

Developpement de la rhéologie oscillatoire aux grandes amplitudes dans le cadre des matériaux à base de ciment

Conte Théau¹

¹ LMT-Cachan, 61 avenue du président Wilson, 94235 Cachan Cedex, theau.conte@ens-paris-saclay.fr

Prix Jeunes Chercheurs « René Houpert »

RÉSUMÉ. Les pâtes de ciment peuvent avoir tous les comportements rhéologiques des fluides complexes : seuil d'écoulement, thixotropie ou rhéopexie, rhéo-fluidifiant / épaississant. Plusieurs méthodes ont été développées dans la littérature dans le but de caractériser ces différents comportements. Dans cette étude, la rhéologie oscillatoire aux grandes amplitudes (LAOS) est utilisée pour la première fois dans le cadre des pâtes de ciment. Dans un premier temps, les développements théoriques permettant d'interpréter les comportements non-linéaires sont présentés. Puis, l'évolution au cours du temps des propriétés non-linéaires est étudiée dans le cas de trois pâtes de ciment présentant des comportements rhéologiques différents : une pâte de ciment pure, une pâte contenant des nano-particules d'argile et une pâte contenant un éther de cellulose. Il apparaît que les grandes amplitudes permettent de représenter les comportements rhéologiques non-linéaires. De plus, un nouveau protocole de superposition (combinant un essai de fluage et les oscillations aux grandes amplitudes) a été développé dans le but d'étudier le comportement transitoire d'une pâte de ciment sous chargement. La vitesse de restructuration, des trois pâtes de ciment considérées dans cette étude, augmente lorsqu'un chargement est appliqué.

ABSTRACT. Cement pastes exhibit virtually all the rheological features of complex fluids: yield stress, thixotropy/rheopexy, shear thinning/thickening. Thus, several rheological methods and setups have been used in the literature to characterize these materials. In the present investigation Large Amplitude Oscillatory Shear (LAOS) is for the first time exploited for cement pastes. First, the theoretical framework allowing characterizing nonlinear behavior is described. Then, time evolution of nonlinear properties is studied and discussed within the framework of LAOS in the case of three different cement mixes: a Portland cement paste, nanoclay blended cement paste and a cement paste containing a hydro-soluble polymer. It appeared that the LAOS technique is efficient to represent the nonlinear rheological behavior of cement-based materials. Moreover, a new superposition protocol (combining a creep test and the LAOS framework) is developed in order to study transient behavior of under loading. The rebuilding kinetics of the three cement pastes considered in this study is faster when a loading is applied to the material.

MOTS-CLÉS : ciment, rhéologie, LAOS, thixotropy

KEYWORDS: cement, rheology, LAOS, thixotropy

La production de ciment portland est une industrie polluante qui représente près de dix pourcents des rejets de gaz carboniques dans l'atmosphère. En effet, la production de ciment génère du dioxyde de carbone pour deux raisons : l'utilisation d'une grande quantité d'énergie fossile pour chauffer le four de cuisson à 1450C et la réaction de décarbonatation du calcaire. Dans le but de réduire l'impact environnemental des matériaux à base de ciment, il est possible de considérer deux directions : améliorer les propriétés des matériaux ou modifier la composition des liants en utilisant d'autres produits.

L'amélioration des propriétés d'écoulement, mécaniques et de durabilité permet de diminuer les quantités de matériaux utilisées dans la fabrication des ouvrages mais aussi de prolonger leur durée de vie. Afin de garantir l'obtention de bonnes propriétés à long terme, la mise en place du matériau sur chantier est une étape primordiale. En effet, si les propriétés d'écoulement ne sont pas adéquates, des défauts de fabrication peuvent se produire et ainsi compromettre l'intégrité des structures.

