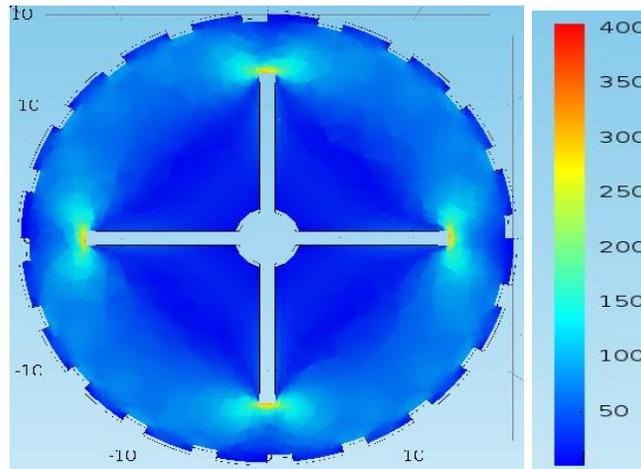


Figure 4- 55 : Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale au milieu de la partie latérale du mobile dans la configuration F avec un gap de 1mm

Concernant les valeurs du gradient de cisaillement, on obtient des valeurs très proches dans les configurations B et F dans la partie latérale du mobile, compte tenu de la similarité entre ces deux géométries. Comme montré dans la **Error! Reference source not found.**, la variation du gradient de cisaillement en fonction de l'entrefer latéral dépend de la position relative entre le mobile et le récipient. Le gradient atteint sa valeur maximale quand les deux stries se rencontrent et sa valeur minimale quand les deux rainures se rencontrent. De plus, le volume à la position de la rencontre des rainures peut être le triple de celui à la position où les stries se croisent, ce qui entraîne une très forte hétérogénéité de cisaillement. En revanche, à cause de sa surface lisse et de son petit diamètre, l'échantillon dans la zone du cône est cisailé faiblement et de façon homogène (**Error! Reference source not found.**). Une similarité du gradient entre les régions aux bouts et au milieu des rainures du récipient ainsi que la valeur maximale du gradient qui est environ de 65 s^{-1} sont observées. Plus précisément, le gradient obtient sa valeur maximale à la paroi du cône et une valeur constante dans la majorité de l'échantillon avant de diminuer à la paroi du récipient.

Dans, la configuration G, nous observons une similarité du cisaillement dans la région située entre les ailes du vane, quelle que soit la position relative par rapport aux stries du récipient (**Error! Reference source not found.**). Ceci confirme notre constat sur la zone de 0,5 mm influencé par les stries sur la paroi du mobile et du récipient dans la partie latérale du mobile. De plus, nous observons que le cisaillement dans l'échantillon ne dépasse pas 150 s^{-1} ce qui est significativement inférieur au gradient attendu (300 s^{-1}). La valeur maximale du gradient (environ 300 s^{-1}) n'est atteinte qu'aux extrémités des ailes. Autrement dit, sous l'effet du cisaillement du mobile vane tournant à la vitesse angulaire calculée en multipliant le gradient de cisaillement (300 s^{-1}) par le coefficient de conversion, l'intensité du cisaillement de l'échantillon dans la partie latérale du vane est seulement la moitié de celle aux extrémités des ailes et de celle dans les configurations dont le mobile est cylindrique. Concernant la ségrégation, il est bien évident que la configuration G avec le mobile vane réduit le potentiel de ségrégation des particules cimentaires à cause de la faible

intensité du cisaillement. Dans le chapitre 3, nous avons observé une contrainte de cisaillement supérieure dans les essais effectués avec le mobile vane par rapport à ceux effectués avec un mobile cylindrique (**Figure 3- 3, Figure 3- 4 et Figure 3- 5**). Ceci est dû à la thixotropie de l'échantillon dans la région située entre des ailes du vane qui augmente la viscosité du coulis ainsi que les réseaux interparticulaires qui empêchent le mouvement des particules cimentaires et réduisent le potentiel de ségrégation (Potanin, 2010). Ces résultats nous permettent de conclure que la ségrégation dans la configuration G est moins susceptible d'avoir lieu à cause de la faible intensité du cisaillement causé par le vane, ce qui conduit à des contraintes de cisaillement similaires entre les gaps de 3 et 10 mm pour les coulis ségréatif de E/C 0,7 (**Figure 3- 4**).

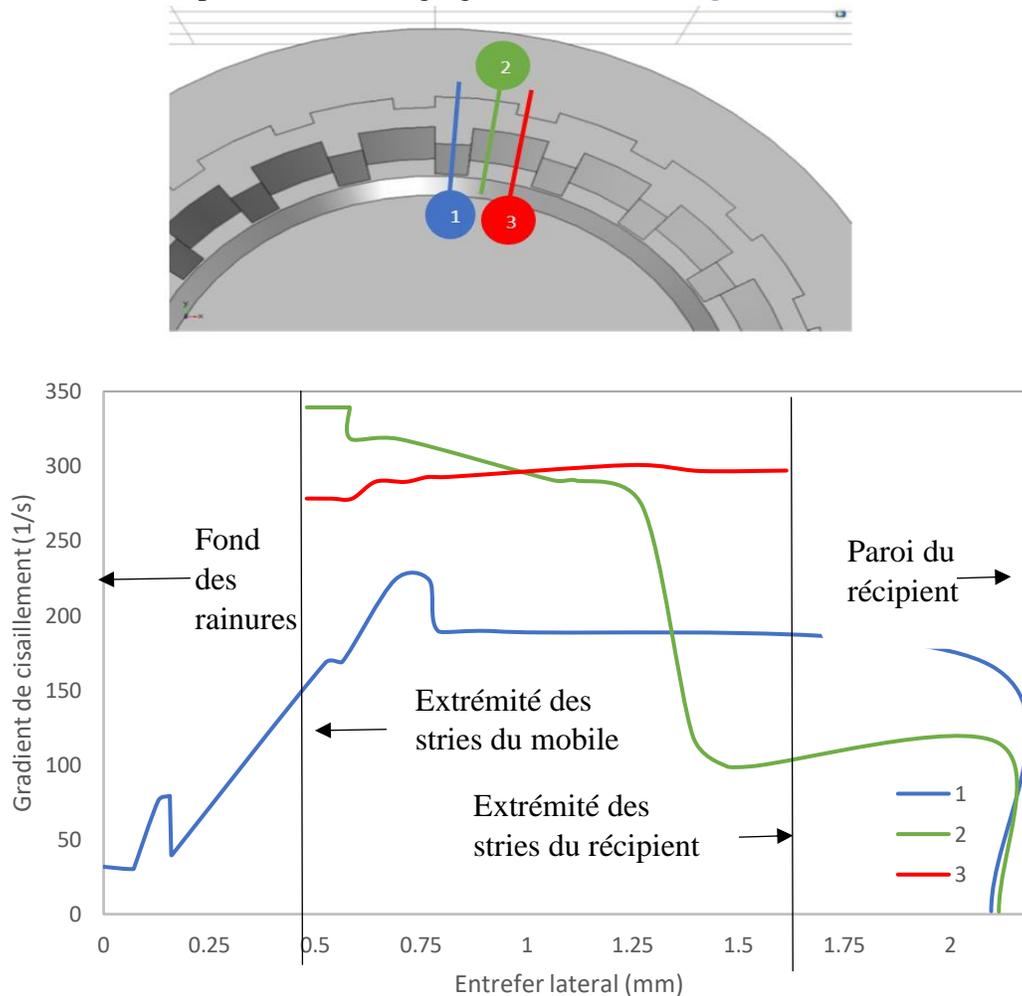


Figure 4- 56 : Variation du gradient de cisaillement en fonction de l'entrefer horizontal aux différentes positions locales sur la section horizontale au milieu du mobile de la configuration F avec 1mm de gap

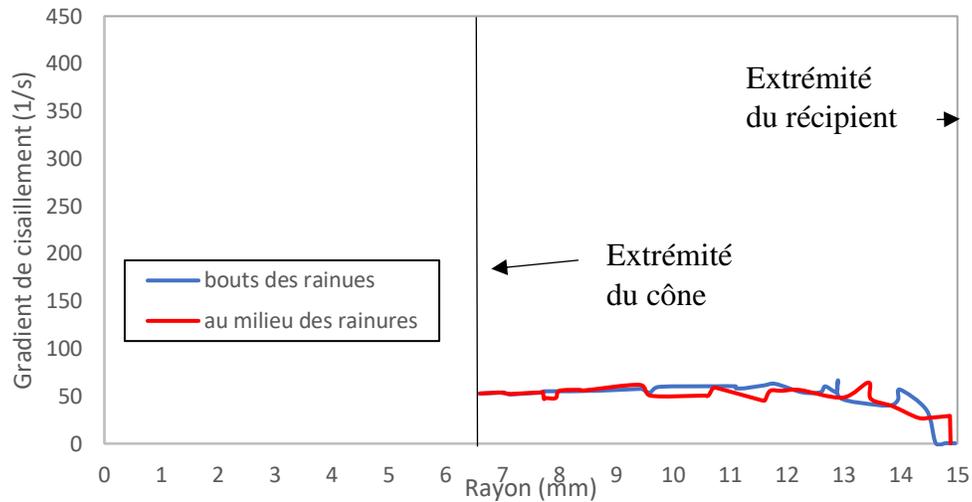


Figure 4- 57 : Variation du gradient de cisaillement en fonction de l'entrefer horizontal aux différentes positions locales sur la section horizontale au milieu du cône de la configuration F avec 1mm de gap

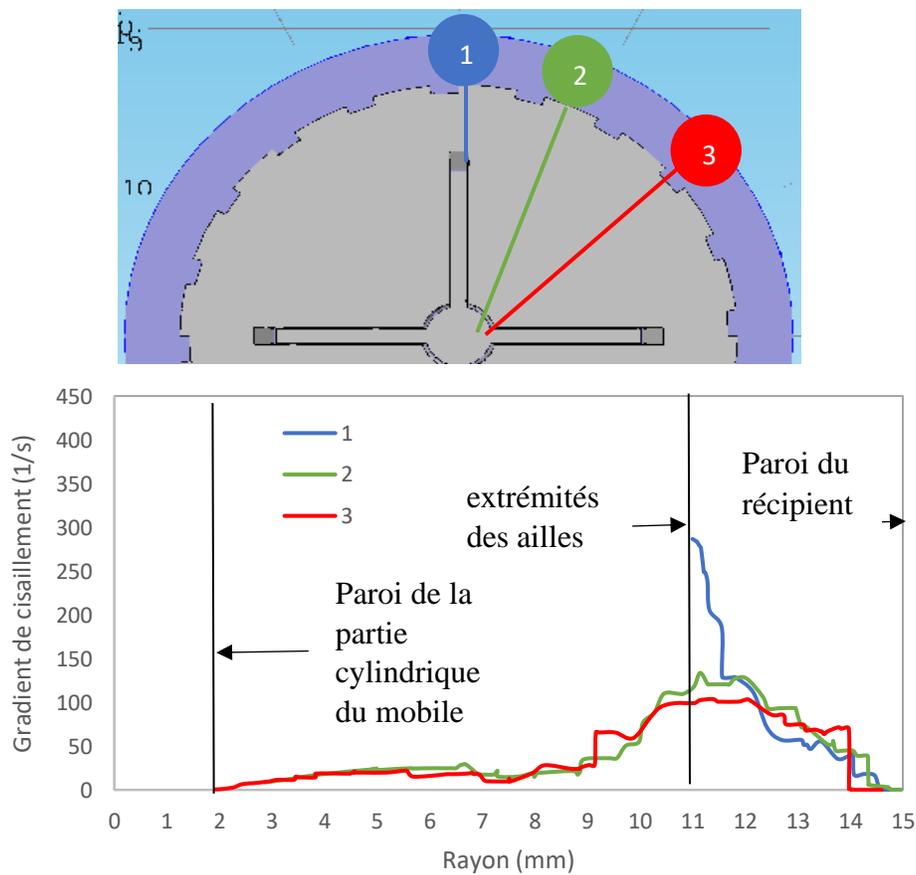


Figure 4- 58 : Variation du gradient de cisaillement en fonction de l'entrefer horizontal aux différentes positions locales sur la section horizontale au milieu du mobile de la configuration G avec 1mm de gap

4.5.2.1.2. Partie inférieure du mobile

Les **Error! Reference source not found.** et **Error! Reference source not found.** présentent la distribution et la variation en fonction de la distance entre l'axe du mobile et du récipient du gradient de cisaillement à 0,5mm en dessous du mobile dans la configuration F pour des gaps de 1 et 10mm. La présence du cône en partie inférieure du mobile (sur une profondeur de 7 mm) réduit considérablement l'intensité du cisaillement dans cette zone comparativement à la partie supérieure. Autrement dit, le cisaillement de la partie inférieure de cette configuration avec un gap de 1 mm est similaire à celui de la configuration B avec un gap de 8mm. Ces figures permettent de constater que l'intensité du cisaillement dans la partie conique du mobile est considérablement plus faible que dans la partie supérieure. A cause de la faible intensité du cisaillement, les particules ségréguées n'ont pas la possibilité de recirculer vers la partie supérieure ce qui entraîne une similarité de contrainte de cisaillement entre les gaps de 3 et 10 mm observée dans la **Figure 3- 5**.

Dans la configuration G, l'échantillon dans la partie inférieure du mobile est fortement cisailé avec une intensité significativement supérieure à celle observée dans la partie latérale du vane (**Error! Reference source not found.**). Plus précisément, dans le cas du gap de 1 mm, à partir du centre du mobile, le gradient de cisaillement augmente et atteint sa valeur maximale au bout des ailes du vane avant de diminuer jusqu'à la paroi du récipient. La valeur maximale est d'environ 450s^{-1} qui est supérieur à la valeur maximale dans la partie latérale du mobile (300 s^{-1}) et le triple du cisaillement observé dans la majorité de l'échantillon (150 s^{-1}) (**Error! Reference source not found.**). La tendance est similaire pour le gap de 10 mm avec une intensité plus faible. La valeur maximale du gradient est d'environ 250 s^{-1} mais supérieure à la majorité de l'intensité du gradient dans la partie latérale du mobile. Cette intensité peut entraîner le remaniement des particules ségréguées comme observé dans la configuration B. Cependant, comme montré précédemment, la ségrégation des particules cimentaires dans la partie latérale du mobile est peu probable car l'intensité du cisaillement dans la partie latérale du mobile est très faible. Ceci explique la similarité entre les gaps 3 et 10mm observée dans la **Figure 3- 4**.

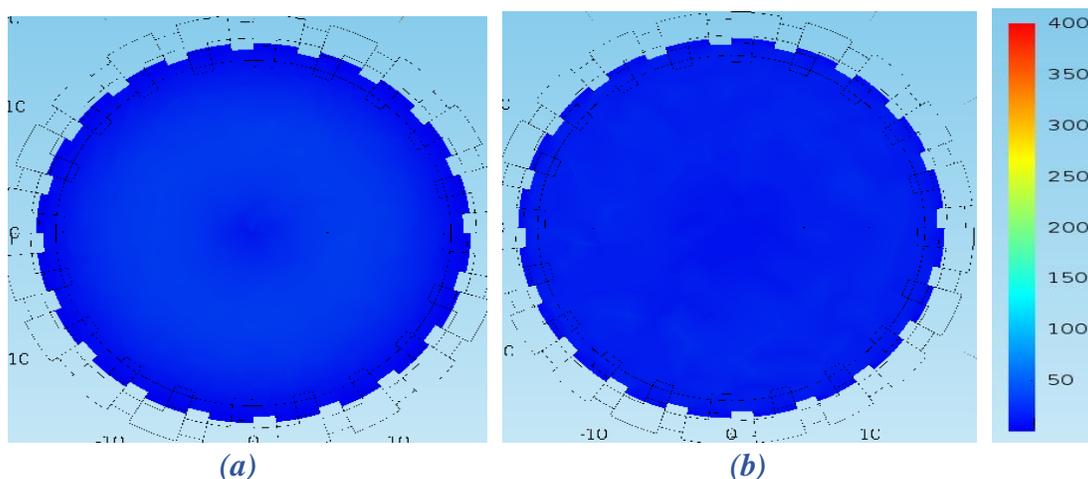


Figure 4- 59 : Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale à 0,5mm en dessous du mobile dans la configuration F pour un gap de (a) 1mm et (b) 10mm

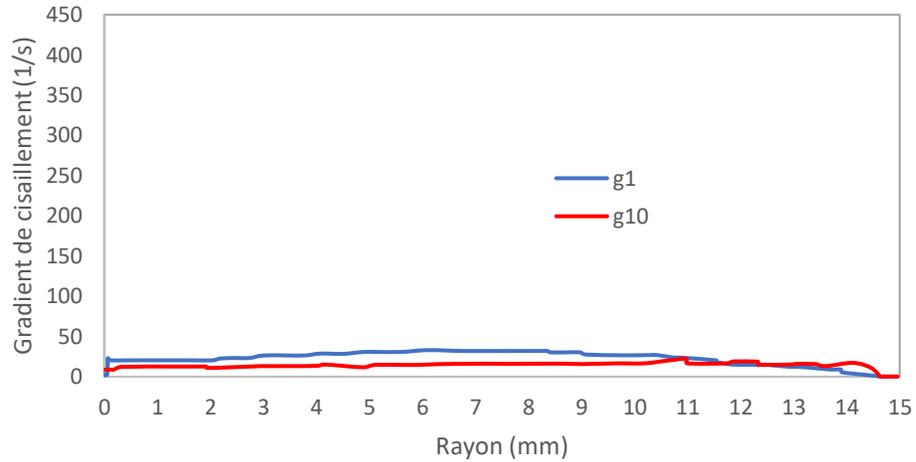


Figure 4- 60 : Variation du gradient de cisaillement en fonction la distance entre l'axe du mobile et du récipient à 0,5mm en-dessous du mobile dans la configuration F pour des gaps de 1mm et 10mm

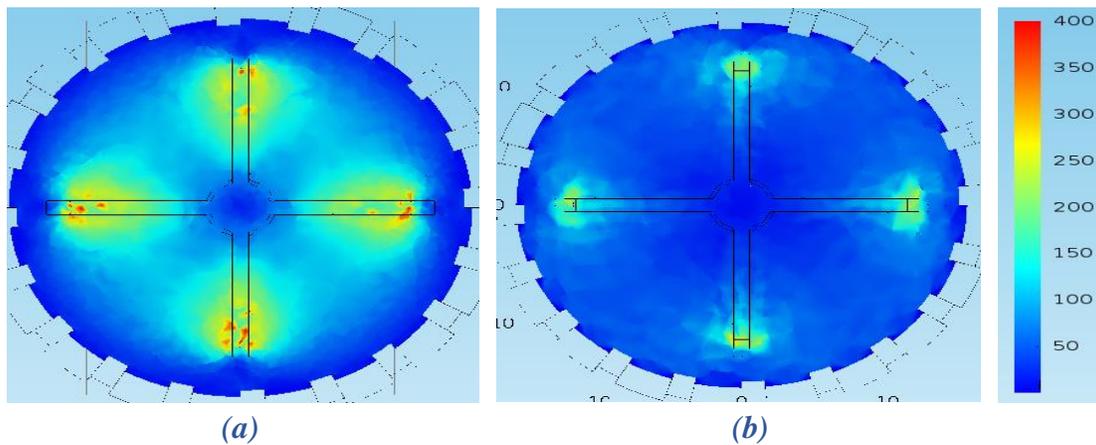


Figure 4- 61 : Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale à 0,5mm en-dessous du mobile dans la configuration G pour les gaps de (a) 1mm et (b) 10mm

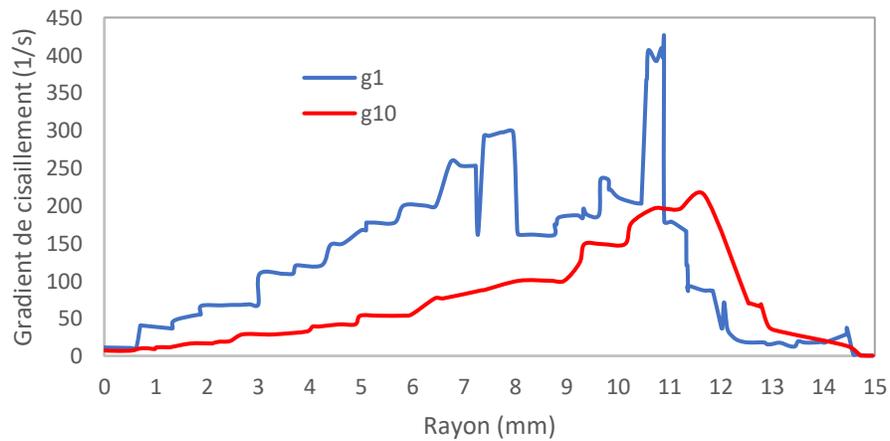


Figure 4- 62 : Variation du gradient de cisaillement en fonction la distance entre l'axe du mobile et du récipient à 0,5mm en-dessous du mobile dans la configuration F pour des gaps de 1mm et 10mm

4.5.2.2. Cisaillement longitudinal

Les **Error! Reference source not found.** et **Error! Reference source not found.** montrent le profil du gradient de cisaillement dans les configurations F et G pour des gaps de 3mm et 10mm. Les résultats simulés des configurations F renforcent les constats de la partie précédente. Comme les rainures sur les parois du récipient et du mobile cône sont similaires à celles de la configuration B, nous observons un cisaillement identique dans la partie latérale du mobile, c'est-à-dire des hétérogénéités du gradient de cisaillement aux différentes positions sur les parois du mobile et du récipient horizontalement et verticalement. Pourtant, concernant le cisaillement de la partie inférieure du mobile, malgré une similarité de cisaillement, il existe une zone autour et au-dessous de la partie conique où le gradient de cisaillement est très faible (inférieure à $50s^{-1}$). Donc, le remaniement des particules dans cette zone vers la partie supérieure cisailée à $300s^{-1}$ est très difficile et la ségrégation ne peut être complète pour le gap de 3mm. Ceci explique la similarité des contraintes de cisaillement entre les gaps 3 et 10mm avec la configuration F.

