

# CARACTERISATIONS RHEOLOGIQUES DES COULIS DE CIMENT SPECIFIQUES AUX FORMATIONS SALIFERES

**Abderrahmane Mellak**

Département Gisements, Faculté des Hydrocarbures et de la Chimie, Université de  
Boumerdès, 35 000, Algérie  
Mellakabder@yahoo.fr

(Received 21 November 2006 - Accepted 10 May 2007)

## **RESUME**

*Ce travail constitue une contribution à l'étude du comportement rhéologique des coulis de ciment particuliers, à injecter dans des formations salifères profondes aussi bien pour isoler les zones aquifères des couches salifères dans des sondages pétroliers que pour cimenter des déchets dangereux (chimiques ou radioactifs) stockés dans des cavités creusées dans des formations salifères. L'étude des propriétés rhéologiques des coulis de ciment, gâchés à la saumure saturée permet de proposer une formulation de coulis de ciment compatible avec le milieu d'injection environnant.*

*Des mesures en mode oscillatoire ainsi que des mesures de fluage ont été effectuées et le modèle de Kelvin-Voigt généralisé est utilisé pour décrire le comportement viscoélastique des matériaux étudiés.*

**Mots clés :** rhéologie, suspensions de ciment, environnement

## **ABSTRACT**

*The present work describes a contribution to study the rheological behavior of particular grouts of cement which, injected in a deep salt formation to isolate the water-table from salt layers in well drilling and to cement the dangerous waste (chemical and radioactive) stored in the bored cavity of salt formation. The study of the rheological behavior of cement grout mixed with saturated brine, allows to propose a cement grout formulation which is compatible with their injection environment.*

*Creep flow and harmonic tests have shown important viscoelastic properties and the generalised Kelvin-Voigt model was utilized to correlate the viscoelastic behavior of the materials.*

**Keywords:** rheology, cement grout, environment

## **INTRODUCTION**

Un coulis de ciment est une suspension de ciment dans l'eau. C'est un système biphasique liquide-solide (*triphasique* si l'on tient compte de l'air occlus), de structure plus ou moins complexe en fonction de ses paramètres de composition. Les propriétés mécaniques et le comportement rhéologique de ces coulis de ciment peuvent être modifiés par l'ajout

d'additifs. L'amélioration des connaissances de ces matériaux fait l'objet actuellement de nombreuses recherches tant sur le plan fondamental que sur celui des applications (Struble, 1991 ; Roussel, 2005 ; Nguyen, 2006). L'essentiel de ces travaux porte sur les pâtes de ciment utilisées dans la confection des bétons qui se différencient des coulis de ciment d'injection par leur composition et leur domaine d'application. En effet, pour réaliser une étanchéité entre les couches aquifères et salifères dans les puits pétroliers et parfois hydrauliques profonds ou pour cimenter les cavités creusées dans des massifs de sel en vue de stocker des déchets chimiques ou radioactifs, le choix du coulis de ciment doit être compatible avec les conditions inhérentes au site. Aussi, la connaissance et le contrôle des propriétés rhéologiques sont impératifs lorsqu'il s'agit d'un matériau nouveau et spécifique tel que les coulis de ciment saumurés et microsilicés adaptés aux formations salifères.

Après l'étude physico-chimique de ces matériaux, réalisée précédemment (Mellak & Baudeau, 1994), cette étude a mis en évidence l'utilisation du liant hydraulique pétrolier "G", qui présente les propriétés requises nécessaires aux cimentations des formations salifères.

Le présent travail porte sur les mesures des propriétés rhéologiques, essentiellement sur les mesures en écoulement et en fluage des coulis de ciment saumurés et microsilicés à l'état frais.

## MATERIAUX UTILISES

### Phase solide

#### *Le liant hydraulique*

Il est fait usage du liant hydraulique pétrolier "G" dont la composition chimique figure au Tableau 1. Le liant hydraulique "G" est un ciment de base normalisé A.P.I. (American Petroleum Institute), il est prévu pour de grandes profondeurs (jusqu'à 2450 m suivant la norme), il reste compatible avec différents adjuvants et peut être utilisé avec des accélérateurs ou des retardateurs de prise pour couvrir une grande gamme de pressions et de températures. Ce ciment résiste bien aux sulfates (Bensted, 1989).