Les pâtes de ciment, en particulier celles qui contiennent des additifs de type polymères, peuvent présenter toutes les propriétés rhéologiques non-linéaires connues : viscoélasticité, seuil d'écoulement, comportement rhéo-fluidifiant / épaississant, thixotropie / rhéopexie et des évolutions temporelles non réversibles (principalement à cause de l'hydratation) [SCH 93, WAL 11, KHA 98, ROU 12]. Ces divers comportements complexes peuvent en partie expliquer les difficultés de comparaison des résultats présents dans la littérature. Bien que les mesures de seuil et de courbes d'écoulement soient largement utilisées dans la littérature pour caractériser le comportement d'une pâte de ciment, celles-ci ne peuvent pas être définies rigoureusement dans le cas de matériaux évolutifs. En effet, ces propriétés sont dépendantes de la durée de la mesure et de l'histoire du cisaillement appliqué à l'échantillon. De plus, l'état stationnaire pour une contrainte/déformation donnée ne peut pas être réellement atteint dans le cas des matériaux cimentaires. Par exemple, la figure ci-dessous montre les courbes d'écoulements d'une pâte de ciment pour trois procédures de mesure différentes. Il apparaît que le comportement diffère fortement d'une procédure à une autre. Leurs courbes d'écoulement ne peuvent donc pas être déterminées de manière rigoureuse et de ce fait ne peuvent donc pas être considérées comme des propriétés matériaux.

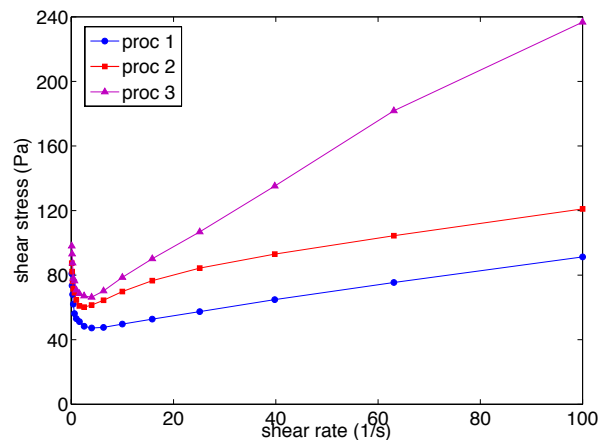


Figure 1. Courbes d'écoulements d'une pâte de ciment ($E/C=0,4$) avec trois procédures de mesure différentes

Dans le but de caractériser de manière plus complète les propriétés rhéologiques des pâtes cimentaires y compris les propriétés non-linéaires (par exemple la thixotropie, comportement rhéo-fluidifiant/épaississant), l'utilisation de la rhéologie oscillatoire aux grandes amplitudes (LAOS) semble prometteuse. Les grandeurs obtenues par l'intermédiaire de ce protocole pourraient s'avérer être plus adaptées à représenter des propriétés matériaux. Dans un premier temps, la méthode de la rhéologie oscillatoire aux grandes amplitudes est développée puis appliquée aux pâtes de ciment. Dans un deuxième temps, un nouveau protocole a été développé pour quantifier la thixotropie d'une pâte de ciment sous chargement.

2. Comportement rhéologique des pâtes de ciment sous cisaillement oscillatoire (aux grandes amplitudes)

Les essais de rhéologie oscillatoire sont utilisés depuis plusieurs années pour étudier le comportement des fluides complexes comme par exemple : des suspensions, des émulsions, des solutions de polymères, etc. Ces essais sont simples à mettre en oeuvre avec des rhéomètres modernes et dépendent de deux paramètres d'entrée : l'amplitude et la fréquence de la sollicitation. Un intérêt majeur des essais oscillatoires réside dans le fait qu'ils n'induisent aucune discontinuités dans l'écoulement. Cela est notamment pertinent pour étudier les fluides dont les propriétés rhéologiques dépendent fortement de l'historique des sollicitations appliquées et qui peuvent présenter des comportements très sensibles aux variations de contrainte (type avalanche).

Si l'on se place dans un domaine à deux dimensions amplitude / fréquence, il est possible de délimiter des domaines de validité pour des comportements rhéologiques simples (voir diagramme dit de Pipkin figure 2). Pour des amplitudes et des fréquences suffisamment faibles, tout fluide présentera un comportement newtonien. Lorsque l'amplitude de la sollicitation augmente, le comportement rejoint celui d'une mesure de courbe d'écoulement par équilibres successifs. Si l'amplitude reste faible et si la fréquence augmente le comportement devient viscoélastique. C'est dans ce domaine que les essais de viscoélasticité linéaire à faibles amplitudes (SAOS pour small amplitude oscillatory shear) sont réalisés. L'avantage de ce type de mesures réside dans le fait que la microstructure du fluide peut être sondée sans modification significative (microstructure au repos). Pour des fréquences de plus en plus élevées, le comportement du fluide va tendre vers celui d'un solide élastique.

