

Modèle de viscosité multi-échelle : de la pâte de ciment au micro-béton

Z. Toutou¹, C. Lanos¹, Y. Mélinge¹, N. Roussel²

¹*Groupe de Recherche en Génie Civil –Equipe Matériaux
INSA de Rennes 20 ave des Buttes de Coesmes 35043 Rennes Cedex*

²*Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, Paris*

Reçu le 10 Juillet 2003 – Version finale acceptée le 21 Novembre 2003

Résumé : Basé sur le modèle de Krieger-Dougherty, un modèle de viscosité multi-échelle est construit et appliqué aux cas de micro-bétons résultant du mélange de sable fin 0/0.315 mm, de ciment, d'adjuvant et d'eau. Le modèle décrit la formation d'unités structurales au sein d'une suspension et les phénomènes de structuration/destructuration sous l'effet d'un cisaillement. La principale hypothèse de construction du modèle est de considérer, à une échelle d'observation donnée, la suspension polydispense comme une suspension biphasique constituée d'une phase continue (fluide saturant) et d'une phase dispersée (unités structurales). Ces deux phases évoluent en fonction de l'écoulement et la composition de la suspension. Dans un tel mélange, on distinguera différentes échelles : celle du fluide saturant, celle de la pâte de ciment, celle du mélange. La connaissance de la viscosité apparente de la suspension à l'échelle « i » et de celle à l'échelle supérieure « i+1 » permet de calculer une concentration solide liée aux unités structurales de la suspension « i+1 ». Des essais réalisés sur des pâtes de ciment et des micro-bétons obtenus par ajout de sable fin dans les pâtes permettent de valider ce modèle de viscosité multi-échelle dont l'adaptation doit permettre la modélisation du comportement d'un béton.

Mots clés : pâtes de ciment, micro-bétons, modèle de Krieger-Dougherty, Modèle de viscosité multi-échelle, unités structurales

Abstract : A multi-scale viscosity model is derived from Krieger-Dougherty relation and applied to micro-concretes obtained by fine sand addition to in cement based pastes. The proposed model describes structural units apparition in a suspension and structuration/destructuration phenomena under shear. The main assumption is to consider that, at a given scale, any polydispersed suspension is the addition of a continuous phase (fluid) and a dispersed one (structural units). These two phases depend on the flow characteristics and on the suspension composition. In such mixes, three scales may be considered: saturating fluid scale, cement paste scale and mix scale. Scale « i » and « i+1 » apparent viscosity measurements allow the calculation of a solid fraction of structural units. This multi-scale viscosity model is validated using cement based pastes and micro-concrete experimental results. Its generalisation to the case of concrete is reached.

1. Introduction

D'un point de vue physique, les bétons à l'état frais peuvent être considérés comme des suspensions de grains de différentes tailles dans un fluide. Les écoulements de telles suspensions mettent en jeu des interactions particulières. Ces dernières sont souvent complexes du fait de l'utilisation croissante d'adjuvants dont l'effet sur les particules de ciment est encore mal défini. Ces ajouts sont à l'origine utilisés pour obtenir des bétons répondant à certaines conditions de mise en œuvre. Ces dernières se traduisent par des valeurs requises de paramètres rhéologiques

tels qu'un seuil de mise en écoulement et une viscosité. Un certain nombre d'essais (slump test, étalement, rhéométrie,...) permettent actuellement de caractériser, voire mesurer, ces paramètres. En revanche, il existe peu de modèles théoriques permettant de prédire correctement leur évolution en fonction de la composition. D'une manière générale, la viscosité d'un béton augmente quand sa concentration en inclusions solides augmente. Cependant, la polydispersité et l'étendue granulaire de ces inclusions couplés à des mécanismes de structuration limitent l'utilisation des modèles classiques de viscosité tels que ceux

propos es par Krieger et Dougherty [1] ou Qu emada [2]. Afin de s'affranchir de la polydispersit e de ces suspensions, une analyse de la viscosit e  a diff erentes  echelles est propos ee dans cette  etude. Ces  echelles sont associ ees  a des classes de grains de tailles voisines pouvant constituer, en pr esence de fluides, des suspensions qui seront consid er ees homog enes et monodispers es. Le fluide saturant, la p ate de ciment, le mortier et le b eton dans son int egralit e constituent autant d' echelles d'analyses courantes. L'approche est construite  a l'image du mod ele de Farris [3], d ej a exploit e pour la caract erisation des b etons par [4]. Cependant dans cette  etude, la concentration volumique solide des diff erentes suspensions d ecoupl ees y est remplac ee par une concentration volumique d'unit es structurales.

Pour justifier la construction d'un tel mod ele, une pr esentation succincte de la notion d'unit es structurales et des m ecanismes de structuration et de destructuration sous cisaillement est d'abord donn ee. Ensuite, une description du mod ele de viscosit e multi- echelle avec un algorithme de calcul d'une concentration d'unit es structurales (US) est fournie.

Des valeurs de viscosit es mesur ees exp erimentalement sur des p ates de ciment et des micro-b etons obtenus par ajout de sable fin (0/0.315mm) permettent de valider ce mod ele en pr esence de particules fines. La viscosit e apparente des micro-b etons rapport ee  a une viscosit e calcul ee de la p ate en pr esence du sable  evolue selon un mod ele de Krieger-Dougherty exprim e en fonction de la concentration solide associ ee aux unit es structurales.

