

UNIVERSITE DE LIEGE
Faculté des Sciences Appliquées



Effets de l'interaction superplastifiant-ciment- fillers calcaires sur les propriétés rhéologiques des pâtes et des mortiers

Travail de fin d'études réalisé en vue de l'obtention du grade
d'Ingénieur Civil des Constructions par Julien Rossomme

Année académique 2009-2010

Composition du jury :

L. Courard
J.-Cl. Dotreppe
S. Staquet
F. Michel
J.-L. Gallias

Remerciements

Je tiens avant tout à remercier Frédéric Michel pour les explications et les conseils fournis tout au long de ce travail ainsi que pour la patience dont il a fait preuve.

Je remercie également Monsieur Luc Courard pour l'excellent suivi qu'il a apporté durant tout ce travail ainsi que pour ses conseils avisés.

Je souhaite témoigner ma reconnaissance à Messieurs Jean-Louis Gallias et Abdelhak Kaci pour leur accueil chaleureux, leur encadrement et leurs conseils judicieux visant à améliorer ce travail.

Merci à toute l'équipe du laboratoire de matériaux de construction de l'Université de Liège, en particulier à Monique pour ses conseils et à Amaury pour sa bonne humeur et ses coups de main réguliers.

Je tiens également à remercier les membres du CSTC pour leur disponibilité, leurs conseils et les matériaux fournis.

Merci à Madame Stéphanie Staquet et Monsieur Jean-Claude Dotreppe pour les conseils fournis ainsi que pour le temps et l'attention qu'ils vont consacrer à la lecture de ce travail.

Enfin, merci à ma famille pour le soutien qu'ils m'ont apporté tout au long de mes études ainsi qu'à Catherine, dont le sourire et la bonne humeur illuminent mon quotidien.

Effets de l'interaction superplastifiant-ciment-fillers calcaires sur les propriétés rhéologiques des pâtes et des mortiers

Travail de fin d'études présenté par Julien Rossomme en vue de l'obtention du
grade d'ingénieur civil des constructions

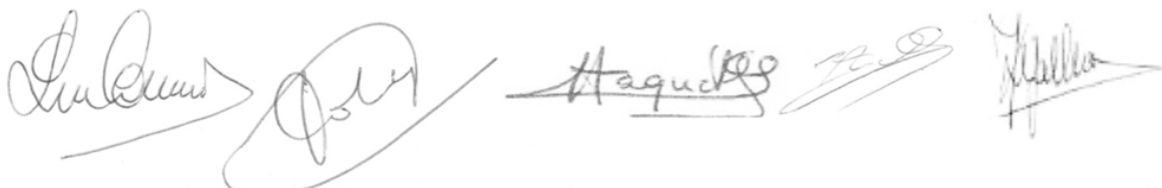
Enoncé

Actuellement, la formulation des bétons vise de plus en plus à pousser certaines propriétés à leur maximum. Le matériau a dû s'adapter de manière continue à de nouvelles exigences et de nouveaux besoins, essentiellement en termes de résistance à la compression et de maniabilité. Ces progrès ont été rendus possibles grâce à l'accroissement du nombre de ses constituants. En particulier, l'ajout d'additions minérales, généralement couplées à des superplastifiants, a induit une plus grande souplesse de formulation.

L'objectif de ce travail est d'étudier la compatibilité du système superplastifiant-ciment-filler calcaire. En effet, dans la formulation des bétons autoplaçants, les fillers calcaires prennent une place essentielle en améliorant l'ouvrabilité sans augmenter de façon inconsiderée la chaleur d'hydratation. Toutefois, le recours à un superplastifiant reste nécessaire. Le dosage de celui-ci se détermine généralement par rapport à la quantité de ciment présent dans le mélange, en ignorant l'interaction entre les molécules de superplastifiant et le filler calcaire.

La demande en eau et les propriétés rhéologiques à l'état frais des pâtes de ciment modifiées sont mesurées. Les résultats obtenus au moyen de différentes techniques sont analysés et comparés en prenant en compte le type de filler calcaire au travers de leurs propriétés physico-chimiques. Les doses de saturation en superplastifiant sont également évaluées. La compatibilité des systèmes (variation temporelle des propriétés rhéologiques) et les caractéristiques physiques des coulis confectionnés sont également étudiées au travers d'expérimentations tels que des essais BêtaP, cône de Marsh, aiguille Vicat ainsi qu'un certain nombre de mesures à l'aide d'un rhéomètre à coulis.

Les membres du jury



Courard L. Dotreppe J.-C. Staquet S. Michel F. Gallias J.-L.

UNIVERSITE DE LIEGE
Faculté des Sciences Appliquées

Effets de l'interaction superplastifiant-ciment-fillers calcaires sur les propriétés rhéologiques des pâtes et des mortiers

Julien Rossomme
2ème Master Ingénieur civil, Constructions
2009-2010

Résumé

L'objectif de ce travail est de contribuer à la compréhension des effets de l'interaction entre le ciment, les superplastifiants et les fillers calcaires dans les pâtes et les mortiers à l'état frais.

La compatibilité des systèmes (variation temporelle des propriétés rhéologiques) et les caractéristiques physiques des coulis confectionnés sont étudiées au travers d'expérimentations tels que des essais de pâte lisse, BêtaP, cône de Marsh, aiguille Vicat ainsi que des mesures à l'aide d'un rhéomètre. Un programme informatique a également été utilisé pour déterminer le temps de passage au cône de Marsh de pâtes dont les paramètres rhéologiques sont connus.

L'analyse des résultats montre que :

- La présence de superplastifiant a un effet sur le comportement rhéologique des fillers calcaires ;
- La présence d'argile active dans les fillers calcaires a tendance à diminuer l'efficacité des superplastifiants ;
- La rapide augmentation de viscosité dans le cas de coulis constitués de ciment contenant du superplastifiant polycarboxylate s'atténue en substituant une partie du ciment par du filler calcaire ;
- En travaillant à maniabilité constante, on observe une diminution du seuil de cisaillement des coulis lorsqu'on substitue une partie du ciment par du filler calcaire ;
- Le temps de passage au cône de Marsh prédit par le programme est proche de celui observé en réalité pour des pâtes dont les propriétés rhéologiques restent constantes dans le temps.

UNIVERSITY OF LIÈGE
Faculty of Applied Sciences

Effects of the interaction superplasticizer-cement-limestone fillers on the rheological properties of pastes and mortars

Julien Rossomme
2nd Master Civil Engineer, Constructions
2009-2010

Abstract

The aim of this work is to contribute to the understanding of the interaction between the cement, the superplastizers and the limestone fillers in fresh pastes and mortars.

The compatibility of the systems (temporal variation of the rheological properties) and the physical characteristics of the prepared pastes are studied through experimentations such as smooth paste, BêtaP, Marsh funnel, Vicat needle and measurements with a rheometer. A computer program was also used to determine the flow time through the Marsh funnel of pastes which rheological parameters are known.

The analysis of the results shows that :

- The presence of superplasticizers has an effect on the rheological behaviour of the limestone fillers ;
- The presence of active clay in the limestone fillers tends to decrease the effectiveness of the superplasticizers ;
- The rapid increase of viscosity in the case of pastes made of cement containing polycarboxylate superplasticizer decreases when a part of the cement is substituted by limestone filler ;
- For a constant workability, we observe a decrease of the paste's shear threshold when we substitute a part of the cement by limestone filler ;
- The flow time through the Marsh funnel predicted by the program is close to the one observed in reality in the case of pastes whose rheological properties stay constant as a function of time.

TABLE DES MATIÈRES

1	Introduction	1
Partie I Résumé de la bibliographie		3
2	Description des matériaux	4
2.1	Le ciment [1; 2].....	4
2.1.1	Constituants du ciment portland.....	4
2.1.1.1	Le clinker.....	5
2.1.1.2	Les sulfates de calcium.....	5
2.1.2	Hydratation du ciment.....	6
2.2	Les fillers calcaires	7
2.3	Les superplastifiants.....	10
2.3.1	Caractéristiques	10
2.3.2	Facteurs influençant l'efficacité des superplastifiants.....	14
2.4	L'interaction entre le ciment, les superplastifiants et les fillers calcaires	14
3	Caractérisation rhéologique des coulis	16
3.1	Comportements rhéologiques des fluides	16
3.2	Essais de caractérisation des pâtes	18
3.2.1	Méthode de la pâte lisse [3; 26]	18
3.2.2	Essais à l'aide d'un rhéomètre.....	20
3.2.3	Essai BêtaP [27; 3]	21
3.2.4	Essai au cône de Marsh	22
3.2.5	Essai d'étalement	22
Partie II : Expérimentations.....		23
4	Description des matériaux	24
4.1	Le ciment	24
4.2	Les fillers calcaires	25
4.3	Les superplastifiants.....	26
5	Mise au point des protocoles d'essais	27
5.1	Essais de pâte lisse	27
5.2	Essais BêtaP.....	28
5.3	Essais réalisés à l'aide du rhéomètre	29
5.3.1	Malaxage	30
5.3.2	Choix du rotor	32
5.3.3	Remplissage précis du rhéomètre.....	33
5.3.4	Protocole de mesure	34
5.3.5	Approximation du comportement par un modèle.....	35
5.4	Essais mécaniques.....	37
5.5	Essais au cône de Marsh	38
5.6	Essais Vicat.....	40
6	Résultats.....	41
6.1	Méthode de la pâte lisse	41
6.1.1	Essais sur pâtes de ciment modifiées	41

6.1.2	Influence de la présence de superplastifiant sur la demande en eau	42
6.1.2.1	Influence du GLENIUM® 51	42
6.1.2.2	Influence du RHEOBUILD® 1100	44
6.2	Essais BêtaP	46
6.2.1	Essais sur pâtes de ciment modifiées	46
6.2.2	Influence de la présence de superplastifiant sur le comportement des coulis	47
6.2.2.1	Influence du GLENIUM® 51	47
6.2.2.2	Influence du RHEOBUILD® 1100	48
6.2.3	Influence du temps sur les paramètres	49
6.3	Essais effectués au moyen du rhéomètre	51
6.3.1	Essais sur des pâtes de ciment modifiées	51
6.3.2	Influence de la présence de superplastifiant sur le comportement des coulis	54
6.3.2.1	Influence du GLENIUM® 51	54
6.3.2.2	Influence du RHEOBUILD® 1100	57
6.4	Essais mécaniques	61
6.5	Essais au cône de Marsh	63
6.6	Aiguille Vicat	65
Partie III : Commentaires sur les résultats		67
7	Comparaison de l'efficacité des superplastifiants	68
7.1	Mise en évidence au moyen de l'essai de pâte lisse	68
7.2	Mise en évidence au moyen de l'essai BêtaP	70
7.3	Mise en évidence au moyen de l'essai à étalement constant	72
8	Comportement des coulis en présence de superplastifiant	74
8.1	Influence sur le comportement rhéologique	74
8.2	Evolution temporelle du comportement rhéologique	76
9	Evaluation de la dépendance entre les résultats des essais	83
10	Relation entre seuil de cisaillement et étalement au cône	90
Partie IV : Conclusions		91
11	Recommandations pour la suite de l'étude	92
12	Conclusion générale	93
Partie V : Annexes		95
Annexe 1	Pycnomètre	96
Annexe 2	Fiches techniques des superplastifiants	98
Annexe 3	Résultats des essais de pâte lisse	102
Annexe 4	Résultats des essais BêtaP	107
Annexe 5	Rhéomètre	108
Annexe 6	Essais mécaniques	120
Annexe 7	Cône de Marsh	121
Partie VI : Références Bibliographiques		123

LISTE DES FIGURES

Figure 1 – Relation entre demande en eau et teneur en filler [8].....	9
Figure 2 – Détermination de la quantité de ciment par la méthode de Dreux-Gorisse [1].....	10
Figure 3 – Répulsion électrostatique de deux particules de ciment avoisinantes, d'après [2].	11
Figure 4 – Superplastifiants [13]	12
Figure 5 – Adsorption de PNS sur des constituants hydrauliques du ciment [20]	13
Figure 6 – Courbe d'adsorption d'un superplastifiant [13].....	13
Figure 7 – Effet de la proportion de MgO sur la viscosité d'un échantillon de carbonate de calcium [10]	15
Figure 8 – Courbes d'écoulement des fluides, d'après [24].....	17
Figure 9 – Etats rhéologiques successifs des pâtes (état 4 = « pâte lisse »).....	18
Figure 10 – Evolution du comportement rhéologique de pâtes en fonction de la concentration en solide	19
Figure 11 – Dimensions du cône, d'après [24]	21
Figure 12 – Graphique typique du βp	21
Figure 13 – Courbe granulométrique (passant cumulé) du ciment utilisé	24
Figure 14 – Courbe granulométrique (passant partiel) du ciment utilisé	24
Figure 15 – Courbes granulométriques (passant cumulé) des fillers	26
Figure 16 – Courbes granulométriques (passant partiel) des fillers.....	26
Figure 17 – Rhéomètre Haake RS150	29
Figure 18 – Rotors disponibles (de gauche à droite : Z31, Z38, FL40)	29
Figure 19 – Mixeur ⁷	30
Figure 20 – Comparaison des résultats obtenus par les deux types de malaxage	31
Figure 21 – Evolution de la contrainte de cisaillement en fonction du temps	31
Figure 22 – Comparaison des résultats fournis par les deux rotors	33
Figure 23 – Remplissage du rhéomètre	33
Figure 24 – Remplissages correct (a) et incorrects (b et c) du rhéomètre (coupe verticale)	34
Figure 25 – Procédure suivie pour les mesures au moyen du rhéomètre (schéma de principe).....	34
Figure 26 – Comparaison des résultats obtenus lors de la montée et la descente	35
Figure 27 – Comparaison des deux programmes.....	36
Figure 28 – Cône de Marsh	38
Figure 29 – Evolution du temps de passage au cône de Marsh dans le cas de l'eau en fonction du volume de coulis	38
Figure 30 – Evolution du temps de passage au cône de Marsh dans le cas d'un coulis en fonction du volume de coulis.....	38
Figure 31 – Comparaison des résultats obtenus pour deux valeurs de E/C différentes.....	39
Figure 32 – Appareil Vicat ⁹	40
Figure 33 – Rapport e/p en fonction du taux de substitution du ciment par du filler calcaire, sans superplastifiant	41
Figure 34 – Rapport e/p en fonction de la quantité de superplastifiant (GLENIUM [®] 51) pour le filler M1342.....	42
Figure 35 – Rapport e/p en fonction de la quantité de superplastifiant (GLENIUM [®] 51) pour le filler M1348.....	43
Figure 36 – Rapport e/p en fonction de la quantité de superplastifiant (GLENIUM [®] 51) pour le filler M1357.....	44
Figure 37 – Rapport e/p en fonction de la quantité de superplastifiant (RHEOBLUID [®]) pour le filler M1342.....	45
Figure 38 – Rapport e/p en fonction de la quantité de superplastifiant (RHEOBLUID [®]) pour le filler M1348.....	45
Figure 39 – Rapport e/p en fonction de la quantité de superplastifiant (RHEOBLUID [®]) pour le filler M1357.....	45
Figure 40 – Evolution de la valeur du BêtaP pour différentes valeurs du taux de substitution du ciment	46
Figure 41 – Evolution de la valeur de la pente pour différentes valeurs du taux de substitution du ciment	46
Figure 42 – Evolution du BêtaP avec ajout de GLENIUM [®] 51	47
Figure 43 – Evolution de la pente avec ajout de GLENIUM [®] 51.....	47
Figure 44 – Evolution du BêtaP avec ajout de RHEOBUILD [®] 1100.....	48
Figure 45 – Evolution de la pente avec ajout de RHEOBUILD [®] 1100	49
Figure 46 – Evolution du paramètre BêtaP au cours du temps : filler : M1342, sp : GLENIUM [®] 51	50
Figure 47 – Evolution du paramètre BêtaP au cours du temps : filler : M1357, sp : GLENIUM [®] 51	50
Figure 48 – Evolution du paramètre BêtaP au cours du temps : filler : M1357, sp : RHEOBUILD [®] 1100	50
Figure 49 – Rhéogrammes obtenus pour le filler M1342	51
Figure 50 – Rhéogrammes obtenus pour le filler M1348	52
Figure 51 – Rhéogrammes obtenus pour le filler M1357	52
Figure 52 – Evolution du seuil de cisaillement (loi d'Herschel-Bulkley) pour les différents fillers	53
Figure 53 – Evolution du seuil selon la loi de Bingham pour des coulis sans adjuvant.....	54
Figure 54 – Rhéogrammes obtenus pour le filler M1342 et 0,5% de GLENIUM [®] 51	55
Figure 55 – Rhéogrammes obtenus pour le filler M1348 et 0,5% de GLENIUM [®] 51	55
Figure 56 – Rhéogrammes obtenus pour le filler M1357 et 0,5% de GLENIUM [®] 51	55
Figure 57 – Evolution des paramètres de la loi de Herschel-Bulkley pour le filler M1357 et 0,5% de GLENIUM [®] 51	56
Figure 58 – Evolution du seuil de cisaillement pour les différents fillers (0,5% de GLENIUM [®] 51).....	57
Figure 59 – Evolution du rapport E/P pour un étalement de 220mm en fonction du pourcentage de RHEOBUILD (M1342)	58
Figure 60 – Evolution du rapport E/P pour un étalement de 220mm en fonction du pourcentage de RHEOBUILD (M1348)	58
Figure 61 – Evolution du rapport E/P pour un étalement de 220mm en fonction du pourcentage de RHEOBUILD (M1357)	58
Figure 62 – Rhéogrammes obtenus pour le filler M1342 et 0,5% de RHEOBUILD [®] 1100.....	59