Dans la plupart des application pratiques, les fluides complexes (dans notre cas les matériaux cimentaires) subissent des déformations bien plus grandes (et rapides) que celles appliquées lors d'un essais SAOS. Dans ces conditions, les matériaux ont des comportements rhéologiques fortement non linéaires. Il est donc devenu nécessaire de développer de nouveaux outils afin de pouvoir décrire les propriétés matériaux sur une large gamme d'amplitudes et de fréquences. C'est dans cette optique que les essais aux grandes amplitudes (LAOS pour large amplitude oscillatory shear) et les outils d'interprétations des données ont été développés.

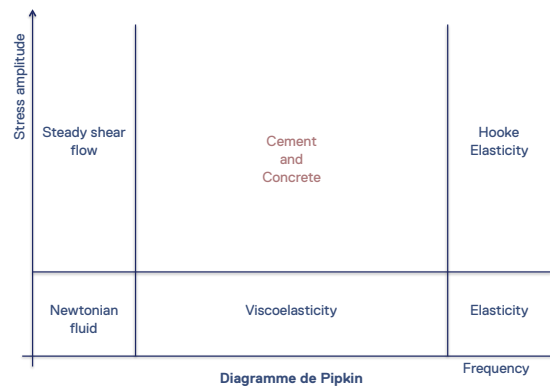


Figure 2. Diagramme de Pipkin représentant les différents types d'écoulement en fonction de l'amplitude et de la fréquence des oscillations.

Les matériaux étudiés étant des fluides à seuil, il a été choisi de travailler en contrainte imposée. Cette dernière à la forme suivante :

$$\tau(t) = \tau_0 \sin(\omega t) \quad [1]$$

La réponse du matériau en terme de déformation peut s'écrire (en fonction des coefficients viscoélastiques linéaires) comme ceci :

$$\gamma(t) = J' \sin(n\omega t) - J'' \cos(n\omega t) \quad [2]$$

$$J' = \frac{1}{G'} \quad J'' = \frac{1}{G''} \quad [3]$$

La figure 3a montre l'évolution des modules viscoélastiques (G' et G'') en fonction de l'amplitude de sollicitation. Trois régimes peuvent être délimité : le régime LVE, le régime de transition (ou régime faiblement non-linéaire) et le régime aux grandes amplitudes (fortement non-linéaire). Pour chaque régime, trois courbes déformation en fonction de la contrainte sont tracées. Dans un premier temps, il est possible d'étudier qualitativement le comportement à l'aide des courbes de Lissajous-Bowditch (contrainte en fonction de la déformation ou du taux de cisaillement). Dans le domaine viscoélastique linéaire celles-ci ont la forme d'une ellipse tandis que leurs formes dégénèrent dans le domaine non-linéaire. (figure 3cd).

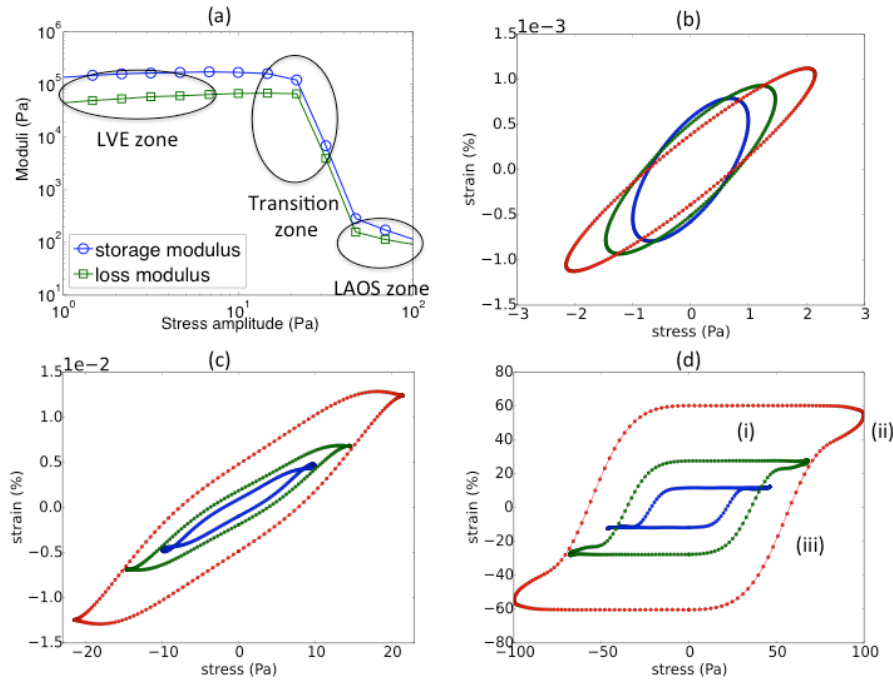


Figure 3. Évolution des courbes L-B dans le cas d'une pâte de ciment pure du régime LVE jusqu'au régime non-linéaire. (a) évolution des modules LVE en fonction de l'amplitude de la contrainte et délimitation des trois régimes; (b) courbes L-B déformation en fonction de la contrainte pour trois amplitudes situées dans le régime LVE; (c) courbes L-B dans le régime moyennement non-linéaire; (d) courbes L-B dans le régime non-linéaire