2. Notion d'unit es structurales

La dispersion d'une phase solide, non miscible, dans une phase liquide n'est jamais totale. Des interactions de type physico-chimique ou m ecanique induisent une agglom eration des particules solides, emprisonnant parfois une fraction de la phase liquide. On parle alors de floculation ou d'agglom eration de particules de tailles plus ou moins grande. Qu emada [5] a d esign e cette floculation par le terme de « structures » ou d'Unit es Structurales (US). La transcription de cette notion d'unit es structurales au cas d'un b eton par exemple, peut  etre exprim ee simplement par le fait d'associer aux amas de grains une partie du fluide saturant (ou suspendant). Dans le m eme esprit, Charonnat [6],

lors de ses travaux sur le malaxage des m elanges, a int egr e la notion de "grain porteur" et de son cort ege pour caract eriser la stabilit e (s egr egation, homog enit e, ...) des b etons  a la sortie du malaxeur. Le cort ege est alors compos e d'un fluide dans lequel des grains de tailles inf erieures  a celle du grain porteur sont en suspension (fig. 1). Le b eton est alors apparent e  a une suspension d'US (constitu ees de grains porteurs avec leur cort ege) dans un fluide saturant dont la formulation est voisine de celle du cort ege.

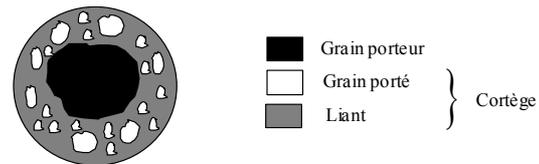


Figure 1: Grain porteur et son cort ege (extrait de [6])

Cette repr esentation du grain porteur et de son cort ege peut  etre id ealis ee en distinguant dans l'US chaque grain enrob e par une  epaisseur moyenne, "E_F", de fluide, suppos e homog ene. La forme et la taille du grain, l' epaisseur de son enrobage d efinissent la g eom etrie d'une unit e structurale  el ementaire (figure 2).

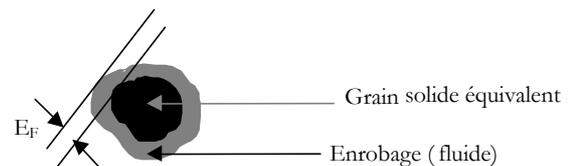


Figure 2: Unit e structurale  el ementaire.

 a l'image d'une concentration volumique de grains solides (ϕ) d'une suspension, une concentration volumique d'US (not ee ϕ_{US}) peut  etre d efinie comme le rapport du volume occup e par les US et le volume total de la suspension.

Le volume occup e par une unit e structurale  el ementaire d ependra donc du volume de son grain  equivalent et du volume associ e  a l'enrobage. Pour l'heure, il n'existe pas de mod ele permettant d' evaluer ϕ_{US}  a partir de la composition de la suspension. Le probl eme r eside dans le fait que les m ecanismes d'organisation structurale d'une suspension sont tr es complexes et associer une  epaisseur d'enrobage  a un grain  equivalent d epend de diff erents param etres (vitesse de cisaillement, viscosit e du fluide, densit e, ...). Cependant, plusieurs travaux [7] [8], ont permis de mettre en  evidence l'existence d'une relation directe entre la surface sp ecifique des grains  equivalents et

l'épaisseur de leur enrobage. Pour une valeur donnée de l'épaisseur d'enrobage E_F , on peut écrire le volume d'une unité structurale élémentaire V_{USi} :

$$V_{USi} = V_{Gi} + E_F \cdot S_{Gi} \quad (1)$$

V_{Gi} et S_{Gi} sont respectivement le volume et la surface du grain équivalent de l'US élémentaire. Une concentration volumique d'US aura alors pour expression :

$$\phi_{US} = \frac{\sum_{i=1}^N (V_{Gi} + E_F S_{Gi})}{V} = \frac{\sum_{i=1}^N V_{Gi}}{V} + E_F \frac{\sum_{i=1}^N S_{Gi}}{V} = \phi \left(1 + \frac{\alpha}{D} E_F \right) \quad (2)$$

avec : $S_{Gi} = \alpha_i \frac{V_{Gi}}{D_i}$ et $\sum_{i=1}^N S_{Gi} = \frac{\alpha}{D} \sum_{i=1}^N V_{Gi}$

V est le volume total de la suspension, N est le nombre d'unités structurales et α un coefficient de forme.

La concentration volumique d'US peut donc être linéairement reliée à ϕ , la concentration volumique des grains équivalents.

En complément de la notion de concentration volumique d'US, on définit une concentration d'empilement maximum d'US, ϕ_{Mus} . La connaissance de l'épaisseur d'enrobage dans l'US associée à chaque classe granulaire liée à chaque échelle d'analyse du mélange, permettrait de construire, à l'image du modèle de compacité proposé par Caquot [9], par exemple, la compacité maximale d'une suspension d'US composée de n classes de grains enrobés. Une telle suspension présenterait selon le modèle de Krieguer-Dougherty une viscosité infinie et se comporterait comme un fluide à seuil. Cependant [7] montre que les caractéristiques du fluide enrobant sont fortement modifiées par les conditions d'écoulement. La stabilité d'un mélange idéal, purement plastique, est probablement remise en cause.