Figure 63 – Rhéogrammes obtenus pour le filler M1348 et 0,5% de RHEOBUILD® 1100.....	59
Figure 64 – Rhéogrammes obtenus pour le filler M1357 et 0,5% de RHEOBUILD® 1100.....	59
Figure 65 – Evolution du seuil de cisaillement pour les différents fillers (0,5% de RHEOBUILD® 1100)	60
Figure 66 – Evolution de la résistance à la compression en fonction des mélanges envisagés (sans superplastifiant)	61
Figure 67 – Evolution de la résistance à la compression en fonction des mélanges envisagés (avec RHEOBUILD)	62
Figure 68 – Evolution de la résistance en compression avec le seuil de cisaillement.....	62
Figure 69 – Comparaison des temps de début de prise pour le filler M1342.....	65
Figure 70 – Comparaison des temps de début de prise pour le filler M1357.....	65
Figure 71 – Comparaison des temps de fin de prise pour le filler M1342.....	66
Figure 72 – Comparaison des temps de fin de prise pour le filler M1357.....	66
Figure 73 – Comparaison du gain en pourcents sur la demande en eau pour un pourcentage de superplastifiant de 2%	68
Figure 74 – Comparaison du gain en pourcents sur la demande en eau pour un pourcentage de superplastifiant de 2%	69
Figure 75 – Ecart d'efficacité entre les deux superplastifiants envisagés (filler M1342).....	69
Figure 77 – Comparaison des valeurs de BêtaP pour le filler M1342 pour les différents superplastifiants.....	70
Figure 76 – Effets des superplastifiants sur les coulis cimentaires purs (taux de substitution nul).....	70
Figure 78 – Comparaison des valeurs de BêtaP pour le filler M1357 pour les différents superplastifiants.....	71
Figure 79 – Comparaison des valeurs des pentes pour le filler M1342 pour les différents superplastifiants.....	71
Figure 80 – Comparaison des valeurs des pentes pour le filler M1357 pour les différents superplastifiants.....	71
Figure 81 – Evolution du rapport E/P pour un étalement de 220mm pour le filler M1342	72
Figure 82 – Evolution du rapport E/P pour un étalement de 220mm pour le filler M1348	72
Figure 83 – Evolution du rapport E/P pour un étalement de 220mm pour le filler M1357	73
Figure 84 – Comportement rhéoépaississant en présence de GLENIUM® 51.....	74
Figure 85 – Phénomène de localisation [32]	75
Figure 86 – Evolution du rapport E/P pour un étalement de 220mm, sans superplastifiant	75
Figure 87 – Evolution de la contrainte de cisaillement pour un coulis cimentaire simple.....	78
Figure 88 – Evolution de la contrainte de cisaillement pour un coulis cimentaire avec 0,5% de GLENIUM® 51	78
Figure 89 – Transition entre un état de repos et un état cisaillé pour un coulis cimentaire avec 0,5% de GLENIUM® 51	78
Figure 90 – Transition entre un état de repos et un état cisaillé pour un coulis de filler M1348 avec 0,5% de GLENIUM	79
Figure 91 – Protocole de mesure permettant de suivre l'évolution rhéologique des coulis.....	79
Figure 92 – Comparaison de l'évolution du seuil de cisaillement pour plusieurs coulis.....	80
Figure 93 – Comparaison des temps de prise (essai Vicat)	81
Figure 94 – Corrélation entre les rapports e/p (volume) avec et sans GLENIUM® 51	83
Figure 95 – Corrélation entre le rapport E/P (pâte lisse) et la surface spécifique B.E.T. en l'absence de superplastifiant	84
Figure 96 – Corrélation entre le rapport E/P (pâte lisse) et la surface spécifique B.E.T. ; 0,5% de GLENIUM® 51	84
Figure 97 – Corrélation entre le rapport E/P (pâte lisse) et la surface spécifique B.E.T. ; 0,5% de RHEOBUILD® 1100.....	85
Figure 98 – Surface Blaine en relation avec le rapport E/P à l'état de pâte lisse pour le GLENIUM 51	85
Figure 99 – Comparaison de la valeur du BêtaP et du rapport e/p pour l'essai sur pâte lisse.....	86
Figure 100 – Corrélation entre les améliorations qu'apporte le GLENIUM® 51 sur les essais BêtaP et pâte lisse (M1342) ...	86
Figure 101 – Corrélation entre les améliorations qu'apporte le GLENIUM® 51 sur les essais BêtaP et pâte lisse (M1357) ...	87
Figure 102 – Comparaison des améliorations qu'apporte le RHEOBUILD® 1100 sur les essais BêtaP et pâte lisse (M1342) ..	87
Figure 103 – Corrélation entre les résultats à étalement constant et à l'état de pâte lisse (sans sp)	88
Figure 104 – Corrélation entre les résultats à étalement constant et à l'état de pâte lisse (avec 0,5% de GLENIUM)	88
Figure 105 – Corrélation entre les résultats à étalement constant et à l'état de pâte lisse (avec 2% de RHEOBUILD).....	88
Figure 106 – Relation entre les seuils selon la loi de Bingham / Herschel-Bulkley (sans superplastifiant).....	89
Figure 107 – Comparaison de la demande en eau pour un étalement donné et la dimension des grains (D50).....	89
Figure 108 – Evolution du seuil en fonction de la masse volumique du coulis (cas sans superplastifiant)	90
Figure 109 – Rapport e/p en fonction de la quantité de GLENIUM® 51 ; filler M1342 ; (p/p masse de ciment).....	103
Figure 110 – Rapport e/p en fonction de la quantité de GLENIUM® 51 ; filler M1348 ; (p/p masse de ciment).....	104
Figure 111 – Rapport e/p en fonction de la quantité de GLENIUM® 51 ; filler M1357 ; (p/p masse de ciment).....	104
Figure 112 – Rapport e/p en fonction de la quantité de RHEOBUILD® 1100 ; filler M1342 ; (p/p masse de ciment)	104
Figure 113 – Rapport e/p en fonction de la quantité de RHEOBUILD® 1100 ; filler M1348 ; (p/p masse de ciment)	105
Figure 114 – Rapport e/p en fonction de la quantité de RHEOBUILD® 1100 ; filler M1357 ; (p/p masse de ciment)	105
Figure 115 – Comparaison du gain en pourcents sur la demande en eau pour un pourcentage de superplastifiant de 2%	106
Figure 116 – Fiche technique des rotors.....	108
Figure 117 – Domaine de validité des rotors.....	108
Figure 118 – Comparaison des paliers atteints avec les deux modes de malaxage (échelle de temps logarithmique).....	109
Figure 119 – Evolution des paramètres de la loi de Herschel-Bulkley pour le filler M1342.....	114
Figure 120 – Evolution des paramètres de la loi de Herschel-Bulkley pour le filler M1348.....	114
Figure 121 – Evolution des paramètres de la loi de Herschel-Bulkley pour le filler M1357.....	115
Figure 122 – Evolution des paramètres de la loi de Herschel-Bulkley pour le filler M1342 et 0,5% de GLENIUM® 51	116
Figure 123 – Evolution des paramètres de la loi de Herschel-Bulkley pour le filler M1348 et 0,5% de GLENIUM® 51	116
Figure 124 – Evolution des paramètres de la loi de Herschel-Bulkley pour le filler M1342 et 0,5% de RHEOBUILD	117
Figure 125 – Evolution des paramètres de la loi de Herschel-Bulkley pour le filler M1348 et 0,5% de RHEOBUILD	117
Figure 126 – Evolution des paramètres de la loi de Herschel-Bulkley pour le filler M1357 et 0,5% de RHEOBUILD	118
Figure 127 – Evolution des rhéogrammes dans le temps (100% ciment et 0,5% GLENIUM® 51).....	118
Figure 128 – Evolution des rhéogrammes dans le temps (100% ciment et sans superplastifiant)	119
Figure 129 – Dimensions géométriques (en millimètres) du cône de Marsh et leur notation [28]	121

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 – Principaux constituants du ciment, d’après [2]	4
Tableau 2 – Constitution finale du clinker [1]	5
Tableau 3 – Caractéristiques principales des fillers utilisés [3]	25
Tableau 4 – Gamme d'utilisation des deux rotors	33
Tableau 5 – Comparaison des deux méthodes	36
Tableau 6 – Comparaison des paramètres rhéologiques avec et sans GLENIUM® 51 pour un coulis cimentaire	56
Tableau 7 – Comparaison des mélanges contenant du filler M1342 et M1357 en l'absence de superplastifiant	61
Tableau 8 – Paramètre rhéologiques de l'eau (20°C) selon la loi d'Herschel-Bulkley	63
Tableau 9 – Comparaison des temps d'écoulement obtenus pour méthode analytique et en laboratoire	63
Tableau 10 – Résultats de la mesure de la masse volumique absolue du ciment	97
Tableau 11 – Résultats des essais de pâte lisse sans superplastifiant	102
Tableau 12 – Résultats des essais de pâte lisse avec le superplastifiant GLENIUM® 51	102
Tableau 13 – Résultats des essais de pâte lisse avec le superplastifiant RHEOBUILD® 1100	103
Tableau 14 – Gain en pourcents sur la demande en eau pour un pourcentage de superplastifiant de 2% (masse de poudre).	106
Tableau 15 – Récapitulatif des résultats de l’essai BêtaP en l’absence de superplastifiant	107
Tableau 16 – Résultats des essais BêtaP avec et sans superplastifiant	107
Tableau 17 – Résumé des résultats obtenus pour des coulis sans superplastifiant	112
Tableau 18 – Résumé des résultats obtenus pour des coulis avec 0.5% de GLENIUM® 51	113
Tableau 19 – Résistances des mortiers réalisés, triés par ordre croissant de résistance en compression	120

1 Introduction

L'époque durant laquelle la composition des bétons se faisait sur base d'une simple association ternaire (ciment, eau, granulats) est à présent révolue. D'autres paramètres sont venus en complément, permettant de repousser les limites des performances des bétons encore plus loin. Il s'agit essentiellement des additions minérales et des adjuvants.

Les fillers calcaires sont, au même titre que d'autres additions, de plus en plus utilisés dans la formulation des bétons. Un de leurs avantages est qu'ils sont disponibles en grandes quantités dans nos régions. De plus, contrairement aux fillers, le ciment est très énergivore puisque sa production nécessite le passage du clinker dans un four à haute température.

Les fillers s'utilisent principalement dans la formulation des bétons autoplacants pour plusieurs raisons. Tout d'abord, la substitution d'une partie du ciment par du filler calcaire permet de réduire le coût du mélange puisque le prix des fillers est environ quatre fois moins élevé que celui du ciment. Ensuite, cette substitution permet également de réduire la chaleur d'hydratation, souvent élevée dans les bétons autoplacants où la quantité de ciment est généralement importante de manière à favoriser l'écoulement. Cette augmentation de chaleur engendre par la suite des retraits induisant des fissures. Enfin, les fillers permettent de combler un éventuel déficit en particules fines dans la courbe granulométrique des mélanges.

On l'aura compris, l'utilisation des fillers peut s'avérer très intéressante à plusieurs points de vue. Néanmoins, la quantité de superplastifiant à insérer dans un mélange se détermine généralement sur base de la quantité de ciment, sans tenir compte de la présence de fillers. Or, on montrera dans ce travail que les superplastifiants ont une influence sur le comportement de ceux-ci. Le travail permettra également de mettre en évidence certains effets bénéfiques qu'ont les fillers sur le comportement de coulis adjuvantés en superplastifiants.

La première partie de ce travail (partie I) vise à présenter les matériaux utilisés ainsi que certains résultats issus de la bibliographie. Elle constitue une entrée en matière permettant d'introduire certains mécanismes mis en évidence lors des essais.

La deuxième partie (partie II) présente les différents essais effectués ainsi que les résultats. Ces essais avaient tout d'abord pour but de déterminer la demande en eau des mélanges, ce qui permet d'avoir une image de l'agencement des particules au sein des pâtes. Ensuite, le comportement rhéologique de différents mélanges est étudié, et ce au moyen de différentes méthodes. L'absence ou non de lien entre les différents essais rhéologiques sera investiguée. Bien conscient qu'une certaine redondance d'information sera présente à la lumière des différents essais rhéologiques, le but de ce recoupement est de mettre en avant les éventuelles divergences de comportement relevées par différents essais sur un coulis identique. Quelques essais mécaniques seront également effectués de manière à comparer les résistances de différents mélanges dont le comportement rhéologique est intéressant.

La troisième partie (partie III) vise à interpréter certains résultats ainsi qu'à faire le lien entre les différents essais. En effet, on est par exemple en droit de se demander si les résultats obtenus au moyen d'essais de compacité ont un impact sur les résultats obtenus en rhéologie.

L'objectif de l'étude est de mettre en évidence l'impact du choix des fillers et du type de superplastifiant sur le comportement des pâtes à l'état frais. Comme on le verra par la suite, les fillers étudiés ont été sélectionnés de manière à pouvoir mettre en évidence l'impact de certaines propriétés différentes. De même, deux superplastifiants dont le mode d'action est différent sont étudiés et leur efficacité est comparée.

PARTIE I

RÉSUMÉ DE LA BIBLIOGRAPHIE

La première partie de ce rapport vise à présenter les types de matériaux utilisés dans le cadre de ce travail ainsi qu'à rappeler un certain nombre de notions en rapport avec l'étude de la rhéologie des matériaux cimentaires.

2 Description des matériaux

2.1 Le ciment [1; 2]

2.1.1 Constituants du ciment portland

Le groupement belge du béton [2] définit le ciment comme « un liant hydraulique, c.-à-d. un matériau inorganique finement moulu qui, gâché avec de l'eau, forme une pâte qui fait prise et durcit à la suite de réactions d'hydratation et qui, après durcissement, conserve sa résistance et sa stabilité, même sous l'eau.

- *Hydraulique* : un liant est hydraulique lorsqu'il réagit à l'eau à la fois dans l'eau et dans l'air pour former un produit qui n'est plus soluble dans l'eau.
- *Liant* : le ciment agglomère fortement les matériaux inertes incorporés dans le béton, comme le sable et le gravier.

Le ciment est constitué de petits grains individuels de différentes substances mais doit avoir une composition statistiquement homogène. Des processus de mouture et d'homogénéisation adéquats permettront d'obtenir un haut degré d'uniformité de toutes les caractéristiques du ciment.

Lorsqu'il est gâché avec de l'eau et mélangé avec des granulats de façon appropriée, le ciment doit être capable de produire un mortier ou un béton qui :

- Conserve son ouvrabilité pendant un temps suffisamment long
- Atteint les niveaux de résistance prescrits après des périodes déterminées
- Présente une stabilité de volume à long terme. »

Le Tableau 1 reprend les principaux constituants du ciment. Ce dernier contient toujours du clinker et du sulfate de calcium.

Tableau 1 – Principaux constituants du ciment, d'après [2]

Catégorie	Formule complète	Formule	Appellation
Constituants chimiques	H ₂ O	H	Eau
	CaO	C	Chaux
	SiO ₂	S	Silice
	Al ₂ O ₃	A	Alumine
	Fe ₂ O ₃	F	Oxyde ferrique
	CaSO ₄	CS	Sulfate de calcium
Constituants hydrauliques	2CaO. SiO ₂	C ₂ S	Silicate bicalcique ou <i>belite</i>
	3CaO. SiO ₂	C ₃ S	Silicate tricalcique ou <i>alite</i>
	3CaO. Al ₂ O ₃	C ₃ A	Aluminate tricalcique
	4CaO. Al ₂ O ₃ .Fe ₂ O ₃	C ₄ AF	Alumino-ferrite tétracalcique
Constituants hydratés	3CaO. 2SiO ₂ . 3H ₂ O	C ₃ S ₂ H ₃	Silicate de calcium hydraté (tobermorite)
	Ca(OH) ₂	CH	Chaux hydratée (portlandite)

2.1.1.1 Le clinker

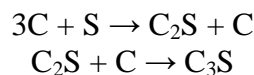
Comme précisé plus haut, le clinker comporte des constituants chimiques et des constituants hydrauliques. Les premiers sont mélangés pour qu'il y ait saturation de A, S et F par la chaux. Ceci se produit par réaction acide-base : la chaux étant plutôt basique et les autres constituants plutôt acides. Dans la mesure du possible, on essaye d'obtenir les proportions suivantes :

$$\frac{C}{2,85S + 1,65A + 0,7F} = 1$$

où C, S, F et A désignent les concentrations des constituants. En pratique, on retrouve souvent 65% de chaux, environ 20% de silice, moins de 5% d'alumine et 3% d'oxyde de fer.

En ce qui concerne les constituants hydrauliques, on retrouve généralement beaucoup de C_3S et peu de C_2S . Etant donné que la formation de ces oxydes n'est pas aisée, elle doit être réalisée à l'aide de fondants. C'est la raison pour laquelle on utilise de l'alumine et de l'oxyde ferrique. Ces fondants permettent de former du C_2S et du C_3S à des températures inférieures que celles obtenues en leur absence. Le processus de clinkérisation est le suivant :

- *Séchage* : il se produit entre 100 et 500°C et permet l'évaporation de l'eau.
- *Décarbonatation* : elle se produit aux environs de 1000°C et permet la calcination du calcaire pour former de la chaux vive.
- *Clinkérisation* : aux environs de 1350°C, on introduit tout d'abord les fondants A et F. Ceux-ci vont réagir avec la chaux pour former du C_3A et du C_4AF . Ces deux constituants forment la phase liquide. Vers 1450°C se produit la formation de C_3S et de C_2S :



Finalement, après refroidissement du mélange, on obtient du clinker. Celui-ci se compose essentiellement de C_2S , de C_3S , de C_3A et de C_4AF dans des proportions qui sont reprises dans le Tableau 2.

Tableau 2 – Constitution finale du clinker [1]

Composant	Teneur pondérale	Teneur moyenne	Influence sur la résistance
C_2S	10 à 35%	20%	Résistance élevée à long terme
C_3S	40 à 65%	60%	Résistances initiales et finales élevées
C_3A	5 à 15%	10%	Résistance initiale très élevée
C_4AF	5 à 20%	10%	Ne participe pas aux résistances

2.1.1.2 Les sulfates de calcium

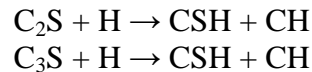
Ils sont présents sous la forme de gypse : $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ ou simplement sous forme $CaSO_4$. Leur action consiste à former de l'étringite. Cela permet de réguler la prise car l'étringite tapisse les grains de ciment et en ralentit l'hydratation. On verra plus loin que les sulfates de calcium ont une incidence sur le comportement des superplastifiants.

2.1.2 Hydratation du ciment

Mélangé à de l'eau, le ciment se transforme en un matériau solide. Il s'agit du processus d'hydratation. Il en résulte la formation de silicates de calcium hydratés (tobermorite) et d'hydrate de chaux (portlandite). Cette réaction provoque deux effets : la pâte de ciment durcit (prise du ciment) et on observe un dégagement de chaleur. La prise du ciment étant exothermique, elle sera d'autant plus rapide que la température ambiante sera élevée.

Dans le ciment CEM I (constitué presque exclusivement de clinker), les C_2S , C_3S , C_3A et C_4AF réagissent avec l'eau pour donner des hydrates. Une partie de la chaux se dépose sous forme de cristaux de chaux éteinte $Ca(OH)_2$, dont l'abréviation courante est CH. L'autre partie de la chaux forme un gel composé de fines aiguilles de silicates de calcium hydratés, dont l'abréviation est $C_3S_2H_3$ ou plus simplement CSH. L'hydratation des phases aluminates peut être très rapide et conduire ainsi à une rapide perte d'ouvrabilité. On a vu au §2.1.1.2 comment se prémunir contre ce phénomène.

Les équations en question ci-dessus sont les suivantes :



Dans un ciment, il est préférable d'avoir un minimum de CH et un maximum de CSH car ces derniers étant en forme de baguettes, ils s'entremêlent plus facilement et diminuent la porosité du mélange après la prise. En général, les proportions sont d'environ 75% de CSH et 25% de CH.

La résistance du ciment apparaît progressivement au cours du processus d'hydratation. La résistance finale est due en grande partie aux C_2S et C_3S . Les C_3A et C_4AF participent de manière marginale à la résistance à long terme. La résistance dépend également du rapport E/C. Stœchiométriquement, un rapport de 0,25 suffirait à hydrater tous les grains de ciment. En pratique, on préfère utiliser un rapport E/C minimum de 0,4 de manière à assurer une maniabilité minimale et pour tenir compte du phénomène d'adsorption.