TABLEAU 1

Composition Chimique du Ciment "G" ( % )

SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>
21,30	3,60	5,40	64,20	0,90	2,20

Une étude comparative préalable (Mellak & Baudeau, 1994) a montré qu'il est mieux adapté aux applications recherchées que les liants CHF55 et CLK45 (aptitude prise eau de mer et eau séléniteuse).

*La fumée de silice*

La fumée de silice, appelée aussi microsiline est un sous-produit de la fabrication du ferro-silicium et autre silico-alliage. Deux effets principaux lui sont reconnus: un effet pouzzolanique provenant de l'état amorphe et très finement divisé de la silice et un effet granulaire lié à la finesse et à la forme arrondie de ses particules (Sellevoid & Nilsen, 1986). Sa surface spécifique est supérieure ou égale à 15 m<sup>2</sup>/g selon la méthode BET. Le diamètre de ses grains est de l'ordre de 0,3 à 2 microns.

La composition chimique moyenne de la fumée de silice utilisée figure dans le Tableau 2.

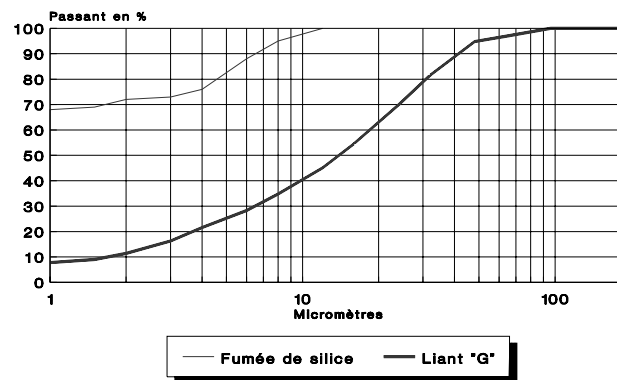
**TABLEAU 2**

**Composition Chimique de la Microsilice ( % )**

SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	K <sub>2</sub> O
92	0,25	2,4	1,0

*Granulométrie de la phase solide*

Les suspensions de ciment saumurées et microsiliées étudiées forment un système dispersé composé de particules solides dont les dimensions variables font partie d'une gamme très étendue. Les courbes granulométriques du liant hydraulique et de la microsiline utilisés sont représentées par la Figure 1.



**Figure 1. Courbes granulométriques comparatives: liant "G" et fumée de silice.**

On a utilisé un granulomètre à Laser pour la détermination des courbes granulométriques des matériaux utilisés. Il est important de préciser que malgré les nombreux essais, la spécificité du conditionnement de la fumée de silice entraîne une agglomération des

grains fins et la formation de nodules très difficilement dispersables. Aussi la courbe granulométrique de la fumée de silice ne peut être considérée dans ce cas que comme ayant seulement une valeur indicative.

#### *Caractéristiques des composants de la phase solide*

A titre comparatif, le Tableau 3 donne les caractéristiques moyennes de la phase solide indiquées par les fournisseurs (Origny-France pour la microsilice et Cedest-France pour le ciment).

**TABLEAU 3**  
**Composants de la Phase Solide**

Caractéristiques	Fumée de silice	Ciment de base "G"
Granulométrie ( $\mu$ )	0,02 - 2	1 – 80
Diamètre moyen ( $\mu$ )	0,1	14
Surface spécifique B.E.T( $m^2 \cdot g^{-1}$ )	15 - 30	0,3
Densité réelle	2,3	3,18

#### **Phase liquide**

##### *Fluidifiant*

Le fluidifiant utilisé (1% en masse du ciment sec) est un acide organique (D80 de Dowell-Schlumberger). En combinaison avec la microsilice, il a pour effet principal d'abaisser le seuil de cisaillement et la viscosité de la pâte de ciment. Il agit en défloculant les grains de ciment (Aïtcin *et al.*, 1984).

##### *Agent anti-mousse*

Un agent anti-mousse (D44 de Dowell-Schlumberger) est incorporé à raison de 0,6% (% en poids du ciment) au coulis de ciment saumuré et microsilicé afin d'éliminer le microbullage.