3. Structuration et déstructuration

Lors d'un écoulement la structure interne d'une suspension se réarrange. Si l'état initial est le repos, soumise à une vitesse de déformation croissante, la suspension se déstructure. On parle alors de phase de déstructuration. En revanche, dans le cas d'une vitesse de déformation décroissante, on parle de phase de structuration ou restructuration. Au cours de ces phases, des phénomènes de type mécano physico chimique

interviennent et conditionnent la formation d'US. La taille, la forme et la concentration de ces US modifient les propriétés rhéologiques macroscopiques des suspensions. Quémada [5] interprète la propriété de rhéofluidification de certaines suspensions par une rupture des unités structurales s'accompagnant d'une libération de fluide saturant. De la même façon, certains auteurs [10] associent la propriété de rhéoépaississement à la reformation des unités structurales induisant une augmentation de la viscosité sous vitesse croissante. Dans notre modèle, E_F est donc influencée par $\dot{\gamma}$.

4. Structuration/déstructuration et viscosité d'une suspension

Partant du principe que le comportement rhéologique d'une suspension est régi par le déplacement relatif des éléments de la phase dispersée dans une phase fluide et continue, un modèle de viscosité à l'image du modèle de Quémada ou de Krieger-Dougherty peut être construit. Le grain (ou grain équivalent) est remplacé par l'US élémentaire en suspension dans un fluide saturant de viscosité apparente μ_F et la concentration d'unités structurales (ϕ_{US}) vient remplacer la concentration solide ϕ . Ainsi, la viscosité apparente d'une suspension d'US peut être exprimée par la relation suivante :

$$\mu = \mu_F \left(1 - \frac{\phi_{US}}{\phi_{Mus}} \right)^{-q} \quad (3)$$

Avec $q = 2$ dans le cas du modèle de Quémada et $q = [\eta] \phi_{Mus}$ dans le cas du modèle de Krieger-Dougherty. En présence de pâtes de ciment [11] et [12] utilisent le modèle de Krieguer-Dougherty.

L'influence sur la viscosité apparente d'une structuration ou d'une déstructuration de la suspension d'US en écoulement interviendra au niveau des paramètres μ_F , ϕ_{US} et ϕ_{Mus} de l'équation (3).

Une déstructuration induit une modification de la taille des US et donc de ϕ_{US} . Par conséquent, la concentration de ce que nous considérons ici comme fluide saturant est modifiée (réorganisation des deux phases). Dans le cas d'une déstructuration, l'US voit son volume diminuer ce qui conduirait à une diminution de la viscosité apparente du mélange (si μ_F , ϕ_{Mus} et q restent inchangés dans l'équation 3). Cependant,

dans le cas des suspensions  tudi es, le fluide d'enrobage est lui-m me une suspension. La diminution de l' paisseur d'enrobage conduit   interdire   certains grains leur pr sence dans l'enrobage. Ces grains vont alors entrer dans la composition du fluide suspendant des US (en formant  ventuellement des sous-US   l' chelle d'analyse du fluide suspendant). Dans ce cas la viscosit  du fluide suspendant μ_F est modifi e (a priori augment e) ce qui contribue   augmenter la viscosit  apparente du m lange. La d structuration conduit donc   deux ph nom nes antagonistes vis   vis de l' volution de la viscosit  apparente du m lange analys    une  chelle donn e.

Les r sultats avanc s par L. Struble [11] peuvent  tayer cette th orie. En effet, l'auteur identifie un param tre ϕ_M , concentration volumique d'empilement maximum de grain, du mod le de Krieger-Dougherty diff rent pour diff rentes vitesses de cisaillement. Ces r sultats  tant cal s sur des valeurs de viscosit  apparente mesur es sur des p tes de ciment dispers es au "sulfonate naphthal ne formald hyde". Elle montre que la valeur de $\phi_M = 0,64$ identifi e   partir de la viscosit  d termin e pour une vitesse de cisaillement de $25s^{-1}$ est inf rieure   celle identifi e pour une vitesse de cisaillement de $500s^{-1}$, $\phi_M = 0,76$. La d structuration ayant pour effet de modifier la constitution des US (diminution de E_f), ceci conduit   un empilement plus compact. Il est ainsi plus judicieux de faire intervenir ϕ_{US} et un packing associ  ϕ_{MUS} dans l' quation de Krieger-Dougherty.

5 Mod le de viscosit  multi chelle appliqu  aux b tons

Les mod les de viscosit  cit s pr c demment sont   l'origine  tablis pour des suspensions monodispers es de sph res dures. Leur utilisation dans le cas des b tons, mat riaux   la granularit   tendue, est loin d' tre licite. Afin de s'affranchir de cette difficult , l'analyse du comportement global est abord e   diff rentes  chelles. Ces  chelles sont d finies   l'aide de classes de grains de tailles voisines pouvant constituer, en pr sence de fluides, des suspensions homog nes consid r es comme monodispers es. Une  chelle d'observation d'une suspension polydisperse correspond ainsi   une suspension pour laquelle on d finit une phase fluide et une phase dispers e (unit s structurales). Dans le cas d'un b ton, trois

 chelles d'observation sont commun ment retenues :

– La p te est une suspension constitu e de particules de ciment et  ventuellement de fillers, de tailles inf rieures   $80 \mu m$, dispers es dans un fluide homog ne constitu  d'eau et  ventuellement d'adjuvants.