Dans le but de quantifier ces comportements non-linéaire, un cadre théorique, se basant sur le traitement du signal en série de Fourier et polynômes de Chebyshev, a été développé pour pouvoir quantifier les comportements non-linéaires [LÄU 10]. Dans ce cas, la réponse du matériaux en terme de déformation et de taux de cisaillement s'écrit :

$$\gamma(t) = \tau_0 \sum_{n=odd} (J'_n \sin(n\omega t) - J''_n \cos(n\omega t)) \quad [4]$$

$$\dot{\gamma}(t) = \omega \tau_0 \sum_{n=odd} (\Psi'_n \cos(n\omega t) - \Psi''_n \sin(n\omega t)) \quad [5]$$

Les coefficients LAOS J'_n et J''_n correspondent aux compliances dynamiques pour chaque harmoniques. De même, Ψ'_n et Ψ''_n représentent les fluidités dynamiques correspondantes. Ces coefficients sont des propriétés matériaux.

Laüger et Stettin [LÄU 10] ont défini les paramètres LAOS locaux « la compliance à faible déformation » J'_M et « la compliance à grande déformation » J'_L comme ceci :

$$J'_M = \frac{d\gamma}{d\tau}_{\tau=0} = J'_M(\omega; \tau_0) \quad [6]$$

$$J'_L = \frac{\gamma}{\tau}_{\tau=\pm\tau_0} = J'_L(\omega; \tau_0) \quad [7]$$

Ces paramètres viscoélastiques LAOS locaux peuvent être directement déduits des courbes de Lissajous contrainte-déformation L-B (cf figure 4). En effet, J'_M correspond à la pente de la tangente de la courbe de Lissajous au point $[\dot{\gamma} = \dot{\gamma}(0); \tau = 0]$ et J'_L correspond à la pente de la droite définie par les points $[0;0]$ $[\dot{\gamma}(\tau_0); \tau_0]$.

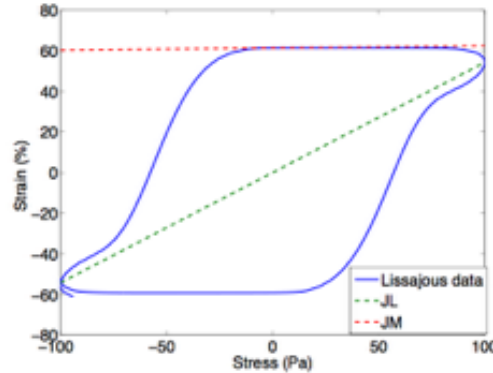


Figure 4. Courbes de Lissajous-Bowditch pour une pâte de ciment sollicitée à 100 Pa ainsi que les compliances J_M et J_L correspondantes

Par un raisonnement similaire, les fluidités à « faible taux de cisaillement » et à « grand taux de cisaillement » peuvent être définies comme :

$$\Psi'_M = \frac{d\dot{\gamma}}{d\tau}_{\tau=0} = \Psi'_M(\omega; \tau_0) \quad [9]$$

$$\Psi'_L = \frac{\dot{\gamma}}{\tau}_{\tau=\pm\tau_0} = \Psi'_L(\omega; \tau_0) \quad [10]$$

$$[11]$$

Les fluidités peuvent également être extraites des courbes L-B. Ψ'_M correspond à la pente de la tangente en $[\dot{\gamma}(0); \tau = 0]$ et Ψ'_L correspond à la pente de la droite passant par l'origine et le point $[\dot{\gamma}(\tau_0); \tau_0]$. Suite à cela, deux coefficients adimensionnels peuvent être définis pour quantifier les non-linéarités intra-cycle. Le coefficient écrouissant R et le coefficient rhéo-fluidifiant Q :

$$R(\omega, \tau_0) = \frac{J'_L - J'_M}{J'_L} \quad [12]$$

$$Q(\omega, \tau_0) = \frac{\psi'_L - \Psi'_M}{\Psi'_L} \quad [13]$$

Le matériau a un comportement rigidifiant au cours d'un cycle lorsque $R < 0$, et adoucissant lorsque $R > 0$. Pour $R = 0$ le comportement est viscoélastique-linéaire. Par ailleurs, si $Q < 0$ le comportement est rhéo-épaississant sur un cycle et rhéo-fluidifiant lorsque $Q > 0$.