On distingue cinq périodes principales lors de l'hydratation du ciment [3] :

- *Période de gâchage* : rencontre entre les grains de ciment et l'eau. La dissolution est rapide et exothermique. Les sulfates de calcium réagissent avec l'alumine et la chaux pour former de l'étringite. On assiste également à la formation de CSH.
- *Période dormante* : l'étringite formée à l'étape précédente entoure les aluminates et en diminue l'hydratation.
- *Période de prise* : une fois la concentration en sulfates devenue trop faible, on assiste à l'hydratation des C_3S et C_2S pour former des CSH et CH. A partir de cette période, la pâte de ciment devient moins ouvrable.
- *Période de ralentissement* : les grains de ciment sont recouverts d'une couche d'hydrates de plus en plus épaisse qui ralentit la progression de l'eau vers l'interface de réaction. C'est la raison pour laquelle on observe une diminution de la vitesse d'hydratation.
- *Période de diffusion* : celle-ci est contrôlée par les phénomènes de diffusion entraînant peu à peu la formation de produits hydratés.

2.2 Les fillers calcaires

Selon le Groupement Belge du Béton [2], les fillers sont « des matériaux à caractère inerte, pouzzolanique, ou hydraulique latent, finement divisés (généralement plus fins que 80 μm), qui sont ajoutés au béton pour améliorer certaines propriétés. Tant les propriétés du béton frais (consistance, ouvrabilité,...) que du béton durci (résistance, perméabilité, couleur,...) peuvent être modifiées par l'ajout d'une addition minérale ».

Il existe deux types d'additions. Les additions de type I sont des matériaux inertes ajoutés afin de compléter le squelette granulaire des bétons. Les additions de type II réagissent quant à elles par le biais d'une réaction pouzzolanique et hydraulique. Dans ce cas, on peut prendre en compte leur participation à la réaction par le biais d'un coefficient k .

Les fillers calcaires proviennent essentiellement de l'industrie de production de la chaux, de l'extraction de granulats calcaires ou encore de l'industrie des pierres ornementales. Deux procédés principaux sont utilisés : par voie sèche et par voie humide. Le premier consiste successivement en un concassage/broyage, suivi d'un criblage, pour finalement terminer par un dépoussiérage. Les fillers produits par voie humide sont issus du sciage ou polissage des roches ornementales ou de la phase de lavage dans le cas de la production de granulats. [3]

Les fillers calcaires sont généralement utilisés afin de combler le déficit en fines particules dans la courbe granulométrique des mortiers et bétons. Ils permettent d'améliorer la fluidité ainsi que la stabilité du béton frais. Ils comblent également les vides qu'il y a entre les grains de ciments, diminuant les espaces libres entre ceux-ci et ainsi la demande en eau. L'addition de fillers calcaires permet également d'améliorer la compacité du béton.

Cet apport en éléments fins pourrait également être réalisé en augmentant la quantité de ciment mais dans ce cas, le dégagement de chaleur lors de la prise, le coût du mélange ainsi que le retrait au moment de la prise seraient plus importants que lorsqu'on utilise des additions comme les fillers calcaires.

La présence de matières organiques a tendance à augmenter la surface spécifique et accroît ainsi la demande en eau des fillers.

Les effets des additions minérales sur la composition d'une pâte de ciment se font à plusieurs niveaux :

- **Effet pouzzolanique :**

Il s'agit de la capacité d'un produit à former des CSH à partir de CH. En effet, on a vu plus haut (§ 2.1.2) que la réaction d'hydratation du ciment produit du CH. On a également souligné l'intérêt de réduire cette production de portlandite pour des raisons de compacité. En présence de silice, ces CH permettent de former des CSH. Dans le cas des fillers calcaires, cette réaction n'est pas possible puisqu'ils ne contiennent pas de silice.

- **Effet filler :**

Comme précisé plus haut, les fillers complètent la partie inférieure de la courbe granulométrique, ce qui entraîne une influence sur les propriétés de la pâte de ciment tant à

l'état frais qu'à l'état durci. Cet effet est plus facilement mis en évidence dans des compositions ayant une carence en éléments fins.

Selon Yahia *et al.*[4], pour un rapport E/C¹ donné, l'addition de fillers calcaires jusqu'à un certain niveau n'affecte pas la fluidité du mélange. Par contre, à partir d'un certain dosage critique, l'incorporation de fillers engendre une augmentation de viscosité du mortier. En fait, l'addition excessive de fines particules augmente de manière importante la surface spécifique, ce qui conduit à une augmentation de la demande en eau pour une même maniabilité.

Ils expliquent que le remplissage des vides peut améliorer l'arrangement des particules du système, assurant une meilleure contribution de l'eau de gâchage pour réaliser une maniabilité adéquate du mélange. Cependant, au-delà d'un seuil critique, la viscosité du mélange commence à augmenter. Deux phénomènes permettent d'expliquer ceci. Premièrement, au-delà du seuil critique, on obtient un arrangement maximum des particules contenues dans le mortier et cela augmente sensiblement la viscosité du mélange. D'autre part, il existe également une augmentation des frictions entre particules dues à une augmentation des contacts solide-solide.

Bessa [5] explique que l'effet bénéfique de l'addition de fillers est dû au fait que, si les particules de fillers peuvent s'intercaler dans les pores du squelette granulaire, elles libèrent ainsi l'eau initialement présente qui peut désormais agir comme lubrifiant.

▪ **Effet physico-chimique² :**

On ne peut pas parler de réaction hydraulique ou pouzzolanique mais, selon Péra *et al.*[6], la présence de fillers calcaires accélère la dissolution des C₃S.

Escadeillas [7] explique qu'en présence de ciment, les fillers calcaires vont réagir pour former des carboaluminates de calcium hydratés. On observe également une accélération de l'hydratation du ciment en présence d'eau par germination activée par des C-S-H. Il explique que ce phénomène est dû à la multiplication des sites de nucléation. Ce dernier effet n'est constatable qu'à court terme. On observe enfin une réduction de l'auréole de transition³.

L'effet physico-chimique a pu être mis en évidence par Bessa [5]. Le fait de travailler à maniabilité constante lui a permis de laisser de côté l'effet filler. Si on considère un taux de remplacement volumique du ciment par des fillers calcaire limité (< 30%), l'essai de perméabilité à l'azote montre des valeurs relativement constantes. Or, puisque la quantité de ciment diminue, cela prouve bien qu'il existe un effet physico-chimique : l'effet structurant des fillers calcaires a pour conséquence de garder une grande partie de la résistance des liaisons de la pâte de ciment et évite l'apparition de nouvelles interconnexions entre capillaires, et ce, malgré la diminution du volume de ciment.

¹ Les conventions de notation sont les suivantes : les majuscules sont pour les masses et les minuscules sont pour les volumes.

² Effet lié à la modification des forces interparticulaires.

³ Auréole de transition : « Zone de pâte entourant les granulats et assumant la liaison entre ceux-ci et le cœur de la pâte de ciment » [8].

D'après Gallias *et al.* [9], lorsqu'on travaille à maniabilité constante, l'ajout de fillers calcaires entraîne une augmentation de la demande en eau. Des expériences ont été réalisées sur plusieurs types de fillers afin de mettre en évidence les paramètres influençant la demande en eau. Il en ressort que la surface spécifique n'est pas le seul paramètre déterminant. S'il est vrai que la demande en eau augmente avec la surface spécifique, la forme des particules joue également un rôle non négligeable. Les particules dont la forme s'apparente à une sphère présentent moins de frictions que les particules angulaires. Elles ont alors un impact moins négatif sur la demande en eau du mélange. Le graphique de la Figure 1 représente la relation entre la demande en eau en fonction de la teneur en filler de la pâte de ciment à maniabilité constante. On constate qu'il n'y a aucun minimum présent. On ne peut donc pas trouver une teneur en filler pour laquelle la demande en eau est minimale. Selon les auteurs, il est possible que la perte d'arrangement des particules soit due à la répulsion entre ces dernières. Il semblerait que les vides entre les grains de ciment ne soient pas comblés par les fines particules comme escompté.

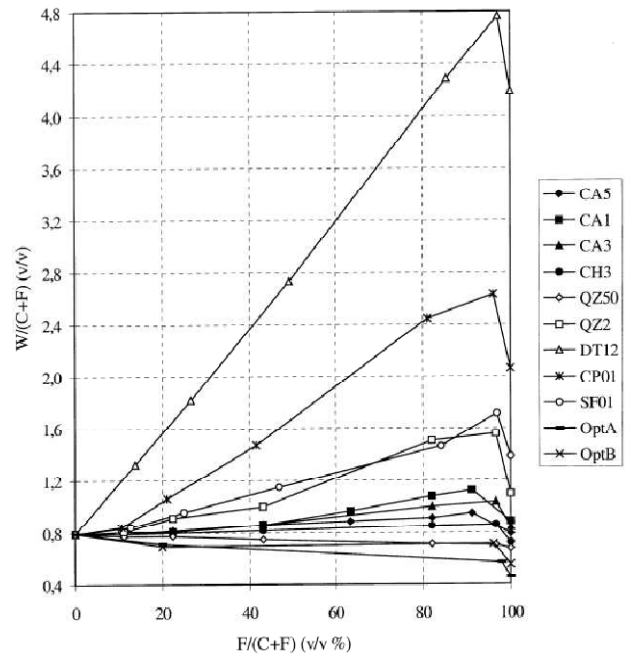


Figure 1 – Relation entre demande en eau et teneur en filler [8]

Le projet Filltech [3] a notamment permis de mettre en évidence le fait que si le filler calcaire en contient, les particules d'argile agissent comme rétenteur d'eau et tendent à augmenter la quantité d'eau nécessaire à l'écoulement des fillers. Si on considère l'essai BêtaP, cela revient à dire que le coefficient β_p augmente.

L'analyse de la conductivité électrique a également permis d'avancer le fait que la substitution d'une partie du ciment par des fillers calcaires a pour conséquence de diminuer la période dormante de l'hydratation du ciment. Cet effet est d'autant plus marqué que le taux de substitution augmente. Cette augmentation de la vitesse d'hydratation a également été mise en évidence par Nehdi [10]. Il explique que la calcite pourrait constituer un substrat préférentiel pour la germination et le développement des produits d'hydratation, accélérant ainsi le processus d'hydratation.

Bigas et Gallias [11] ont montré qu'il existe une relation simple entre le rapport e/f et la surface spécifique BET dans le cas des particules de forme sphérique et angulaire mais que ce n'est plus le cas en ce qui concerne les particules irrégulières. Plus la surface spécifique est importante, plus le rapport e/f est important pour conserver une ouvrabilité identique. Ceci est en désaccord avec le modèle d'emboîtement théorique, car selon ce dernier, le mélange de deux matériaux granulaires dont la taille des particules se situe dans un certain rapport devrait augmenter la densité du mélange. Cependant, les expériences montrent que ce n'est pas le cas en pratique car la densité est toujours inférieure à celle prédite par la théorie. En fait, en ce qui concerne les pâtes contenant peu de ciment, les additions minérales s'agglomèrent à cause de forces capillaires et cela entraîne une perte d'emboîtement des particules.

Les fillers calcaires sont notamment utilisés dans les bétons pour deux raisons principales. Tout d'abord, il s'agit d'additions dont la granulométrie est d'un ordre de grandeur comparable à celle du ciment. On sait que dans le cas des bétons autoplaçants, on a habituellement tendance à augmenter la quantité de ciment de manière à en améliorer les propriétés rhéologiques. Une manière d'illustrer cela est de considérer la procédure suivie pour la composition d'un béton par la méthode de Dreux-Gorisse.

Le choix de la quantité minimale de ciment se détermine au moyen du graphique illustré sur la Figure 2. On remarque qu'une fois le rapport E/C fixé (au moyen de la relation de Bolomey), la masse de ciment par mètre cube de béton se détermine en fonction de l'affaissement désiré au cône d'Abrams. Plus la quantité de ciment augmente, plus l'affaissement est important.

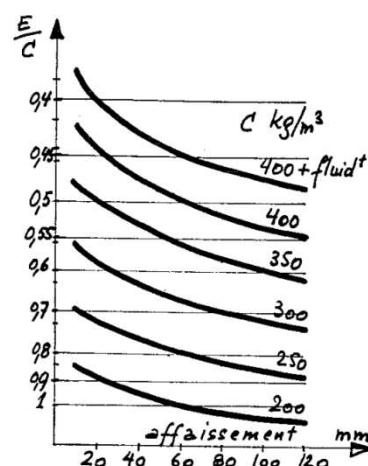


Figure 2 – Détermination de la quantité de ciment par la méthode de Dreux-Gorisse [1]

Néanmoins, une quantité importante de ciment accroît fortement la chaleur d'hydratation ainsi que le retrait, ce qui peut provoquer des fissures lorsque le béton a fait prise. La substitution d'une partie du ciment par du filler calcaire permet de palier ce problème puisque les fillers calcaires sont moins réactifs et dégagent par conséquent moins de chaleur, réduisant ainsi le retrait thermique en fin de prise.

D'autre part, les fillers calcaires sont moins onéreux et moins énergivores que le ciment. Cela représente un avantage considérable à l'heure où le coût des matériaux ainsi que leur consommation énergétique entre de plus en plus en considération.

2.3 Les superplastifiants

2.3.1 Caractéristiques

Il s'agit d'adjuvants hautement réducteurs d'eau. Ils permettent, sans modifier l'ouvrabilité, de réduire la teneur en eau d'un mélange de béton, ou, sans modifier la teneur en eau, d'augmenter l'ouvrabilité du mélange. Actuellement, ils sont considérés comme étant le 5^{ème} composant des bétons tant leur utilisation est devenue courante.

Selon J. Flatt *et al.* [12], en l'absence de superplastifiants, les particules solides ont tendance à subir des forces attractives dues aux forces de van der Waals, aux forces électrostatiques ou à des manques d'homogénéité des charges surfaciques.

[2; 13] Il existe deux phénomènes permettant aux superplastifiants d'être bénéfiques au point de vue rhéologique. En premier lieu, les molécules de superplastifiant viennent se fixer par adsorption à l'interface entre les particules solides et l'eau de gâchage. Ensuite, les superplastifiants forment une couche de charge négative autour de chaque particule solide. Ce mécanisme est représenté à la Figure 3. De ce fait, deux particules de ciment ont tendance à se repousser puisqu'elles ont une même charge superficielle. Ce phénomène s'appelle *l'effet électrostatique*. Cela entraîne une diminution de la viscosité de la pâte de ciment. L'évolution

de la charge de surface permet de suivre l'adsorption des superplastifiants. Le deuxième phénomène est *l'effet stérique* qui apparaît entre deux couches de polymères adsorbés sur des particules voisines. Il résulte de ces deux phénomènes une défloculation des grains solides ainsi qu'une lubrification puisque les frictions solide-solide diminuent. On verra plus loin dans ce paragraphe que l'importance relative de ces deux phénomènes varie en fonction du type de superplastifiant.

[14] Dans le ciment, les forces coulombiennes qui ont tendance à attirer les particules de ciment entre elles sont dues à la présence de charges superficielles. Ces dernières trouvent leur origine lors du broyage en cimenterie, étape durant laquelle la structure du clinker est rompue. Des floccs peuvent alors se former lorsque des charges de signe opposé se rencontrent. Les forces répulsives dues à *l'effet électrostatique* sont causées par l'adsorption d'ions à la surface des particules de ciment.

L'effet stérique est caractérisé par un encombrement de l'espace de telle sorte que deux particules proches ne peuvent s'interpénétrer. On recense essentiellement deux types d'interaction stérique.

- A courte distance, les forces répulsives de Born sont dues au fait que deux nuages d'électrons ne peuvent occuper un espace identique (principe d'exclusion de Pauli) ;
- Un autre type de répulsion est causé par les forces stériques : les chaînes de polymère adsorbées à la surface des grains forment un obstacle. L'interpénétration de ces chaînes cause une répulsion entre les grains.

[15] De plus, l'eau normalement adsorbée sur la phase solide est partiellement remplacée par du superplastifiant. Elle est alors disponible pour fluidifier le mélange.

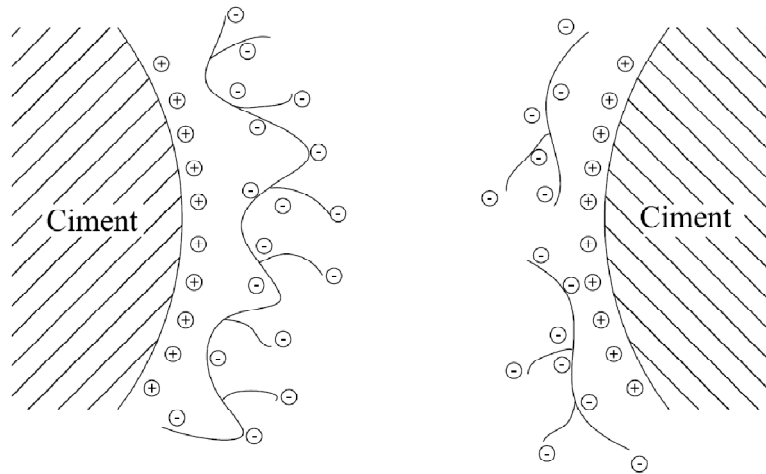


Figure 3 – Répulsion électrostatique de deux particules de ciment avoisinantes, d'après [2].

[13; 16] On classe généralement les superplastifiants en quatre groupes (les dates entre parenthèses indiquent l'année de mise sur le marché) :

- Les polycondensats de formaldéhydes et de naphtalène sulfonés (PNS) (1963) ;
- Les polycondensats de formaldéhydes et de mélanine sulfonés (PMS) (1964) ;
- Les lignosulfonates modifiés (MLS) (1970) ;
- Les autres, incluant les esters d'acides sulfoniques, les polyacrylates et les polycarboxylates (années 80).

Les monomères de ces éléments sont représentés à la Figure 4.