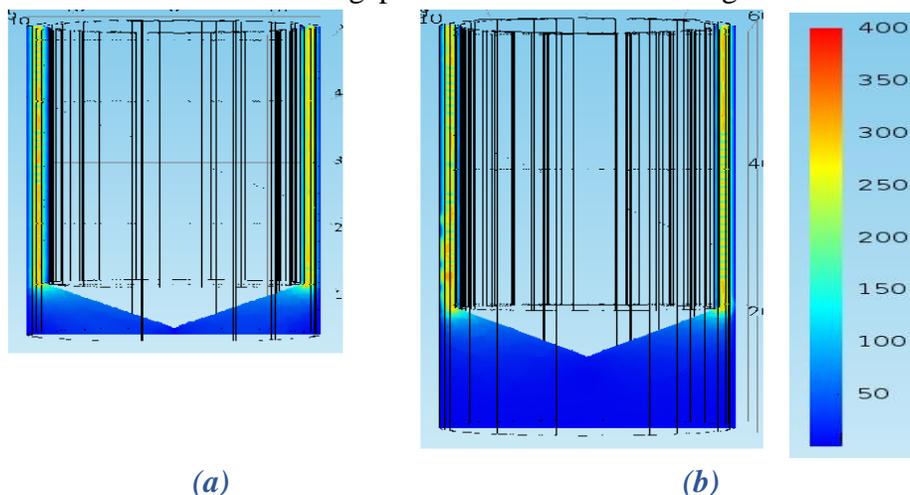


Figure 4- 63 : Distribution verticale du gradient de cisaillement dans la configuration F pour un gap de (a) 1mm et (b) 10mm

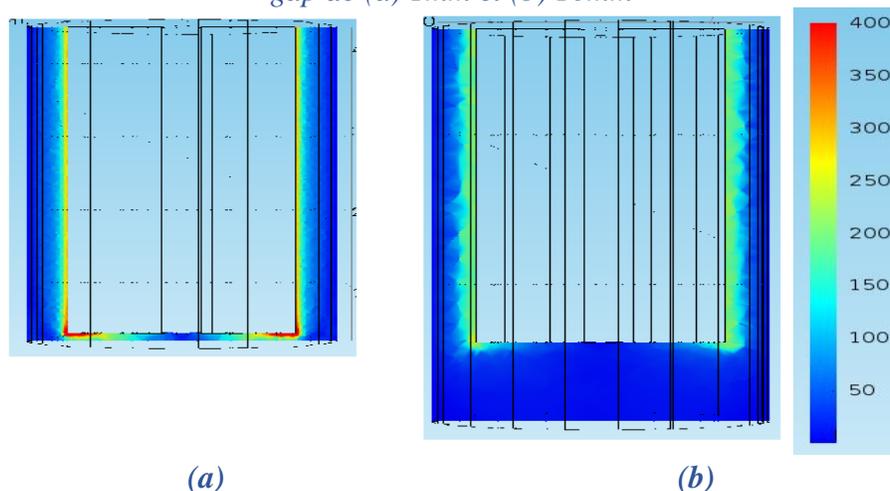


Figure 4- 64 : Distribution verticale du gradient de cisaillement dans la configuration G pour un gap de (a) 1mm et (b) 10mm

Cependant, la simulation de l'écoulement dans la configuration G ne permet pas d'expliquer le cisaillement du fluide entre le vane et le récipient. Un cisaillement très faible est observé dans la majorité de l'échantillon en comparant avec celui des configurations B et F. Plus précisément, en appliquant la vitesse angulaire correspondant au gradient de 300s^{-1} , seule la zone proche des extrémités des ailles est cisailée à 300s^{-1} , le gradient de cisaillement dans les zones latérale et inférieure du mobile est inférieur à 100s^{-1} . Ces résultats ne sont pas cohérents avec le cisaillement à forte intensité discuté dans le chapitre 3 ni avec la contrainte de cisaillement expérimentale plus élevée obtenue au vane par rapport aux mobiles cylindriques. Cette incohérence est probablement due aux hypothèses utilisées pour la simulation de la configuration G. D'après (Potanin, 2010), le gradient de cisaillement et le couple exercé sur la paroi du mobile dans la simulation de l'écoulement d'un coulis entre un vane et un récipient cylindrique peuvent être sous-estimés en appliquant un modèle en quasi-statique (équilibre) qui ne prend pas en compte l'évolution en fonction du temps des paramètres (la thixotropie). Afin d'avoir des résultats exacts, il faudrait appliquer un modèle thixotrope.

4.6. Synthèse

Dans ce chapitre, les simulations de l'écoulement d'un fluide Newtonien dans 7 configurations de cylindres coaxiaux sont réalisées en utilisant COMSOL Multiphysics. Parmi les configurations étudiées, les configurations A, C, E comprennent un récipient de paroi lisse et un mobile de paroi striée tandis que les parois du récipient et du mobile de la configuration B sont toutes deux striées et que la configuration D comprend un récipient de paroi striée et un mobile de paroi lisse. Les configurations F et G utilisent le même récipient que dans la configuration B avec un mobile cylindre+cône ou une géométrie vane. Notre objectif est d'étudier l'influence des caractéristiques géométriques sur l'écoulement d'un fluide Newtonien et ensuite déduire la ségrégation dynamique des particules cimentaires des coulis s'écoulant dans ces configurations.

Afin de répondre à cet objectif, la viscosité apparente du coulis de E/C 0,4 calculée au palier de 300s^{-1} dans l'essai effectué avec les rhéomètres Haake et Anton Paar est utilisée comme viscosité du fluide Newtonien dans les simulations. Un autre paramètre appliqué dans COMSOL est la vitesse angulaire du mobile qui est différente dans chaque cas à cause de leurs dimensions géométriques.

La solution des équations de Navier Stokes en 3-D dans le régime laminaire montre que la configuration B conduit à un écoulement hétérogène à cause des rainures de grandes dimensions comparativement à l'entrefer horizontal entre les deux cylindres (0,5mm contre 1,13mm). De multiples hétérogénéités de cisaillement sont observées dans tout le volume de l'échantillon, verticalement et horizontalement. Le fluide est cisailé radialement plutôt que tangentiellement comme rapporté dans littérature avec les cylindres à paroi lisse. Dans le cas de la configuration A, dont les rainures sur la paroi du mobile sont plus petites (0,2 mm) et l'entrefer horizontal plus important (2,69 mm), nous observons au contraire une homogénéité du cisaillement dans le volume total de l'échantillon malgré les petites hétérogénéités proches du mobile.

Contrairement aux résultats trouvés dans littérature, la région inférieure du mobile est aussi cisailée et avec une intensité plus forte que dans l'entrefer dans le cas de gaps faibles. Le cisaillement dans la partie inférieure ressemble à celui observé dans les géométries plan-plan où la valeur du gradient de cisaillement ne dépend que la vitesse de rotation et de la dimension du plan. Il atteint sa valeur maximale à l'aplomb de l'entrefer du mobile et une valeur nulle à l'axe du fond et à la paroi du récipient. Nous avons montré aussi que le fluide, avec des gaps de 1 à 3 mm est cisailé différemment, avec une très grande intensité tandis que dans le cas des gaps supérieurs à 4mm, la distribution du gradient de cisaillement en fonction de la profondeur est similaire. Cependant, le cisaillement dans cette région n'influe pas la valeur du couple total exercé sur la paroi du mobile car la surface du fond est beaucoup plus faible que la surface latérale du mobile et peut être négligée. Ces résultats nous aident à expliquer le retard de ségrégation dans le 1er cycle des essais avec la configuration B dans le chapitre 3. L'écoulement dans la configuration B est fortement hétérogène. Ceci peut empêcher le déplacement vers le fond du récipient des particules cimentaires. De plus, l'hypothèse du remaniement des particules dans les faibles gaps proposée par (Hoang et al., 2015) est aussi confirmée par le cisaillement à forte intensité de la partie inférieure du mobile. Ce cisaillement dans le cas du gap inférieur à 4 mm est plus élevé que celui de la partie supérieure et diminue en augmentant le gap.

Les simulations avec des configurations C, D et E montrent que les rainures sur le récipient jouent le rôle le plus important sur le changement de l'écoulement dans la configuration B. De plus, on a trouvé que quelles que soient leurs dimensions, les rainures perturbent l'écoulement sur une épaisseur de 0.5mm. Donc, afin d'avoir un écoulement laminaire et homogène, l'entrefer horizontal entre les deux cylindres doit être au minimum de 1,5mm. Nous avons montré aussi que le mobile avec cylindre creux est le plus adapté pour notre méthodologie de caractérisation de la ségrégation dynamique des particules. Le mobile cylindre+cône (configuration F) ne permet pas le remaniement des particules ségrégées à cause de la faible intensité du cisaillement dans la partie conique du cylindre mobile. D'autre part, l'intensité du gradient de cisaillement dans la partie latérale du vane (configuration G) n'est pas suffisante pour créer la ségrégation.

Il existe des limitations à cette étude numérique qui peuvent être améliorées par des travaux futurs. Premièrement, notre modèle n'est pas viscoélastique et le fluide est considéré comme Newtonien tandis que les paramètres introduits dans le logiciel viennent d'un fluide thixotropique. Deuxièmement, les mobiles simulés ne comprennent pas de bulles d'air au fond ce qui peut forcément influencer le cisaillement dans la partie inférieure du mobile. Troisièmement, les configurations dans lesquelles de la turbulence est attendue devraient être resimulées avec un modèle prenant en compte la turbulence. Quatrièmement, toutes les simulations ont été réalisées en considérant qu'il existe aucun glissement sur les parois des cylindres. Il faut déterminer la taille des stries et des rainures afin d'éviter le glissement.

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Ce travail de recherche s'inscrit dans la problématique de l'évolution de la structuration des matériaux cimentaires frais à l'échelle des grains de ciment et des granulats lors de différentes phases de la mise en œuvre (malaxage, transport, mise en place dans les coffrages) afin de mieux comprendre comment celles-ci peuvent influencer sur les propriétés des matériaux durcis. Elle est centrée sur la caractérisation de la ségrégation des particules colloïdales et non-colloïdales dans les coulis cimentaires. Son objectif est, en premier lieu, d'adapter la méthodologie proposée par (Hoang et al, 2015) sur un rhéomètre type Couette présentant une configuration géométrique différente, et déterminer, en deuxième lieu, l'influence des caractéristiques géométriques du rhéomètre sur les conditions de cisaillement et sur le potentiel de ségrégation dynamique des particules colloïdales et non-colloïdales des suspensions cimentaires pendant les essais rhéométriques.

Pour répondre à cet objectif, nous avons, initialement, vérifié si la configuration géométrique de notre dispositif d'essai (désignée comme configuration B) permettait d'appliquer la méthodologie de (Hoang et al. 2015) à la caractérisation du comportement rhéologique des coulis cimentaires ainsi qu'au suivi de leur état de stabilité sous cisaillement. En se basant donc sur le protocole spécifique déterminé par (Hoang et al, 2015) pour la caractérisation rhéologique des coulis, nous avons vérifié la validité du critère de ségrégation proposé, sur plusieurs coulis cimentaires et analysé les relations quantitatives probantes entre les grandeurs mesurables du comportement rhéologique sous cisaillement. Parallèlement, nous avons vérifié l'évolution de la fraction volumique des coulis dans la partie haute du volume cisailé dans le rhéomètre au cours des différentes étapes de l'essai de caractérisation rhéologique. Ainsi, nous avons démontré qu'à cause des phénomènes locaux dus à la différence des caractéristiques géométriques de deux configurations (configuration A utilisée par (Hoang et al., 2015) et configuration B utilisée dans notre étude), la méthodologie ne pouvait pas s'appliquer en l'état et devrait être adaptée. Une série de modifications a été proposée et validée. Les résultats obtenus par la méthodologie modifiée ont été ensuite comparés avec ceux de (Hoang et al., 2015) afin de comprendre l'influence des conditions de cisaillement sur la ségrégation des coulis.

Plus précisément, nous avons démontré, en premier lieu, que l'écart relatif de contrainte de cisaillement entre le gap vertical de 1 et de 10 mm au cours du 1^{er} cycle, proposé par (Hoang et al., 2015), ne pouvait pas être utilisé pour caractériser la ségrégation dynamique des coulis cimentaires avec la configuration B. Avec la configuration B, les valeurs de contrainte de cisaillement mesurées avec le gap de 1 et de 2 mm sont systématiquement plus élevées que celles avec des gaps supérieurs pour tous les coulis indépendamment de leur potentiel de ségrégation. C'est à partir du gap de 3 mm que les valeurs de contrainte des coulis stables restent stables et ne

varient pas en fonction du gap. Ainsi, nous avons conclu que pour la configuration B, la méthodologie de (Hoang et al., 2015) doit être appliquée en utilisant la différence relative de la contrainte de cisaillement entre le gap de 3 et de 10 mm. En effet, avec le gap de 3 mm, les particules éventuellement ségréguées au fond du récipient peuvent être remaniées alors qu'avec le gap de 10 mm il y a suffisamment de place pour la formation d'une couche dense des particules non perturbée par les cycles de cisaillement, ce qui entraîne la diminution de la contrainte de cisaillement. Nous observons, en effet, un pic de contrainte lors du pré-cisaillement à fort gradient de cisaillement avec le gap de 3 mm des coulis ségrégatifs, qui est, en plus, amplifié au cours du 2^e cycle, tandis qu'aucun pic n'est observé avec le gap est 10 mm. Notons toutefois que ce pic de contrainte est considérablement plus prononcé dans les mesures de (Hoang et al., 2015) faites avec le gap de 1 mm.

Ensuite, nous avons trouvé que le critère de ségréabilité proposé par (Hoang et al., 2015) basé sur l'écart relatif de la contrainte de cisaillement en fonction du gap pour un gradient de cisaillement de 300 s^{-1} au cours du 1^{er} cycle n'était pas adapté à la configuration B. Nous avons observé, en effet, au cours du 1^{er} cycle une fluctuation des valeurs du critère dans le cas des coulis stables. De plus, une diminution de ce critère en fonction du rapport E/C dans le cas des coulis fortement ségrégatifs ($E/C > 0,65$), en pleine contradiction avec la possibilité de précipitation des particules solides vers le fond du récipient à cause de la forte diminution de la viscosité du coulis dans ce cas. En outre, le critère de ségréabilité calculé avec l'écart de contrainte du 1^{er} cycle ne correspond pas à la diminution de la fraction solide au début et à la fin du 1^{er} cycle. En revanche, nous avons démontré que lorsque le critère est appliqué aux mesures du 2^e cycle, il se trouve fortement corrélé avec la diminution de la fraction solide de la partie haute du coulis entre le début et la fin des essais. De plus, nous observons, dans ce cas, une augmentation régulière du critère de ségréation en augmentant le rapport E/C des coulis. Ainsi, nous avons conclu que la caractérisation de la ségréation sous cisaillement des coulis avec la configuration B doit se baser sur l'écart de la contrainte de cisaillement entre le gap de 3 et de 10 mm au cours du 2^e cycle.

Plus précisément, la comparaison des résultats rhéométriques des coulis entre les 2 études nous a permis de constater qu'il existe un retard dans la ségréation des particules de ciment avec la configuration B comparativement à la configuration A. A notre avis, ce retard est essentiellement dû à la différence des caractéristiques géométriques entre les deux configurations. La configuration A, utilisé par (Hoang et al., 2015), se caractérise par des cylindres coaxiaux de plus grand diamètre avec un entrefer latéral plus large que la configuration B. Ceci conduit à un plus grand volume de coulis cisailé dans le rhéomètre qui augmente la possibilité de ségréation dynamique des particules. Par ailleurs, les rainures à fort relief comparativement à l'entrefer horizontal (0,5 mm et 1,13mm respectivement) sur les parois du mobile et du récipient de la configuration B engendrent des conditions d'écoulement très différentes à celles de la configuration A. Notons également que la configuration A est munie d'un récipient avec les parois lisses et un mobile avec des rainures de petites dimensions comparativement à l'entrefer horizontal (0,2 mm et 2,64 mm respectivement). Enfin, notre ciment (Ciment CEM I 52,5 R CP2 ULTRACEM) est plus fin et

forme des coulis avec une viscosité plus importante que celui utilisé par (Hoang et al., 2015) ce qui réduit aussi la vitesse de ségrégation.

Par ailleurs, une étude détaillée du critère de ségrégabilité généralisé à tous les paliers du gradient de cisaillement mesurés, nous a permis de comprendre mieux l'évolution de la suspension pendant l'essai rhéométrique ainsi que l'éventuelle ségrégation des particules solides. Nous constatons, en premier lieu, que la variation du critère de ségrégabilité en fonction du gradient de cisaillement des coulis stables est indépendante du gap et du cycle. Ceci démontre l'homogénéité du coulis au cours des essais. Par contre, nous observons une augmentation considérable des valeurs du critère de ségrégabilité au cours des paliers successifs de cisaillement du 2^e cycle comparativement à ceux du premier cycle, ce qui signifie que la ségrégation des particules a lieu pendant le repos entre les deux cycles et surtout pendant le pré-cisaillement au début du 2^e cycle.