Pour cette étude, trois pâtes de ciment présentant des caractéristiques rhéologiques différentes ont été considérées : (i) une pâte de ciment pure (ii) une pâte contenant 0,5% de nano particules d'argile (iii) une pâte contenant 0,1% d'éther de cellulose. Dans un premier temps, un balayage en amplitude est effectué afin de déterminer (pour chaque formulation) la transition entre les régimes SAOS et LAOS. A partir de ces résultats préliminaires, l'évolution des propriétés LAOS des trois pâtes de ciment a été suivie sur une période de 30 minutes (cf figure ci dessous).

L'influence du couple amplitude/fréquence de la sollicitation sur les propriétés LAOS a été considérée. Ainsi, il a été possible de reconstruire une partie du diagramme de Pipkin de chaque matériau. Les diagrammes (figure

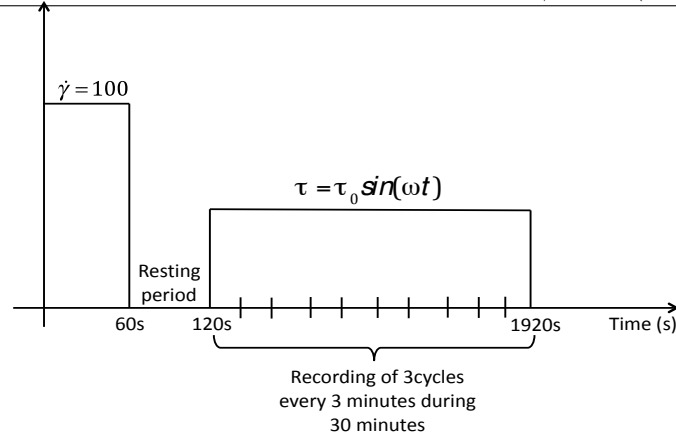


Figure 5. Protocole rhéologique de mesure de l'évolution des propriétés viscoélastiques non linéaires au cours du temps.

6), présente l'évolution des paramètres adimensionnels R et Q d'une pâte de ciment soumise à une sollicitation d'amplitude 17 Pa et de fréquence 0,5 Hz, 0,75 Hz et 1 Hz. Au début de l'essai, la pâte présente un comportement rhéo-fluidifiant ($Q > 1$) et adoucissant ($R > 1$). Puis, avec le temps, la pâte se restructure (en conséquence de la thixotropie et de l'hydratation) on observe une diminution des coefficients R et Q jusqu'à ce qu'ils atteignent 0. Cette transition signifie que le comportement devient viscoélastique linéaire et que la microstructure n'est plus perturbée par la sollicitation (ie le comportement n'est plus dominé par un écoulement). En outre, on observe que plus la fréquence est faible et plus la transition vers le régime linéaire est rapide. En effet, le taux de cisaillement au cours d'un cycle diminue en même temps que la fréquence donc le matériau peut se restructurer plus rapidement.

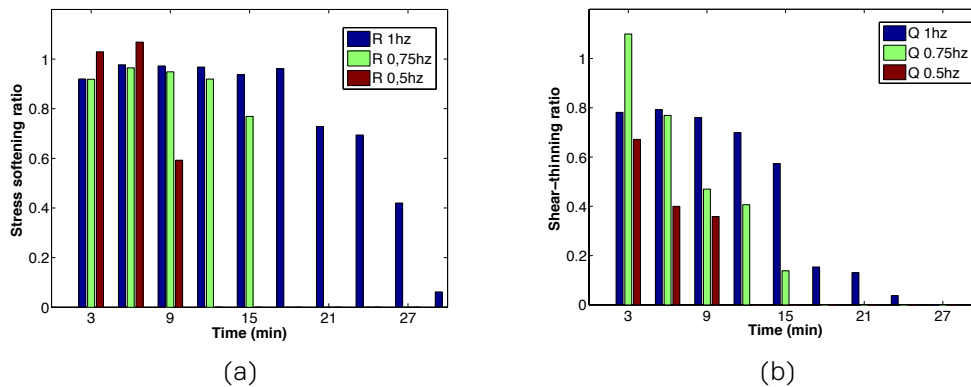


Figure 6. Paramètres viscoélastiques non linéaires d'une pâte de ciment pure pour une amplitude de 17 Pa, R coefficient de rigidité et Q coefficient de l'écoulement; (a) évolution de R au cours du temps pour les trois fréquences considérées; (b) évolution de Q au cours du temps pour les trois fréquences considérées.