– Le mortier est une suspension de grains de sable de taille pouvant aller jusqu'  $2mm$ dans la p te de ciment.

– Le b ton qui constitue l' chelle globale du mat riaux correspond   une suspension de grains de taille sup rieure   $2 mm$ dans le mortier.

Le choix de ces coupures est bien s r arbitraire. Il est commun ment accept  dans la communaut  du G nie Civil. En toute rigueur, pour se placer dans le cas de suspensions monodispers es, il faudrait pour d crire un mat riaux tel que le b ton r aliser un nombre de coupures bien sup rieur   trois.

Cette approche justifie la construction du mod le de viscosit  multi-modale de Farris [3] modifi  par Hu [4] pour les b tons fluides ( quation 4).

$$\mu = \mu_0 \cdot (1 + k_s \frac{V_s}{\beta_s}) (1 - \frac{\phi_F}{\alpha_F})^{-2,5 \cdot \alpha_F} (1 - \frac{\phi_c}{\alpha_c})^{-k \cdot \alpha_c} (1 - \frac{\phi_g}{\alpha_g})^{-k \cdot \alpha_g} \quad (4)$$

Avec μ_0 la viscosit  de l'eau, V_s le dosage en superplastifiant, β_s le dosage de saturation en superplastifiant, k_s et k des param tres   ajuster, ϕ_F , ϕ_c et ϕ_g les concentrations volumiques solides des fines de silice, du ciment et des granulats et α_F , α_c et α_g les concentrations volumiques d'empilement maximum des fines de silice, des particules de ciment et des granulats.

Ce mod le a  t  valid  sur des b tons fortement adjuvant s, donc tr s fluides (BAN). Dans ce cas, la suspension est bien dispers e et la vitesse de d formation n'a pas d'influence sur la taille d' ventuelles US. En revanche, dans le cas de b tons moins fluides, la dispersion est loin d' tre totale. L' tat de floculation qui varie en fonction de la vitesse de cisaillement de telles suspensions influe consid rablement sur leur comportement rh ologique. Cette floculation visible ne permet pas une utilisation licite des concepts d'arrangements granulaires secs sur lesquels est bas e l'identification des param tres α_F , α_c et α_g du mod le de Farris. En effet, il para t  vident que les arrangements locaux sont perturb s par les ph nom nes d'enrobage.

Notre  tude se limite au cas d'un micro-b ton r sultant du m lange d'eau, d'adjuvant, d'un ciment portland ordinaire et d'un sable 0-315  m.

- L'eau et l'adjuvant forment le fluide saturant,
- La p te de ciment constitue dans ce cas la suspension de r f rence (fluide suspendant du micro-b ton).
- Le micro-b ton est consid r , non plus comme une suspension de grains de sable dans la p te de ciment, mais comme une suspension de grains de sable enrob s d'une fraction de p te (p te li e) dans une p te modifi e (p te libre).

5.1 Analyse pour une valeur donn e de $\dot{\gamma}$

La viscosit  apparente d'une suspension   l' chelle d'observation « i » s'exprime alors sous la forme suivante :

$$\mu_i = \mu_0 \prod_{j=1}^i \left(1 - \frac{\phi_{US}^j}{\phi_{MUS}^j}\right)^{-k_j \phi_{MUS}^j} \quad (5)$$

Avec μ_0 la viscosit  du fluide saturant, ϕ_{US}^i la concentration volumique d'unit s structurelles de la suspension "i", ϕ_{MUS}^i la concentration volumique d'empilement maximum d'US de la suspension "i", n le nombre d' chelles que l'on souhaite distinguer dans une suspension et k_i un param tre   ajuster pour chaque suspension "i". Ce param tre s'apparente   une viscosit  intrins que  quivalente   celle du mod le de Krieger-Dougherty. "i" est   la fois une  chelle d'observation de la g osuspension globale et une gamme de taille des particules formant le squelette solide du m lange. La suspension "i+1" est obtenue en ajoutant   la suspension "i" la classe granulaire correspondant aux grains de taille comprise entre d_i et d_{i+1} . Une classe peut correspondre par exemple au sable, au gravier,.... Dans ce cas l' quation (5) peut s' crire :

$$\mu_{i+1} = \mu_i \left(1 - \frac{\phi_{US}^{i+1}}{\phi_{MUS}^{i+1}}\right)^{-k_{i+1} \phi_{MUS}^{i+1}} \quad (6)$$

O  μ_i repr sente la viscosit  apparente de la suspension consid r e   l' chelle "i", ϕ_{US}^{i+1} la concentration d'US de la suspension correspondant aux grains de la classe granulaire $[d_i-d_{i+1}]$, ϕ_{MUS}^{i+1} la concentration de packing des US de la suspension de grains de classe $[d_i-d_{i+1}]$ et k_{i+1} un param tre   ajuster. Ainsi,   l' chelle "i+1", la suspension "i" est le fluide saturant. L'identification d'une phase "fluide" continue et d'une phase "solide" dispers e, pour diff rentes

conditions d' coulement de la suspension globale permet de comprendre l' volution des US de la suspension  quivalente. Dans ce qui suit, on s'int ressera plus particuli rement   l'identification de la concentration volumique solide de la phase dispers e. Elle sera d finie, pour une  chelle donn e, comme le rapport du volume des particules solides associ es aux unit s structurelles par rapport au volume total de la suspension correspondante et sera not e ϕ_{US}^S .