##### *Eau de gâchage*

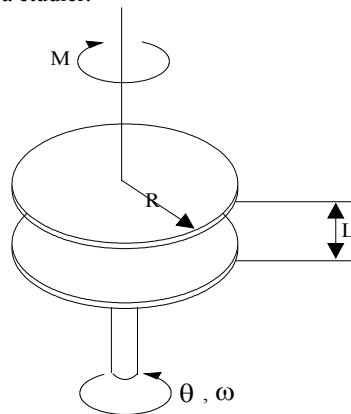
L'eau de gâchage utilisée est une eau salée saturée en chlorure de sodium pour éviter tout risque de lessivage de la formation salifère. Elle est obtenue à 20°C par la dissolution du NaCl pur dans une eau déminéralisée (264 g/1000 g de solution). La solution obtenue a une densité de 1,20. La saturation du NaCl dans de l'eau déminéralisée est accélérée par chauffage et agitation.

### **ESSAI DE MESURE DES PARAMETRES RHEOLOGIQUES**

#### **Appareillage utilisé**

Pour les études rhéologiques en régime permanent, on utilise actuellement des rhéomètres rotatifs avec une géométrie de plateaux parallèles (Figure 2) pour la

caractérisation des fluides plastiques. Cette géométrie de mesure est facile à construire et à aligner et possède aussi l'avantage d'avoir une sensibilité réglable et ne nécessite qu'un très faible volume d'échantillon à étudier.



**Figure 2. Représentation schématique de la géométrie de mesure plan/plan.**

Pour la mise en oeuvre des analyses rhéologiques de l'ensemble des coulis de ciment étudiés, un rhéomètre à contrainte imposée a été utilisé, à savoir le CARRI-MED, CSL 1000. Le Tableau 4 présente la géométrie de mesure utilisée et les conditions de réalisation des essais.

**TABLEAU 4**

**Conditions d'Essai des Mesures des Paramètres Rhéologiques**

Type d'appareil	CARRI-MED; CSL 100.
Valeur de la contrainte imposée	100 N/m <sup>2</sup>
Géométrie utilisée	Plan/Plan
Entrefer	1200 μm
Diamètre	4 cm
Gradient de vitesse de déformation	0 à 750 s <sup>-1</sup>
Températures d'essais	20° C (± 1°C)

Les échantillons ont été étudiés dans une géométrie de mesure plan/plan protégés par une enceinte anti-évaporation couvrant le dispositif expérimental pour éviter toute perte de chaleur dans le système.

**Mode opératoire**

Tous les coulis de ciment utilisés dans cette étude sont caractérisés par une teneur en eau de gâchage constante (*rapport de la masse d'eau de gâchage sur la masse de ciment sec*), (Mellak & Baudeau, 1994). Le mode opératoire suivant a été rigoureusement respecté pour la préparation de tous les coulis de ciment: introduction lente du ciment dans la saumure

saturée, malaxage (120 secondes) à l'aide d'un agitateur mécanique à ailettes et introduction simultanée des autres composants (fumée de silice, fluidifiant et agent anti-mousse). L'ensemble des essais de rhéométrie a été effectué dans les mêmes conditions expérimentales (mesures s'effectuant immédiatement après la fin du malaxage, température d'essai, quantité de l'échantillon...). Pour une bonne fiabilité des mesures, il est important que le fluide garde son homogénéité pendant toute la durée de l'essai. Par ailleurs, le système doit rester isotherme: température du matériau et température ambiante (le changement de température modifie la loi de comportement), aussi, une enceinte fermée saturée en vapeur d'eau couvrant le dispositif expérimental a été utilisée afin d'éviter toute évaporation. La température ( $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ) est contrôlée à l'aide d'un système à effet Peltier inclus dans l'appareil. Ces matériaux ayant un comportement fortement dépendant du temps, il est indispensable, pour obtenir un état stationnaire, de mettre au point un protocole expérimental bien précis. Celui-ci consiste, pour toutes les mesures d'écoulement, à faire varier linéairement la contrainte et d'analyser la réponse en vitesse de cisaillement.