Aux vues des résultats, il apparaît que l'on est capable de quantifier les signatures rhéologiques de chaque formulation et de retrouver l'impact des adjuvants. Les nano particules d'argiles augment le seuil d'écoulement et la thixotropie tandis que les éther des celluloses vont avoir un effet viscosant et retardateur sur l'hydratation. Néanmoins, le post-traitement par polynômes de Chebyshev nécessite que le signal soit périodique ce qui ne permet pas de prendre en compte les effets transitoires. Afin de remédier à ce problème, un nouveau protocole de superposition rhéologique a été développé.

3. Evolution transitoire des propriétés rhéologiques d'une pâte de ciment sous chargement oscillatoire

La thixotropie des pâtes cimentaires a été déjà considérée dans la littérature depuis longtemps [LAP 79]. Cette propriété a des avantages pratiques, par exemple elle permet de réduire la pression de coffrage dans le cas des bétons fluides [KAW 12]. Ainsi les coûts relatifs aux structures de coffrage peuvent être réduites. Néanmoins, si la thixotropie d'une pâte de ciment est trop importante, celle-ci se restructurera rapidement et s'opposera à son écoulement. Il convient donc de bien la quantifier afin de garantir des propriétés de mise en place optimales.

Les protocoles utilisés afin de quantifier la thixotropie des matériaux cimentaires ne fournissent qu'une seule information à la fois. Par exemple, les mesures par boucles d'hystérésis ou par essais de fluage fournissent une information uniquement macroscopique que sur la vitesse de restructuration de la pâte, tandis qu'une mesure par viscoélasticité linéaire fournit une information sur l'évolution des propriétés mécaniques de la microstructure. L'un des inconvénients de cette deuxième technique réside dans le fait que la mesure ne donne que des informations sur l'évolution de la microstructure au repos. Afin de palier à ces défauts, nous proposons dans ce chapitre de coupler un essai de fluage avec des sollicitations oscillatoires afin de caractériser l'évolution d'une pâte de ciment en régime transitoire sous chargement. Les mesures par oscillation vont permettre de suivre l'évolution de la microstructure au cours du temps. Avec la superposition d'une sollicitation de type rampe, il sera possible de suivre cette restructuration au repos ou sous écoulement.

La figure 7 montre le principe du protocole de superposition permettant de caractériser la vitesse de restructuration de nos matériaux. L'amplitude de l'oscillation est choisie de telle manière à ce que le comportement redevienne linéaire à la fin de la mesure. Juste après la phase de pré-cisaillement, la microstructure est complètement défloculée, le comportement oscillatoire sera fortement non-linéaire puis sous l'effet de la restructuration le comportement va redevenir viscoélastique linéaire.

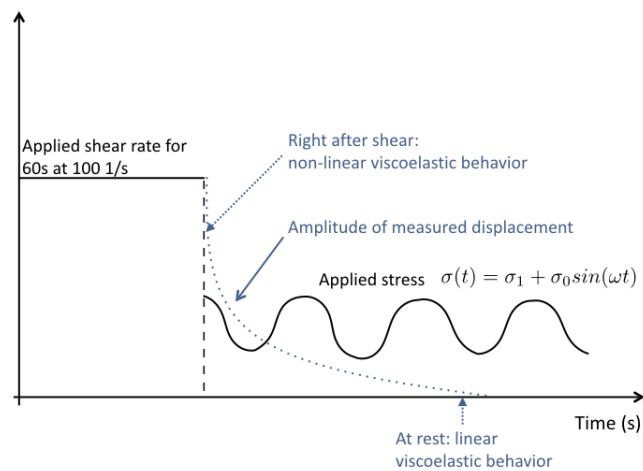


Figure 7. Principe du protocole de superposition pour caractériser la cinétique de restructuration sous contrainte.