6. Calcul d'une concentration solide associ e aux unit s structurelles, ϕ_{US}^S

6.1 Hypoth ses

Afin d' valuer l' tat de structuration de la suspension globale et de pouvoir d coupler les diff rentes  chelles constitutives on retiendra les hypoth ses suivantes :

1. Dans une g osuspension en  coulement, les diff rentes phases, solides et liquide, s'organisent en une phase "dispers e" et une phase "continue".
2. Ces phases  voluent en fonction de la concentration volumique solide, de la forme et de la taille des grains ainsi que de la vitesse de cisaillement.
3. Les concentrations volumiques solides des suspensions consid r es   diff rentes  chelles sont toujours inf rieures   la concentration d'empilement maximum.

6.2 Algorithme de calcul de ϕ_{US}^S

Etape 1 : identification de l'expression de la viscosit  du fluide saturant   l' chelle « i », $\mu_i(\phi_i, \phi_{Mi})$.

Pour une vitesse de cisaillement donn e, la viscosit  apparente de la suspension « i » est mesur e exp rimentalement pour diff rentes concentrations solides de grains de la classe $[d_{i-1}-d_i]$ ϕ_i , soit $\mu_{i-mesur e}$. Le calage du mod le de Krieger-Dougherty sur les r sultats exp rimentaux permet d'identifier les param tres, ϕ_{Mi} et k_i , de l'expression de la viscosit  de la suspension « i » ( q. 7) :

$$\mu_{i-mesur e} = \mu_{i-1}(\phi_{i-1}) \left(1 - \frac{\phi_i}{\phi_{Mi}}\right)^{-k_i \phi_{Mi}} \quad (7)$$

$\mu_{i-1}(\phi_{i-1})$ est la loi de viscosit  de la suspension « i-1 » connue   partir des r sultats de l'analyse  

l' chelle inf rieure et tenant compte de la composition de cette suspension.

Etape 2 : identification de la viscosit  apparente th orique du fluide saturant la suspension « i+1 ».

Un mod le de Krieger-Dougherty est  galement cal  sur les r sultats exp rimentaux   l' chelle « i+1 » obtenus pour diff rentes concentrations solides ϕ_{i+1} de grains de classe $[d_i-d_{i+1}]$. Ce calage fournit les valeurs de trois param tres, μ_i , ϕ_{Mi+1} , et k_{i+1} .

$$\mu_{i+1\text{-mesur e}} = \mu_i \left(1 - \frac{\phi_{i+1}}{\phi_{Mi+1}}\right)^{-k_{i+1}\phi_{Mi+1}} \quad (8)$$

Etape 3 : calcul de la concentration solide du fluide saturant ϕ' .

Le fait d'introduire des grains de classe $[d_i-d_{i+1}]$ peut modifier la viscosit  du fluide saturant. La viscosit  apparente du fluide saturant calcul e   l' tape 2 correspond alors   une concentration solide ϕ'  ventuellement diff rente de ϕ_i . Cette concentration ϕ' est obtenue en introduisant $\mu_{i\text{-calcul e}}$ dans l' quation 7.

$$\mu_i = \mu_{i-1} (\phi_{i-1}) \left(1 - \frac{\phi'}{\phi_{Mi}}\right)^{-k_i\phi_{Mi}} \quad (9)$$

Par cette approche on fait l'hypoth se que la modification de la viscosit  du fluide saturant est due uniquement   une modification de sa concentration solide. R cemment, [13] a propos  de justifier cette modification par la modification du gradient de cisaillement r ellement appliqu  au fluide saturant du fait de la pr sence de particules de taille sup rieure. Son mod le est  tay  par une suspension mod le de billes de polystyr ne dispers es dans une solution compos e d'eau, de glyc rine, de NaCl et d'un polym re naturel, le xanthane. Proc der de cette fa on, conduit   n gliger la notion de formation d'US qui reste un ph nom ne in vitable dans le cas des suspensions   matrice cimentaire.

Etape 4 : calcul de la concentration d'US de la suspension « i+1 »

La modification de la concentration volumique solide du fluide saturant la suspension « i+1 » implique une r organisation des deux phases. Deux cas peuvent se pr senter :

1. Si $\mu_{i\text{-mesur e}} > \mu_i \Rightarrow \phi' > \phi$, l' coulement induit une augmentation de la concentration solide du

fluide suspendant. Cette configuration correspond au passage d'une fraction de la phase dispers e de la suspension "i+1" dans la suspension "i". La concentration volumique solide associ e aux unit s structurales, qu'on note ici ϕ_{US}^S , de la suspension « i+1 » est estim e en premi re approximation :

$$\phi_{US}^S = \phi_{i+1} - [\phi' - \phi_i]_{Vi+1} \quad (10)$$

avec $[\phi' - \phi_i]_{Vi+1}$ est l' cart de concentration volumique solide entre la valeur calcul e et la valeur exp rimentale, rapport e au volume total de la suspension "i+1".