Les étapes suivantes sont systématiquement appliquées:

- 1) Précisaillement à une contrainte supérieure à la contrainte seuil pendant 2 minutes, nécessaire pour que le coulis de ciment, matériau thixotrope, atteigne un état d'équilibre ;
- 2) variation linéaire croissante de la contrainte pendant 5 minutes, temps nécessaire pour que l'hystérèse entre les courbes de charge et de décharge diminue ;
- 3) palier à la contrainte maximale pendant 2 minutes ;
- 4) variation décroissante pendant 5 minutes.

L'analyse rhéologique se fait sur la courbe de descente qui représente l'état stationnaire de manière reproductible. La gamme de vitesses de cisaillement étudiées s'étend de  $0,01$  à  $800 \text{ s}^{-1}$ . Le comportement rhéologique de ces coulis a été étudié à des gradients de cisaillement élevés en raison des cisaillements apparents importants mis en oeuvre lors des cimentations de forages pétroliers profonds (Formulaire du Foreur, 2000).

La reproductibilité des mesures a été étudiée en réalisant systématiquement une série de trois mesures pour chaque essai. Ce protocole permet de mesurer les contraintes seuil de chaque coulis, définies comme étant la première valeur de la contrainte correspondant à une vitesse de cisaillement non nulle.

## MESURES RHEOLOGIQUES

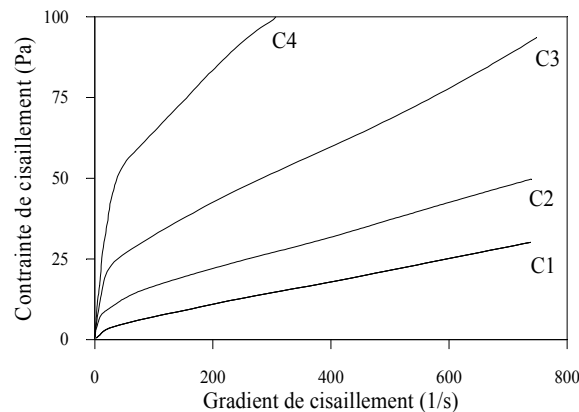
Si le comportement rhéologique des coulis classiques a fait l'objet de nombreux travaux et est relativement bien connu (Legrand, 1987; Mellak, 1994 ; Coussot *et al.*, 2002; Mellak & Khodja-Saber, 2004), il n'en est pas de même des coulis de ciment saumurés et saumurés microsiliés. En effet, de par leur composition originale, leur structure très complexe et les difficultés liées à leur mise en oeuvre et leur étude expérimentale, ces coulis ont été très peu, voire pas du tout étudiés.

### Mesures en écoulement

Le comportement rhéologique des coulis de ciment tels que les coulis de ciment saumurés, saumurés et microsiliés résulte des interactions complexes (*électriques et chimiques*) entre les composants du mélange. La caractérisation rhéologique en fonction de la

concentration en fumée de silice (0, 5, 10 et 15%) a été réalisée. Les courbes d'écoulement obtenues sont représentées dans la Figure 3.

L'analyse de ces courbes montre que leur comportement rhéologique peut être représenté de manière satisfaisante (coefficient de corrélation supérieur à 0,99) soit par le modèle de Bingham ( $\tau = \tau_0 + \mu_{pl} \dot{\gamma}$ ), soit par le modèle d'Herschel-Bulkley ( $\tau = \tau_0 + K \dot{\gamma}^n$ ) où  $\tau$  est la contrainte de cisaillement (Pa),  $\tau_0$  le seuil d'écoulement (Pa),  $\dot{\gamma}$  le gradient de vitesse ( $s^{-1}$ ),  $\mu_{pl}$  la viscosité plastique (Pa.s),  $n$  l'indice de comportement et  $K$  l'indice de consistance ( $Pa.s^n$ ). La représentation par l'un ou l'autre des modèles dépend de la concentration en fumée de silice ou de la gamme de cisaillements.



**Figure 3. Rhéogrammes des coulis de ciment pour différentes concentrations en fumée de silice\*.**

Les "équations d'état" rhéologiques, caractérisant le comportement rhéologique des matériaux étudiés sont représentées dans le Tableau 5.