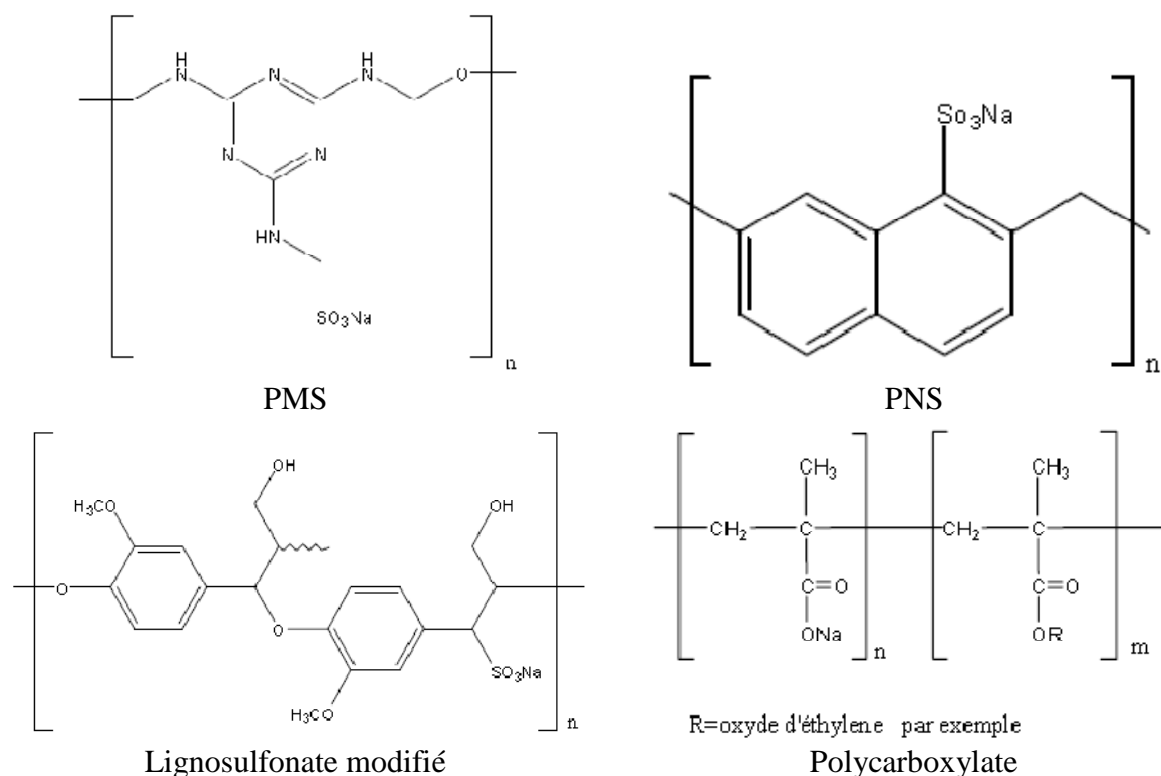


Figure 4 – Superplastifiants [13]

[13; 17; 18; 16] L'effet électrostatique est prédominant dans le cas des PNS et PMS. Au contraire, on observe que c'est l'effet stérique qui l'emporte pour les polyacrylates. Ceci est dû à leur faible densité de charge.

Ce phénomène a également été mis en évidence par Mikanovic et Jolicoeur [15]. Ils ajoutent que l'adsorption améliorée des PNS sur les grains de ciment est due à la grande ressemblance entre les groupes sulfonates des PNS et les ions sulfates (qui, rappelons-le, jouent le rôle de régulateurs de prise). Ces deux composés réagissent en effet avec les aluminates pour former de l'étringite ou un produit analogue. Les mesures du potentiel zêta leur ont permis de mettre en évidence le fait que les molécules de PNS agissent principalement par des forces de dispersion électrostatiques tandis que les molécules de PC induisent des répulsions entre particules par effet stérique. Cet effet n'apparaît qu'à très courte distance. Cette observation est en accord avec ce qu'avance Perche [13].

Selon Ramachandran [19], les C_3A adsorbent rapidement les superplastifiants. Au contraire, les silicates de calcium en adsorbent une quantité bien plus modeste et moins rapidement. F. Perche [13] souligne le fait que les superplastifiants sulfonés et polyacrylates s'adsorbent plus facilement sur les aluminates (C_3A et C_4AF). Ces observations sont mises en évidence à la Figure 5. Elle explique que ce phénomène est dû au fait que les superplastifiants, de charge négative, s'adsorbent de préférence sur des surfaces chargées positivement. Or, des mesures de potentiel zêta permettent de mettre en évidence une surface chargée positivement dans le cas des aluminates, contrairement aux phases silicates.

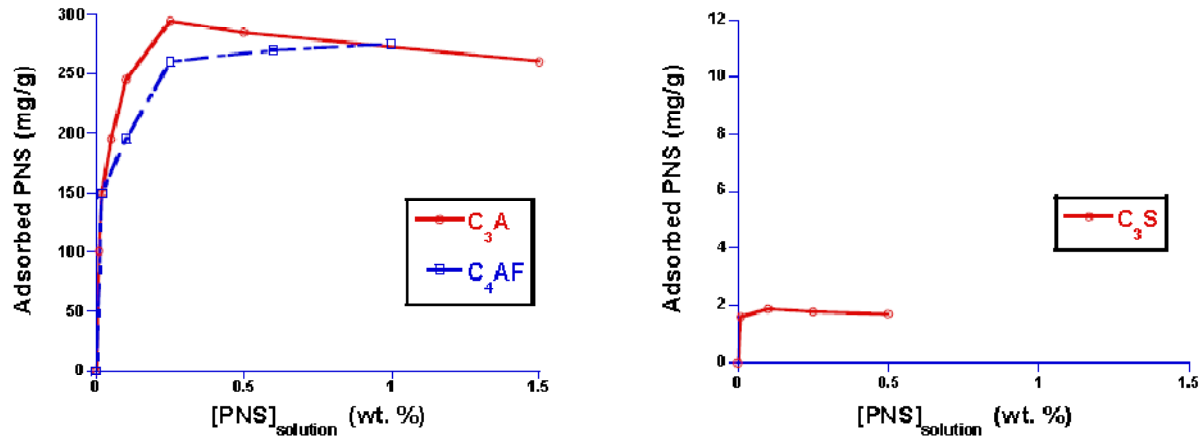


Figure 5 – Adsorption de PNS sur des constituants hydrauliques du ciment [20]

Enfin, de manière générale, on remarque que les superplastifiants ont tendance à retarder la vitesse l'hydratation du ciment [13].

F. Perche [13] décrit également la courbe d'adsorption des superplastifiants. Cette courbe (Figure 6) détermine la quantité de superplastifiant adsorbé en fonction de la quantité ajoutée dans le mélange. Selon F. Perche, on peut y distinguer 4 domaines :

- Domaine A : la relation entre la quantité de superplastifiant ajouté et adsorbé est linéaire. Le coefficient angulaire de la droite détermine « l'affinité du polymère pour le matériaux ». Les sites d'adsorption sont facilement accessibles aux polymères ;
- Domaine B : la courbe commence à s'incurver vers le bas, traduisant le fait que les sites d'adsorption sont plus difficilement accessibles ;
- Domaine C : la diffusion des polymères est de plus en plus ralentie car l'encombrement stérique ne cesse d'augmenter. Par ailleurs, le nombre de sites d'adsorption continue de diminuer. A la fin de cette phase, la quantité de superplastifiant adsorbé se stabilise à une valeur d'équilibre ;
- Domaine D : on atteint une valeur plateau de la quantité de superplastifiant adsorbé.

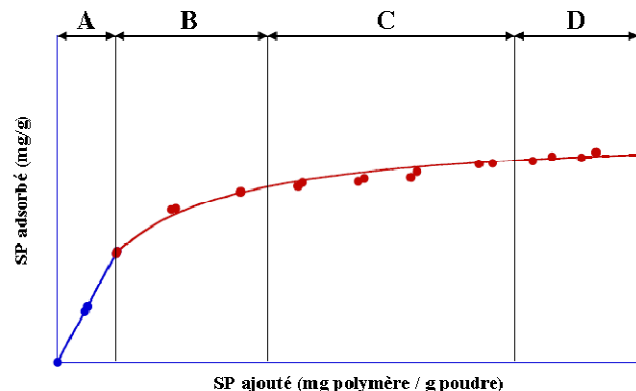


Figure 6 – Courbe d'adsorption d'un superplastifiant [13]

2.3.2 Facteurs influençant l'efficacité des superplastifiants

Plusieurs facteurs influencent l'efficacité des superplastifiants [2] :

- **Le ciment**

A maniabilité constante, plus les grains sont fins, plus il faut ajouter de superplastifiant. L'efficacité du superplastifiant dépend également du facteur $C_3A/CaSO_4$. Plus ce rapport est élevé, moins l'ouvrabilité sera augmentée.

- **Le rapport E/C**

Pour un même dosage en superplastifiant, la maniabilité de la pâte sera augmentée lorsqu'on augmente le rapport E/C.

- **Le moment de l'ajout**

L'action des superplastifiants est tributaire du moment auquel on les ajoute au mélange. Ils sont moins efficaces lorsqu'ils sont directement ajoutés à l'eau de gâchage. En retardant quelque peu leur ajout, on laisse le temps aux sulfates de contrôler l'hydratation du C_3A . Les superplastifiants vont s'adsorber plus facilement sur les aluminates tandis que l'adsorption sur les grains de C_3S et C_2S se produit moins rapidement. Ce phénomène est explicable par le fait que les aluminates ont un potentiel zêta positif, contrairement aux silicates [13].

- **La présence d'additions**

En insérant de fines particules dans les mélanges, on peut supposer qu'une partie du superplastifiant s'adsorbe à la surface de ces éléments. Cette interaction n'est pas reprise dans les fiches techniques des superplastifiants et il n'est donc pas possible d'en tenir compte lors de la formulation des bétons. Ce travail vise à démontrer que les superplastifiants agissent sur le comportement des fillers calcaires.

2.4 L'interaction entre le ciment, les superplastifiants et les fillers calcaires

Nehdi *et al.*[21] ont montré que le remplacement de 20% de ciment par du filler calcaire (dont la taille moyenne des particules est relativement petite : $0,7 \mu m$) réduisait légèrement la demande en superplastifiant pour une maniabilité constante. Ces travaux se sont effectués avec un rapport E/C faible (0,33). Ils expliquent qu'il existe des forces d'origine colloïdale qui résultent d'interactions mutuelles entre particules et sont affectées par la polarisabilité de l'eau. Lorsque les forces de van der Waals entre les grains de ciment et les forces électrostatiques sur les surfaces des particules ultrafines du filler sont dominantes, il en résulte une attraction qui pousse à la floculation. Par contre, en présence de superplastifiant à la surface des grains de ciment, il se crée une répulsion et les particules sont empêchées de floculer. Dans ce cas, le filler calcaire peut influencer les forces électrostatiques en fonction de sa minéralogie et de ses charges superficielles. Plus les particules de filler sont petites, plus il leur est facile de s'interposer entre les grains de ciment et leur effet en est donc amélioré.

Mikanovic et Jolicoeur [15] ont montré qu'en présence de ciment, les PC sont plus efficaces que les PNS. Par contre, dans une pâte constituée exclusivement de fillers calcaires et pour une même ouvrabilité, il faut très légèrement plus de PNS que de PC. L'effet de ces deux superplastifiants est donc presque le même (sur les fillers calcaires) malgré un mode d'action différent, comme souligné au §2.3.1.

Selon Nehdi [10], en remplaçant une partie du ciment par du filler calcaire, ce dernier permet de réduire le dosage nécessaire en superplastifiant si on travaille à maniabilité constante. Plus la granulométrie est fine et plus le taux de substitution est élevé, plus la maniabilité de la pâte est améliorée. Ceci est en accord avec les observations de Tsivilis *et al.* [22] puisqu'ils expliquent que les ciments contenant du filler calcaire demandent moins d'eau que les ciments purs malgré leur plus petite granulométrie.

Nehdi met en évidence le fait que les fillers calcaires entraînent une perte de maniabilité plus rapide (dans le temps) que dans le cas de bétons ne comportant pas de fillers calcaires. Il souligne également que lorsqu'il y a une certaine quantité de MgO dans le filler calcaire, la viscosité de l'échantillon augmente. Ce constituant chimique semble avoir un impact défavorable sur l'efficacité du superplastifiant utilisé pour les manipulations, à savoir le polyacrylate. Cette observation est illustrée sur le graphique de la Figure 7.

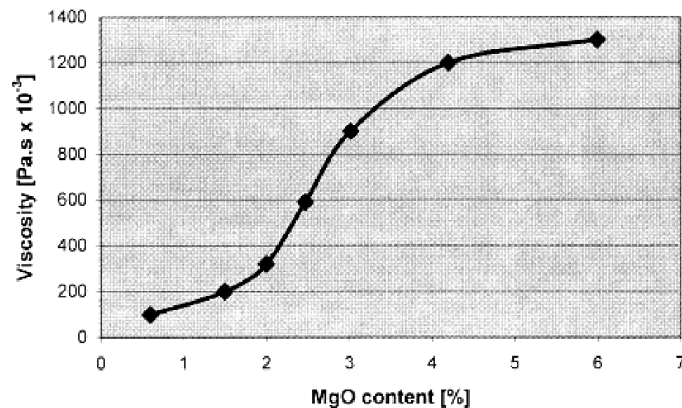


Figure 7 – Effet de la proportion de MgO sur la viscosité d'un échantillon de carbonate de calcium [10]

3 Caractérisation rhéologique des coulis

La rhéologie vise à étudier l'écoulement des matériaux en déterminant la relation qui existe entre la contrainte et le taux de cisaillement. Cette relation s'exprime sous la forme d'une loi appelée *loi de comportement*.

3.1 Comportements rhéologiques des fluides

Il est intéressant de définir plusieurs notions qui reviendront par la suite [14; 23] :

- *Contrainte de cisaillement* τ [Pa] :

Il s'agit de la contrainte qui s'exerce tangentiellement sur toutes les sous-couches lorsque celles-ci sont animées d'un mouvement différentiel.

- *Vitesse/taux de cisaillement* $\dot{\gamma}$ [1/s] :

Il s'agit de la variation temporelle de la déformation de cisaillement. Physiquement, elle représente la vitesse de déformation entre deux sous-couches du fluide.

- *Seuil de cisaillement* τ_0 [Pa] :

Le seuil de cisaillement est la contrainte minimale à imposer au fluide pour permettre le mouvement de celui-ci.

- *Thixotropie* :

On distingue la vraie thixotropie de la fausse thixotropie. La première concerne une diminution réversible de la viscosité apparente d'un fluide. Elle peut être mise en évidence en sollicitant un fluide à vitesse de cisaillement constante dans le temps. Au niveau du comportement rhéologique, on observe un phénomène d'hystérésis dans le rhéogramme. Par opposition, la fausse thixotropie n'est pas un phénomène réversible. C'est le cas des pâtes cimentaires dont la structure initiale ne se reforme jamais parfaitement.

Rappelons à présent quelques comportements que l'on peut rencontrer en étudiant la rhéologie de matériaux. La Figure 8 illustre ces différents comportements. Le τ représente la contrainte de cisaillement du fluide et le $\dot{\gamma}$ représente le gradient de vitesse. On peut rencontrer différents types de comportements rhéologiques :

- *Les fluides de Newton* sont caractérisés par une relation proportionnelle entre la contrainte de cisaillement et le gradient de vitesse. La loi modélise notamment le comportement de l'eau :

$$\tau = \mu_1 \dot{\gamma}$$

- *Les fluides pseudo-plastiques* ont une contrainte de cisaillement qui diminue à mesure que le gradient de vitesse augmente. Ceci peut être expliqué par un arrangement des particules lorsque celles-ci sont mises en mouvement et cela a pour conséquence de diminuer la viscosité du mélange :

$$\tau = \mu_2 \dot{\gamma}^n, n < 1$$

- *Les fluides visqueux dilatants* sont caractéristiques des fluides chargés dont les particules solides entrent en contact les unes avec les autres. Ces interactions provoquent une résistance à l'écoulement :

$$\tau = \mu_3 \dot{\gamma}^n, n > 1$$

- *Les fluides de Bingham* ont un comportement comparable aux fluides de Newton si ce n'est que l'ordonnée à l'origine est non nulle :

$$\tau = \tau_0 + \mu_4 \dot{\gamma}$$

- *Les fluides rhéoépaississants* caractérisent les fluides de Bingham fortement chargés. Les déformations entraînent des chocs entre particules, ce qui provoque une résistance à l'écoulement :

$$\tau = \tau_0 + \mu_5 \dot{\gamma}^n, n > 1$$

- *Les fluides rhéofluidifiants* sont constitués de particules qui s'organisent à mesure qu'on augmente le gradient de vitesse, à l'instar de ce qui peut être observé dans le cas des fluides pseudo-plastiques :

$$\tau = \tau_0 + \mu_6 \dot{\gamma}^n, n < 1$$

En règle générale, les pâtes de ciment ont un comportement rhéofluidifiant.

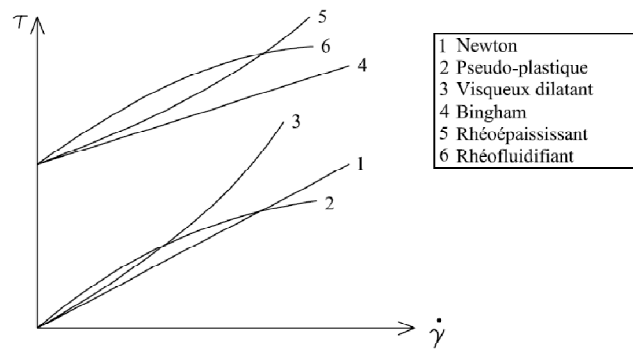


Figure 8 – Courbes d'écoulement des fluides, d'après [24]

Dans le but de comparer plusieurs fluides différents, on approche le comportement réel du fluide au moyen d'une loi de comportement. Il en existe plusieurs dans le cas des coulis cimentaires [25], dont les lois de :

- *Bingham* :

$$\tau = \tau_0 + \mu_p \cdot \dot{\gamma}$$

- *Bingham modifiée* :

$$\tau = \tau_0 + \mu_p \cdot \dot{\gamma} + c \cdot \dot{\gamma}^2$$

- *Casson* :

$$\tau = \tau_0 + \mu_\infty \cdot \dot{\gamma} + 2 \cdot \sqrt{\tau_0 \mu_\infty} \cdot \sqrt{\dot{\gamma}}$$

- *De Kee* :

$$\tau = \tau_0 + \mu_p \cdot \dot{\gamma} \cdot e^{\alpha \dot{\gamma}}$$

- *Herschel-Bulkley* :

$$\tau = \tau_0 + K \cdot \dot{\gamma}^n$$

- *Yahia-Khayat* :

$$\tau = \tau_0 + 2 \sqrt{\tau_0 \mu_p} \sqrt{\dot{\gamma} \cdot e^{\alpha \dot{\gamma}}}$$

où τ est la contrainte de cisaillement ;
 τ_0 est la contrainte de cisaillement à l'origine (seuil) ;
 μ_p est la viscosité plastique ;
 c est une constante (sans signification physique) ;
 μ_∞ est la viscosité apparente à haut taux de cisaillement ;
 α est une constante dépendant du temps ;
 K est la consistance ;
 $\dot{\gamma}$ est le taux de cisaillement ;
 n est la puissance représentant la déviation par rapport à un comportement de Bingham.

Les deux lois utilisées dans le cadre de ce travail sont les lois de Bingham et de Herschel-Bulkley. L'avantage de la loi de Bingham est que les paramètres peuvent être déterminés de manière explicite, la loi étant linéaire. Il s'agit en outre d'un modèle simple et aisément compréhensible. La loi d'Herschel-Bulkley étant non-linéaire, elle nécessite l'utilisation d'un programme pour la détermination de ses constantes. Elle a pour avantage de tenir compte du comportement non linéaire des coulis pour les abscisses proches de l'origine et représente donc le coulis de manière plus fidèle que la loi de Bingham.

3.2 Essais de caractérisation des pâtes

Il existe un grand nombre d'outils permettant de caractériser le comportement rhéologique des fluides. Ils ne permettent néanmoins pas tous de fournir la même quantité d'information. La suite de ce paragraphe reprend un certain nombre de ces essais en expliquant leur principe de fonctionnement.