La figure 8 montre l'évolution de la courbe enveloppe du déplacement (normalisé par rapport à son amplitude maximum) et du coefficient adimensionnel R d'une pâte de ciment soumise à une oscillation d'amplitude 10 Pa. L'évolution du coefficient R montre que la transition entre le régime LAOS et SAOS suit la même tendance que la courbe enveloppe. Le coefficient R est recalculé à partir de la définition des compliances (équation 4 et 5) En outre, il est possible de calculer le temps caractéristique de restructuration en interpolant l'amplitude de la réponse du matériau en terme de déplacement à l'aide d'une exponentielle compressée (il est ici de 175 secondes) :

$$D = D_{\infty} + (D_0 - D_{\infty}) \exp\left(\left(\frac{t}{\tau_g}\right)^r\right) \quad [14]$$

Avec D_0 l'amplitude normalisée initiale D_{∞} , l'amplitude à la fin de l'essai, τ_g le temps de restructuration du squelette granulaire et enfin r le coefficient de compression.

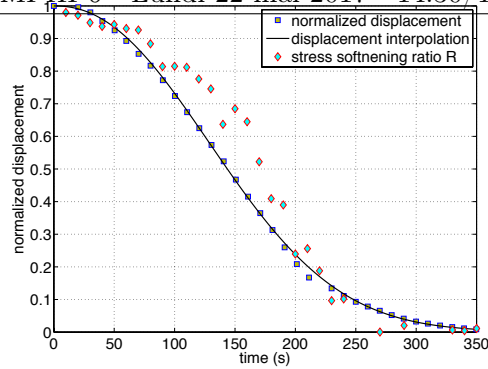


Figure 8. (gauche) Comparaison entre les courbes enveloppe normalisées et l'évolution du coefficient adimensionnel R en fonction du temps dans le cas d'une pâte de ciment pure, pour une amplitude oscillatoire de 10 Pa et une fréquence de 0.1 Hz (droite) évolution des courbes enveloppes en fonction du temps pour une pâtes de ciment soumis à une oscillation de 10 Pa et différentes valeur de rampes

La figure 9a montre l'évolution des courbes enveloppes d'une pâte de ciment soumise à une oscillation de 10 Pa superposée à plusieurs valeurs de rampes en contrainte. Il apparaît que plus la rampe est élevée et plus la vitesse de restructuration est grande comme le montre la diminution des temps caractéristiques de restructuration (figure 9b). Au contraire si la valeur de cette rampe est supérieure au seuil d'écoulement alors le matériau n'est plus capable de se restructurer et le comportement reste dominé par la dissipation visqueuse.

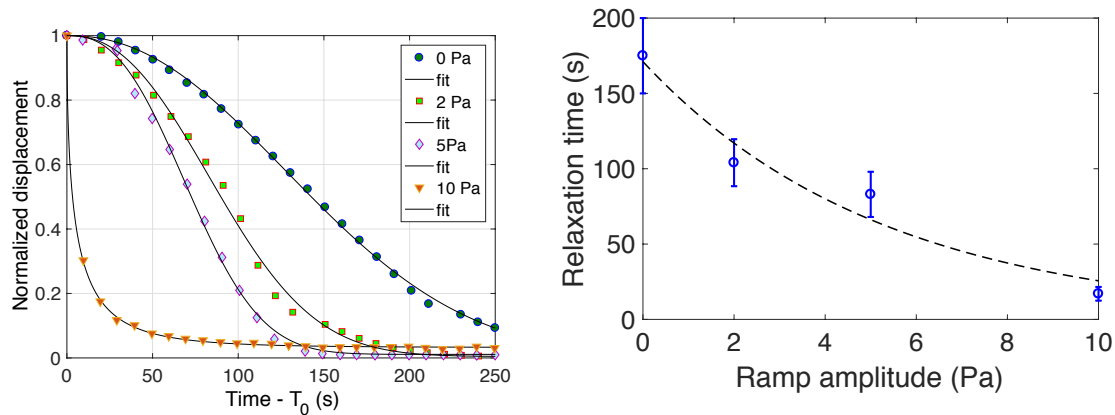


Figure 9. (a) Evolution de l'enveloppe de la réponse en terme de déplacement d'une pâte de ciment soumis à une sollicitation d'amplitude 10Pa superposée à différentes valeurs de rampes. (b) Evolution des temps caractéristiques en fonction de l'amplitude de la rampe.