#### Analyse des résultats

L'analyse des courbes expérimentales montre que l'allure des courbes reste globalement identique pour toutes les concentrations en fumée de silice. On note une augmentation de la viscosité lorsque la concentration en fumée de silice augmente. La courbe 0% en fumée de silice est la plus élevée en raison de l'absence d'additifs tels que la microsilice et le fluidifiant. Le comportement rhéologique du coulis de ciment C<sub>1</sub> peut être décrit de manière satisfaisante par le modèle d'Herschel-Bulkley.

\* Essais réalisés sur CARRI-MED, CSL 100, par MM. Mellak et Bekkour à l'Institut de Mécanique des Fluides et des Solides de l'université Louis Pasteur de Strasbourg, France.

TABLEAU 5

## Caractérisations Rhéologiques des Différents Coulis de Ciment Étudiés

Coulis de ciment	Gamme de cisaillement	Equations rhéologiques	Modèles rhéologiques
C <sub>1</sub> (5% FS)	0 à 800 s <sup>-1</sup>	$\tau = 0,503 + 0,245 \gamma^{0,72}$	Herschel-Bulkley
C <sub>2</sub> (10% FS)	0 à 230 s <sup>-1</sup> Au delà de 230 s <sup>-1</sup>	$\tau = 0,252 + 2,138 \gamma^{0,45}$ $\tau = 11,18 + 0,052 \gamma$	Herschel-Bulkley Bingham
C <sub>3</sub> (15% FS)	0 à 32 s <sup>-1</sup> Au delà de 32 s <sup>-1</sup>	- $\tau = 23,21 + 0,10 \gamma$	Mal défini Bingham
C <sub>4</sub> (0% FS, sans fluidifiant)	0 à 75 s <sup>-1</sup> Au delà de 75 s <sup>-1</sup>	- $\tau = 43,31 + 0,17 \gamma$	Mal défini Bingham

Les coulis C<sub>2</sub>, C<sub>3</sub> et C<sub>4</sub> présentent un comportement rhéologique de type Bingham à partir d'une certaine vitesse de cisaillement. Dans la gamme des faibles cisaillements, le coulis C<sub>2</sub> répond au modèle d'Herschel-Bulkley tandis que les coulis C<sub>3</sub> et C<sub>4</sub> présentent un comportement rhéologique mal défini par les modèles classiques (à 2 ou 3 paramètres). Notons que dans l'équation du modèle de Bingham, la valeur de  $\tau_0$  n'est pas la contrainte seuil vraie mais une extrapolation à zéro de la droite de Bingham prise dans la gamme de cisaillement où ce modèle a été retenu. Dans tous les cas, on peut constater que le comportement de ces coulis présente une contrainte seuil (première valeur de la contrainte associée à l'existence d'une vitesse de cisaillement non nulle) et qu'il est rhéofluidifiant ( $n < 1$ ) c'est à dire que la viscosité diminue avec le gradient de cisaillement. Ce comportement pourrait s'expliquer par la structure même de ce type de matériaux. En effet, les particules de silice de très petite taille et de forme arrondie viennent se loger dans les interstices existant entre les grains de ciment. Cette structure très stable au repos est encore renforcée par les forces interactives entre les particules solides qui entraînent la formation d'agrégats. La structure ainsi constituée résiste à l'écoulement aux faibles gradients de cisaillement, ce qui explique la présence d'une contrainte seuil. Lorsque la contrainte appliquée est supérieure à la contrainte seuil, la structure initiale commence à se détruire et donne lieu à l'écoulement. Après la destruction des agrégats solides, une partie de la phase liquide emprisonnée au repos à l'intérieur de ces amas de particules est libérée entraînant une augmentation de la phase liquide et donc une diminution des forces interparticulaires, ce qui explique le caractère rhéofluidifiant de ces matériaux. Aux forts gradients de cisaillement, l'écoulement complètement établi explique le comportement linéaire (de type Bingham) du fluide et donc le caractère constant de la viscosité plastique (Mellak & Khodja-Saber, 2007).

## Mesures en fluage

Les essais de fluage permettent d'enregistrer l'évolution au cours du temps de la déformation sous l'effet d'une contrainte constante et suffisamment faible (1Pa) pour rester dans le domaine linéaire (Benchabane & Bekkour, 2006).