La méthodologie adaptée à la configuration B a été appliquée à la caractérisation du potentiel de ségrégation dynamique des particules non-colloïdales dans les suspensions cimentaires. Des billes de 150 μm de diamètre ont été utilisées pour les essais. Nous avons constaté que la vitesse de ségrégation dynamique de ces particules non-colloïdales est globalement plus faible que celle des particules colloïdales. Plus précisément, les valeurs du critère des coulis faiblement ségrégatifs sans billes ($E/C < 0,65$) sont très proches à celles des mêmes coulis avec billes. Ceci démontre une stabilité sous cisaillement des billes malgré l'existence de la ségrégation des particules cimentaires. Autrement dit, la présence des billes n'influence pas la ségrégation des particules cimentaires. Cependant, dans le cas des coulis fortement ségrégatif ($E/C > 0,65$), les valeurs du critère de ségrégabilité des coulis avec billes sont significativement plus élevées que celles sans billes, ce qui signifie la ségrégation des toutes les particules colloïdales et non-colloïdales sous cisaillement. Grâce à ces résultats, nous pouvons élaborer une classification du potentiel de ségrégation des particules non-colloïdales dans les suspensions cimentaires en se basant sur les paramètres de formulation.

Pour compléter ce travail, une simulation numérique a été développée permettant d'illustrer l'écoulement des coulis cimentaire dans les rhéomètres en tenant compte des détails de la configuration géométrique de leurs dispositifs. Dans cette simulation, les coulis ont été considérés comme les fluides Newtoniens dont la viscosité est égale à la viscosité apparente des coulis cimentaires au palier de 300 s^{-1} aux 2 cycles. La simulation a permis de mettre en évidence les phénomènes qui sont à l'origine de la différence des résultats entre les deux configurations étudiées. Elle a permis aussi de vérifier les hypothèses de (Hoang et al., 2015) sur la ségrégation dynamique des coulis sous l'influence du cisaillement dans le rhéomètre, en particulier, en ce qui concerne les conditions de cisaillement dans la partie inférieure du cylindre mobile en fonction du gap vertical et le remaniement des particules ségrégées lorsque le gap vertical est faible.

Avec la simulation nous avons étudié aussi l'influence de la rugosité de la paroi des cylindres coaxiaux sur les résultats rhéométriques. Ainsi, nous avons pu démontrer qu'avec la configuration

B le coulis subit dans l'entrefer horizontal un écoulement fortement hétérogène à cause des rainures à fort relief sur les parois du mobile et du récipient. L'hétérogénéité des contraintes de cisaillement est observée tout au long du mobile ainsi que dans le sens radial. Les suspensions cimentaires sont soumises à des contraintes de cisaillement radial ce qui empêche la ségrégation des particules cimentaires vers la paroi du cylindre extérieur. En contrepartie, un écoulement laminaire est observé dans le cas de la configuration A utilisé par (Hoang et al., 2015) grâce aux petites dimensions des rainures sur la paroi du mobile et à la surface lisse de la paroi du récipient. Nous observons aussi que, dans le cas des coulis stables, la contrainte de cisaillement simulée et similaire à celle mesurée expérimentalement quel que soit le gap, ce qui démontre la fiabilité de notre simulation. De plus, nous avons observé qu'avec le gap de 10 mm, la contrainte de cisaillement simulée des coulis ségrégatifs est plus forte que celle mesurée expérimentalement ce qui prouve indirectement la ségrégation dynamique des coulis pendant les essais. Tout cela nous a permis de conclure que le retard de ségrégation dynamique des coulis avec la configuration B est dû principalement aux conditions d'écoulement différentes de celles avec la configuration A dans les entrefers latéral et horizontal.

Enfin, avec la simulation nous avons étudié l'influence des rainures sur l'écoulement dans le rhéomètre de Couette et nous avons montré que les rainures sur la paroi du récipient jouent un rôle primordial sur les hétérogénéités du cisaillement dans la plus grande partie du volume cisailé de la suspension. En revanche, les rainures sur la paroi du mobile engendrent des hétérogénéités dans une petite zone proche du mobile dont l'épaisseur est limitée à 0,5 mm. Notre conclusion est que pour avoir un écoulement laminaire, il faut que le rhéomètre de Couette soit équipé d'un récipient avec une paroi lisse et d'un entrefer horizontal entre les deux cylindres supérieur à 1,5 mm ce qui est 3 fois l'épaisseur de la zone perturbée.

Au vu des résultats précédents, les perspectives de ce travail sont nombreuses. Premièrement, nous avons démontré la possibilité de caractériser le potentiel de ségrégation des particules dans les suspensions cimentaires pendant les essais rhéométriques dans deux différentes configurations géométriques de rhéomètres type Couette à condition d'adapter chaque fois le protocole aux conditions d'écoulement des suspensions dans le dispositif. Et nous avons expliqué comment le relief de la surface du cylindre mobile et du cylindre fixe influe sur le comportement des suspensions. Il serait intéressant de vérifier expérimentalement la possibilité d'étendre cette méthodologie dans d'autres dispositifs avec des configurations géométriques différentes. Deuxièmement, il serait intéressant de relier le potentiel de ségrégation dynamique des suspensions cimentaires, mesuré par rhéométrie, au comportement de ces suspensions sous cisaillement lors du pompage, du transport et éventuellement de l'injection pendant lesquels elles subissent des très forts cisaillements. Troisièmement, nous avons démontré qu'il y a des différences significatives vis-à-vis du processus de ségrégation dynamique entre les particules cimentaires considérées comme des particules colloïdales et les billes de verre considérées comme des particules non-colloïdales. Il serait intéressant de vérifier l'étendue de cette constatation dans le cas des particules

de sable et de gravillon dans les matériaux cimentaires et, plus particulièrement, dans le cas des bétons autoplaçants afin de mieux maîtriser leur stabilité pendant la mise en œuvre.

REFERENCE

1. Abbott, J. R., « Experimental observations of particle migration in concentrated suspensions: Couette flow », *J. Rheol.* **35**, 773–795, (1991).
2. Amziane, « A novel settling and structural build-up measurement method », *Meas. Sci. Technol.* **19** (10), (2008).
3. Ancey, H. Jorrot, « Yield stress for particle suspensions within a clay dispersion », *J. Rheol.* **45** 297–319, (2001).
4. Assaad, « Effect of vane configuration on yield stress measurements of cement pastes », *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* **230**, 31–42, (2016).
5. Atzeni, « Comparison between rheological models for portland cement pastes. », *Cement and Concrete Research* **15**(3): 511-519, (1985).
6. Bachelor, « The effect of Brownian motion on the bulk stress in a suspension of spherical particles. » *Journal of Fluid Mechanics*, **83**, 97-117, (1977).
7. Banfill, P. F. G. « Additivity effects in the rheology of fresh concrete containing water-reducing admixtures. » *Construction and Building Materials* **25**(6): 2955-2960, (2011).
8. Barman, « Fluid motion between rotating concentric cylinders using COMSOL Multiphysics™, » *Proceedings of the 2015 COMSOL Conference in Boston*, (2015).
9. Barnes, « Thixotropy—a review », *J. Non-Newtonian Fluid Mech.* **70**, 1–33, (1997).
10. Barnes, H. A. et U. o. Wales, « Viscosity », University of Wales, (2002).
11. Beaupré, « Rheology of High Performance Shotcrete », University of British Columbia, Canada, (1994).
12. Bentz, D. P. et K. K. Hansen, « Preliminary observations of water movement in cement pastes during curing using X-ray absorption. » *Cement and Concrete Research* **30**(7): 1157-1168, (2000).
13. Bhatti, J. I. 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).
14. Briant, « Propriétés rhéologiques des lubrifiants », p. 12, éd. Technip, 330 p., 1985.

15. Bui, « Rapid testing method for segregation resistance of self-compacting concrete », *Cement and Concrete Research*, 32(9), 1489-1496, (2002).
16. Chatterji, « On the properties of freshly made Portland cement paste. Part 2: sedimentation and strength of flocculation », *Cem. Concr. Res.* 18 615–620, (1988).
17. Chhabra, R. P. « Bubbles, Drops, and Particles in Non-Newtonian Fluids », CRC Press, (2006).
18. Conrrazé, « Initiation à la rhéologie : Bases théoriques et applications expérimentales », (2014).
19. Coté P., << Environmental aspects of stabilization and solification hazardous and radioactive waste>>, 1989.
20. Couette, « Studies relating to motion of liquids », (*Phys.*)**21**, 433, (1890).
21. Coussot, « Rheometry of pastes, suspensions, and granular materials », (2005).
22. Curcio, F. et B. A. DeAngelis, « Dilatant Behavior of Superplasticized Cement Pastes Containing Metakaolin 1. », *Cement and Concrete Research* 28(5): 629-634, (1998).
23. Cyr, « Contribution à la caractérisation des fines minérales et à la compréhension de leur rôle joué dans le comportement rhéologique des matrices cimentaires. » Thèse. (1999).
24. De Larrard, « Fresh concrete: A Herschel-Bulkley material. », *Materials and Structures* 31(7): 494-498, (1998).
25. Einstein, « Eine neue Bestimmung der Moleküldimensionen ». *Ann. Phys.* **19**, 289-306, (1906).
26. El-Chabib, « Effect of mixture design parameters on segregation of self-consolidating concrete. » *ACI materials journal.*, 103(5), 374-38, (2006).
27. Esmaeilkhanian, « Dynamic Stability of Self-Consolidating Concrete: Development of Test Methods and Influencing Parameters », Thesis. Sherbrooke, Qc, Canada, Université de Sherbrooke, (2011).
28. Evans, I. D. « Letter of the editor: on the nature of the yield stress. », *Jour. Of Rhel.* 36(7): 1313 – 1316, (1992).
29. Ferraris « Testing and modelling of fresh concrete rheology. » National Institute of Standards and Technology, NISTR 6094, Gaithersburg, MD, February: 61, (1998).
30. Ferron, « Aggregation and breakage kinetics of fresh cement paste », *Cement and Concrete Research* 50 1–10, (2013).

31. Feys, « Measuring rheological properties of cement pastes: most common techniques, procedures and challenges », RILEM Technical Letters (2017) 2: 129-135.
32. Flatt, « Conformation of adsorbed comb copolymer dispersants », Langmuir 25 (2) 845–855, (2009).
33. Flatt, « Dispersion forces in cement suspensions », Cem. Concr. Res. 34 (2004).
34. Flatt, « Electrostatic repulsion between particles in cement suspensions: domain of validity of linearized Poisson–Boltzmann equation for non-ideal electrolytes », Cem. Concr. Res. 33, 781–791, (2003).
35. Flatt, « Yield stress of multimodal powder suspensions: an extension of the YODEL (Yield Stress MODEL) », J. Am Ceram Soc. 90 (4) 1038–1044, (2007).
36. Flatt, « Yodel: a yield stress model for suspensions », J. Am. Ceram. Soc. 89 (4) 1244–1256, (2006).
37. Gadala-Maria, F., and A. Acrivos, « Shear-induced structure in a concentrated suspension of solid spheres », J.Rheol. **24**, 799–814 (1980).
38. Geiker, « On the effect of coarse aggregate fraction and shape on the rheological properties of self-compacting. » Cement, Concrete and Aggregates, 24: 3-6, (2002).
39. Geiker, « The effect of measuring procedure on the apparent rheological properties of self-compacting concrete. », Cement and Concrete Research 32(11): 1791-1795, (2002).
40. Gelade, « Stabilité et comportement rhéologique des coulis d'injection », Thèse de doctorat, Université de Paris VII, France, (2001).
41. Gücüyener, « End Effect Evaluation in Rheological Measurement of Drilling Fluids Using Coutte Coaxial Cylinder Viscometer », *Energy Sources*, 24:441–449, (2002).
42. H.A. Barnes, « A review of the slip (wall depleted) of polymer solutions, emulsions and particle suspensions in viscometers: its cause, character, and cure », J. Non-Newtonian Fluid Mech 56 221-231, (1995).
43. Hafid, « Influence des paramètres morphologiques des granulats sur le comportement rhéologique des bétons frais : étude sur systèmes modèles. », thèse doctorat, (2012).
44. Hampton, « Migration of particles undergoing pressure driven flow in a circular conduit, » J. Rheol. **41**, 621–640, (1997).
45. Han, « Effect of mixing method on microstructure and rheology of cement paste », Construction and Building Materials 93: 278-288, (2015).

46. Harrington, E. R., Phys. Rev. 8, 738 (1916).
47. He YB, « Particle movement in non-Newtonian slurries: the effect of yield stress on dense medium separation. » Chemical Engineering Science 56:2991–2998, (2001).
48. Highate, « End effects and particle migration effects in concentric cylinder rheometry », Rheologica A eta, Band 8, Heft 2 (1969).
49. Hoang, « A new methodology for characterizing segregation of cement grouts during rheological tests », Construction and Building Materials 96 (2015), 119–126
50. Hoang, « Etude de la ségrégabilité des coulis cimentaires sous cisaillement », thèse, (2015).
51. Houlsby, « Construction and Design of Cement Grouting: A Guide to Grouting in Rock Foundations », Wiley, (1990).
52. Hu, « Rhéologie des bétons fluides. » Ecole Nationale des Ponts et Chaussées. (1995).
53. J. Briant, << Propriétés rhéologiques des lubrifiants >>, p. 12, éd. Technip, 330 p., 1985.
54. Jarny, « Modelling thixotropic behavior of fresh cement pastes from MRI measurements. », Cement and Concrete Research 38 616–623, (2008).
55. Jossic, « Migration and Sedimentation of Spherical Particles in a Yield Stress Fluid Flowing in a Horizontal Cylindrical Pipe », AIChE Journal., (2009).
56. K. Dullaert, « Thixotropy: build-up and breakdown curves during flow », J. Rheology 49 1213–1230, (2005).
57. Khayat, K. « Influence of Thixotropy on Stability Characteristics of Cement Grout and Concrete. », Materials Journal 99(3), (2002).
58. Khayat, K. H. « Viscosity-enhancing admixtures for cement-based materials — An overview. », Cement and Concrete Composites 20(2–3): 171-188, (1998).
59. Kikukawa H. « Rheological studies on fresh concrete using admixtures » , *Proceedings of the international conference on "Admixtures for concrete : Improvement of properties*, RILEM. Barcelona, pp. 34-50, (1990).
60. Kissi, « Glissement et rhéométrie », Rhéologie, Vol. 10, 13-39, (2006).
61. Koh, « An experimental investigation of concentrated suspension flows », J.Fluid Mech. **266**, 1–32 (1994).
62. Krieger and Dougherty, « A Mechanism for Non-Newtonian Flow in Suspensions of Rigid Spheres, » Journal of Rheology, Vol. 3, No. 1, pp. 137-145, (1959).

63. Lachemi, M., « Performance of new viscosity modifying admixtures in enhancing the rheological properties of cement paste. » *Cement and Concrete Research* 34(2): 185-193, (2004).
64. Leemann, A. et F. Winnefeld, « The effect of viscosity modifying agents on mortar and concrete. », *Cement and Concrete Composites* 29(5): 341-349, (2007).
65. Legrand, C, « Le béton hydraulique », Presses ENPC, Paris, (1982).
66. Leighton, D., and A. Acrivos, « Viscous resuspension », *Chem. Eng. Sci.* **41**, 1377–1384, (1986).
67. Lyon, M. K., and L. G. Leal., « An experimental study of the motion of concentrated suspensions in twodimensional channel flow: Part 1. Monodisperse systems », *J. Fluid Mech.* **363**, 25–56, (1998).
68. Mahaut, « Comportement rhéologique de suspensions de particules non colloïdales plongées dans des fluides à seuil », *Thèse d'Etat de l'université de Paris-Est*, (2009).
69. Mahaut, « Effect of coarse particle volume fraction on the yield stress and thixotropy of cementitious materials », *Cement and Concrete Research* 38 1276–1285, (2008).
70. Mallock, *Proc. Roy. Soc.* **45**, (1888) , 126
71. Mansoutre, « Water retention and granular rheological behaviour of fresh C3S paste as function of concentration », *Cem. Concr. Res.* 29 1441–1453, (1999).
72. Merhi, « Particle migration in a concentrated suspension flowing between rotating parallel plates: Investigation of diffusion flux coefficients », *J. Rheol.* 49_6_, 1429-1448, (2005).
73. Merkak, « Dynamics of particles suspended in a yield stress fluid flowing in a pipe », *AIChE Journal.*, (2008).
74. Mooney, « The conicylindrical viscometer, » *Physics* 5, 350, (1934).
75. Mork, « Theology of fresh concrete: Its relationship to the relative content of cement, gypsum and hemihydrate », (1994).
76. Morris, « Curvilinear flows of noncolloidal suspensions: The role of normal stresses » , *Journal of Rheology* 43, 1213 (1999).
77. Mørtzell, « Effect of constituent materials on the rheology of fresh concrete », (1996).
78. Mujumdar, « Transient phenomena in thixotropic systems. », *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 102, 157-178, (2002).

79. Neubauer, « Interparticle Potential and Sedimentation Behavior of Cement Suspensions: Effects of Admixtures. » *Advanced Cement Based Materials* 8(1): 17-27, ,(1998).
80. Nguyen, « Influence of cement grouts composition on the rheological behaviour. » *Cement and Concrete Research* 41(3): 292-300, (2011).
81. Nguyen, « Comportement rhéologique et écoulement au cône de Marsh des coulis cimentaires », thèse de doctorat, (2007).
82. Olivia, « Simulation of yield-stress fluid in a rotational rheometer: The effect of vane geometry on the accuracy of measured properties », *Proceedings of the 2015 COMSOL Conference in Boston*, (2015).
83. Ovarlez, « Rhéologie des suspensions granulaires » , (2011).
84. Ovarlez, « On the existence of a simple yield stress fluid behavior », (2013).
85. Ovarlez, « Shear-induced sedimentation in yield stress fluids », *Journal of NonNewtonianFluid Mechanics* 177–178 19–28, (2012).
86. P. Coussot, « *Mudflow Rheology and Dynamics* », Balkema, Rotterdam, (1997).
87. Papo, « Rheological models for cement pastes. » *Materials and Structures* 21(1): 41-46, (1988).
88. Peng, « Bleeding and sedimentation of cement paste measured by hydrostatic pressure and Turbiscan », *Cement and Concrete Composites* 76 25-38, (2017).
89. Peng, « Model and Test Methods for Stability of Fresh Cement Paste. », *Advances in Civil Engineering Materials*, (2014).
90. Perrot, « Yield stress and bleeding of fresh cement pastes », *Cement and Concrete Research* 42 937–944, (2012).
91. Phan, T. H. « Influence of organic admixtures on the rheological behaviour of cement pastes. », *Cement and Concrete Research* 36(10): 1807-1813, (2006).
92. Potanin, « 3D simulations of the flow of thixotropic fluids, in large-gap Couette and vane-cup geometries », *J. Non-Newtonian Fluid Mech.* 165 299–312; (2010).
93. Ravelet, « Influence of global rotation and Reynolds number on the large-scale features of a turbulent Taylor-Couette flow », *Physics of Fluids*, American Institute of Physics, 22, pp.055103, (2010).

94. Rosquoët, « Experimental study of cement grout: Rheological behavior and sedimentation. » *Cement and Concrete Research* 33(5): 713-722, (2003).
95. Roussel, « A theoretical frame to study stability of fresh concrete », *Materials and Structures*, (2006).
96. Roussel, « The origins of thixotropy of fresh cement pastes », *Cement and Concrete Research* 42 148–157, (2012).
97. Roussel, « A Theoretical Frame to Study Stability of Fresh Concrete », *Materials and Structures*, (2005).
98. Roussel, « Steady state flow of cement suspensions: A micromechanical state of the art », *Cement and Concrete Research*, (2010).
99. Roussel, N. et R. Le Roy, « The Marsh cone: a test or a rheological apparatus? », *Cement and Concrete Research* 35(5): 823-830, (2005).
100. Saric-Coric, « Performance characteristics of cement grouts made with various combinations of high-range water reducer and cellulose-based viscosity modifier », *Cem. Concr. Res.* 33 1999–2008, (2003).
101. Schwartzentruber, L. D. A., « Rheological behaviour of fresh cement pastes formulated from a Self Compacting Concrete (SCC). » *Cement and Concrete Research* 36(7): 1203-1213, (2006).
102. Shen, « Testing dynamic segregation of self-consolidating concrete », *Construction and Building Materials* 75 465–471, (2015).
103. Sinton, « NMR flow imaging of fluids and solid suspensions in Poiseuille flow », *J. Rheol.* **35**, 735–772, (1991).
104. Stickel, R.L. Powell, « Fluid mechanics and rheology of dense suspensions », *Annu. Rev. Fluid Mech.* 37 129–149, (2005).
105. Tattersall, « The rheology of fresh concrete », Pitman Advanced Publishing Program, (1983).
106. Tattersall, « Workability and Quality Control of Concrete », E&FN Spon, London, (1991).
107. Toutou, N. Roussel, « Multi scale experimental study of concrete rheology: from water scale to gravel scale », *Mater. Struct.* 37 (2) 167–176, (2006).
108. Turgut, « Segregation control of SCC with a modified L-box apparatus. », *Magazine of Concrete Research*, 64(8), 707-716, (2012).