2. Si $\mu_{i\text{-mesur e}} < \mu_i \Rightarrow \phi' < \phi_{i+1}$, l' coulement induit une diminution de la concentration solide du fluide suspendant. Cette configuration correspond au passage d'une fraction solide de la phase dispers e de la suspension "i" dans la phase dispers e de la suspension "i+1". Dans ce cas, la concentration volumique solide associ e aux unit s structurales devient :

$$\phi_{US}^S = \phi_{i+1} + [\phi' - \phi_i]_{Vi+1} \quad (11)$$

Cette formulation de l'adaptation de la concentration volumique solide entre phase "dispers e" et phase "continue" est basique. Les m canismes mis en jeu dans la formation et la destruction de l'enrobage de grain (p te li e et p te libre) au cours d'un  coulement de cisaillement sont tr s complexes. La diminution ou l'augmentation de la concentration solide de la phase continue peut  tre une combinaison de diff rents "transferts" de grains de la suspension (floculation des grains fins, passage simultan  des grains des deux phases dans le fluide et dans la phase dispers e, ...). Cette approche ne permet pas de d coupler les diff rents m canismes concomitants.

N anmoins, cette distinction entre phase continue et phase dispers e permet de r  crire l' quation (6) en exprimant la viscosit  apparente de la suspension « i+1 » en fonction de la concentration volumique solide associ e aux unit s structurales ϕ_{US}^S et du packing associ  ϕ_{MUS}^S , de la suspension « i+1 », comme suit :

$$\mu_{i+1\text{-mesur e}}^{i+1} = \mu_{i\text{-identifi e}}^i (\phi') \left(1 - \frac{\phi_{US}^S(i+1)}{\phi_{MUS}^S(i+1)}\right)^{-k\phi_{MUS}^S(i+1)} \quad (12)$$

7. Résultats expérimentaux

Pour illustrer cette approche, nous exploitons les résultats d'essais obtenus à l'aide d'un rhéomètre à contraintes imposées de Rhéologica [14]. Les essais sont réalisés simultanément sur des pâtes de ciment et des micro-bétons de sable fin (0/0.315mm). Un entrefer de 0,8 mm est utilisé dans le cas des essais sur les pâtes et de 2,08 mm dans le cas des micro-bétons. Les pâtes de ciment sont composées de ciment 52,5 CEM1, de fines minérales, d'eau et d'un plastifiant, puissant réducteur d'eau, Plastiment 22S de la gamme commerciale Sika. Différents dosages pondéraux, exprimés en rapports E/C (eau/ciment) variant entre 0,30 et 0,50 sont utilisés pour la formulation. Le dosage en plastifiant est maintenu constant et égal à 1% du poids du ciment additionné de fines. Dans le cas des micro-bétons, deux protocoles de formulation sont utilisés :

- Dans une pâte de ciment de composition donnée, nous avons procédé à différents ajouts en sable. La concentration volumique solide de cette pâte est de 0,48. Le dosage en sable est exprimé en masse de sable par rapport à la masse du mélange sec (ciment + sable). Ces micro-bétons sont appelés « micro-bétons à pâte fixe ».
- Dans des pâtes de ciment de compositions différentes (différents E/C) nous avons ajouté un même dosage en sable. Ces mélanges sont appelés « micro-bétons à pâtes variables ». Les concentrations volumiques solides de ces pâtes s'étalent de 0,48 à 0,54.

Par ailleurs, la viscosité des fluides (eau+plastifiant) ayant servi à la formulation des pâtes de ciment a été mesurée à l'aide du même rhéomètre en vitesses imposées et avec l'entrefer plus faible que celui utilisé pour tester les pâtes de ciment. La viscosité de ce fluide, newtonien, est quasiment la même pour les différentes proportions eau/plastifiant et ce sur la plage de vitesse de déformation $1s^{-1} - 50s^{-1}$ testée. Une viscosité moyenne de 0,0121 Pa.s est associée à ce fluide.

Etape 1 : Expression de la viscosité des pâtes de ciment.

Les valeurs des paramètres du modèle de Krieger-Dougherty calé sur les données expérimentales de viscosité réduite (rapport de la viscosité apparente par rapport à la viscosité newtonienne du fluide saturant) des pâtes de

ciment, estimées pour la vitesse de déformation de $30 s^{-1}$, sont les suivantes :

$$\phi_M = 0,94 \text{ et } k = 8,50.$$

Ces valeurs sont identifiées par la méthode de régression non linéaire de Newton (figure 3).

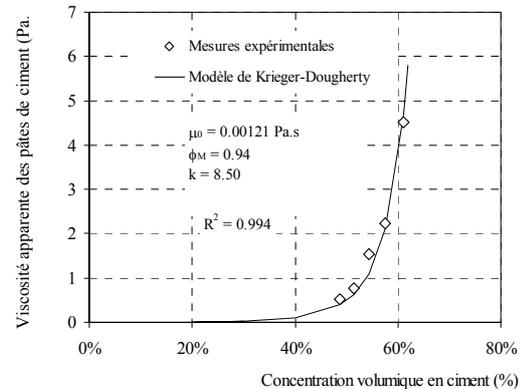


Figure 3: Résultat du calage du modèle de Krieger-Dougherty sur les viscosités mesurées des pâtes de ciment, pour une vitesse de déformation de $30 s^{-1}$.