La recherche du domaine linéaire est effectuée en régime dynamique en appliquant une contrainte sinusoïdale de fréquence constante (5 Hz) dont on fait varier l'amplitude et on enregistre la réponse en déformation en fonction de la contrainte. Ces tests ont été réalisés afin de montrer une éventuelle élasticité des coulis de ciment, gâchés avec une saumure saturée, microsiliés à 8% (cette concentration a été retenue d'après les résultats expérimentaux obtenus lors de l'étude physico-chimique (Mellak & Baudeau, 1994). Ces fluides particuliers répondent au modèle analogique de Kelvin-Voigt généralisé (assemblage en série d'un élément de Maxwell et de plusieurs éléments de Kelvin-Voigt). La fonction fluage de ce modèle est donnée par l'équation:

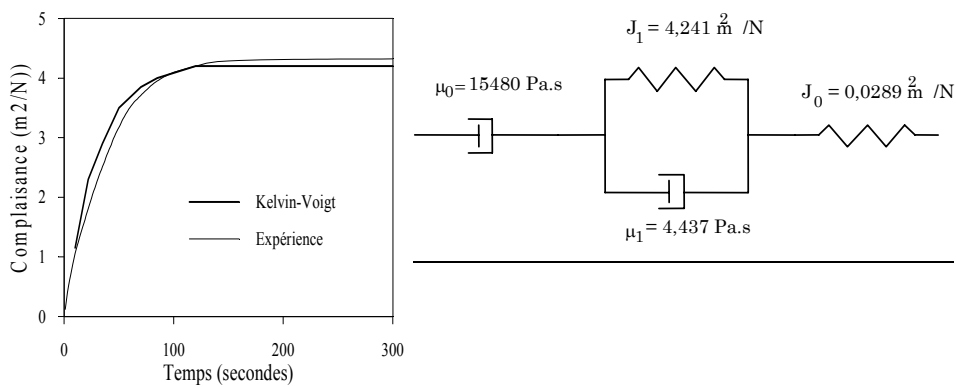
$$f(t) = J_0 + (t/\mu_N) + \sum_{i=1}^n J_i (1 - e^{-t/\theta_i})$$

où :  $\theta_i (= \mu_i J_i)$  : est le temps de retard du ième solide de Kelvin-Voigt ;  
 n est le nombre de solides de Kelvin-Voigt ;  
 $J_0$  est la complaisance élastique instantanée ;  
 $\mu_N$  la viscosité newtonienne.

**Analyse des résultats**

La Figure 4 montre la courbe de fluage du coulis de ciment gâché à la saumure saturée et microsiliés à 8%. Cette figure montre que ce coulis de ciment présente des propriétés viscoélastiques. Ce résultat est important dans la mesure où il montre la compatibilité de ce nouveau matériau avec le milieu d'injection (formations salifères se caractérisant par leur ductilité (Thorel, 1995)).

L'analyse mathématique par la méthode d'Inokuchi (1955) des courbes de fluage obtenues permet d'accéder aux propriétés viscoélastiques des fluides étudiés ( $J_0, J_i, \mu_N, \theta_i$ ).



**Figure 4. Courbes de fluage et modèle analogique de Kelvin-Voigt des coulis microsiliés à 8%\*.**

La Figure 4 montre les résultats obtenus. Les valeurs obtenues par des mesures directes en régime dynamique sur rhéomètre tandis que celles correspondant (traits et pointillés) ont été obtenues par transformation mathématique des paramètres de la fonction fluage. On peut remarquer qu'il y a une bonne continuité des courbes obtenues par les deux méthodes. Les mesures en fluage ont montré que les coulis de ciment saumurés et microsiliés présentent des propriétés viscoélastiques.

### CONCLUSION

Les matériaux étudiés ont été choisis afin de répondre aux impératifs et aux problèmes rencontrés lors d'applications réelles dans le domaine pétrolier (cimentation des tubages des puits) ou encore dans le domaine des stockages de déchets radioactifs dans des cavités creusées dans des formations de sel gemme. L'objectif de cette étude était de mettre au point des matériaux particuliers tels que les coulis de ciment saumurés et microsiliés compatibles avec le milieu environnant et présentant une bonne stabilité dans le temps.