3.2.1 Méthode de la pâte lisse [3; 26]

L'essai consiste à ajouter progressivement de l'eau à une poudre placée dans un mélangeur et à en observer les changements d'état rhéologique. Dans un premier temps, la pâte forme un certain nombre de petites boulettes n'adhérant pas aux parois du malaxeur. En fait, l'eau prend petit à petit la place de l'air au sein du mélange. Il en résulte des forces capillaires. Lorsqu'on augmente la quantité d'eau, la pâte forme des boules de plus en plus grosses.

Finalement, lorsqu'on a ajouté suffisamment d'eau, la pâte adhère aux parois du mélangeur, c'est ce qu'on appelle *l'état de pâte lisse*. Dans cet état, la porosité intergranulaire est complètement remplie d'eau. A cet instant, le rapport E/C est la *demande en eau*.

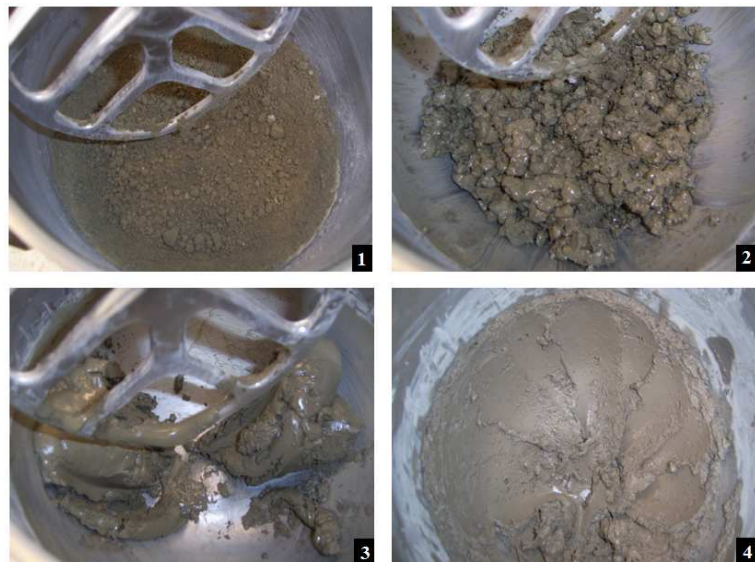


Figure 9 – Etats rhéologiques successifs des pâtes (état 4 = « pâte lisse »)

Les photos de la Figure 9 reprennent les différentes étapes rhéologiques par lesquelles passe la pâte au fur et à mesure que l'on rajoute de l'eau.

Legrand [26] a étudié le comportement rhéologique de pâtes cimentaires pour lesquelles il faisait varier la concentration solide des mélanges. Cette dernière est définie comme suit :

$$C = \frac{V_S}{V_S + V_E}$$

Ses travaux ont permis de mettre en évidence deux concentrations critiques : C_i (appelé seuil d'instabilité) et C_d (seuil de dilatance). Ces concentrations critiques sont telles que :

- Si $C \leq C_i$: le comportement rhéologique est du type rhéofluidifiant ;
- Si $C \geq C_d$: le comportement rhéologique est du type rhéoépaississant ;
- Si $C_i < C < C_d$: le comportement rhéologique est instable et le tracé des courbes est très imprécis.

L'état de pâte lisse coïncide avec l'apparition d'un phénomène de dilatance, correspondant à une compacité maximale du squelette granulaire.

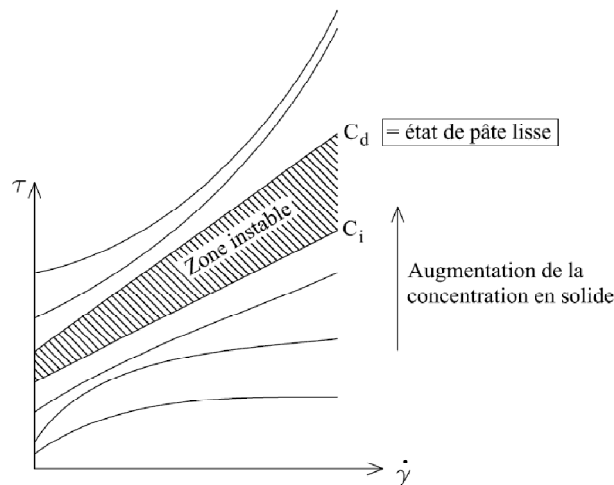


Figure 10 – Evolution du comportement rhéologique de pâtes en fonction de la concentration en solide

Cet essai ne permet pas de déterminer le comportement rhéologique des coulis mais fournit essentiellement une information sur la manière dont les particules s'emboîtent entre elles.

3.2.2 Essais à l'aide d'un rhéomètre

Le rhéomètre est un appareil de très grande précision permettant de fournir les résultats les plus complets d'un point de vue rhéologique. En théorie, il serait possible de déterminer les résultats des autres essais au moyen de ceux fournis par le rhéomètre.

Le rhéomètre utilisé dans le cadre de ce travail se base sur le principe de l'écoulement de Couette (écoulement entre deux plaques). Il s'agit d'un rhéomètre rotatif à cylindres. L'étude théorique se base sur plusieurs hypothèses [24] :

- le mouvement du fluide entre les cylindres est stationnaire, laminaire et bidimensionnel ;
- l'écoulement est exclusivement tangentiel, *i.e.* il n'y a ni composante radiale, ni composante axiale. Les lignes de courant sont circulaires dans un plan perpendiculaire à l'axe des cylindres, ce qui sous-entend que la force centrifuge est négligée. Cette hypothèse n'est donc valable que pour les faibles vitesses de rotation ;
- il n'y a pas de glissement aux parois des cylindres ;
- le fluide est incompressible et indépendant du temps.

Les conditions aux limites doivent être prises en compte afin de faire le lien entre le modèle théorique et la réalité.

L'essai consiste à imposer une vitesse de rotation au cylindre intérieur (rotor) de manière à obtenir un couple constant.

Il existe un certain nombre de rotors différents dont le domaine de validité couvre des plages différentes de contraintes et taux de cisaillement. Lorsqu'on étudie le comportement rhéologique d'un fluide, il convient de s'assurer qu'on est bien dans le domaine de validité du rotor. Les principaux rotors utilisés dans le cas des coulis cimentaires sont les cylindriques et les rotors à vanne. L'état de surface des rotors cylindriques a une grande importance car il faut s'assurer qu'il n'y a aucun glissement entre le rotor et le coulis (cf. hypothèse n°3 ci-dessus).

Il convient de rester prudent lors de son utilisation afin de s'assurer qu'on mesure bien ce qu'on pense mesurer. En effet, on verra par la suite qu'un certain nombre d'incidents peuvent perturber les résultats obtenus, comme des phénomènes de localisation ou de glissement.

Le rhéomètre est un outil de grande précision et permet de déterminer tous les paramètres de comportement des fluides. Il est cependant très coûteux et difficilement transportable.

3.2.3 Essai BêtaP [27; 3]

Cette méthode vise à déterminer la demande en eau β_p d'un mélange. Celle-ci est mesurée de manière indirecte. L'essai consiste à mesurer l'étalement d'une pâte à différents teneurs en eau de manière à extrapoler cette valeur par régression linéaire jusqu'à l'abscisse nulle. Pour ce faire, on dispose d'un tronc de cône métallique représenté à la Figure 11.

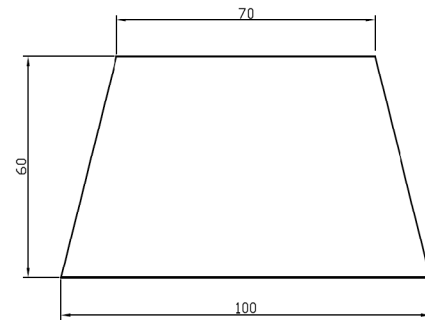


Figure 11 – Dimensions du cône, d'après [24]

Le tronc de cône est placé sur une surface plane. On le remplit de la pâte, on le soulève et on mesure l'étalement du coulis. Ce dernier peut ensuite être caractérisé par son diamètre, qu'on obtient en faisant la moyenne algébrique de deux diamètres perpendiculaires entre eux. Ce paramètre conduit à déterminer le facteur R :

$$R = \left(\frac{D}{100} \right)^2 - 1$$

On réitère l'opération de manière à avoir le facteur R pour quatre valeurs de E/F différentes. On procède ensuite par régression linéaire pour obtenir l'ordonnée à l'origine de la droite. Celle-ci représente la demande en eau (*i.e.* le facteur BêtaP).

L'essai est effectué pour quatre valeurs de e/p différentes et les diamètres d'étalement doivent être compris entre 140 et 245 mm.

L'équation de la droite est donc :

$$\frac{v_w}{v_p} = \beta_p + R \cdot E_p.$$

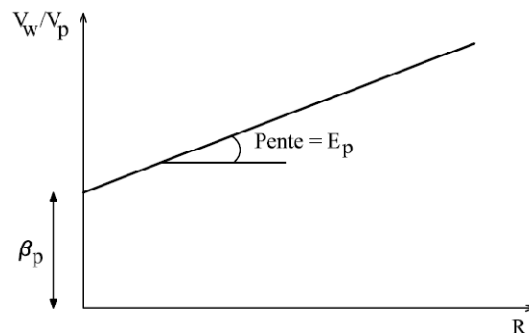


Figure 12 – Graphique typique du β_p

β_p représente le rapport de rétention d'eau, qui tient compte de l'eau adsorbée sur la surface de la poudre ainsi que l'eau nécessaire pour combler les vides de manière à fournir aux particules une lubrification tout juste inférieure à celle qui leur faudrait pour se mouvoir.

E_p est le coefficient de déformation. Il s'agit d'une mesure de la sensibilité des caractéristiques de la fluidité de la pâte à l'augmentation de la quantité d'eau.

Il est à noter que les superplastifiants ont tendance à diminuer les valeurs de β_p et de E_p du ciment portland.

Cet essai est peu coûteux en matériel, mais assez coûteux en temps et relativement difficile à réaliser pour des mélanges contenant des superplastifiants car la pente est très faible.

3.2.4 Essai au cône de Marsh

Selon la norme NF P18-358, le cône de Marsh a été créé pour contrôler la viscosité apparente des mortiers de ciment et des coulis. L'essai consiste à mesurer le temps d'écoulement d'un coulis par l'ajutage disposé en partie inférieure d'un cône (Figure 28). Ce temps donne une idée de la maniabilité du coulis.

Selon Nguyen [28], il est possible de déterminer le temps d'écoulement d'un fluide au cône de Marsh à partir de ses paramètres rhéologiques d'Herschel-Bulkley. Pour ce faire, il s'est basé sur des modèles d'écoulement ainsi que sur des modélisations numériques. Les formules analytiques sont reprises en Annexe 6. Néanmoins, la relation n'étant pas biunivoque, il n'est pas possible de déterminer les trois paramètres rhéologiques d'Herschel-Bulkley (considérés comme indépendants) à partir du temps d'écoulement au cône de Marsh.

Bien que fournissant moins d'information que le rhéomètre, il est assez rapide et facilement transportable. Il permet également de comparer aisément deux coulis sur base d'un seul paramètre (le temps d'écoulement).

3.2.5 Essai d'étalement

Un essai d'étalement consiste à remplir un tronc de cône avec un coulis, à le soulever et mesurer l'étalement de celui-ci sur une plaque. Une variante consiste à mesurer l'affaissement du coulis. Le choix de la mesure s'effectue en fonction de la maniabilité du fluide : si celle-ci est grande, il est plus précis de procéder à une mesure d'étalement. Au contraire, lorsque le coulis ne s'étale presque pas, une mesure d'affaissement s'avère plus judicieuse.

Selon certains auteurs, il est possible de déterminer le seuil de cisaillement en connaissant l'étalement d'un coulis, et ce quelle que soit la géométrie du cône utilisé [29]. Il existe un certain nombre de formules qui diffèrent entre elles essentiellement par le coefficient a :

$$\tau_c = a \cdot \frac{\rho g \Omega^2}{\pi^2 R^5} \quad (\spadesuit)$$

où $a = \frac{225}{128}, \frac{14}{8}, \dots$;

ρ est la masse volumique du coulis ;

g est l'accélération de la pesanteur ;

Ω est le volume de coulis versé dans le cône ;

R est le rayon d'étalement.

On remarque que l'étalement est principalement guidé par la valeur du seuil de cisaillement et la masse volumique. En effet, lorsque le cône est soulevé, le coulis est soumis à l'action de son poids propre. Si la contrainte résultante est supérieure au seuil de cisaillement, on observe alors un affaissement. La contrainte au sein du matériau diminue donc puisque celui-ci se tasse (la charge verticale diminue). L'étalement continue jusqu'à ce que la contrainte générée par la gravité ne dépasse plus le seuil de contrainte. On peut donc conclure que l'écoulement sera favorisé à la base du cône puisque c'est à cet endroit que la contrainte verticale est maximale (la colonne supérieure de matériaux y est plus importante).

Les avantages et inconvénients de cet essai sont comparables à ceux du cône de Marsh. On peut ajouter que la valeur de l'étalement est peu perturbée en cas de présence d'un grumeau, contrairement au cas du cône de Marsh où les éventuels grumeaux modifient de manière non négligeable le temps d'écoulement car ils perturbent le flux dans l'ajutage.

PARTIE II : EXPÉRIMENTATIONS

Le premier chapitre de cette partie vise à présenter les caractéristiques des matériaux utilisés dans le cadre de ce travail. Ensuite, la mise au point des protocoles d'essais sera présentée et les résultats des manipulations seront mis en évidence. La discussion de ceux-ci est quant à elle présentée dans la partie III.

4 Description des matériaux

4.1 Le ciment

Il s'agit d'un ciment CEM I 52,5 N de la marque Holcim. La masse volumique absolue mesurée à l'aide d'un pycnomètre est de **3101.5 kg/m³**. Celle-ci a été déterminée à l'aide du pycnomètre MultiVolume Pycnometer 1305⁴.

Une granulométrie laser a été effectuée de manière à déterminer la courbe granulométrique du ciment (Figure 13 et Figure 14). Le modèle mathématique utilisé étant celui de *Fraunhofer*, les grains sont considérés comme des disques plats et opaques. Seule la diffraction est prise en compte dans les mesures. La limite inférieure du domaine de validité de cette théorie varie en fonction du diamètre des particules et de la longueur d'onde incidente et est comprise entre 1 et 10 µm pour les matériaux courants du génie civil. Dans le cas du ciment, la précision n'est donc pas très élevée dans le cas des plus fines particules. [3; 30]

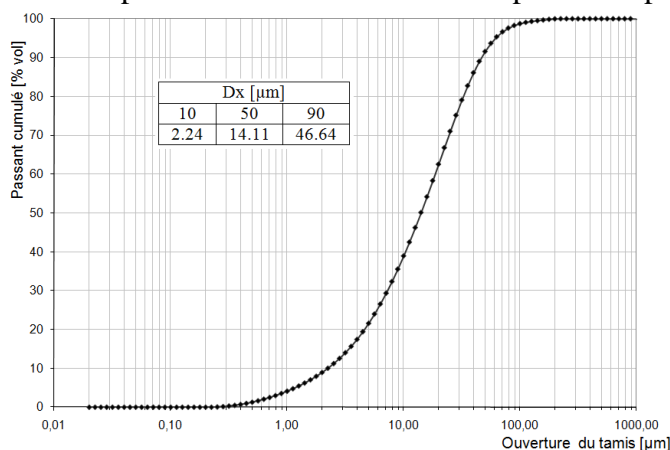


Figure 13 – Courbe granulométrique (passant cumulé) du ciment utilisé

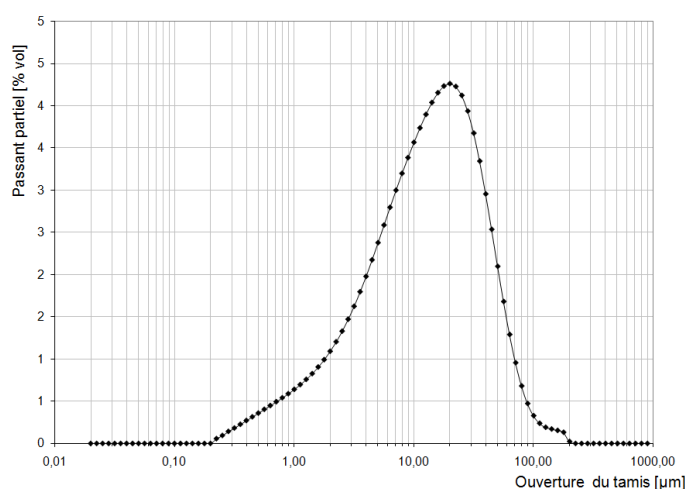


Figure 14 – Courbe granulométrique (passant partiel) du ciment utilisé

⁴ Voir fiche technique en Annexe 1.

4.2 Les fillers calcaires

Trois types de fillers calcaires ont été sélectionnés en fonction de leur granulométrie et de leur composition minéralogique de manière à pouvoir étudier l'influence de plusieurs paramètres :

- **M1342** : Il s'agit d'un filler calcaire pur issu de la production de la chaux dont le procédé de production est par voie sèche ;
- **M1348** : Sa finesse est élevée et il contient une certaine quantité d'impuretés. Son procédé de production est par voie humide : il s'agit d'un résidu de sciage de roches ornementales ;
- **M1357** : Ce filler contient une certaine quantité d'argile. Le procédé de production est par voie humide et est issu de la phase de lavage lors de l'étape de broyage de granulats.

Les deux derniers fillers sont moins purs que le premier car la production de la chaux nécessite une teneur en calcaire proche de 100%. Au contraire, la production de granulats et de roches ornementales n'ont pas besoin d'une telle pureté. L'intérêt du choix de ces fillers est de mettre en évidence les effets de la présence de ces impuretés sur les comportements des coulis. Il est en effet connu que la présence d'argiles actives a tendance à jouer le rôle de rétenteur d'eau.

Ces fillers ont été entièrement caractérisés dans le projet FILLTECH [3]. Le Tableau 3 reprend certaines de leurs propriétés mises en évidence dans le rapport final.

Tableau 3 – Caractéristiques principales des fillers utilisés [3]

Fillers	Type	MV réelle	Calcite	Quartz	Dolomie	Blaine	BET	Granulométrie laser [μm]		
		[kg/m^3]	[%]	[%]	[%]	[cm^2/g]	[m^2/g]	D10	D50	D90
M1342	Sec	2715,5	99,5	0,0	0,5	4809	1,3	1,5	13,9	73,1
M1348	Humide	2718,1	94,5	1,8	3,7	7720	4,0	1,2	6,8	45,6
M1357	Humide	2739,6	86,0	6,5	7,5	6140	5,7	1,4	8,9	49,5

Pour rappel, la surface spécifique Blaine se détermine en mesurant le temps mis par un gaz pour traverser un échantillon de poudre pour une charge variable. En revanche, la surface spécifique B.E.T. se mesure en déterminant la quantité de gaz adsorbé sur les particules de poudre. Pour ce faire, on utilise l'isotherme d'adsorption déterminée expérimentalement.

La Figure 15 représente les courbes granulométriques (passant cumulé) des fillers utilisés. On remarque sur la Figure 16 que la granulométrie des fillers est plus étendue que celle du ciment. De plus, la courbe granulométrique de ce dernier est complétée vers le bas par les fillers.