-
109. Vu, « Rhéologie des suspensions non newtoniennes », *Thèse d'Etat de l'université de Paris-Est*, (2010).
 110. Wallevik, « Avoiding inaccurate interpretations of rheological measurements for cement-based materials », *Cement and Concrete research* 78, 100-109, (2015).
 111. Wallevik, « Introduction to rheology of fresh concrete », *Innovation Center Iceland*, (2009)
 112. Wallevik, Ó. H. et J. E. Wallevik , « Rheology of Cementitious Materials. », (2004).
 113. Wittman, « On the action of capillary pressure in fresh concrete », *Cem. Concr. Res.*6 , 49–56, (1976).
 114. Yahia, « Analytical models for estimating yield stress of high-performance pseudoplastic grout. » *Cement and Concrete Research* 31(5): 731-738, (2001).
 115. Yeoh, « The effect of cement properties on the workability of concrete », *University of Sheffield*, (1982)

ANNEXE I

FICHE TECHNIQUE DU CIMENT

1. Ciment 1 : CEM I 52.5 CE CP2 NF

Version du : 28/01/2015 N° certificat CE : 0905-CPR-C0141				Fiche produit de		Gaurain CEM I 52,5 N CE CP2 NF			
Caractéristiques physiques et mécaniques									
Compression en MPa				Eau pâte pure en %	Début/Fin de prise en mn à 20 °C	Chaleur en J/g à 12 et 41h	Masse volumique en g/cm ³	Surface Blaine en cm ² /g	Stabilité en mm
1j	2j	7j	28j						
23	36	51	62	28.0	170/225	262/373	3.14	4200	1
Composition élémentaire (%)		Constituants (%)		Caractéristiques des constituants					
Perte au feu	2.4	Principaux		Nature	Caractéristiques				
SiO ₂	20.5	Clinker (K) de	97.0	Clinker (K)	CaO/SiO ₂	3.1			
Al ₂ O ₃	4.4	<i>Gaurain</i>		Gaurain	C3S+C2S	78			
Fe ₂ O ₃	2.3	Laitier (S)			MgO (%)	1.9			
TiO ₂	0.3	Cendres (V)			C3S (%)	68			
MnO	0.0	Calcaire (L ou LL)			C2S (%)	10			
CaO	63.4	Fumées de silice (D)			C3A (%)	9			
MgO	1.8				C4AF (%)	7			
SO ₃	3.3	Secondaires		Laitier (S)	Laitier vitreux (%)				
K ₂ O	0.79	Calcaire	3.0		(CaO+MgO)/SiO ₂				
Na ₂ O	0.10				CaO+MgO+SiO ₂ (%)				
P ₂ O ₅	0.3			Cendres (V)	PF (%)				
S ⁻	0.02	Total	100.0		CaO réactive (%)				
Cl ⁻	0.05	Sulfate de calcium		Calcaire	SiO ₂ réactive (%)				
		Gypse		(L ou LL)	CaCO ₃ (%)				
		Anhydrite	3.5		Adsorption bleu méthylène (g/100g)				
Insoluble CEN	0.6	Additifs		Fumées	TOC (%)				
Na ₂ O éq. actif	0.61	Agent de mouture	0.038	de silice (D)	SiO ₂ amorphe (%)				
		Agent réducteur			PF (%)				
Colorimétrie (L*)	62	Sulfate de fer	0.23		Aire massique BET (m ² /kg)				
Mouture									
Broyeur(s)		7, 9 et 8							
Stockage									
Silo(s)		cf plan de silotage							
Etablissement		Vrac		Ensachage					
Usine de Gaurain		Oui		Oui					
Dépôt de Cheroq		Oui		Non					
Dépôt de Gennevilliers		Oui		Non					

1. Ciment 2 : CEM I 52.5R CP2 (ULTACEM)

Version du : 09/02/2018 N° DoP : 0333-CPR-1501				Fiche produit		BEFFES CEM I 52.5 R CE CP2 NF ULTRACEM																																																																												
Caractéristiques physiques et mécaniques																																																																																		
Compression en MPa				Eau pâte pure en %	Début de prise en mn	Stabilité en mm	Masse volumique en g/cm ³	Surface Blaine en cm ² /g	Chaleurs en J/g		L*																																																																							
1j	2j	7j	28j						41h	120h																																																																								
31	44	57	66	31.3	3H20	1	3.14	4449	417	-	60																																																																							
Composition élémentaire (%)		Constituants (%)		Caractéristiques des constituants																																																																														
Perte au feu		1.3	<u>Principaux</u> Clinker (K) de Beffes	99.0	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Nature</th> <th colspan="3">Caractéristiques</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td rowspan="4"><u>Clinker (K) de Beffes</u></td> <td>CaO/SiO₂</td> <td>-</td> <td>3.2</td> </tr> <tr> <td>C₃S+C₂S (%)</td> <td>-</td> <td>76</td> </tr> <tr> <td>MgO (%)</td> <td>-</td> <td>2.2</td> </tr> <tr> <td>Al₂O₃ (%)</td> <td>-</td> <td>-</td> </tr> <tr> <td rowspan="5"><u>Calcaire (L ou LL)</u></td> <td>C₃S (%)</td> <td>-</td> <td>68</td> </tr> <tr> <td>C₂S (%)</td> <td>-</td> <td>8</td> </tr> <tr> <td>C₃A (%)</td> <td>-</td> <td>11</td> </tr> <tr> <td>C₄AF (%)</td> <td>-</td> <td>8</td> </tr> <tr> <td>CaCO₃ (%)</td> <td>-</td> <td>90.4</td> </tr> <tr> <td rowspan="3"><u>Calcaire (L ou LL)</u></td> <td>Vb (g/100g)</td> <td>-</td> <td>0.8</td> </tr> <tr> <td>TOC (%)</td> <td>-</td> <td>0.2</td> </tr> <tr> <td rowspan="3"><u>Laitier (S)</u></td> <td>Laitier vitreux (%)</td> <td>-</td> <td>-</td> </tr> <tr> <td>(CaO+MgO)/SiO₂</td> <td>-</td> <td>-</td> </tr> <tr> <td>CaO+MgO+SiO₂ (%)</td> <td>-</td> <td>-</td> </tr> <tr> <td rowspan="3"><u>Cendree (V)</u></td> <td>PF (%)</td> <td>-</td> <td>-</td> </tr> <tr> <td>CaO réactive (%)</td> <td>-</td> <td>-</td> </tr> <tr> <td>SiO₂ réactive (%)</td> <td>-</td> <td>-</td> </tr> <tr> <td rowspan="3"><u>Fumées de silice (D)</u></td> <td>SiO₂ amorphe (%)</td> <td>-</td> <td>-</td> </tr> <tr> <td>PF (%)</td> <td>-</td> <td>-</td> </tr> <tr> <td>Aire massique BET (m²/kg)</td> <td>-</td> <td>-</td> </tr> </tbody> </table>								Nature	Caractéristiques			<u>Clinker (K) de Beffes</u>	CaO/SiO ₂	-	3.2	C ₃ S+C ₂ S (%)	-	76	MgO (%)	-	2.2	Al ₂ O ₃ (%)	-	-	<u>Calcaire (L ou LL)</u>	C ₃ S (%)	-	68	C ₂ S (%)	-	8	C ₃ A (%)	-	11	C ₄ AF (%)	-	8	CaCO ₃ (%)	-	90.4	<u>Calcaire (L ou LL)</u>	Vb (g/100g)	-	0.8	TOC (%)	-	0.2	<u>Laitier (S)</u>	Laitier vitreux (%)	-	-	(CaO+MgO)/SiO ₂	-	-	CaO+MgO+SiO ₂ (%)	-	-	<u>Cendree (V)</u>	PF (%)	-	-	CaO réactive (%)	-	-	SiO ₂ réactive (%)	-	-	<u>Fumées de silice (D)</u>	SiO ₂ amorphe (%)	-	-	PF (%)	-	-	Aire massique BET (m ² /kg)	-	-
Nature	Caractéristiques																																																																																	
<u>Clinker (K) de Beffes</u>	CaO/SiO ₂	-											3.2																																																																					
	C ₃ S+C ₂ S (%)	-											76																																																																					
	MgO (%)	-											2.2																																																																					
	Al ₂ O ₃ (%)	-											-																																																																					
<u>Calcaire (L ou LL)</u>	C ₃ S (%)	-											68																																																																					
	C ₂ S (%)	-											8																																																																					
	C ₃ A (%)	-											11																																																																					
	C ₄ AF (%)	-											8																																																																					
	CaCO ₃ (%)	-	90.4																																																																															
<u>Calcaire (L ou LL)</u>	Vb (g/100g)	-	0.8																																																																															
	TOC (%)	-	0.2																																																																															
	<u>Laitier (S)</u>	Laitier vitreux (%)	-	-																																																																														
(CaO+MgO)/SiO ₂		-	-																																																																															
CaO+MgO+SiO ₂ (%)		-	-																																																																															
<u>Cendree (V)</u>	PF (%)	-	-																																																																															
	CaO réactive (%)	-	-																																																																															
	SiO ₂ réactive (%)	-	-																																																																															
<u>Fumées de silice (D)</u>	SiO ₂ amorphe (%)	-	-																																																																															
	PF (%)	-	-																																																																															
	Aire massique BET (m ² /kg)	-	-																																																																															
SiO ₂	19.6	<u>Secondaires</u> Calcaire (L)	1.0	5.8	-	<u>Additifs</u> Agent de mouture Agent réducteur de Cr VI	0.030 0.130	9.8	-	-	-																																																																							
Al ₂ O ₃	5.4																																																																																	
Fe ₂ O ₃	2.7																																																																																	
TiO ₂	0.3																																																																																	
MnO	0.0																																																																																	
CaO	63.6																																																																																	
MgO	2.1																																																																																	
SO ₃	3.7																																																																																	
K ₂ O	1.01																																																																																	
Na ₂ O	0.11																																																																																	
P ₂ O ₅	0.3	FDEC	-	-	-	-	-	-	-	-																																																																								
S-	-0,02																																																																																	
Cl-	0.02																																																																																	
Insoluble	0.2																																																																																	
Na ₂ O eq.	0.77																																																																																	
Na ₂ O eq. Actif	-																																																																																	
C ₃ A	9.8																																																																																	
C ₃ A+0.27xC ₃ S	-																																																																																	
C ₄ AF+2xC ₃ A	-																																																																																	
Etablissement											Vrac	Big bag	Sac 25 kg	Sac 35 kg																																																																				
Usine de Beffes		Non	Non	Oui	Non																																																																													

ANNEXE II

FICHE TECHNIQUE DU SUPERPLASTIFIANT

VICOCRETE TEMPO 12

SIKA® VISCOCRETE® TEMPO 12

Superplastifiant/Haut Réducteur d'eau polyvalent pour bétons prêts à l'emploi.



Conforme à la norme NF EN 934-2 Tab. 1, 3.1 et 3.2.

Présentation	SIKA VISCOCRETE TEMPO 12 est un superplastifiant/haut réducteur d'eau polyvalent de nouvelle génération non chloré à base de copolymère polycarboxylate-polyacrylate.
Domaines d'application	<ul style="list-style-type: none"> ■ SIKA VISCOCRETE TEMPO 12 permet la fabrication de bétons plastiques à autoplaçants transportés sur de longues distances et pompés. ■ Dans les bétons autoplaçants, SIKA VISCOCRETE TEMPO 12 améliore la stabilité, limite la ségrégation du béton et rend les formules moins susceptibles aux variations d'eau et des constituants. ■ SIKA VISCOCRETE TEMPO 12 permet de réduire significativement le rapport E/C ce qui améliore la durabilité du béton durci (diminution de la perméabilité, augmentation des résistances mécaniques, diminution du retrait).
Caractères généraux	<p>SIKA VISCOCRETE TEMPO 12 est un superplastifiant puissant qui confère aux bétons les propriétés suivantes :</p> <ul style="list-style-type: none"> ■ longue rhéologie (>2h), ■ robustesse à la ségrégation, ■ qualité de parement.
Caractéristiques	
Aspect	Liquide brun clair
Conditionnement	<ul style="list-style-type: none"> ■ Fûts de 230 kg ■ CP de 1000 L ■ Vrac
Stockage	<p>A l'abri du gel.</p> <p>En cas de gel accidentel, le produit retrouve ses qualités d'origine une fois dégelé lentement et réhomogénéisé.</p>
Conservation	12 mois dans son emballage d'origine intact
Données techniques	
densité	1,060 ± 0,020
pH	5,5 ± 1,0

ANNEXE III

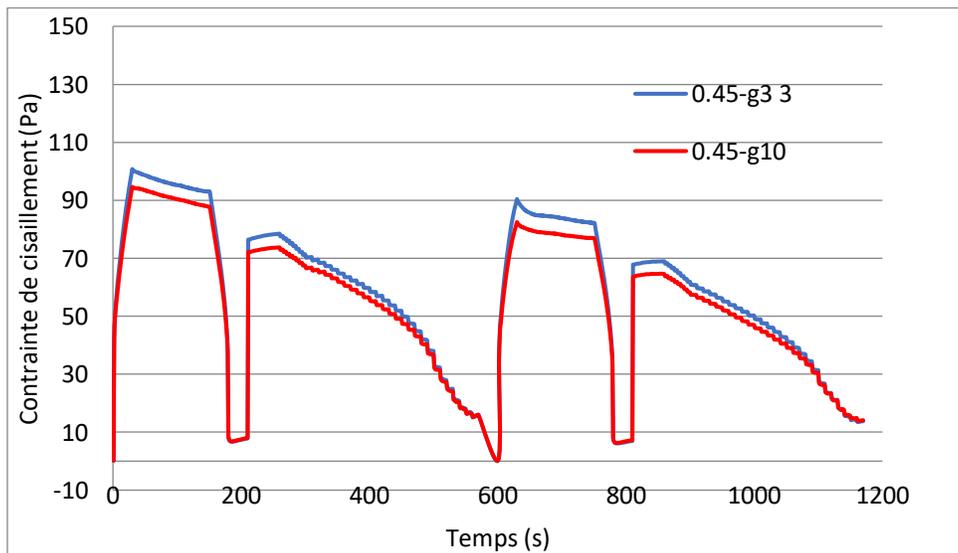
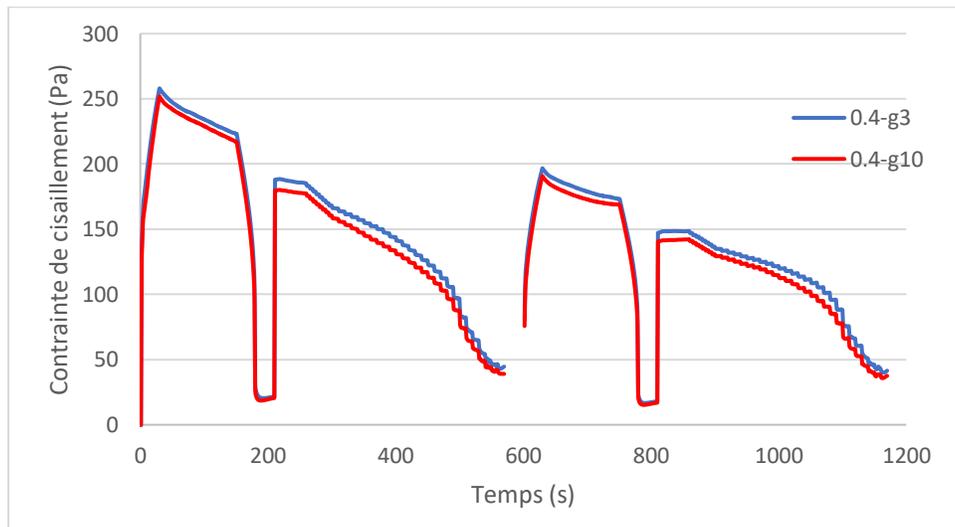
FICHE TECHNIQUE DES BILLES DE VERRE