L'étude de l'écoulement, sous l'effet d'une contrainte imposée a montré que les courbes rhéologiques de ces matériaux présentent toujours un seuil de cisaillement quelle que soit la concentration en fumée de silice. La comparaison avec les modèles rhéologiques classiques a montré que, d'une façon générale, les modèles d'Herschel-Bulkley et de Bingham reproduisent le mieux les résultats expérimentaux.

En outre, les mesures faites en fluage et en régime dynamique ont mis en évidence des propriétés viscoélastiques de ces ciments saumurés et microsiliés (suite à l'effet pouzzolanique provenant de l'état amorphe et très finement divisé de la silice et son effet granulaire lié à la finesse et à la forme arrondie de ses particules).

L'analyse des courbes de fluage par la méthode mathématique d'Inokuchi (1955) a montré qu'un modèle analogique de type Kelvin-Voigt généralisé représente de manière satisfaisante ce comportement viscoélastique.

### REMERCIEMENTS

Une grande partie des campagnes de mesures au niveau du laboratoire a pu être effectuée à l'Institut de Mécanique des Fluides et des Solides de l'Université Louis Pasteur de Strasbourg (France).

### REFERENCES

- Aïtcin, P.C., Ballivry, G. and Parizeau, R. 1984. The use of condensed silica fume in grouts. *ACI*, 1: SP-83.
- Benchabane, A. and Bekkour, K. 2006. Effect of anionic additives on the rheological behavior of aqueous calcium montmorillonite suspensions. *Rheol. Acta*, 45: 425-434.
- Bensted, J. 1989. *Oilwell cement. Word cement*. Sunbury Research Center, Middlesex, UK.
- Coussot, P., Nguyen, Q.D. and Bonn, D. 2002. Viscosity bifurcation in thixotropic, yielding fluids. *Rheology*, 46 : 573-589.
- Formulaire du Foreur 2000. Institut Français du Pétrole, éd. Technip, Paris.
- Inokuchi, K. 1955. Viscoelastic properties of nylon films at air-water interface. *Bull. Chem. Soc.*, 28: 453.

- Legrand, C. 1987. Etude du comportement mécanique de la structure de pâtes de ciment fraîches soumises à centrifugation. *Materials and Structures*, 20 : 11 – 18.
- Mellak, A. 1994. *Faisabilité des coulis de ciment saumurés et microsilicés adaptés aux formations salifères*. Thèse de Doctorat, Université de Strasbourg.
- Mellak, A. and Baudeau, Ph. 1994. Etudes physico-chimiques sur des coulis de ciment saumurés et microsilicés appropriés aux formations salifères. *Annales de l'ITBTP*, Paris, pp. 526.
- Mellak, A. and Khodja-Saber, M. 2004. Caractérisation d'un ciment destiné aux zones à pertes et modélisation de son caractère thixotrope. *39<sup>ème</sup> Colloque du Groupe Français de Rhéologie (GFR)*, A15, Mulhouse, France.
- Mellak, A. and Khodja-Saber, M. 2007. Ageing time effect on the rheological and physico-mechanics properties of salted light cements added of natural materials. *4th Annual European Rheology Conference*, 12 au 14 avril, Naples, Italie.
- Nguyen, V.H. 2006. Flow of Hershel-Bulkley fluids through the Marsh cone. *Journal of Non Newtonian Fluid Mechanics*, 139:128 -134.
- Roussel, N. 2005. Steady and transient behaviour of fresh cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 35 : 1656 – 1664.
- Sellevoid, E.J., Nilsen, T. 1986. Condensed silica fume in concrete: a word review. In: *Congresso International de Quimica do Cimento*, Brazil, 5: 15.
- Struble, L.J. 1991. The rheology of fresh cement paste. *International Symposium on Advance in Cementitious Materials*, American Ceramic Society, Gaitherburg.
- Thorel, L. 1995. Plasticité et endommagement de roche ductile: application au sel gemme. *Actes du 12<sup>ème</sup> Congrès Français de Mécanique*, Strasbourg, 4 : 245.