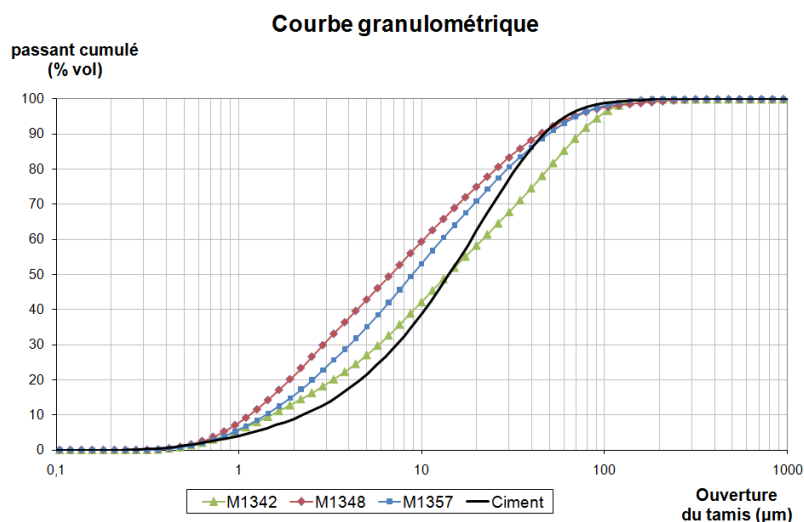


Figure 15 – Courbes granulométriques (passant cumulé) des fillers

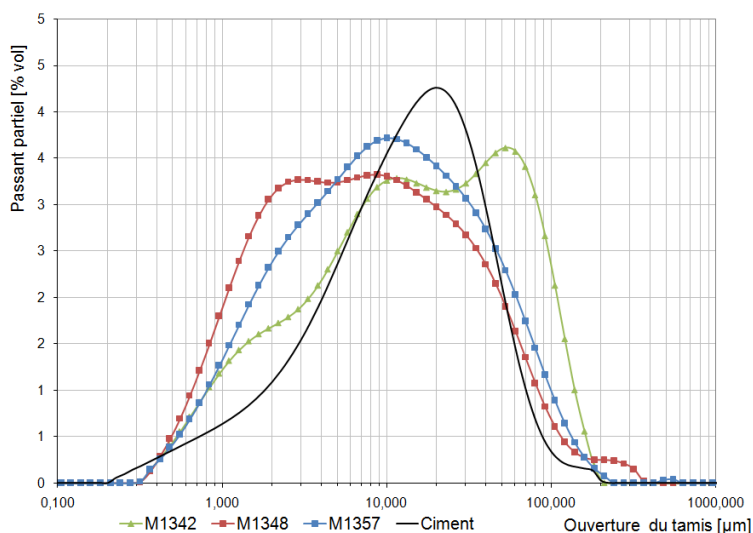


Figure 16 – Courbes granulométriques (passant partiel) des fillers

4.3 Les superplastifiants

Deux superplastifiants ont été retenus pour réaliser les mélanges :

- GLENIUM[®] 51 (BASF)⁵ : extraits secs : $36,6 \pm 0,02\%$
- RHEOBUILD[®] 1100 con.30% (BASF)⁵ : extraits secs : 30%

Le premier est un superplastifiant de dernière génération composé de polycarboxylate. Il est couramment employé dans les centrales à béton et est réputé comme étant très efficace. Le second superplastifiant, considéré comme moins efficace que le premier, est composé de PNS (naphtalène/sulfonate). Ces deux superplastifiants ont été sélectionnés car leur mode d'action est différent (prédominance des phénomènes stériques ou électrostatiques respectivement).

⁵ Voir fiche technique en Annexe 2

5 Mise au point des protocoles d'essais

Dans un souci de reproductibilité et de répétabilité, ce paragraphe met en évidence certains points particuliers des méthodes employées pour les différents essais.

5.1 Essais de pâte lisse

Les principes sur lesquels s'appuie l'essai sont expliqués au §3.2.1. Ce paragraphe a pour but de présenter la procédure suivie lors des manipulations :

- Placer environ 500 g de poudre et une certaine quantité d'eau dans le malaxeur ;
- Malaxer 90 s à vitesse lente ;
- Racler les bords du bol et ramener toute la poudre au centre du malaxeur ;
- Malaxer 90 s à vitesse lente ;
- Observer l'état de la pâte ;
- (*) Ajouter une certaine quantité d'eau et malaxer 30 s à vitesse lente ;
- Racler les bords du bol et ramener toute la poudre au centre du malaxeur ;
- Malaxer 30 s à vitesse lente ;
- Observer l'état de la pâte ;
- Reprendre à (*) tant que le mélange n'est pas à l'état de pâte lisse ;
- Enfin, calculer le rapport E/P ou e/p du mélange.

Les taux de substitution du ciment par les fillers ont été de 0, 10, 20, 30, 50, 75 et 100%. Les deux derniers pourcentages ont pour but de comprendre le comportement des coulis au-delà de 50% de substitution mais ne sont jamais envisagés dans la formulation des bétons car ces mélanges ne contiendraient pas suffisamment de liant.

Différents pourcentages de superplastifiant sont également envisagés : 0 ; 0,5 ; 1 ; 1,5 et 2% par rapport à la masse de poudre. Les pourcentages de superplastifiant sont exprimés par rapport à la masse de poudre. Ce choix s'est fait volontairement de manière à comparer plus aisément entre eux les comportements des différents mélanges. En pratique, la quantité de superplastifiant s'exprime généralement comme une fraction de la masse du ciment.

Dans les résultats présentés dans le cadre de ce travail, la quantité d'eau ajoutée comprend également la quantité d'eau contenue dans le superplastifiant introduit (quantité de superplastifiant auquel a été enlevée la quantité d'extraits secs).

5.2 Essais BêtaP

L'explication de l'essai est reprise au §3.2.3. Les pourcentages de substitution (en volume) envisagés sont 0, 10 et 20%. En effet, cet essai étant relativement long à réaliser, le nombre de manipulations a été limité. Ces pourcentages de substitution permettent néanmoins de suivre l'évolution des paramètres de l'essai à mesure que le pourcentage de substitution augmente. La teneur en superplastifiant est de 0,5% par rapport à la masse de poudre. Un premier essai est réalisé immédiatement après malaxage et un second est effectué 5 minutes après.

Les coulis ont été mélangés à l'aide d'un malaxeur classique (type Hobart). Les mesures d'étalement se sont réalisées sur une plaque en plexiglas préalablement humidifiée. Cette étape d'humidification de la plaque est très importante et se doit d'être identique à chaque manipulation. En effet, l'angle de mouillage du coulis sur la plaque est dépendant de l'humidité présente à la surface [29]. Ceci est d'autant plus vrai lorsqu'on utilise une plaque en acier comme cela a été le cas pour les mesures d'étalement à l'aide du cône de Vicat (étape précédant la mesure à l'aide du rhéomètre).

5.3 Essais réalisés à l'aide du rhéomètre

Le rhéomètre utilisé est le rhéomètre à cylindres coaxiaux Haake RS150.



Figure 17 – Rhéomètre Haake RS150⁶



Figure 18 – Rotors disponibles (de gauche à droite : Z31, Z38, FL40)

En rhéologie, il existe deux manières principales de procéder. La première consiste à conserver un rapport E/P constant et à observer l'influence de la substitution du ciment par des additions et/ou l'influence d'adjuvants. La seconde vise à conserver une propriété rhéologique constante en jouant sur le rapport E/P. On a choisi la deuxième solution pour trois raisons principales : tout d'abord, sur chantier, un mélange doit avoir des propriétés rhéologiques données (un temps au cône de Marsh ou un étalement donné par exemple). La deuxième raison est qu'en fixant une propriété rhéologique comme l'étalement, on s'affranchit de certains artefacts qui pourraient survenir en travaillant à E/P constant. En effet, les rotors ayant un domaine de validité borné, le fait de travailler à maniabilité constante nous permet d'obtenir des coulis compris dans ce domaine de validité. Enfin, le fait de travailler à E/P constant pourrait entraîner de la ségrégation pour les coulis contenant un dosage important en superplastifiant.

Les essais réalisés consistent à comparer les rhéogrammes de coulis dont l'étalement est identique. Pour ce faire, le rapport E/P est ajusté de manière à obtenir un étalement de 220mm au cône Vicat. A chaque essai, la masse volumique de la pâte est déterminée et un échantillon est prélevé dans un tube transparent de manière à déterminer s'il y a de la ségrégation. Cette valeur de 220mm est l'étalement d'un coulis de ciment dont le rapport E/C est tout juste inférieur à celui qui entraîne du ressuage dans le cas du ciment envisagé dans ce travail ($E/C = 0,475$). Au-delà de cette valeur, un léger ressuage apparaît, laissant en surface du coulis durci une croûte de matériau moins résistant qu'on cherche à éviter lors de la composition d'un béton.

⁶ Photo de Viet-Hung NGUYEN [28]

Pour connaître la quantité d'eau nécessaire pour atteindre le bon étalement, on procède tout d'abord à une phase de tests qui consiste à rajouter progressivement de l'eau à un coulis et à regarder l'impact que ce rajout a sur l'étalement. A chaque étape, le coulis est récupéré et malaxé à nouveau avec la quantité d'eau supplémentaire. Cela nécessite quelques opérations de calculs supplémentaires pour déterminer le rapport E/P réel en tenant compte des pertes de matière à chaque étape mais cela permet d'économiser les matériaux.

En procédant ensuite par régression, on est capable de déterminer précisément la quantité d'eau nécessaire pour obtenir l'étalement désiré. Ce procédé ne fonctionne malheureusement que dans le cas où l'on n'a pas de superplastifiant. Lorsqu'un tel adjuvant est présent, le comportement du coulis est très dépendant du temps et la seule solution possible consiste à confectionner plusieurs coulis avec des teneurs en eau différentes.

Une fois le bon rapport E/P déterminé, on peut alors réaliser le coulis de manière rigoureuse. L'étalement est vérifié avant d'insérer le matériau dans le rhéomètre.

Toutes les mesures rhéologiques ont été effectuées durant la période d'induction afin de négliger les effets de l'hydratation.

La première étape du travail avec le rhéomètre a consisté à définir une procédure globale ainsi qu'à résoudre les différents problèmes qu'on pouvait rencontrer lors des manipulations.

5.3.1 Malaxage

Le malaxage est une étape importante car elle influence les résultats obtenus par la suite. Deux modes de malaxage ont été testés. Premièrement, un malaxeur habituel (type Hobart) a été utilisé et ensuite, les mêmes essais ont été effectués à l'aide d'un mixeur (type blender pour aliments, de marque Braun, type 4184, Figure 19).

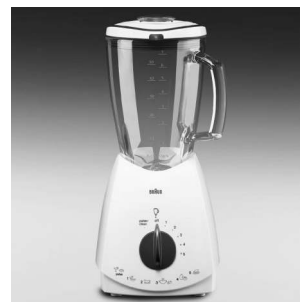


Figure 19 – Mixeur⁷

A l'aspect, le mixeur avait tendance à rendre la pâte plus homogène que le malaxeur. Le mélange était visiblement plus cisailé. Par contre, l'utilisation du mixeur augmentait fortement la température du mélange (cette dernière dépassait rapidement les 30°C). Les rhéogrammes qu'engendraient ces deux modes de malaxage étaient également assez différents. Ceci s'explique d'une part par une température différente des deux mélanges mais aussi par l'histoire différente de ceux-ci.

A titre illustratif, la Figure 20 montre les rhéogrammes fournis par des pâtes malaxées avec les deux manières différentes. Le malaxeur ne permettant pas de cisailier le coulis de manière suffisante, il est probable que des flocs soient encore présents après la phase de précisaillement imposée dans le protocole. Lorsqu'on analyse la courbe de la contrainte de cisaillement en fonction du temps (Figure 21), on remarque en effet que l'on n'a pas atteint un niveau stable après la phase de précisaillement. Pour pousser la réflexion un peu plus loin, un précisaillement de durée plus importante a été imposé de manière à voir si on atteignait un

⁷ http://www.shaverspot.com/catalog2/index.php/cPath/2_20

palier identique à celui atteint lorsqu'on utilise le mixeur (Figure 118, Annexe 5). Le palier atteint est encore bien supérieur à celui obtenu avec le mixeur. On peut donc en déduire que l'énergie fournie au mélange lors de la période de précisaillement n'est pas suffisante pour casser totalement tous les floccs et ceux-ci augmentent le couple enregistré par le rhéomètre.

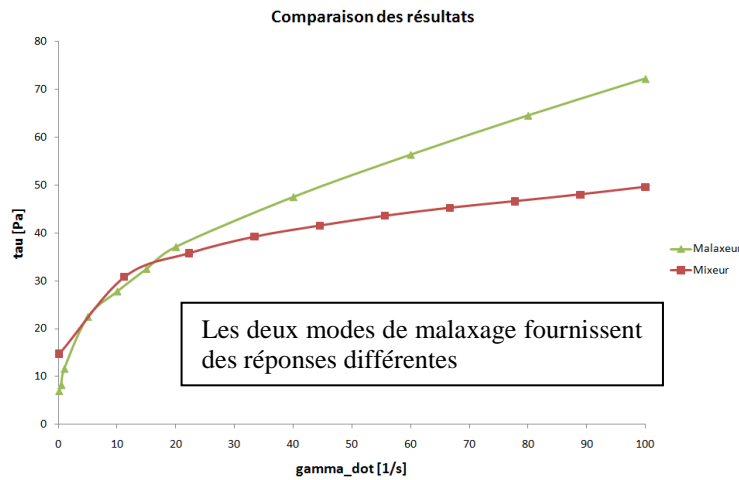


Figure 20 – Comparaison des résultats obtenus par les deux types de malaxage

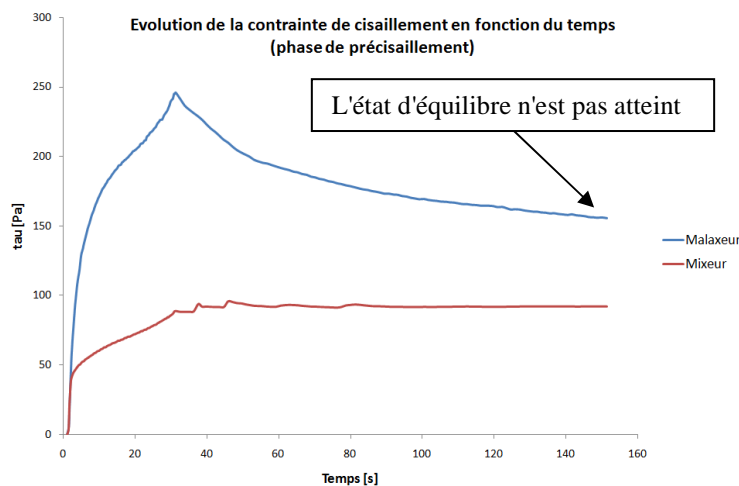


Figure 21 – Evolution de la contrainte de cisaillement en fonction du temps

En conclusion, le cisaillement fourni par le mixeur lors du mélange initial est très élevé et permet de défloculer de manière très importante les grains de ciment. En principe, après la phase de malaxage avec le mixeur, il n'y a plus de floc au sein du coulis et la phase de précisaillement permet de s'en assurer. C'est la raison pour laquelle l'option du malaxage au moyen du mixeur a été retenue. On est alors sûr d'obtenir un mélange totalement défloculé et cela permet de comparer des coulis initialement dans le même état.

Comme expliqué ci-dessus, l'inconvénient du mixeur est l'élévation de la température du coulis. Afin de comparer des coulis dont la température reste constante et identique tout au long des essais, le protocole de malaxage a été ajusté de manière à contrôler un maximum la température et à éviter que celle-ci soit trop élevée. Voici l'option qui a été retenue :

- Insérer la totalité de l'eau et les éventuels adjuvants ;
- Démarrer le mixeur sur la vitesse 1 (t_0) ;
- Insérer progressivement le ciment (10 secondes maximum) ;
- A partir de $t_0 + 30$ secondes, enclencher la vitesse 4 pendant 10 secondes ;

Ce protocole permet d'obtenir une température de pâte comprise entre 24,5 et 25,5°C. Cette température est prélevée immédiatement après malaxage dans un échantillon hors du récipient du mixeur, afin d'éviter que les mesures soient influencées par la chaleur dégagée par le bloc moteur et les pales.

La température du rhéomètre pouvant être contrôlée, la température du bain thermostatique est fixée à 25°C. Le coulis est alors conservé à température constante durant tout l'essai.

Il reste à fixer la quantité de coulis à malaxer. Si celle-ci est déterminée de manière à remplir précisément le rhéomètre (et les pertes), le malaxage au sein du mixeur ne se déroule pas bien car une grande quantité de matériau est projetée sur les parois du récipient et le rapport E/C est alors mal contrôlé. En revanche, lorsqu'on augmente la quantité de coulis, ces projections ont tendance à diminuer et l'erreur relative est plus faible. La quantité finale retenue est de 400g de poudre.

5.3.2 Choix du rotor

Le rhéomètre utilisé (stage au L2MGC de l'Université de Cergy-Pontoise) dispose de trois rotors différents (Figure 18). Le plus utilisé est le rotor Z31 qui a été légèrement modifié de manière à augmenter la rugosité de surface. A cet effet, une couche de peinture sur laquelle ont été collés des grains de sable très fin a été appliquée sur la surface du rotor. Le deuxième rotor est le rotor Z38 qui diffère du premier par son diamètre plus important ainsi que par sa surface striée longitudinalement. La fiche technique de ces deux rotors est reprise sur la Figure 116 (Annexe 5). Un troisième rotor cruciforme (vanne), moins utilisé sur les coulis, était également disponible.

Des essais sur des coulis identiques ont été réalisés au moyen des deux premiers rotors afin de vérifier que les résultats fournis étaient identiques. On peut remarquer sur la Figure 22 que les deux séries de points coïncident très bien. On est donc en droit d'affirmer que pour le type de coulis étudié dans le cadre de ce travail, les deux rotors fournissent des résultats très proches. L'explication de cela est assez simple : d'une part, la gamme des τ et $\dot{\gamma}$ relevés se situe dans la gamme d'utilisation des deux rotors. D'autre part, les grains contenus dans le coulis étant relativement petits par rapport aux rugosités des rotors, ceux-ci entraînent le coulis de la même manière. Si le coulis contenait un sable de granulométrie comparable à l'écart entre les stries du rotor Z38, il est probable que les résultats obtenus à l'aide de ce rotor ne seraient pas représentatifs du comportement réel du coulis car les grains de sable ne pourraient être correctement entraînés.