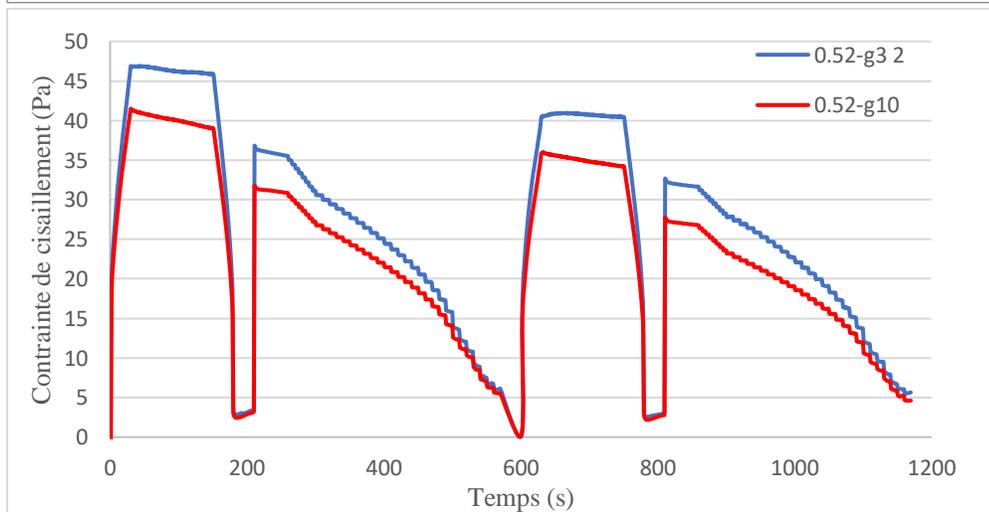
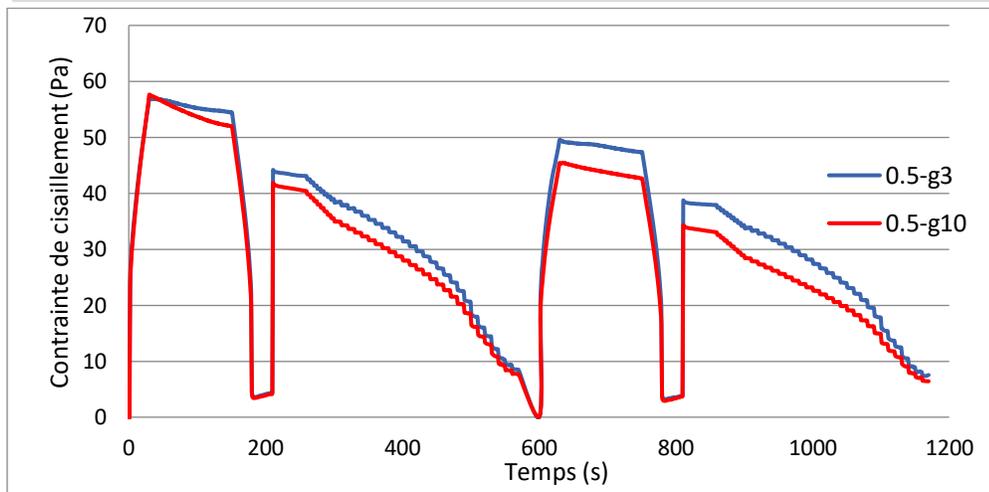
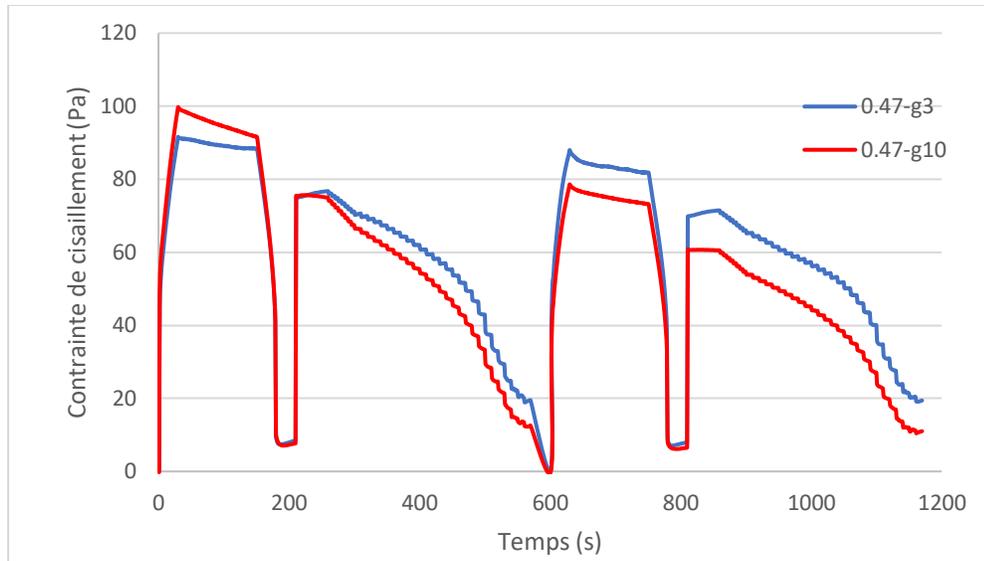
Produkt	SiLibeads Glass beads Type S; Microglass beads
Material	polished Glass beads made of soda lime glass Specific weight: 2.50 kg/l Hydrolytic resistance on Glass beads: HGB 1 (based on DIN ISO 719) Acidic resistance on Glass beads: S3 (according to DIN 12116) Alcaline resistance on Glass beads: A1 (according to DIN ISO 695)
Application	Grinding and dispersing media in horizontal and vertical pearl mills for the wet grinding of paints, pigments, dyestuff, ink, agro-chemicals and minerals Filling material for the modification of the physical properties of thermoplast and duroplast Reflection beads for road marking (in diameters > 0.8 mm), specially to improve the visibility at night in case of rain, Type II marking Polishing agent for optical and interocular lenses; diameters between 0.3 - 0.4 mm and 0.4 - 0.6 mm show excellent results. Glass beads for shot peening of the surface of metal, plastics, ceramics and wood
Technical Data	
Roundness	Article 52xx in size 0.1 – 0.8 mm: ≥ 0.89 (ratio width/length ($x_{\text{mir}}/x_{\text{max}}$) Article 45xx in size 1.0 – 3.0 mm: ≥ 0.95 (ratio width/length ($x_{\text{mir}}/x_{\text{max}}$)
Compressive strength	up to 2.100 N (belonging to diameter)
Refractive index	1.5188
Air bubbles inside bead (> 0.3mm)	≤ 2.5 % Visual test: internal control of 200 Glass beads by Microscope
Size (Diameter)	Microglass beads in size between 0 and 800 μm Glass beads Type S in size between 0.25 – 4.40 mm (see table Standard Sizes)
Transformation temperature	549 °C
Softening point (Littleton point)	734 °C
Melting point	1446 °C
Specific thermal Conductivity	1.129 W/km
Coefficient of expansion	$9.05 \cdot 10^6$ (1/K) [20-400 °C]
Specific thermal capacity	1.329 kJ/kg K [>600 °C]
Youngs-Module	63 GPa
Hardness according to Mohs	≥ 6
Abraison after 9 h grinding	23.85 Weight-% (Test conditions: DRAIS laboratory mill PML HV, Speed 13.4 m/s, Filling grade 70 Vol.%; Milling suspension: 4 kg Water, 1 kg Titandioxide, Beads: Art. 4505, 1.25 – 1.65 mm \varnothing)

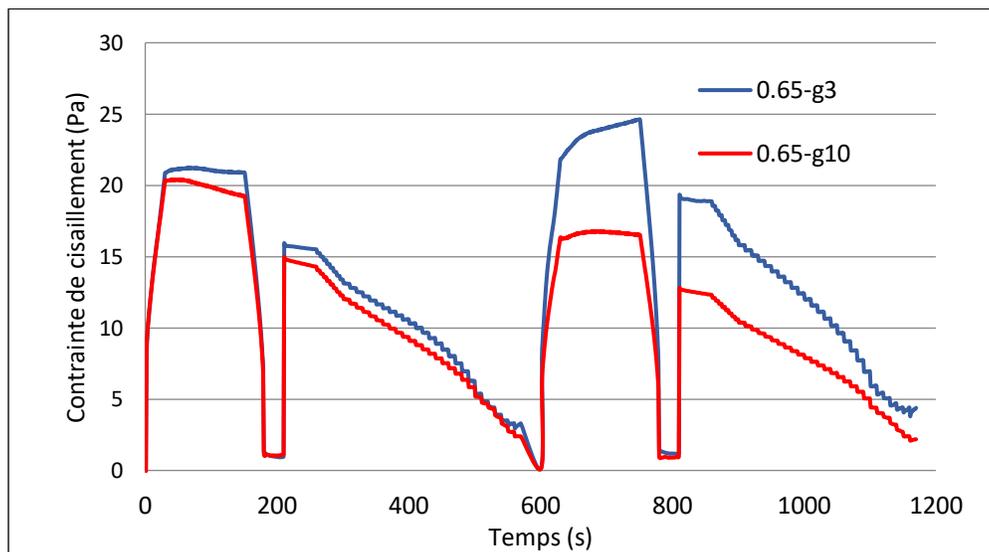
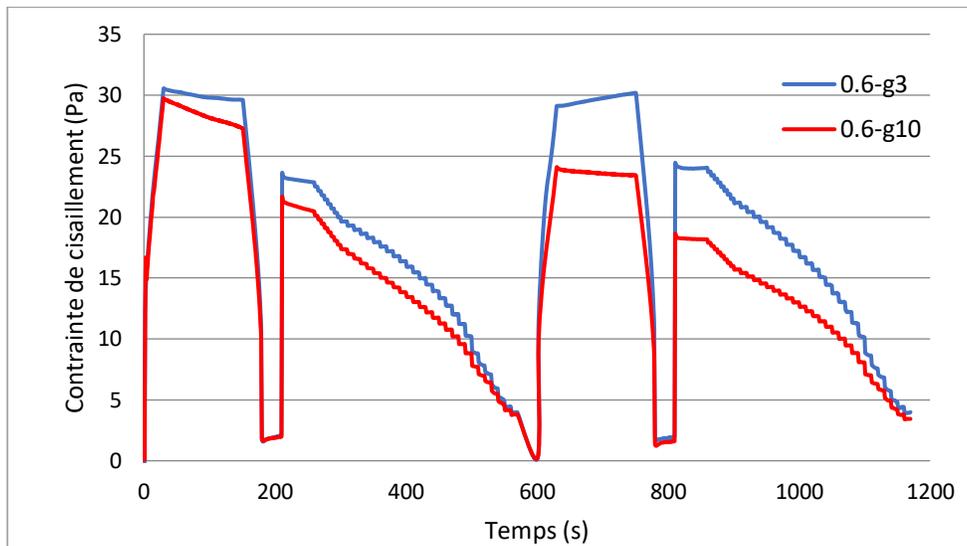
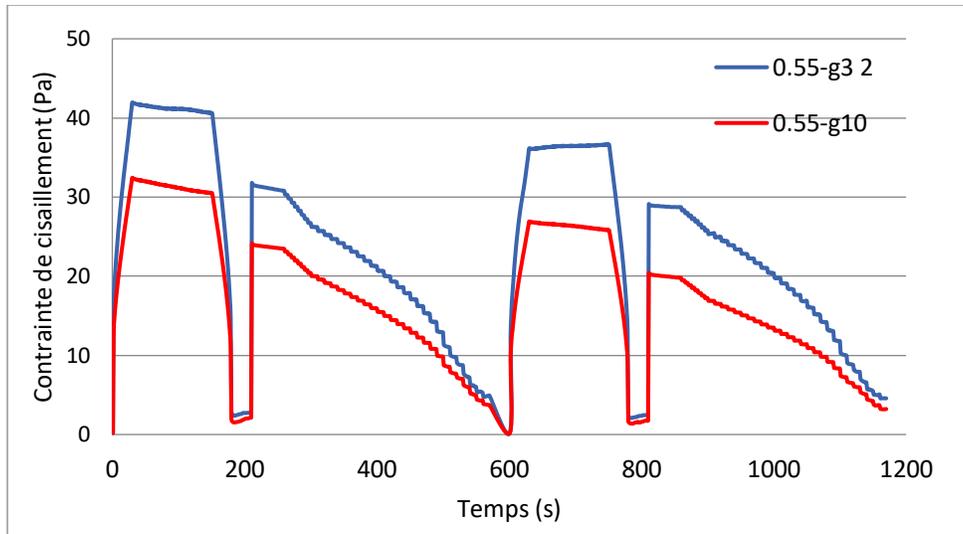
ANNEXE IV

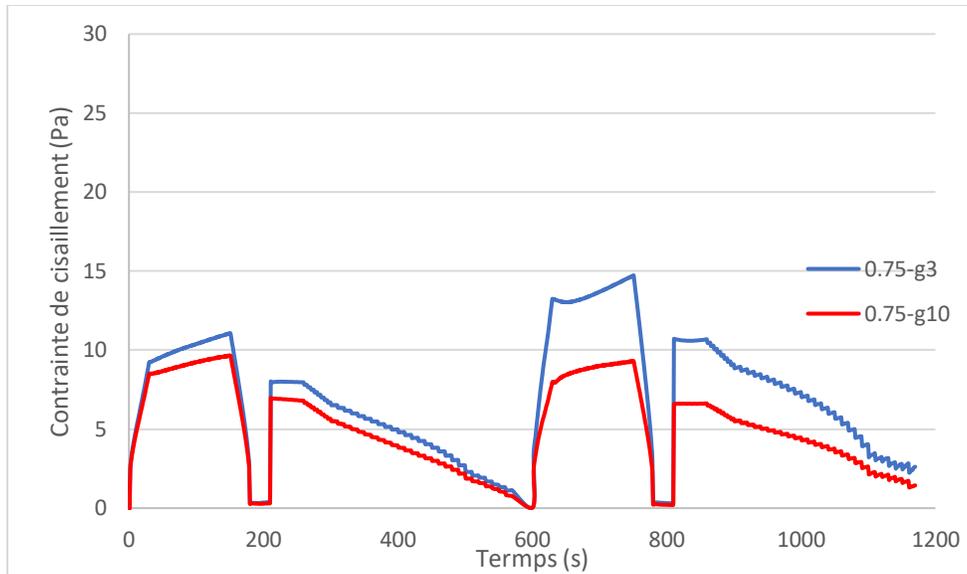
VARIATION DE CONTRAINTE DE CISAILLEMENT AU COURS DE L'ESSAI

1. Coulis sans adjuvants et sans billes

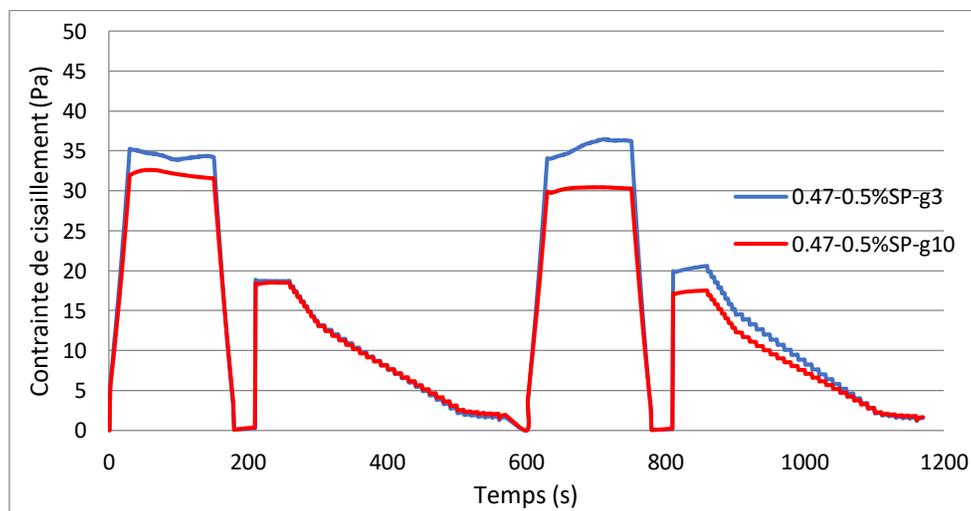
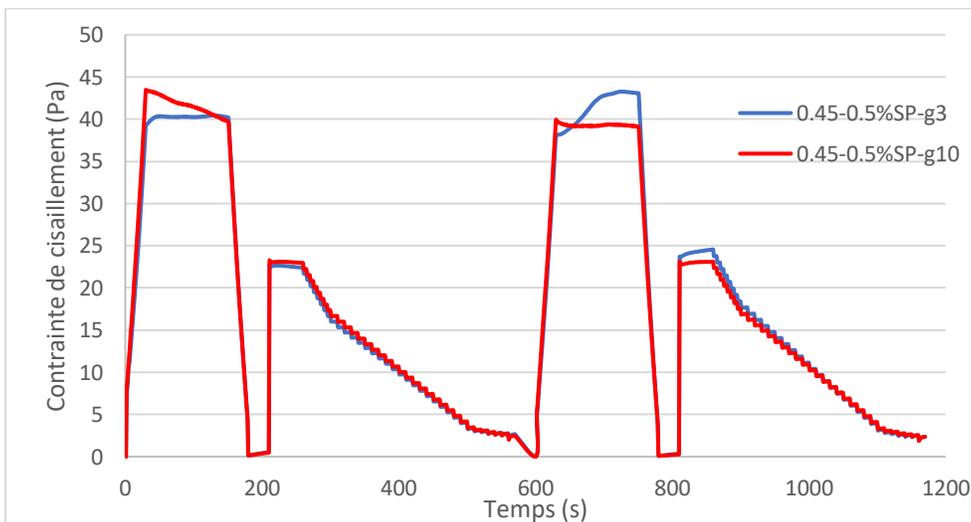


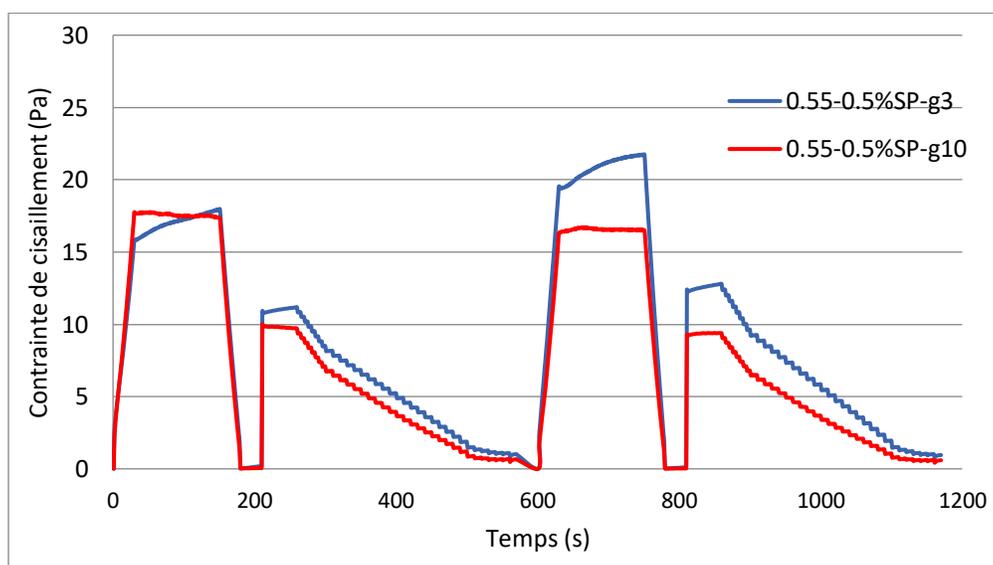
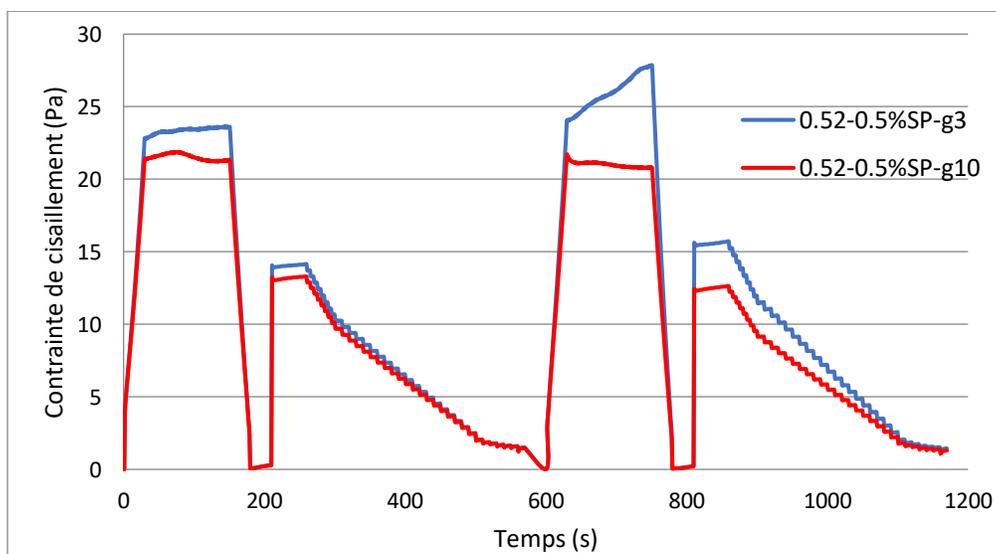
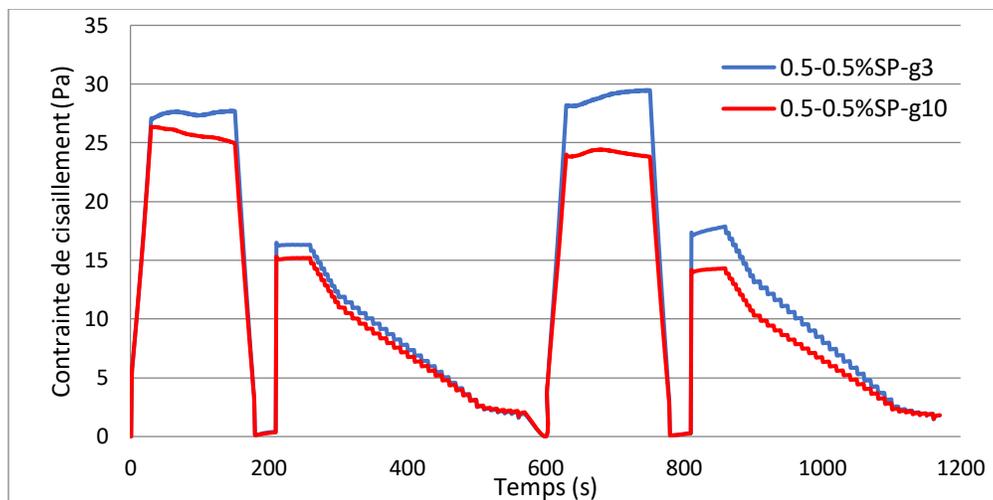