Etape 2 : identification de la viscosité apparente des pâtes de ciment dans les micro-bétons

Le calage du modèle de Krieger-Dougherty avec les valeurs de viscosités apparentes mesurées sur les micro-bétons à pâte fixe ou variable, pour une même vitesse de déformation de $30 s^{-1}$, a permis d'identifier pour les deux types de micro-bétons les trois paramètres suivants :

$\mu_{p\grave{a}te} = 0,53 \text{ Pa.s}$, $\phi_M = 0,78$ et $k = 2,91$ dans le cas des micro-bétons à pâte fixe

$\mu_{p\grave{a}te} = 0,22 \text{ Pa.s}$, $\phi_M = 0,42$ et $k = 3,02$ dans le cas des micro-bétons à pâtes variables.

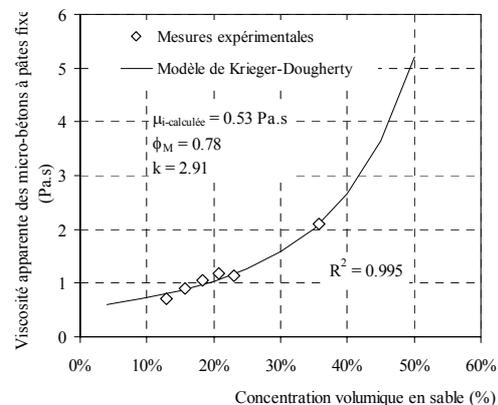


Figure 4: Résultat du calage du modèle de Krieger-Dougherty sur les viscosités mesurées des micro-bétons à pâte fixe, pour une vitesse de déformation de $30 s^{-1}$.

Un exemple de calage du mod le de Krieger-Dougherty est donn  sur la figure 4. Il correspond au cas des micro-b tons   p te fixe

Etape 3 : calcul de la concentration solide des p tes de ciment dans les micro-b tons

L' tape 3 permet d'associer aux valeurs de viscosit s des p tes de ciment dans les micro-b tons, estim s lors de l' tape 2, une concentration volumique solide. Son calcul est obtenu via le mod le de viscosit  cal  sur l' volution de la viscosit  des p tes de ciment. On trouve dans ce cas :

Pour $\mu_{p te} = 0,53$ Pa.s, $\phi' = 0,50$ dans le cas des micro-b tons   p te fixe.

Pour $\mu_{p te} = 0,22$ Pa.s, $\phi' = 0,45$ dans le cas des micro-b tons   p tes variables.

On constate que dans le cas des micro-b tons   p te fixe ($\phi' = 0,50$), la concentration solide a l g rement augment  par rapport   sa valeur initiale ($\phi = 0,48$). En revanche, dans le cas des micro-b tons   p tes variables, les concentrations solides de leurs p tes sont plus faibles que leurs valeurs initiales ($\phi' = 0,45$).

Dans le premier cas, une fraction du sable (les fines notamment) est pass e dans la p te de ciment. Dans le deuxi me cas, une fraction de particules de ciment s'est li e aux grains de sable pour former des US du micro-b ton.

Etape 4 : calcul des ϕ_{US}^s des micro-b tons

Les deux configurations pr c dentes permettent ainsi de calculer pour chaque formulation de micro-b ton une concentration solide associ e aux unit s structurales par ajout ou soustraction   sa concentration en sable initiale de ϕ' , rapport e au volume total du micro-b ton ( quation 10).

8. Viscosit  r duite des micro-b tons fonction de la concentration solide associ e aux US: validation de l'approche propos e

Sur la figure (5) sont repr sent es les valeurs de viscosit  apparente mesur es de l'ensemble des micro-b tons, rapport es aux valeurs de viscosit  calcul es de leurs p tes de ciment, en fonction de la concentration solide associ e aux unit s structurales. On constate que ces valeurs sont en accord avec le mod le propos . Ce mod le de type Krieger-Dougherty, pr sente un packing de

solide associ  aux unit s structurales de 0,64 et un param tre k,  quivalent   une viscosit  intrins que, de 3,23. Le mod le retraduit la rh eologie de tous les m langes test s : micro-b tons   p te fixe et   p te variable. Par ailleurs, la concentration ϕ_{US}^s est une fonction lin aire de la concentration en sable des micro-b tons. La pente de cette droite, doit  tre associ e au m canisme de structuration (figure 6). La r it ration de ce travail   diff rentes valeurs de vitesse de d formation devrait permettre d'identifier l' volution ou non de ces m canismes de structuration.

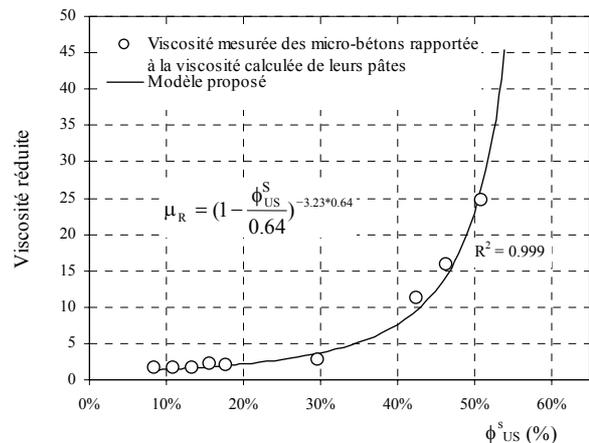


Figure 5: Viscosit  apparente mesur e des micro-b tons, rapport e   la viscosit  calcul e de leurs p tes fonction de la concentration solide associ e aux unit s structurales calcul e.