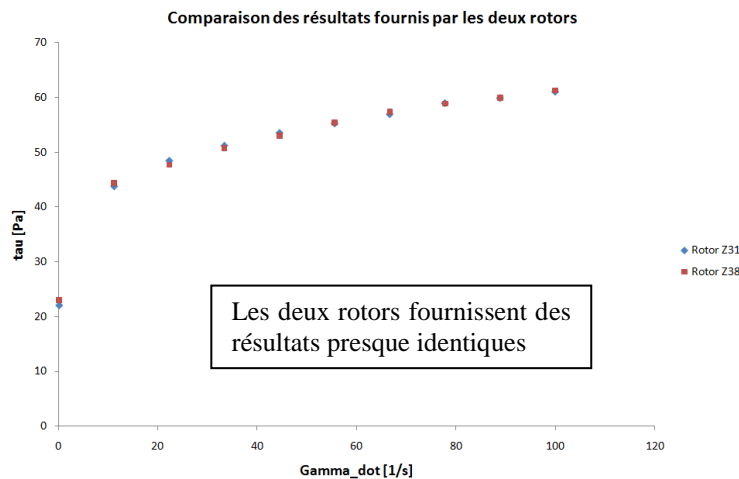


Figure 22 – Comparaison des résultats fournis par les deux rotors

Comme on peut le vérifier sur la Figure 117 (Annexe 5), la gamme d'utilisation des deux rotors recouvre la plage balayée lors des mesures (Tableau 4).

Tableau 4 – Gamme d'utilisation des deux rotors

Rotor	τ [Pa]		$\dot{\gamma}$ [1/s]	
	Minimum	Maximum	Minimum	Maximum
Z31	1	1000	0.04	500
Z38	0.8	600	0.09	900

5.3.3 Remplissage précis du rhéomètre

Le remplissage du rhéomètre doit se faire de manière très précise. En effet, le coulis est versé lorsque le rotor est en dehors du rhéomètre de manière à faciliter le remplissage. En outre, cette façon de procéder garantit que, lorsque le rotor pénètre dans le cylindre extérieur, la surface du coulis est bien plane. Cela empêche le coulis de pénétrer dans l'espace situé en partie inférieure du rotor et fausser ainsi les mesures en venant frotter contre les faces inférieures de celui-ci.

La manière de procéder est la suivante : une fois le rotor en position élevée (en dehors du cylindre extérieur), le coulis est versé jusqu'à ce que la surface libre du liquide atteigne une certaine valeur déterminée lors des essais préliminaires. Une fois cette valeur atteinte, on peut alors introduire le rotor dans le cylindre extérieur et commencer les mesures (Figure 23).

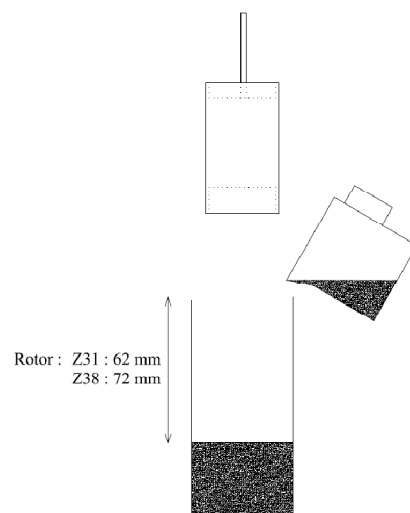


Figure 23 – Remplissage du rhéomètre

Cette opération doit se réaliser de manière très rigoureuse sous peine que les mesures effectuées soient erronées. En effet, si le niveau atteint par le coulis est plus bas que le bord supérieur du rotor, le coulis opposera une résistance plus faible sur le rotor que s'il en atteignait le bord supérieur (Figure 24b). Au contraire, si le niveau du coulis dépasse le bord

supérieur du rotor, des frottements supplémentaires seraient enregistrés. En outre, l'inertie du rotor s'en verrait augmentée et cela fausserait de manière importante les mesures effectuées (Figure 24c). Le cas de remplissage correct est donc celui de la Figure 24a.

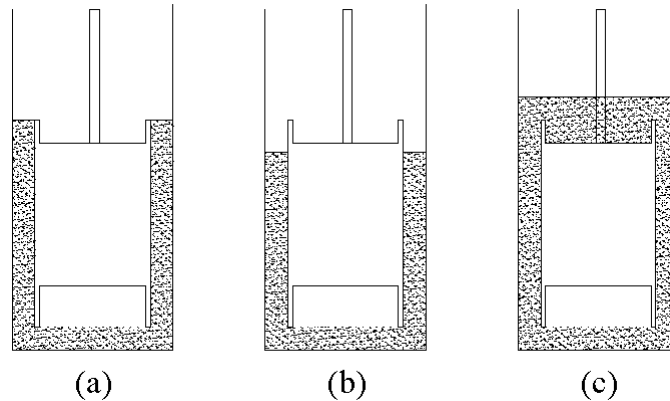


Figure 24 – Remplissages correct (a) et incorrects (b et c) du rhéomètre (coupe verticale)

5.3.4 Protocole de mesure

La procédure imposée au rhéomètre doit être identique pour chaque échantillon testé de manière à pouvoir comparer les résultats entre eux. La température de l'échantillon est maintenue à 25°C durant tout le processus et le rotor est descendu jusqu'à une profondeur de 8mm par rapport au fond du cylindre extérieur. Les essais se réalisent à vitesse de rotation imposée.

La première étape de la procédure consiste à cisailier le mélange le plus énergiquement possible de manière à briser les éventuels floccs (étape de "précisaillement"). Pour ce faire, le rhéomètre est tout d'abord programmé de manière à ce qu'il impose une vitesse de rotation de 1059 RMP ($\dot{\gamma} = 500/s$). Ensuite, la vitesse est diminuée jusqu'à atteindre une valeur nulle pour laisser reposer l'échantillon. On commence alors une phase de montée progressive en escaliers jusqu'à atteindre une vitesse de 211 RMP ($\dot{\gamma} = 100/s$). De là, on descend symétriquement en escaliers jusqu'à atteindre une vitesse quasi nulle. La Figure 25 illustre la procédure suivie lors des essais (schéma de principe).

Le nombre et la distribution des points mesurés ont été déterminés de manière à avoir une quantité suffisante de points pour les taux de cisaillement relativement faibles puisque c'est dans cette partie que de fortes variations sont observables. Le temps maximum de chaque palier est fixé à 30 secondes et les paliers sont imposés pour des taux de cisaillement de 0,1; 0,5; 1; 5; 10; 15; 20; 40; 60; 80 et 100/s.

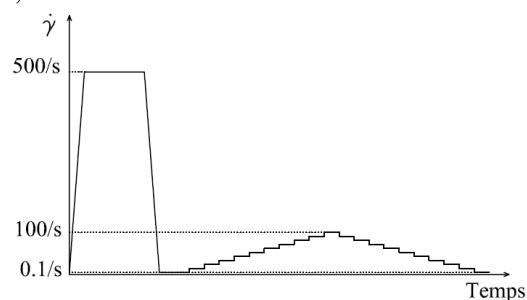


Figure 25 – Procédure suivie pour les mesures au moyen du rhéomètre (schéma de principe)

Les résultats retenus pour les calculs sont réalisés en considérant la phase descendante de la courbe. La raison est la suivante : lors de la phase montante, on passe d'un état moins cisailé vers un état plus cisailé. Le temps d'adaptation est donc plus important car il faut casser d'éventuels flocs qui se seraient reformés. En outre, il est possible qu'il subsiste encore quelques flocs qui pourraient perturber les mesures. Les résultats obtenus durant cette phase sont donc moins fiables que dans le cas de la phase descendante durant laquelle on passe progressivement d'un état fortement cisailé vers un état moins cisailé.

Une comparaison des comportements est reprise à la Figure 26. On remarque tout d'abord que les valeurs de la contrainte de cisaillement sont généralement plus élevées lors de la montée. En effet, les flocs formés nécessitent un couple plus important pour être cassés. D'autre part, on remarque que les valeurs obtenues pour des taux de cisaillement faibles sont moins précises que dans le cas de la descente, ce qui, une fois encore, peut être expliqué par la présence de petits flocs après la période de repos précédée par le précisaillement.

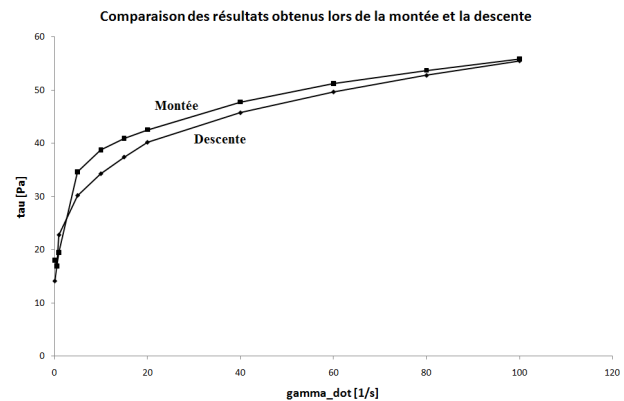


Figure 26 – Comparaison des résultats obtenus lors de la montée et la descente

5.3.5 Approximation du comportement par un modèle

Une fois les résultats fournis par le rhéomètre, on peut procéder à leur analyse. Pour ce faire, on a besoin d'un modèle théorique de comportement afin de pouvoir procéder à une régression et ainsi déterminer les paramètres rhéologiques de comportement.

La loi de comportement retenue est celle de Herschel-Bulkley (§3) :

$$\tau = \tau_0 + K \cdot \dot{\gamma}^n$$

Cette relation étant non linéaire, il n'est pas possible de déterminer les paramètres de manière explicite. Dans un premier temps, un programme dans Excel a été réalisé de manière à caler le modèle théorique en utilisant une méthode similaire aux moindres carrés. Néanmoins, étant donné que le modèle ne collait pas tout à fait à la réalité, il a fallu accorder plus d'importance aux points proches de l'abscisse nulle puisque c'est à cet endroit que la fonction varie fortement. Le programme écrit en VBA est repris en Annexe 5. Par la suite, cette méthode sera appelée "**méthode 1**".

Une deuxième méthode ("**méthode 2**") a été utilisée, issue d'un travail de Viet-Hung NGUYEN [28]. Celle-ci se base sur la décomposition du coulis en un certain nombre de couches et à résoudre les équations liant le couple à la vitesse de rotation :

$$\Omega = \begin{cases} 0 & \text{si } R_0 \leq R_1 \\ \int_{R_1}^{R_0} \left[\frac{M}{2\pi H r^2 K} - \frac{\tau_0}{K} \right]^{\frac{1}{n}} \frac{dr}{r} & \text{si } R_1 \leq R_0 \leq R_2 \\ \int_{R_1}^{R_2} \left[\frac{M}{2\pi H r^2 K} - \frac{\tau_0}{K} \right]^{\frac{1}{n}} \frac{dr}{r} & \text{si } R_0 \geq R_2 \end{cases}$$

Le principe est simple : à partir des valeurs expérimentales du couple, le programme déduit les valeurs de la vitesse de rotation en faisant varier les paramètres τ_0 , K et n pour minimiser les écarts types entre les valeurs mesurées et les valeurs approchées de la vitesse de rotation.

Comparons à présent les deux méthodes. Pour un même rhéogramme, les résultats fournis par les deux programmes sont repris sur la Figure 27. On peut y constater que les résultats fournis par les deux programmes sont très similaires (une comparaison quantitative est effectuée au Tableau 5).

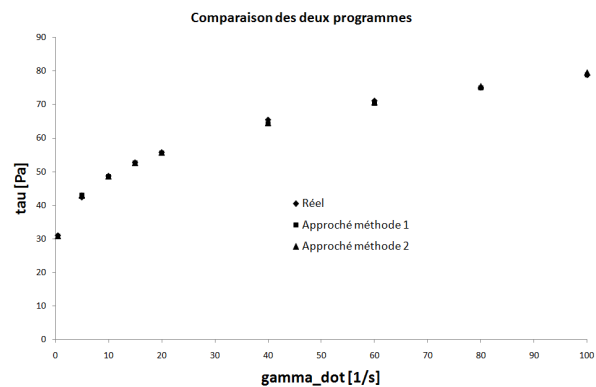


Figure 27 – Comparaison des deux programmes

Tableau 5 – Comparaison des deux méthodes

	τ_0 [Pa]	K [Pa.s ⁿ]	n	Erreur [%]
Méthode 1	18,59	15	0,302	1,88
Méthode 2	19,45	14,2	0,313	1,43

Bien que les résultats fournis par les deux méthodes aient une erreur comparable, les paramètres rhéologiques ont été déterminés à l'aide de la méthode 2 car les calculs s'effectuaient plus rapidement. En effet, la méthode établie par Viet-Hung NGUYEN s'effectue avec le solveur d'Excel qui utilise la méthode de Newton-Raphson pour résoudre le problème, ce qui permet de converger rapidement vers une solution. Au contraire, la méthode programmée dans le cadre de ce travail consistait à boucler sur toutes les valeurs possibles de chaque paramètre, ce qui nécessitait quelques minutes de calcul. S'il est vrai que le solveur d'Excel ne converge pas toujours vers les bonnes solutions, une comparaison graphique permet de s'acquitter de ce doute.

Ce recoupement de résultats a néanmoins permis de vérifier que la façon d'utiliser le programme réalisé par Viet-Hung NGUYEN était correcte⁸.

⁸ Pour l'anecdote, ma façon initiale de l'utiliser était erronée car les paramètres du rotor n'étaient pas les bons. Bien que les résultats fournis par le programme semblaient correctes, ce n'est qu'à partir du moment où j'ai comparé les deux méthodes que je me suis rendu compte de mon erreur.

5.4 Essais mécaniques

Quelques essais mécaniques ont été effectués sur des mortiers dont le comportement est intéressant d'un point de vue rhéologique. Cela permet de mettre en relation le comportement d'un coulis à l'état frais et son comportement après la prise. En effet, un coulis ayant un comportement rhéologique très bon peut avoir des performances mécaniques médiocres. Deux coulis dont le comportement rhéologique est similaire ont également été testés afin de constater s'il y a une forte différence de résistance pour deux mélanges dont les rhéogrammes sont très proches.

Les mortiers étudiés ici sont constitués de certains coulis étudiés à l'aide du rhéomètre auxquels a été ajoutée une matrice granulaire (sable normalisé).

La procédure de malaxage est la suivante :

- Insérer la poudre et malaxer pendant 30 secondes (vitesse 1) ;
- Insérer l'eau et malaxer pendant 30 secondes (vitesse 1) ;
- Insérer le sable pendant 30 secondes (vitesse 1) ;
- Malaxer pendant 30 secondes (vitesse 2) ;
- Racler le fond du bol pendant une minute et demie ;
- Malaxer pendant une minute (vitesse 2).

Le mortier est ensuite coulé en deux fois dans les moules 4/4/16 sur une table vibrante actionnée après chacune des deux phases (60 coups en 60 secondes).

Les éprouvettes sont ensuite conservées dans une chambre climatisée (90° d'humidité et 20°C) pendant 24h jusqu'au démoulage, après quoi elles sont conservées sous eau à 20°C jusqu'au moment des essais mécaniques qui se sont effectués 28 jours après la gâchée.

Un essai de flexion (3 points) est tout d'abord effectué sur chaque éprouvette. Un essai de compression est ensuite réalisé sur chacune des deux moitiés de barrette récupérées.

5.5 Essais au cône de Marsh

Dans le cadre de ce travail, l'essai du cône de Marsh a été légèrement adapté par rapport à la méthode prescrite par la norme NF P 18-358 de manière à pouvoir doser plus précisément la quantité de superplastifiant ajouté au sein du mélange. L'essai s'opère sur une quantité de 500ml de coulis de manière à ne pas consommer trop de matériaux. Cela permet en outre de mélanger une quantité de matériaux comparable à celle nécessaire pour l'essai au rhéomètre.

Remarque : En rhéologie, les résultats dépendent bien entendu des matériaux utilisés, du temps écoulé entre le malaxage et l'essai proprement dit, de la température, etc. Ce qui est moins évident, c'est que les résultats sont également sensibles au temps de malaxage ainsi qu'au volume de matériaux à malaxer. En effet, le cisaillement du mélange lors du malaxage est fonction de l'énergie fournie au matériau par le biais du malaxeur. Puisque l'énergie conférée au mélange correspond à la puissance fournie à l'arbre du malaxeur multipliée par le temps de malaxage, si ce dernier varie, l'énergie fournie au coulis varie également. Il en est de même pour la quantité de mélange à malaxer : si le volume de coulis augmente, un volume infinitésimal de matière sera moins cisailé que pour un volume moins important. On peut donc en conclure que pour pouvoir comparer correctement deux essais différents, les temps de malaxage ainsi que les volumes de coulis doivent être d'un ordre de grandeur comparable.



Figure 28 – Cône de Marsh

Dans le but de démontrer que l'essai du cône de Marsh "adapté" (500ml) permet de tirer des conclusions identiques que dans le cas où on remplit entièrement le cône, quelques essais préliminaires ont été réalisés.

Dans un premier temps, de manière à laisser la viscosité du mélange de côté, l'essai a été réalisé en remplissant le cône avec différents volumes d'eau. La viscosité de cette dernière pouvant être négligeable dans ce cas, le comportement auquel on s'attend devrait être linéaire. Après expérimentation, on remarque que c'est bien le cas (Figure 29).

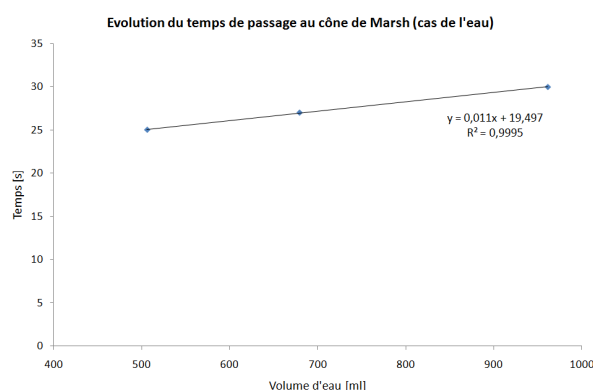


Figure 29 – Evolution du temps de passage au cône de Marsh dans le cas de l'eau en fonction du volume de coulis

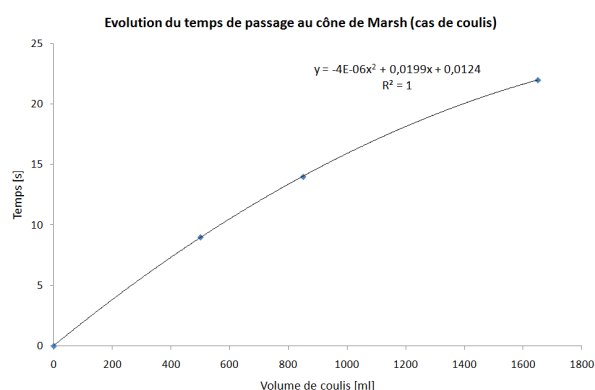


Figure 30 – Evolution du temps de passage au cône de Marsh dans le cas d'un coulis en fonction du volume de coulis

La Figure 30 représente l'évolution du temps de passage au cône pour différents volumes de coulis. On remarque que le comportement est cette fois du second degré, ce qui signifie que la relation n'est plus linéaire. Ceci peut s'expliquer par le fait que la viscosité du mélange n'est cette fois plus négligeable.