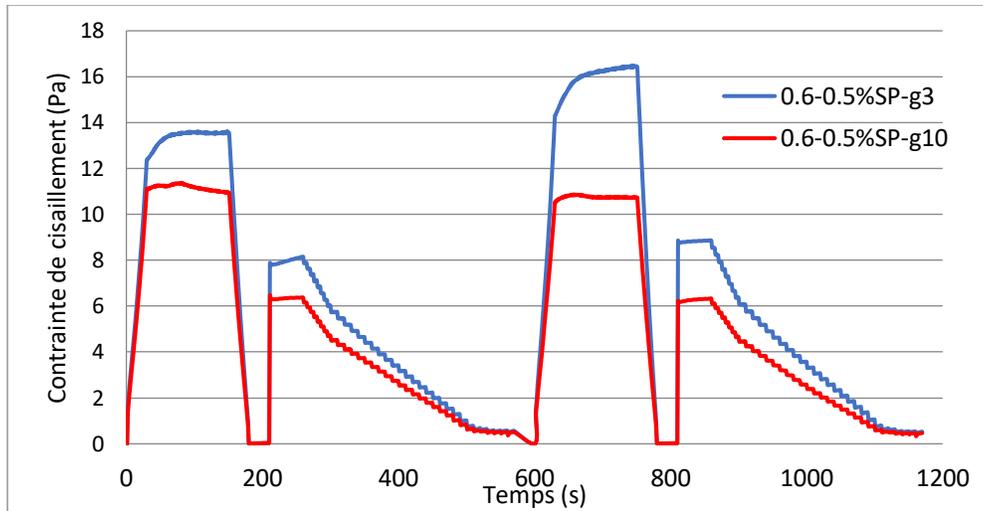




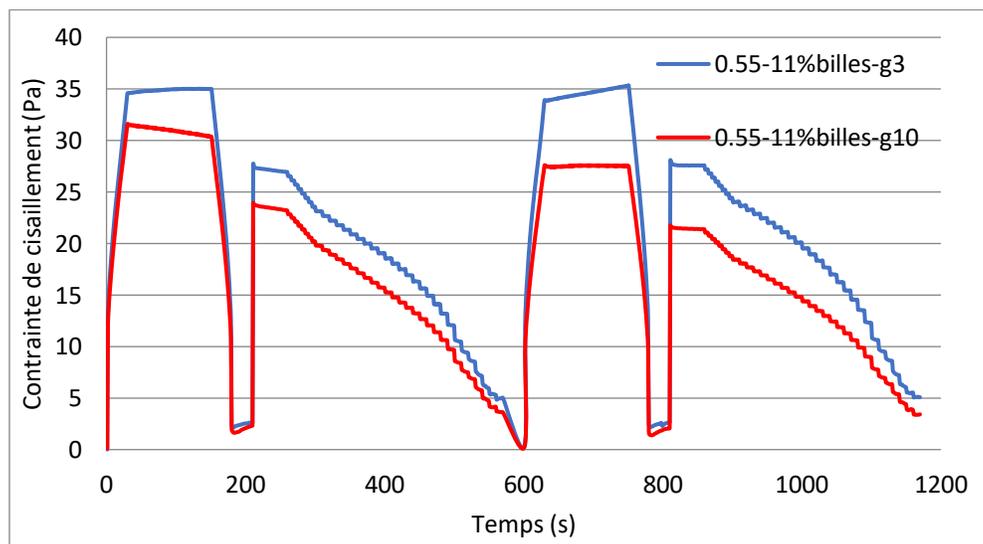
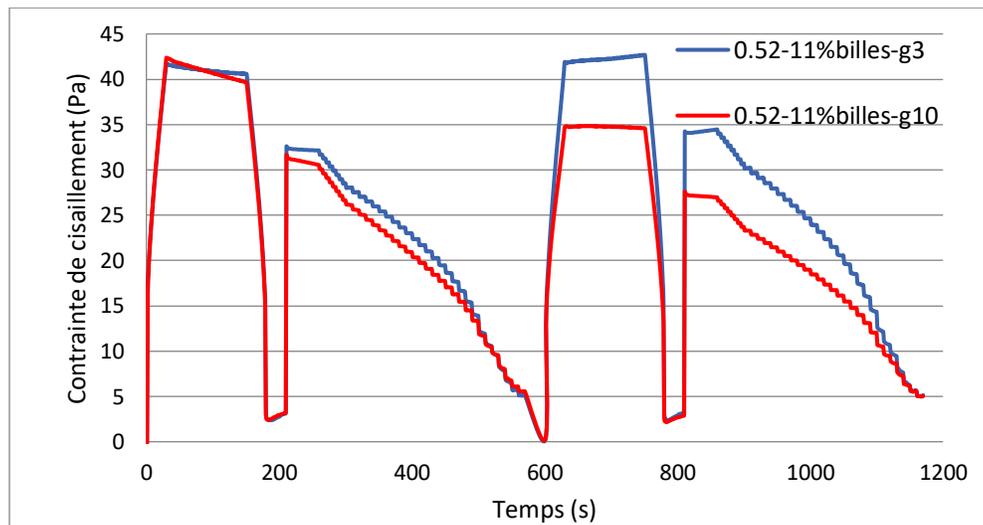
1. Coulis avec 0.5% SP et sans billes

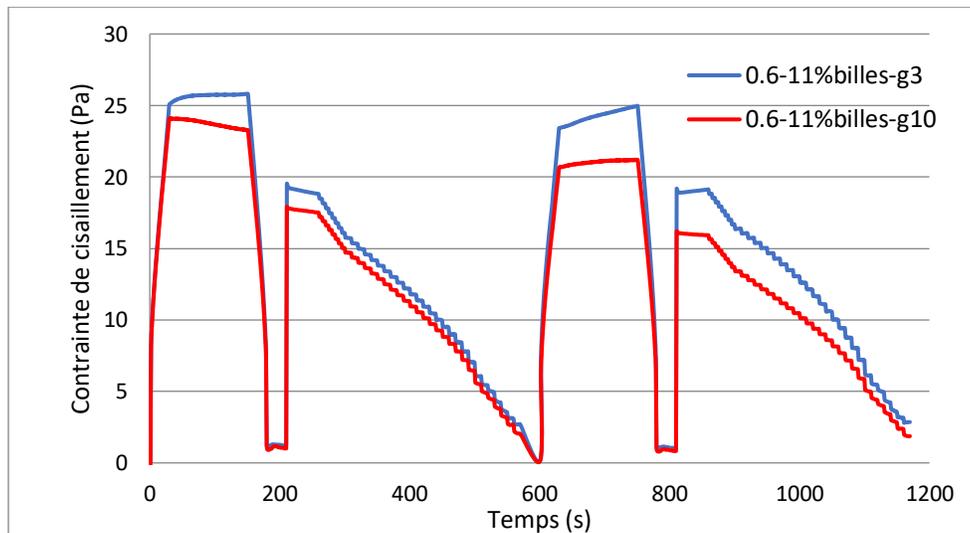
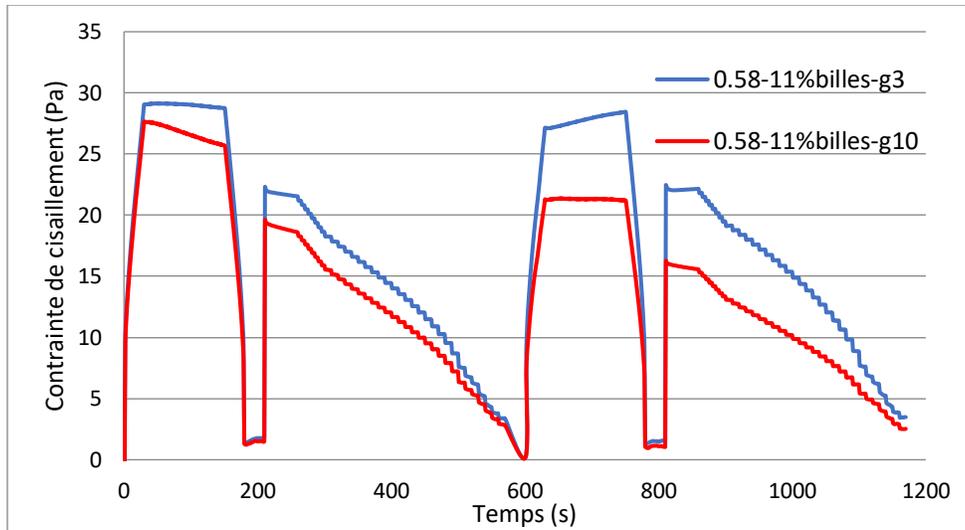




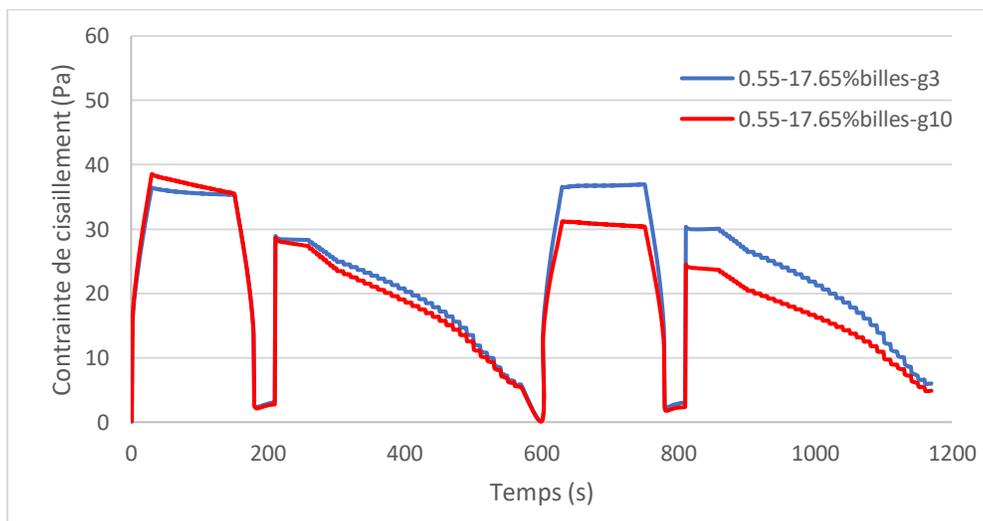


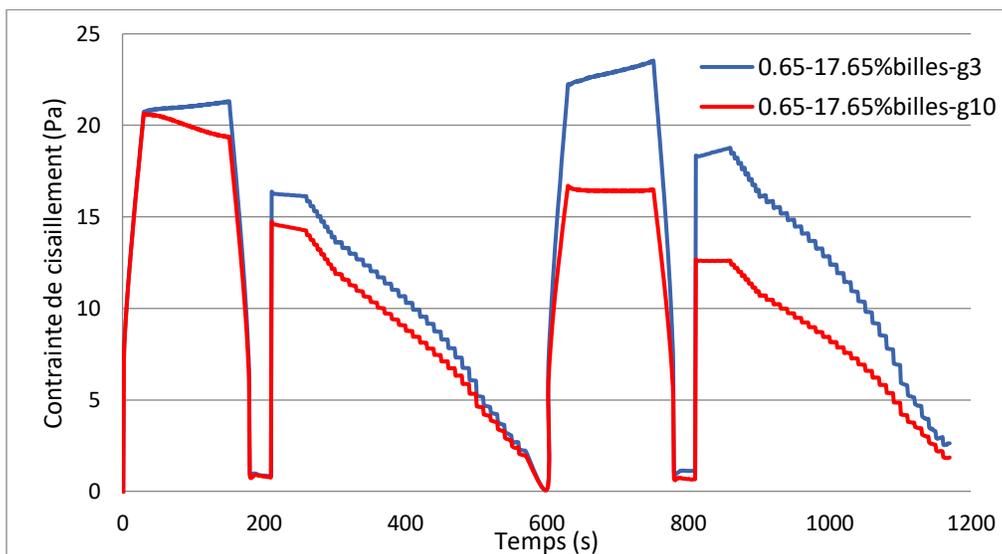
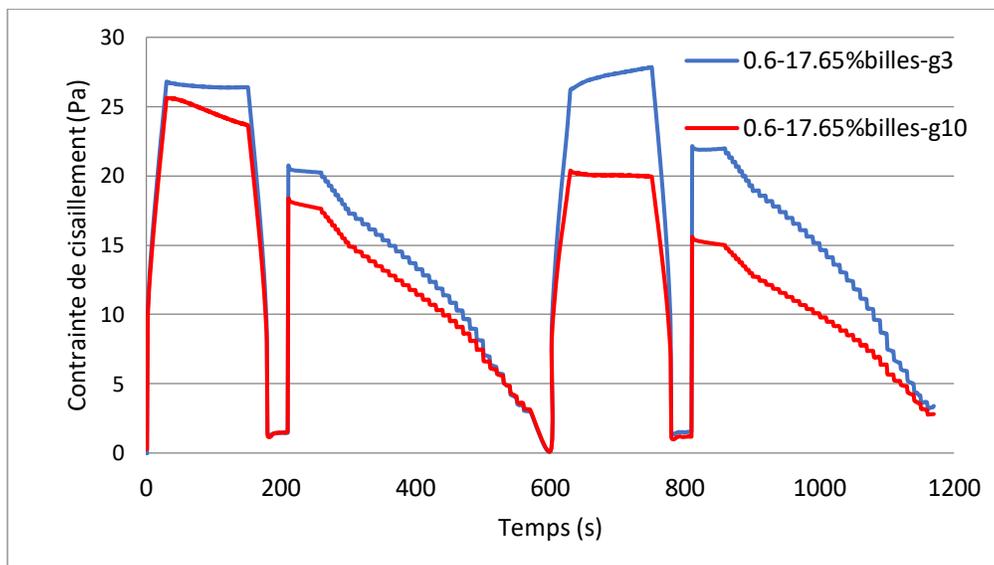
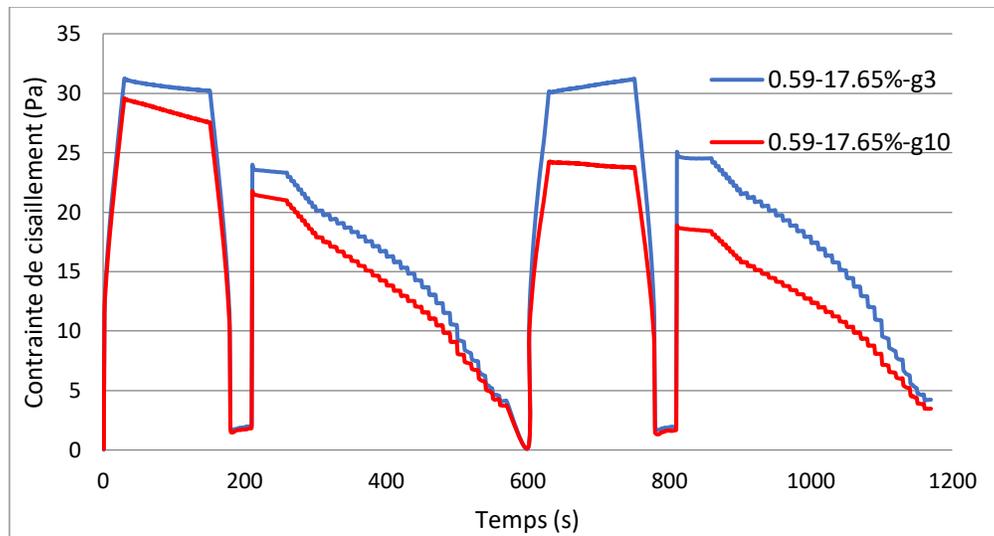
1. Coulis sans adjuvants avec 11% de billes



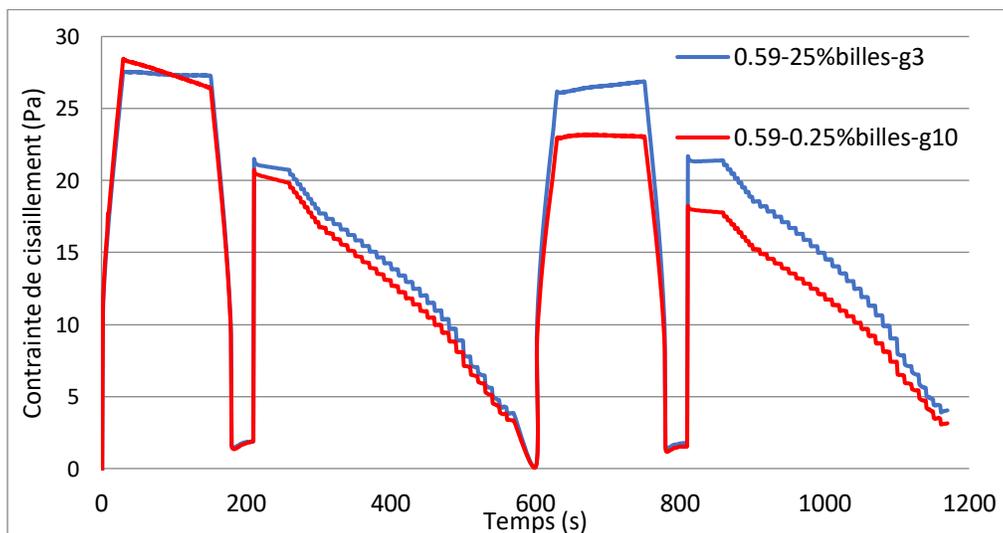
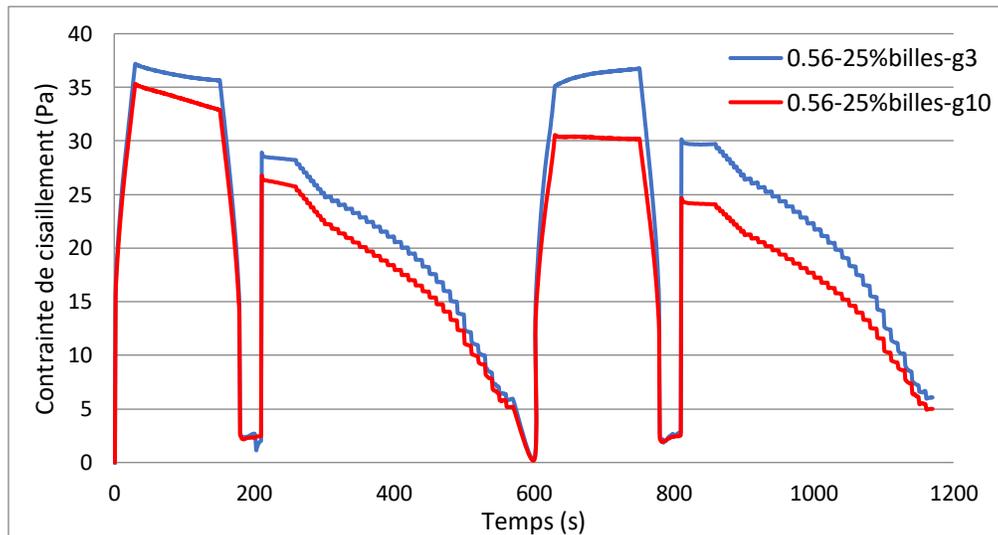
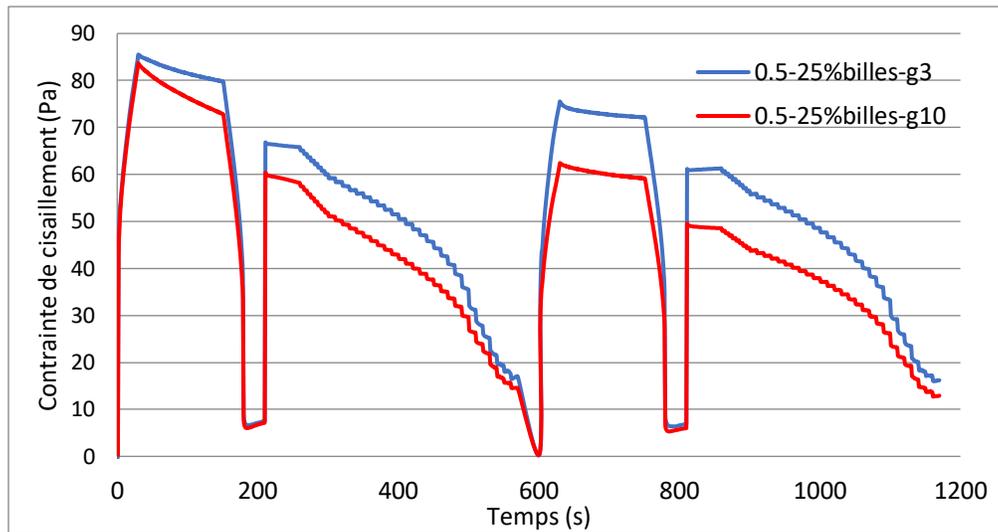