Les échelles de temps du processus de restructuration étant de l'ordre de la centaine de seconde, il est possible de supposer que celui-ci n'est que la conséquence de la flocculation du squelette granulaire provoquée par les force de van der Waals. La contribution des C-S-H n'intervient que pour des temps longs (de l'ordre de plusieurs minutes). L'addition d'un chargement en contrainte semble agir comme une pré-contrainte qui forcerait la flocculation du squelette granulaire en diminuer les distances inter-particulaires. Lorsque cette rampe est supérieure au seuil d'écoulement, le cisaillement est trop important pour être contré par les force de van der Waals.

Comme pour la première étude, le protocole a été appliqué aux trois pâtes de ciment présentant des signatures rhéologiques différentes. Dans le cas, la transition LAOS-SAOS suit la même évolution que les courbes enveloppes du signal en déformation. Par contre, dans le cas où l'éther de cellulose est ajouté, celles-ci sont interpolé à l'aide d'une double exponentielle. En effet, le squelette granulaire de la pâte et le réseaux de polymères ne présentent pas la même vitesse de restructuration.

Pour cette étude, nous sommes parti du constat que les matériaux à base de ciment peuvent présenter toutes les propriétés rhéologiques non linéaires et que celles-ci dépendent fortement des protocoles mis en place pour les déterminer. Afin d'améliorer la caractérisation du comportement de ces matériaux à l'état frais, nous avons introduit une nouvelle méthodologie issue de l'étude des polymères : la rhéologie oscillatoire aux grandes amplitudes. La puissance de cette méthode réside à la fois dans la simplicité de sa mise en place mais aussi par le fait qu'il n'y a que deux paramètres d'entrées (la fréquence et l'amplitude de l'oscillation).

Appliqué à trois pâtes de ciment présentant des caractéristiques rhéologiques différentes, cet outil c'est révélé pertinent. L'évolution du comportement des matériaux au cours du temps a été étudiée : (i) qualitativement à travers les courbes de Lissajous (ii) quantitativement à l'aide des coefficients adimensionnels R et Q. Ces deux outils nous ont permis de retrouver l'influence de l'argile sur la thixotropie des pâtes de ciment et les effets retardateurs des éthers de cellulose.

Le traitement des données se faisant par l'intermédiaire des polynômes de Chebyshev, le signal doit être périodique ce qui limite l'utilisation la bande de fréquence d'utilisation de ce protocole. Cette observation nous a amené à développer un nouveau protocole afin de prendre en compte les effets transitoires. Ainsi en combinant un essai de fluage la rhéologie oscillatoire nous avons pu enrichir la caractérisation de la thixotropie des pâtes de ciment. En effet, en alliant ces deux méthodes, nous avons pu obtenir une information temporelle sur la vitesse de restructuration de la pâte au repos et sous chargement.

5. Bibliographie

- [KAW 12] KAWASHIMA S., KIM J. H., CORR D. J., SHAH S. P., « Study of the mechanisms underlying the fresh-state response of cementitious materials modified with nanoclays », *Construction and Building Materials*, vol. 36, n° C, p. 749–757, novembre 2012.
- [KHA 98] KHAYAT K. H., « Viscosity-Enhancing Admixtures for Cement-Based Materials - An Overview », *Cement and Concrete Composites*, vol. 20, p. 171–188, 1998.
- [LAP 79] LAPASIN R., LONGO V., RAJGELJ S., « Thixotropic behaviour of cement pastes », *Cement and Concrete Research*, vol. 9, n° 3, p. 309–318, 1979.
- [LÄU 10] LÄUGER J., STETTIN H., « Differences between stress and strain control in the non-linear behavior of complex fluids », *Rheologica Acta*, vol. 49, n° 9, p. 909–930, avril 2010.
- [ROU 12] ROUSSEL N., OVARLEZ G., GARRAULT S., BRUMAUD C., « The origins of thixotropy of fresh cement pastes », *Cement and Concrete Research*, vol. 42, n° 1, p. 148–157, janvier 2012.
- [SCH 93] SCHULTZ M. A., STRUBLE L. J., « Use of oscillatory shear to study flow behavior of fresh cement paste », *Cement and Concrete Research*, vol. 23, n° 2, p. 273–282, mars 1993.
- [WAL 11] WALLEVIK O. H., WALLEVIK J. E., « Rheology as a tool in concrete science : The use of rheographs and workability boxes », *Cement and Concrete Research*, vol. 41, n° 12, p. 1279–1288, décembre 2011.