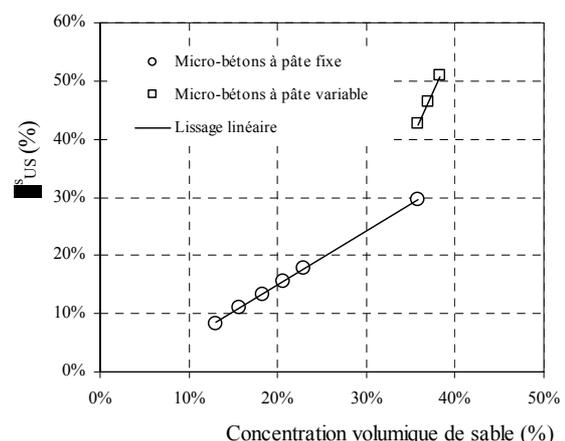


Figure 6: Evolution de la concentration solide associ e aux unit s structurales en fonction de la concentration en sable des micro-b tons.

9. Conclusion

L'utilisation d'un mod le de viscosit  multi- chelle a permis de relier la rh eologie d'une p te

à celle d'un micro-béton, obtenu en ajoutant à cette pâte des particules de classe granulaire supérieure. La prise en compte de la formation d'unités structurales lors d'un écoulement nous a conduit à exprimer la viscosité d'un micro-béton en fonction de la viscosité calculée de sa pâte. La viscosité réduite du micro-béton évolue alors selon un modèle de type Krieger-Dougherty en fonction de la concentration solide associée aux US. Une valeur de 0,64 est identifiée pour la concentration d'empilement maximum de grains de ces US. Cette approche est validée pour des tailles de grains de sable inférieures à 315 μm . Son application à des suspensions de grains de tailles supérieures reste à valider. Les données fournies par le programme expérimental, exploitant le rhéomètre à béton (BTRhéom), et actuellement en cours au LCPC de Paris, pourront être utilisées pour la validation du modèle à l'échelle d'un béton. De plus, des mesures de viscosité à différentes vitesses de cisaillement permettront de connaître l'évolution de la concentration solide associée aux US en fonction de ce paramètre.

Plusieurs axes de travail se dégagent de cette étude. Il serait ainsi intéressant de procéder à une analyse de l'influence de la composition de la pâte de ciment sur l'évolution de la concentration solide associée aux unités structurales. Différents paramètres de composition, tels que la forme et la surface spécifique des grains de ciment, le dosage en eau, le dosage en adjuvant, le type d'adjuvant, le dosage en fines, l'origine minéralogique des fines,..., pourraient être étudiés.

Références

- [1] Krieger IM, Dougherty T.J, *Trans. Soc. Rheol.* III, 137-152 (1959).
- [2] Quémada D., Rheology of concentrated dispersion systems and minimum energy dissipation, *Rheol. Act.*, 16, 82-94 (1977).
- [3] Farris R.J., Prediction of the viscosity of multimodal suspensions from unimodal viscosity data, *Trans. Soc. Rheol.*, 12(2), 281-301 (1968).
- [4] Hu C., *Rhéologie des bétons fluides*, Thèse ENPC (1995).
- [5] Quémada D., Rhéologie et structure des suspensions concentrées, in *Des grands écoulements naturels à la dynamique du tas de sable*, B. Ildefonse, C. Allain et P. Coussot (Eds.), Cemagref Editions, 123-144 (1997).
- [6] Charonnat Y., Malaxage des matériaux. Homogénéisation, ségrégation, qualité de l'enrobage, thème CH 10, LCPC (1993).
- [7] Decroix F., *Comportement rhéologique des micro-bétons et bétons frais vibrés: Construction d'un modèle et optimisation des compositions*, Thèse INSA Rennes (1999).
- [8] Decroix F., Lanos C., Modèle particulière pour paramétrer la rhéologie des mortiers vibrés, *Revue française de Génie Civil*, vol. 4, N° 2-3, 259-272 (2000).
- [9] Caquot A., Rôle des matériaux inertes dans le béton, Mémoire de la société des Ingénieurs de France (1935).
- [10] Hunter, R.J., Particle interaction and coagulation in *Introduction to modern colloid science*, Oxford Science Publications (1993).
- [11] Struble L.J., Guo-Kuang Sun, Viscosity of portland cement paste as function of concentration, *Advn Cem. Bas. Mat.*, 2, 62-69 (1995).
- [12] Mansoutre S., Colombet P., Van Damme H., Water retention and granular rheological behavior of fresh C₃S paste as function of concentration, *Cem. Concr. Res.*, Vol.29, N°9, 1441-1453 (1999).
- [13] Peysson Y., Aubry T., Moan M., Dispersion de particules en milieu non newtonien, Proc. 38^{ème} Coll. Ann. GFR., 61-64, Brest (2003).
- [14] Toutou Z., Lanos C., Monnet P., Pantet A., Rhéométrie des géosuspensions : de la pâte de ciment au micro-bétons, *Rhéologie*, Vol.4, 18-31, (2003).