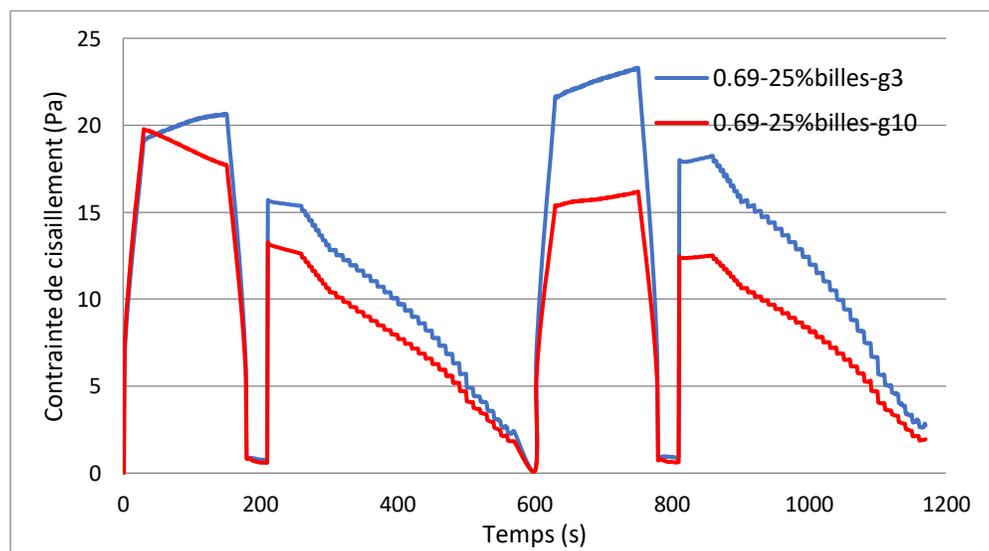
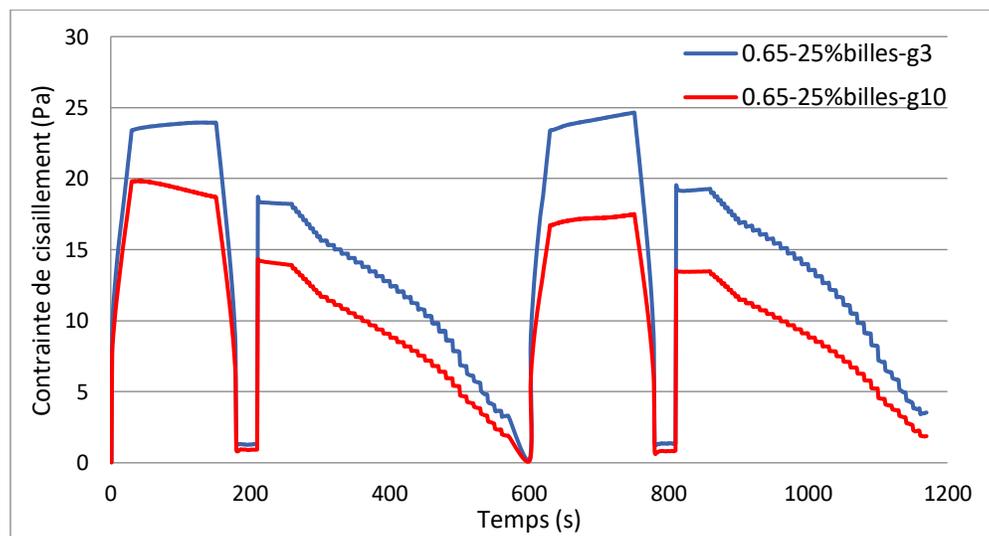
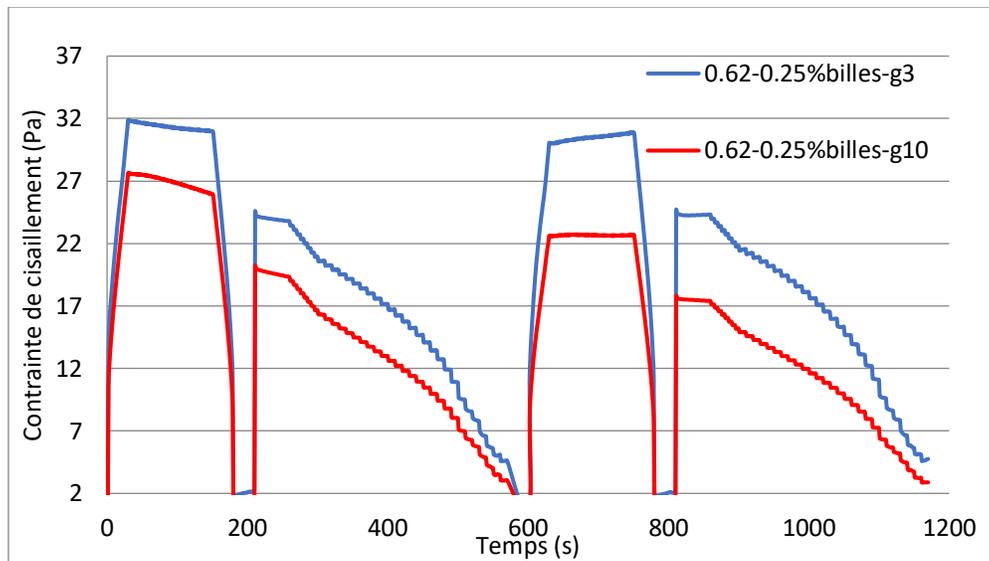
1. Coulis sans adjuvants avec 17.65% de billes

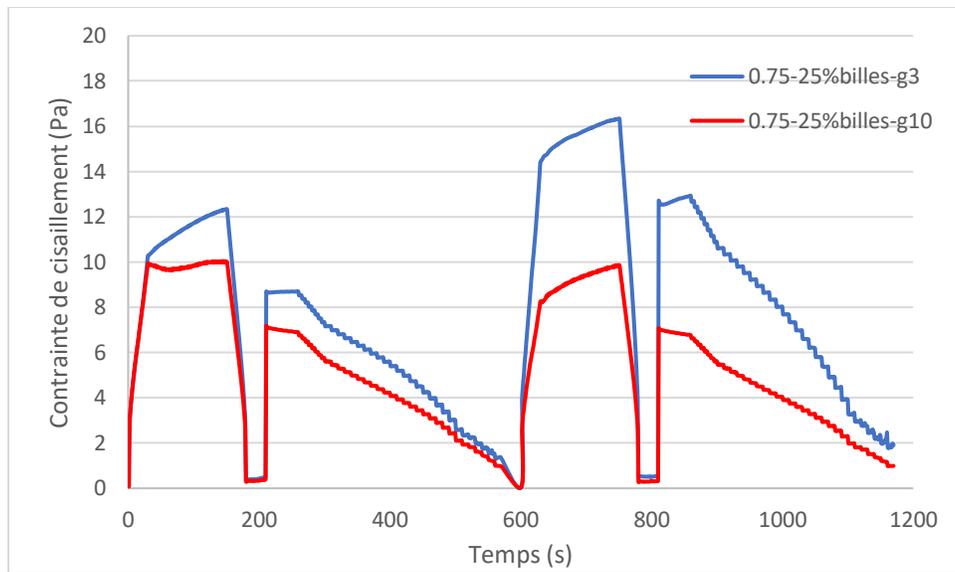




1. Coulis sans adjuvants avec 25% de billes







LISTE DES FIGURES

- Figure 1- 1** : Schéma de la déformation de cisaillement (Briant et al., 1985)**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 2** : Relation entre le gradient de vitesse et la contrainte pour différents types de fluides. (Vu et al., 2010)..... **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 3** : Représentation schématique du principe de fonctionnement des rhéomètres rotatifs à cylindres coaxiaux (Nguyen et al., 2007) **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 4** : Schéma simplifié de l'effet de paroi d'une suspension mono disperse contre un cylindre lisse (Hoang et al, 2015). **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 5** : Distribution de la contrainte de cisaillement autour d'une géométrie de cylindres coaxiaux (Assaad et al. 2016)..... **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 6** : Influence du gap sur les résultats rhéométriques d'un fluide à seuil et d'un fluide Newtonien. (Highate et al., 1969) **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 7** : (a) : Empilement des particules sphériques rigides en contact et à distribution aléatoire ($\phi_s = 0.55$). (b) : Empilement ordonné des particules dans le cas de la fraction volumique de densité maximale ($\phi_s = 0.74$). (Roussel et al., 2010)..... **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 8** : Le diamètre, le rayon de courbure moyenne et la distance entre les surfaces internes au point de contact (Roussel et al. 2010) **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 9** : Schéma représentant les deux types d'interaction entre les particules solides : a) contact lubrifié ; b) contact direct (Coussot et al., 2005)..... **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 10** : Module élastique en fonction de la déformation lors d'essais d'oscillation avec 1 Hz de fréquence et $0,005 \text{ s}^{-1}$ de gradient de cisaillement. (Roussel et al., 2012) **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 11** : $G'(\phi)/G'(0)$ en fonction de la fraction volumique solide Φ billes de polystyrène de $174 \mu\text{m}$ pour deux suspensions de bentonite et quatre émulsions dont le module élastique varie entre 300 et 3000 Pa (Mahaut et al.,2008)..... **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 12** : $G'(\phi)/G'(0)$ en fonction de la fraction volumique solide Φ de billes polystyrène de 80, 174, 330 μm pour une suspension de bentonite (Mahaut et al.,2008)..... **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 13** : $\tau_0(\phi)/\tau_0(0)$ d'un coulis cimentaire en fonction de la fraction volumique ϕ de billes de polystyrène de 2 mm pour différents temps de repos après le malaxage (Mahaut et al.,2008).....**Error! Bookmark not defined.**

- Figure 1- 14** : Schéma de principe du comportement d'un fluide à seuil thixotrope. (Mahaut et al. 2009)
..... **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 15** : Evolution de la longueur des floccs cimentaires dans un coulis soumis à différentes conditions de cisaillement. (Ferron et al., 2015) **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 16** : Nombre des floccs cimentaires dans un coulis soumis à différentes conditions de cisaillement. (Ferron et al., 2015)..... **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 17** : Les transitions entre les régimes colloïdal., visqueux et inertiel en fonction du gradient de cisaillement pour les suspensions de particules cimentaires rigides avec les forces attractives de van Der Waals. (Roussel et al., 2010)..... **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 18** : Classification rhéo-physique des coulis cimentaires (Roussel et al. 2010)..**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 19** : Variation du couple de rotation M en fonction de la vitesse de rotation Ω pour des coulis cimentaires non adjuvants (Nguyen et al., 2007)..... **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 20** : Courbes d'écoulement des coulis cimentaires non adjuvants (Cyr et al., 1999)**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 21** : Effet de l'addition d'eau ou de différents adjuvants sur la rhéologie des matériaux cimentaires (Beaupré et al., 1994)..... **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 22** : Effet de la quantité de superplastifiant sur l'allure des courbes d'écoulement et sur le comportement rhéologique des suspensions pures de ciment. (Cyr 1999) **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 23** : Suspension défloculée et phénomène de sédimentation : a) état initial de la suspension ; b) état final (Gelade et al., 2001)..... **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 24** : Suspension défloculée et phénomène de ressuage : a) état initial de la suspension ; b) état final (Gelade et al., 2001) **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 25** : Classification du potentiel de ressuage des coulis cimentaires basée sur la fraction volumique et la distance moyenne entre les particules cimentaires (Perrot et al., 2012)**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 26** : Classification des suspensions de C_3S suivant sa fraction solide (Mansoutre et al., 1999)
..... **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 27** : Diagramme de la ségrégabilité des coulis cimentaire (Hoang et al. 2015) ..**Error! Bookmark not defined.**

- Figure 1- 28** : Phénomène de sédimentation pendant l’essai rhéologique a) au début de l’essai ; b) après un certain temps (Gelade et al., 2001) **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 29** : Expérience de Gélade faite sur un coulis stable au repos et soumis à différents taux de cisaillement (Gelade 2001). **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 30** : Ressuage des coulis sans adjuvant en fonction du rapport E/C (Perrot et al. 2012) **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 31** : Effet du rapport E/C sur la sédimentation des coulis cimentaires sous cisaillement pour deux géométries (CIG et HIG) (Bhatty et Banfill 1982) **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 32** : Sédimentation des coulis avec différents dosages en superplastifiant (Neubauer et al., 1998)..... **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 33** : Schéma qui représente la sédimentation des particules non-colloïdales sous l’effet d’un écoulement dans un cylindre (Merkak et al., 2008) **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 34** : Profil vertical de la fraction volumique d’une suspension de 5% de billes de verre de 275µm dans une émulsion de 8,5 Pa de seuil. (Ovarlez et al., 2012) **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 35** : Indices de ségrégation dynamique (SI-DYNAMIC) et statique (SI-STATIC) en fonction du rapport E/C du béton autoplaçant (El-Chabib et al., 2006)..... **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 36** : Indice de ségrégation dynamique (SI-DYNAMIC) et statique (SI-STATIC) en fonction du dosage de superplastifiant du béton autoplaçant (El-Chabib et al., 2006)..... **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 37** : Schéma de l’essai de sédimentation sous cisaillement avec quatre niveaux de prélèvement du coulis dans le viscosimètre à cylindres coaxiaux (Bhatty et Banfill 1982)..... **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 38** : Schéma de principe de l’étude de sédimentation sous cisaillement par gamma-densimétrie (Gelade et al., 2001) **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 39** : Protocole pour contrôler la ségrégation des bétons pendant un essai rhéométrique (Wallevik et al., 2009) **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 40** : Protocole pour les essais rhéologiques réalisés par Hoang. ... **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 41** : L’influence du gap sur la variation de la contrainte de cisaillement du coulis avec un rapport E/C 0,45 et adjuvanté avec 1% de superplastifiant (Hoang et al. 2015)..... **Error! Bookmark not defined.**
- Figure 1- 42** : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis stable avec E/C = 0,35 et sans adjuvant superplastifiant pendant l’essai rhéométrique effectué avec le gap de 1 et de 10 mm (Hoang et al. 2015). **Error! Bookmark not defined.**

Figure 1- 43 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis ségréatif avec E/C = 0,45 et adjuvanté avec 1% de superplastifiant pendant l’essai rhéométrique effectué avec le gap de 1 et de 10 mm (Hoang et al. 2015).....	Error! Bookmark not defined.
Figure 1- 44 : Variation de la masse volumique de la partie haute du volume cisailé du coulis stable avec E/C = 0,35 et sans adjuvant superplastifiant pendant l’essai rhéométrique effectué avec le gap de 1 et de 10 mm (Hoang et al. 2015).....	Error! Bookmark not defined.
Figure 1- 45 : Variation de masse volumique de la partie haute du volume cisailé du coulis ségréatif avec E/C = 0,45 et 1% de superplastifiant pendant l’essai rhéométrique effectué avec le gap de 1 et de 10 mm (Hoang et al. 2015).....	Error! Bookmark not defined.
Figure 1- 46 : Variation du critère rhéométrique de ségréabilité des coulis sous cisaillement en fonction des paramètres de formulation (Hoang et al. 2015).....	Error! Bookmark not defined.
Figure 1- 47 : Profil radial des vitesses et de la fraction volumique observés dans un rhéomètre de Couette pour une suspension de 21.4 Pa de seuil de cisaillement avec 5% de billes de verre après 24h de cisaillement à 4 tpm. (Ovarlez et al., 2012).....	Error! Bookmark not defined.
Figure 1- 48 : Configuration de la mesure de la migration des particules lors d’un écoulement dans un viscosimètre plan-plan (Merhi et al., 2005).....	Error! Bookmark not defined.
Figure 1- 49 : Déplacement des particules en fonction de la position dans un tube lors d’un écoulement (Jossic et al., 2009).....	Error! Bookmark not defined.
Figure 1- 50 : Evolution du rapport couple/hauteur du mobile dans la simulation d’écoulement du BAP de 20 Pa de seuil d’écoulement et 20 Pa.s de viscosité dans un rhéomètre à cylindres coaxiaux. (Olivia et al., 2015).....	Error! Bookmark not defined.
Figure 1- 51 : Profil des vitesses d’écoulement dans la simulation d’écoulement du BAP de 20 Pa de seuil d’écoulement et 20 Pa.s de viscosité à 36 tpm (tours par minute) de vitesse angulaire dans un rhéomètre à cylindres coaxiaux. (Olivia et al., 2015).....	Error! Bookmark not defined.
Figure 2- 1 : Agitateur (a) et blender (b) utilisés pour le malaxage des coulis cimentaires.....	61
Figure 2- 2 : Variation de la contrainte de cisaillement des essais du coulis E/C 0,47 réalisés avec (a) le blender et (b) l’agitateur	62
Figure 2- 3 : Variation de la contrainte de cisaillement des essais du coulis E/C 0,65 réalisés avec (a) le blender et (b) l’agitateur	64
Figure 2- 4 : L’augmentation de la température des suspensions pendant les deux méthodes de malaxage	64
Figure 2- 5 : (a) Rhéomètre Haake RS150 et (b) récipient fixe Z43 et mobile Z38/S.....	65

Figure 2- 6 : La représentation schématique du rhéomètre Haake : (a) le récipient ;(b) le mobile ; (c) le mobile et le récipient en 3D et (d) le détail des stries sur la paroi du mobile. (Toutes les dimensions sont en millimètres).	65
Figure 2- 7 : Domaines du taux de cisaillement et de la contrainte de cisaillement mesurables par le rhéomètre Haake RS150 muni d'un cylindre Z38/S.....	66
Figure 2- 8 : Géométrie type Couette : mobile et récipient utilisés pour les essais rhéologiques	67
Figure 2- 9 : Représentation schématique de la configuration géométrique du rhéomètre Anton Paar : (a) récipient fixe ;(b) mobile ; (c) mobile et récipient en simulation 3D et (d) détail des rainures sur les parois du mobile et du récipient fixe. (Toutes les dimensions sont en millimètres).....	67
Figure 2- 10 : Protocole suivi pour l'étude la fiabilité des mesures rhéométriques effectuées avec le rhéomètre Anton Paar et la configuration géométrique B.	71
Figure 2- 11 : Variation des valeurs de viscosité pour les différents paliers	71
Figure 2- 12 : Détermination des différentes zones dans le domaine de travail du rhéomètre.....	72
Figure 2- 13 : Détermination des différentes parties du volume total du fluide dans le rhéomètre	73
Figure 2- 14 : Variation de la contrainte de cisaillement de l'huile d'olive en fonction (a) du gradient de cisaillement et (b)du temps	74
Figure 2- 15 : Variation de la contrainte de cisaillement du fluide à seuil modèle en fonction: (a) du gradient de cisaillement et (b) du temps.	75
Figure 2- 16 : Variation de contrainte de cisaillement en fonction du temps du coulis de E/C = 0,65 sans adjuvant au gap 1 et 10 mm	77
Figure 2- 17 : Variation de contrainte en fonction du temps du coulis de E/C = 0,40 sans adjuvant avec les gaps de 1 et de 10 mm.	78
Figure 2- 18 : Variation de contrainte en fonction du temps du coulis de E/C = 0,42 sans adjuvant avec les gaps de 1 et de 10 mm.	78
Figure 2- 19 : Variation de contrainte en fonction du temps du coulis de E/C = 0,45 sans adjuvant avec les gaps de 1 et de 10 mm.	78
Figure 2- 20 : Courbes d'écoulement des coulis non adjuvés	79
Figure 2- 21 : Variation du critère rhéométrique de ségrégabilité des coulis sous cisaillement en fonction des paramètres de formulation en appliquant le protocole de (Hoang et al. 2015) sur configuration B du rhéomètre	80

Figure 2- 22 : Variation de contrainte de cisaillement en fonction du temps du coulis de $E/C = 0,65$ pour des gaps variables entre 1 et 10 mm.	81
Figure 2- 23 : Variation de la contrainte de cisaillement moyenne du coulis de $E/C = 0,65$ pour différents paliers de taux de cisaillement (a) du 1er cycle et (b) du 2e cycle en fonction du gap	82
Figure 2- 24 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps d'un coulis cimentaire de $E/C=0,40$ pour des gaps variables entre 1 et 10 mm.	83
Figure 2- 25 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps d'un coulis cimentaire de $E/C=0,45$ pour des gaps variables entre 1 et 10 mm.	83
Figure 2- 26 : Variation de la contrainte de cisaillement moyenne d'un coulis de $E/C = 0,40$ pour différents paliers de taux de cisaillement (a) du 1 ^{er} cycle et (b) du 2 ^e cycle en fonction du gap	84
Figure 2- 27 : Variation de la contrainte de cisaillement moyenne d'un coulis de $E/C = 0,45$ pour différents paliers de taux de cisaillement (a) du 1 ^{er} cycle et (b) du 2 ^e cycle en fonction du gap.....	85
Figure 2- 28 : Variation de la masse volumique du coulis dans la moitié haute de l'entrefer en fonction du gap. Coulis de (a) $E/C = 0,65$, (b) $E/C = 0,40$ et (c) $E/C = 0,45$	86
Figure 2- 29 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps du fluide à seuil pour des gaps de 1, 3 et 10 mm.	87
Figure 2- 30 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction du rapport E/C calculée avec l'équation 2-6 mesurée avec la configuration B (a) au 1er cycle et (b) au 2e cycle	88
Figure 2- 31 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction du rapport E/C calculée avec l'équation 2-4 pour les essais avec la configuration A (a) au 1er cycle et (b) au 2e cycle d'après (Hoang et al. 2015) .	89
Figure 2- 32 : Variation de la contrainte de cisaillement entre les gaps de 3 et 10 mm mesurée avec la configuration B en fonction du temps des coulis stables de (a) $E/C = 0,4$ et (b) $E/C = 0,45$	91
Figure 2- 33 : Variation du critère de ségrégabilité généralisé pour les différents paliers du gradient de cisaillement des coulis stables de (a) $E/C = 0,40$ et (b) $E/C = 0,45$	91
Figure 2- 34 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps du coulis ségrégatif de $E/C=0,65$ aux gaps de 3 et 10 mm mesurée avec la configuration B.	92
Figure 2- 35 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction des gradients de cisaillement pour le coulis ségrégatif de $E/C = 0,65$	93
Figure 2- 36 : <i>Corrélation entre le critère rhéométrique de ségrégabilité et la diminution de la fraction solide au début et à la fin du 1er cycle d'après (Hoang et al., 2015)</i>	93

Figure 2- 37 : Corrélation entre le critère de ségrégabilité et la diminution de la fraction solide entre le début d’essai et la fin du 2e cycle d’après (Hoang et al. 2015).....	94
Figure 2- 38 : Corrélation entre le critère rhéométrique de ségrégabilité adapté à la configuration Bet la diminution de la fraction solide entre le début d’essai et la fin du 2e cycle	94
Figure 3- 1 : Les mobiles utilisés avec le rhéomètre Anton Paar	99
Figure 3- 2 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps d’un coulis dont le rapport E/C = 0,7 sans adjuvant avec le mobile cylindre à fond creux.....	100
Figure 3- 3 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps d’un coulis dont le rapport E/C = 0,7 sans adjuvant avec le mobile vane.	100
Figure 3- 4 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps d’un coulis dont le rapport E/C = 0,7 sans adjuvant avec le mobile cylindre à fond cône.....	100
Figure 3- 5 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du gradient de cisaillement d’un coulis dont le rapport E/C = 0,7 sans adjuvant avec le mobile cylindre à fond creux.	101
Figure 3- 6 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du gradient de cisaillement d’un coulis dont le rapport E/C = 0,7 sans adjuvant avec le mobile vane.	101
Figure 3- 7 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du gradient de cisaillement d’un coulis dont le rapport E/C = 0,7 sans adjuvant avec le mobile cylindre à fond cône. ...	101
Figure 3- 8 : Variation de la contrainte de cisaillement mesurées avec des gaps de 3 et 10 mm en fonction du temps de coulis faiblement ségrégatifs (a) E/C = 0,52 et (b) E/C = 0,55	104
Figure 3- 9 : Variation de la contrainte de cisaillement mesurées avec des gaps de 3 et 10 mm en fonction du temps de coulis fortement ségrégatifs (a) E/C = 0,70 et (b) E/C = 0,75.	105
Figure 3- 10 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction des gradients de cisaillement pour des coulis faiblement ségrégatifs dont le rapport E/C est égal à (a) 0,52 et (b) 0,55.....	106
Figure 3- 11 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction des gradients de cisaillement pour un coulis fortement ségrégatif dont le rapport E/C est égale à (a) 0,70 et (b) 0,75	108
Figure 3- 12 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction des gradients de cisaillement pour des coulis ségrégatifs dont le rapport E/C est égale à (a) 0,45 avec 0,8% de SP et (b) 0,50 avec 0,4% de SP (Hoang et al. 2015).....	109
Figure 3- 13 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction du rapport E/C à des gradients de cisaillement différents au (a) 1er cycle et (b) 2e cycle.....	110

Figure 3- 14 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis (a) $E/C=0,45$ avec 0,5 % de SP et (b) $E/C=0,47$ avec 0,5% de SP.....	112
Figure 3- 15 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction des gradients de cisaillement pour des coulis dont le rapport E/C est égal à (a) 0,45 avec 0,5% de SP et (b) 0,47 avec 0,5% de SP	112
Figure 3- 16 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps du coulis formulé à (a) $E/C = 0,52$ avec 0,5 % de SP et (b) $E/C=0,55$ avec 0,5% de SP.....	114
Figure 3- 17 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction des gradients de cisaillement pour des coulis dont le rapport E/C est égal à (a) 0,52 avec 0% et avec 0,5% de SP et (b) 0,55 avec 0% et avec 0,5% de SP.....	114
Figure 3- 18 : Variation du critère de ségrégabilité évalué au palier de 300 s^{-1} du 2 ^e cycle en fonction du rapport E/C des coulis adjuvantés et sans adjuvant.....	115
Figure 3- 19 : Image des billes de diamètre 150-250 μm avant le malaxage.....	116
Figure 3- 20 : Image des billes après le malaxage.....	116
Figure 3- 21 : Image des billes après l'attaque d'acide.....	117
Figure 3- 22 : Evolution du rapport $m_{\text{bille}}/m_{\text{total}}$ de $E/C = 0,45$ avec 5% de billes dans les deux parties du tube ($m_{\text{bille}}/m_{\text{total}}$ calculé = 0,0655).....	119
Figure 3- 23 : Evolution du rapport $m_{\text{bille}}/m_{\text{total}}$ de $E/C = 0,65$ avec 10% de billes dans les deux parties du tube ($m_{\text{bille}}/m_{\text{total}}$ calculé = 0,141).....	119
Figure 3- 24 : Evolution de la masse des billes dans un mortier avec un rapport $E/C=0,65$ et 5% de billes dans les deux parties du tube.	120
Figure 3- 25 : Variation du rapport E/C des parties du tube du coulis avec un E/C de 0,65	120
Figure 3- 26 : Variation du rapport E/C des parties du tube du coulis avec un E/C de 0,45	120
Figure 3- 27 : Variation du rapport E/C des parties du tube du coulis avec un $E/C = 0,65$ et 10% de billes.....	121
Figure 3- 28 : Variation du rapport E/C des parties du tube du coulis avec un $E/C=0,45$ et 5% de billes	121
Figure 3- 29 : Variation du rapport E/S des parties du tube du coulis avec un $E/C = 0,65$ et 5% de billes (E/S calculé = 0,58)	122

Figure 3- 30 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps des suspensions avec un rapport (a) E/C = 0,52 et 11% de billes et (b) E/C = 0,55 et 17,65% de billes..... 124

Figure 3- 31 : Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du temps des suspensions cimentaires avec un rapport (a) E/C = 0,70 et 17,65% billes et (b) E/C = 0,75 et 25% billes 125

Figure 3- 32 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction du gradient de cisaillement des suspensions cimentaires avec un rapport (a) E/C = 0,52 et 11% billes et (b) E/C = 0,52 sans billes 127

Figure 3- 33 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction du gradient de cisaillement des suspensions cimentaires avec un rapport (a) E/C = 0,55 et 17,65% billes et (b) E/C = 0,55 sans billes 127

Figure 3- 34 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction du gradient de cisaillement des suspensions cimentaires avec un rapport (a) E/C = 0,70 et 17,65% billes et (b) E/C = 0,70 sans billes 127

Figure 3- 35 : Variation du critère de ségrégabilité en fonction du gradient de cisaillement des suspensions cimentaires avec un rapport (a) E/C = 0,75 et 25% billes et (b) E/C = 0,75 sans billes 128

Figure 3- 36 : Variation du critère de ségrégabilité au gradient de cisaillement de 300 s^{-1} au 2^e cycle en fonction du rapport E/C des suspensions cimentaires avec des différents volumes de billes 128

Figure 4- 1 : (a) Géométrie du mobile (en bleu) ; (b) géométrie du récipient ; (c) la configuration A simulées dans Comsol®. **Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 2 : (a) Géométrie du mobile (en bleu) ; (b) géométrie du récipient ; (c) la configuration B simulées dans Comsol®..... **Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 3 : Maillages en 3D dans Comsol® des matériaux cisailés dans (a) la configuration A et (b) de la configuration B..... **Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 4 : Surfaces tournantes (en vert) dans la configuration A (a) et la configuration B (b). **Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 5 : Les deux parties du fluide dans le rhéomètre. **Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 6 : Schéma des stries et des rainures sur les parois des cylindres de la configuration A (a) et de la configuration B (b)..... **Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 7 : Distribution du gradient de cisaillement dans la simulation du coulis stable E/C 0,4 dans la configuration A avec un gap de 1mm..... **Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 8 : Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale au milieu du mobile dans la configuration A avec un gap de 1mm**Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 9 : Distribution du gradient de cisaillement dans la configuration B avec un gap de 1mm**Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 10 : Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale au milieu du mobile dans la configuration A avec un gap de 1 mm.....**Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 11 : Variation du gradient de cisaillement entre les rainures et entre les stries à mi-hauteur du mobile avec un gap de 1mm dans la configuration A..**Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 12 : Différentes positions locales étudiées sur une section horizontale de la partie latérale du mobile dans la configuration B**Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 13 : Variations du gradient de cisaillement en fonction de l'entrefer horizontal pour différentes positions locales dans la configuration B avec 1mm de gap**Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 14 : Distribution du gradient de cisaillement dans la section horizontale à 0,5mm au-dessous du mobile dans la configuration A avec des gaps de 1 mm (a) et 10 mm (b).**Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 15 : Variation du gradient de cisaillement en fonction de la distance entre l'axe du mobile et du récipient à 0,5 mm au-dessous du mobile dans la configuration A avec les gaps de 1 et 10 mm.....**Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 16 : Variation du gradient de cisaillement en fonction la distance entre l'axe du mobile et du récipient à 5 mm et 9,5 mm en-dessous du mobile dans la configuration A pour un gap de 10 mm**Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 17 : Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale à 0,5mm en-dessous du mobile dans la configuration B pour des gaps de 1mm (a) et 10mm (b)**Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 18 : Variation du gradient de cisaillement en fonction de la distance entre l'axe du mobile et du récipient à 0,5mm au-dessous du mobile dans la configuration B pour des gaps de 1mm et 10mm.**Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 19 : Variation du gradient de cisaillement en fonction de la distance entre l'axe du mobile et du récipient à 5mm et 10mm au-dessous du mobile dans la simulation du coulis 0,4 effectué avec la configuration B**Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 20 : Distribution verticale du gradient de cisaillement dans la configuration A avec des gaps de 1 et 10mm**Error! Bookmark not defined.**

- Figure 4- 21** : Distribution verticale du gradient de cisaillement dans la configuration B avec des gaps de 1 et 10 mm**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 4- 22** : Zones locales étudiées dans la partie inférieure du mobile pour les deux configurations**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 4- 23** : Variation du gradient de cisaillement en fonction de la profondeur à l'extrémité du fond du mobile (position α) pour un gap de (a) 1 à 3mm et (b) 4 à 10mm sous le mobile dans la simulation avec la configuration A**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 4- 24** : Variation du gradient de cisaillement en fonction de la profondeur à l'extrémité du fond du mobile (position α) pour un gap de (a) 1 à 3mm et (b) 4 à 10mm inférieur du mobile dans la simulation avec la configuration B.....**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 4- 25** : Comparaison entre les valeurs expérimentales (gris) et simulées (rouge) de contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,4 sans adjuvant dans les configurations (a) A et (b) B**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 4- 26** : Sections horizontales du mobile et du récipient dans les configurations (a) C, (b) D et (c) E. Toutes les dimensions sont en millimètres.....**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 4- 27** : Géométries du mobile et du récipient dans les configurations (a) C et (b) D et (c) E simulées dans Comsol®**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 4- 28** : Distribution du gradient de cisaillement dans la simulation du coulis stable E/C=0,4 dans la configuration C avec un gap de 1mm.....**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 4- 29** : Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale au milieu du mobile dans la configuration C avec un gap de 1mm**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 4- 30** : Distribution du gradient de cisaillement dans la simulation du coulis stable E/C 0,4 dans la configuration D avec un gap de 1mm**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 4- 31** : Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale au milieu du mobile dans la simulation du coulis stable E/C 0,4 dans la configuration D avec un gap de 1mm**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 4- 32** : Distribution du gradient de cisaillement dans la simulation du coulis stable E/C 0,4 dans la configuration E avec un gap de 1mm**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 4- 33** : Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale au milieu du mobile dans la configuration E avec un gap de 1mm**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 4- 34** : Variation du gradient de cisaillement au milieu d'une rainure et au milieu d'une strie à mi-hauteur du mobile avec 1mm de gap effectué avec la configuration C.....**Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 35 : Variation du gradient de cisaillement au milieu des rainures et au milieu des stries à mi-hauteur du mobile avec 1mm de gap effectué avec la configuration D **Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 36 : Variation du gradient de cisaillement au milieu des rainures et au milieu des stries à mi-hauteur du mobile avec 1mm de gap effectué avec la configuration E **Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 37 : Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale à 0,5mm en-dessous du mobile avec la configuration C pour un gap de (a) 1mm et (b) 10mm **Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 38 : Variation du gradient de cisaillement en fonction de la distance entre l'axe du mobile et du récipient à 0,5mm en-dessous du mobile dans la configuration C pour un gap de 1mm et 10mm..... **Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 39 : Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale à 0,5mm en-dessous du mobile dans la configuration D avec un gap de (a) 1mm et (b) 10mm **Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 40 : Variation du gradient de cisaillement en fonction de la distance entre l'axe du mobile et du récipient à 0,5mm en-dessous du mobile dans la configuration D pour un gap de 1mm et 10mm..... **Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 41 : Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale à 0,5mm en-dessous du mobile dans la configuration E pour un gap de (a) 1mm et (b) 10mm **Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 42 : Variation du gradient de cisaillement en fonction de la distance entre l'axe du mobile et du récipient à 0,5mm en-dessous du mobile dans la configuration E pour un gap de 1mm et 10mm..... **Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 43 : Distribution verticale du gradient de cisaillement dans la configuration C pour un gap de (a) 1mm et (b) 10mm **Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 44 : Distribution verticale du gradient de cisaillement dans la configuration D pour un gap de 1mm et (b) 10mm **Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 45 : Distribution verticale du gradient de cisaillement dans la configuration E pour un gap de (a) 1mm et (b) 10mm **Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 46 : Variation du gradient de cisaillement en fonction de la profondeur à l'extrémité du fond (position α) du mobile dans la configuration C pour des gaps de (a) 1 à 3mm et (b) 4 à 10mm **Error! Bookmark not defined.**

- Figure 4- 47 :** Variation du gradient de cisaillement en fonction de la profondeur à l'extrémité du fond du mobile (position α) dans la configuration D pour des gaps de (a) 1 à 3mm et (b) 4 à 10mm**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 4- 48 :** Variation du gradient de cisaillement en fonction de la profondeur à l'extrémité du fond du mobile (position α) dans la configuration E pour des gaps de (a) 1 à 3mm et (b) 4 à 10mm**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 4- 49 :** Représentation schématique de la configuration F : (a) mobile et récipient en 3D et (b) détail de l'entrefer entre le mobile et le récipient. Toutes les dimensions sont en millimètres.**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 4- 50 :** Représentation schématique de la configuration G : (a) mobile et récipient en 3D et (b) détail de l'entrefer entre le mobile et le récipient. Toutes les dimensions sont en millimètres.**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 4- 51 :** Simulation des géométries et du matériau de (a) la configuration F et (b) la configuration G**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 4- 52 :** Distribution du gradient de cisaillement dans la simulation avec la configuration F pour un gap de 1mm.....**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 4- 53 :** Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale (a) au milieu de la partie latérale du mobile (b) au milieu du cône au fond du mobile dans la configuration F pour un gap de 1mm.....**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 4- 54 :** Distribution du gradient de cisaillement dans la simulation avec la configuration G pour un gap de 1mm.....**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 4- 55 :** Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale au milieu de la partie latérale du mobile dans la configuration F avec un gap de 1mm**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 4- 56 :** Variation du gradient de cisaillement en fonction de l'entrefer horizontal aux différentes positions locales sur la section horizontale au milieu du mobile de la configuration F avec 1mm de gap**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 4- 57 :** Variation du gradient de cisaillement en fonction de l'entrefer horizontal aux différentes positions locales sur la section horizontale au milieu du cône de la configuration F avec 1mm de gap**Error! Bookmark not defined.**
- Figure 4- 58 :** Variation du gradient de cisaillement en fonction de l'entrefer horizontal aux différentes positions locales sur la section horizontale au milieu du mobile de la configuration G avec 1mm de gap**Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 59 : Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale à 0,5mm en-dessous du mobile dans la configuration F pour un gap de (a) 1mm et (b) 10mm.....**Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 60 : Variation du gradient de cisaillement en fonction la distance entre l'axe du mobile et du récipient à 0,5mm en-dessous du mobile dans la configuration F pour des gaps de 1mm et 10mm.....**Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 61 : Distribution du gradient de cisaillement sur la section horizontale à 0,5mm en-dessous du mobile dans la configuration G pour les gaps de (a) 1mm et (b) 10mm.....**Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 62 : Variation du gradient de cisaillement en fonction la distance entre l'axe du mobile et du récipient à 0,5mm en-dessous du mobile dans la configuration F pour des gaps de 1mm et 10mm.....**Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 63 : Distribution verticale du gradient de cisaillement dans la configuration F pour un gap de (a) 1mm et (b) 10mm**Error! Bookmark not defined.**

Figure 4- 64 : Distribution verticale du gradient de cisaillement dans la configuration G pour un gap de (a) 1mm et (b) 10mm**Error! Bookmark not defined.**