Il faut s'assurer que les conclusions tirées pour un volume de 500ml seront toujours valables dans le cas d'un volume différent. Pour ce faire, considérons deux rapports E/C différents ainsi que deux volumes différents : 500ml et 1300ml. La Figure 31 représente la comparaison des résultats obtenus pour les quatre essais effectués. On peut y constater qu'en augmentant le rapport E/C, la diminution du temps de passage est différente en valeur absolue pour les deux volumes considérés. En revanche, la diminution relative (par rapport au temps de départ) est identique. Cela signifie que quel que soit le volume considéré, la variation du rapport E/C aura un impact identique sur le temps de passage si on considère celui-ci en valeur relative. Par conséquent, travailler sur un volume de 500ml ou sur un volume de 1200ml n'a pas de conséquence quant aux comparaisons entre les essais.

Le seul paramètre influencé lorsqu'on diminue le volume d'étude est la précision. En effet, lorsqu'on mesure le temps de passage d'un coulis, un même décalage lors de l'enclenchement du chronomètre aura une influence différente en fonction du temps d'écoulement total (exemple : une erreur d'un dixième de seconde sur un écoulement de 10 secondes constitue une erreur plus importante que dans le cas d'une erreur d'un dixième de seconde sur un temps d'écoulement de 30 secondes). Il en est de même pour les masses des différents matériaux car une erreur d'un gramme sur un volume de 500ml a plus d'influence qu'une erreur d'un gramme sur un volume de 1200ml. Il faut donc être plus méticuleux dans le cas de volumes plus petits sous peine d'obtenir des résultats de moins bonne qualité.

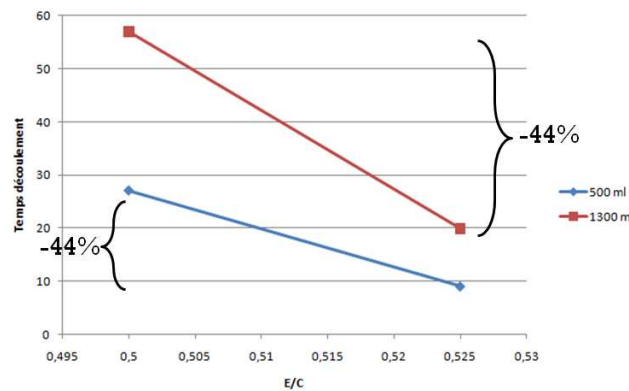


Figure 31 – Comparaison des résultats obtenus pour deux valeurs de E/C différentes

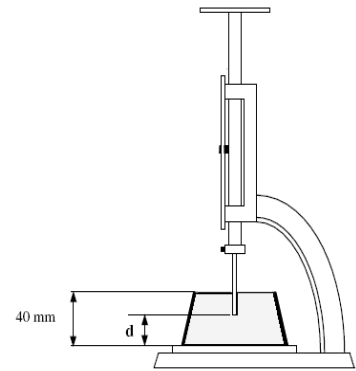
Le protocole de malaxage est le suivant :

- Insertion de la poudre ;
- Malaxage (30s) pour homogénéiser la poudre (vitesse 1) ;
- Insertion de l'eau en malaxant (30s) (vitesse 1) ;
- Racler les parois ;
- Malaxer (2,5 minutes) (vitesse 2) ;
- Insertion du coulis dans le cône et mesure du temps.

Etant donné qu'il existe une correspondance univoque entre les paramètres rhéologiques des coulis et le temps d'écoulement au cône de Marsh, seuls quelques essais ont été effectués pour déterminer si la méthode proposée par Nguyen [28] s'applique dans le cas des coulis envisagés dans ce travail.

5.6 Essais Vicat

Un essai Vicat permet notamment de déterminer les temps de début et de fin de prise de matériaux cimentaires. Il consiste à positionner une aiguille de masse et de forme normalisée en surface du matériau étudié et à la laisser s'enfoncer sous son propre poids. L'enfoncement de l'aiguille est alors lu sur une échelle graduée 30 secondes après l'avoir lâché. Selon la norme EN 163-3, le début de prise correspond à un enfoncement jusqu'à 4 mm par rapport au fond de l'éprouvette tandis que la fin de prise est caractérisée par un enfoncement de 0,5mm par rapport à la surface du coulis.



32 – Appareil Vicat⁹

On est alors en mesure de mettre en évidence l'impact de l'utilisation des fillers ainsi que l'influence des superplastifiants sur la durée de prise des coulis.

La manière de procéder est la suivante : on pèse un mélange de 500g de poudre ainsi que la quantité d'eau nécessaire pour atteindre l'état de pâte lisse. Ensuite,

- Malaxer pendant 90 secondes ;
- Racler le fond du bol pendant 15 secondes ;
- Malaxer à nouveau durant 90 secondes ;
- Introduire la pâte dans le moule et procéder à la lecture de l'enfoncement de l'aiguille toutes les 10 minutes jusqu'à avoir atteint le début de prise, état de la pâte pour lequel l'aiguille s'enfonce jusqu'à **4mm** au dessus du fond de l'éprouvette ;
- Espacer ensuite les lectures de l'enfoncement toutes les 30 minutes jusqu'à ce que l'aiguille ne s'enfonce plus qu'à **0,5mm** par rapport à la surface du coulis. Cet état est considéré comme étant la fin de prise.

Durant toutes ces étapes, l'éprouvette est conservée à un taux d'humidité de 90%.

Les essais ont été réalisés sur des coulis sans superplastifiant, avec 0,5% de GLENIUM[®]51 ainsi que 0,5% de RHEOBUILD[®]1100. De cette manière, il est possible de comparer l'impact des superplastifiants sur les temps de prise. Une série d'essais a été effectuée à l'état de pâte lisse et quelques essais supplémentaires ont été effectués sur des pâtes dont l'étalement est de 220 mm au cône de Vicat.

⁹ www.la.refer.org

6 Résultats

Dans un premier temps, les résultats sont fournis à l'état brut, avec un certain nombre de commentaires et éventuellement quelques explications. L'interprétation des résultats sera présentée dans la partie III de ce rapport. Ce partitionnement permet de discerner la partie concernant les résultats de la partie ayant fait l'objet de réflexions plus approfondies.

6.1 Méthode de la pâte lisse

6.1.1 Essais sur pâtes de ciment modifiées

La Figure 33 illustre l'évolution du rapport e/p pour des pâtes ne contenant pas de superplastifiant, dont on substitue progressivement (en volume) le ciment par des fillers calcaires. On remarque que les comportements sont différents en fonction du type de filler envisagé.

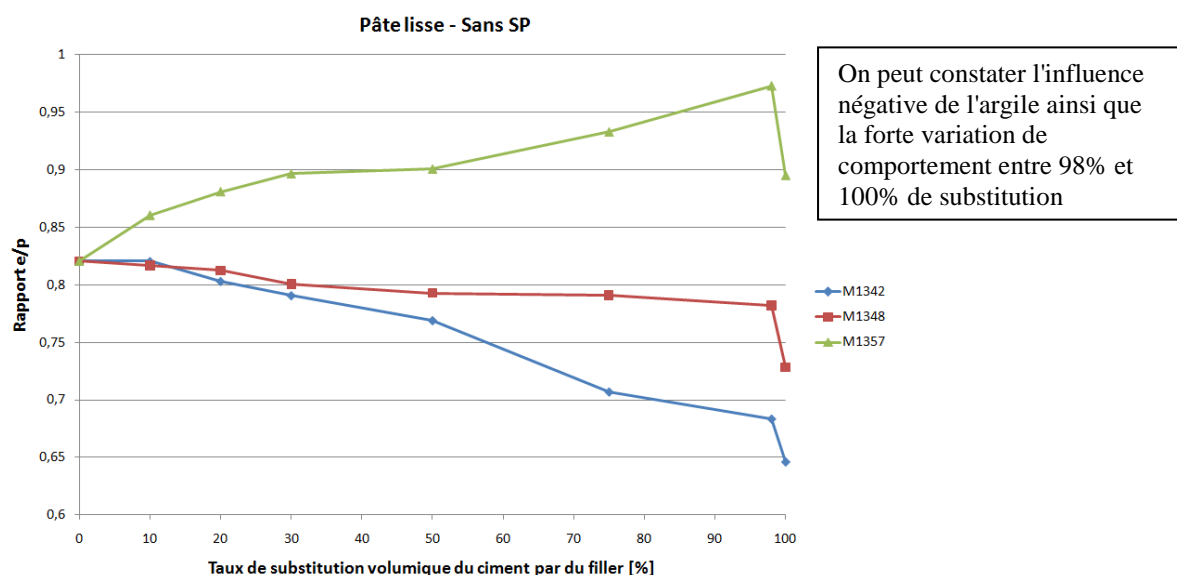


Figure 33 – Rapport e/p en fonction du taux de substitution du ciment par du filler calcaire, sans superplastifiant

Pour les taux de substitution relativement faibles, seul le filler M1357 influence la demande en eau des pâtes. Cela peut s'expliquer par la forte influence qu'a l'argile contenue dans ces fillers. Ces derniers ont une influence négative sur la demande en eau, quel que soit le taux de substitution envisagé car ils jouent le rôle de rétenteur d'eau : cette dernière est piégée entre les feuillets d'argile. La suite de l'étude devra investiguer si ce comportement persiste en présence de superplastifiant.

Dans le cas du filler pur de référence (M1342), l'ajout de filler est bénéfique pour presque tous les taux de substitution. Son ajout semble donc notamment indiqué pour les taux de substitution élevés, abstraction faite du comportement du béton à l'état durci, la faible teneur en ciment diminuant fortement les performances mécaniques.

En ce qui concerne la substitution du ciment par le filler M1348, on constate peu de variation du comportement de la pâte.

Des essais avec un taux de substitution de 98% ont été effectués dans le but de mettre en évidence le comportement des mélanges pour des taux de substitution proches de 100%. Il n'est en effet pas rare d'y observer des comportements étranges. C'est le cas ici puisqu'on remarque que le comportement des pâtes pour un taux de substitution de 98% est fort différent de celui observé pour des taux de 100%.

Une explication possible a été fournie par Gallias *et al.* [9]. Ces derniers ont réalisé des essais à maniabilité constante avec différents taux de substitution du ciment par des poudres. Ils ont également pu observer ce type de comportement et l'ont expliqué par le fait qu'il y a une perte d'arrangement entre les particules due à la répulsion mutuelle de ces dernières. Dans le cas de l'essai sur pâte lisse, cette répulsion entraînerait une demande en eau plus importante pour combler ces vides.

6.1.2 Influence de la présence de superplastifiant sur la demande en eau

6.1.2.1 Influence du GLENIUM® 51

Une première série d'essais a été réalisée sur un superplastifiant de dernière génération (cf. §2.3).

La Figure 34 illustre l'effet de l'ajout de superplastifiant GLENIUM® 51 sur le comportement rhéologique des pâtes pour des teneurs en superplastifiant comprises entre 0 et 2% par rapport à la masse de poudre¹⁰.

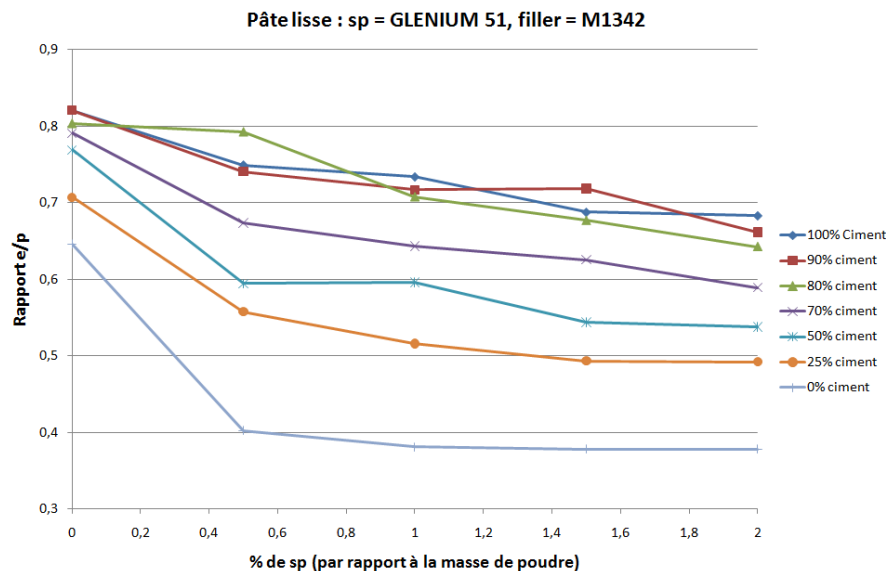


Figure 34 – Rapport e/p en fonction de la quantité de superplastifiant (GLENIUM® 51) pour le filler M1342

¹⁰ Les graphiques présentant le pourcentage de superplastifiant par rapport à la masse de ciment sont repris en Annexe 3.

On constate que, de manière générale, plus le taux de substitution est élevé, plus la demande en eau diminue. Cela signifie que la compacité s'améliore en rajoutant du filler calcaire. Cela paraît logique puisque la distribution granulométrique est plus étendue dans le cas des fillers envisagés dans ce travail que dans le cas du ciment (§4.2).

L'efficacité marginale du superplastifiant s'estompe à mesure qu'on en augmente la quantité. Ce comportement a déjà été discuté dans la première partie de ce travail (§2.3.1). La raison est que lorsque la teneur en superplastifiant est faible, les molécules de ce dernier s'adsorbent facilement sur les grains de ciment et de filler. Par contre, lorsqu'on augmente la quantité de superplastifiants, ceux-ci ont de plus en plus de mal à trouver des grains disponibles pour s'adsorber. On atteint alors un palier au-delà duquel la quantité de superplastifiant ajoutée ne s'adsorbe plus sur les grains mais reste en solution. Il n'est donc plus intéressant d'en rajouter, à plus forte raison que cette quantité supplémentaire de superplastifiant favorise la ségrégation.

On remarque un effet du superplastifiant sur un coulis contenant exclusivement du filler. Il existe donc bien une interaction entre les deux éléments. De plus, dans le cas du filler M1342, on observe une forte diminution du rapport e/p dès l'ajout de 0,5% de GLENIUM.

Remarque : Dans le cas du GLENIUM® 51, la transition entre l'état rhéologique précédant la pâte lisse et la pâte lisse n'est pas aussi marquée qu'en l'absence de superplastifiant. La pâte est plus fluide et se mélange plus difficilement à l'intérieur du malaxeur.

Les mêmes manipulations ont été réalisées sur les fillers M1348 et M1357. Les résultats sont représentés respectivement sur la Figure 35 et la Figure 36.

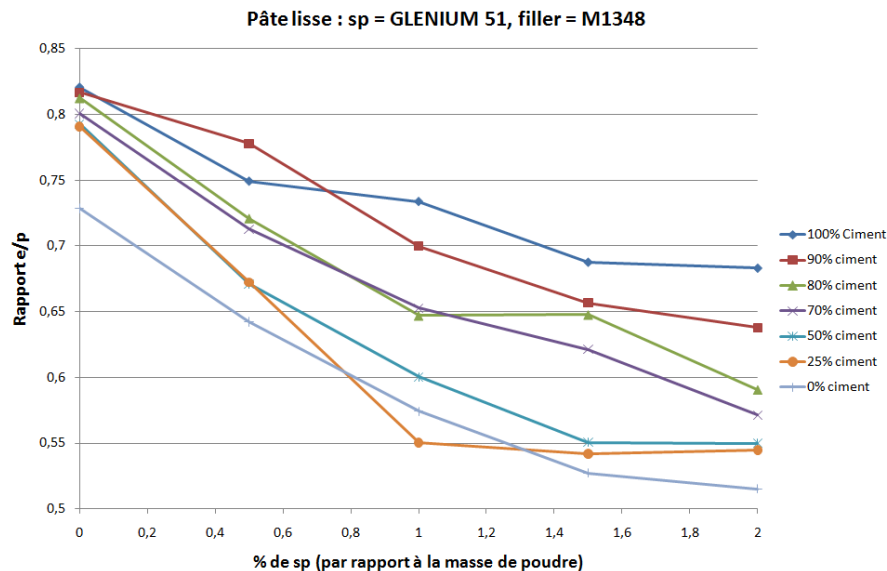


Figure 35 – Rapport e/p en fonction de la quantité de superplastifiant (GLENIUM® 51) pour le filler M1348

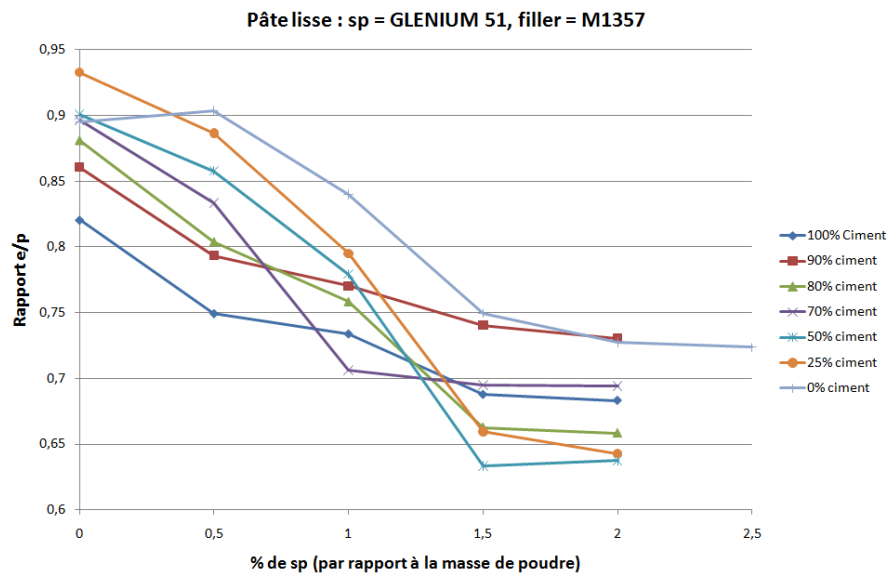


Figure 36 – Rapport e/p en fonction de la quantité de superplastifiant (GLENIUM[®] 51) pour le filler M1357

Les commentaires valables pour le filler M1342 peuvent être transposés dans le cas des fillers M1348 et M1357. Une discussion plus détaillée sera présentée au §7 où une comparaison quantitative des demandes en eau sera réalisée. On peut néanmoins observer que dans le cas du filler M1357, la réduction du rapport e/p s'effectue moins rapidement que dans le cas du filler M1342. Une explication possible de cette observation sera fournie au §7.1.

Dans le but de vérifier qu'un palier a bel et bien été atteint pour un pourcentage en superplastifiant de 2%, un essai supplémentaire avec un pourcentage de 2,5 a été réalisé dans le cas du filler M1357. On remarque que le rapport e/p ne varie presque plus entre les deux pourcentages de superplastifiant, ce qui signifie qu'on a bel et bien atteint un taux de saturation.

Une comparaison des graphiques ci-dessus permet d'affirmer que, dans la majorité des cas, la saturation est atteinte pour un pourcentage de superplastifiant de 1,5 par rapport à la masse de poudre. Au-delà de ce pourcentage, la quantité de superplastifiant ajoutée a un effet moindre que celle précédemment insérée. Seuls quelques mélanges semblent échapper à la règle, il s'agit des mélanges à faibles taux de substitution (10 à 30%) pour les fillers M1342 et M1348.

6.1.2.2 Influence du RHEOBUILD[®] 1100

Dans le but de comparer les effets de deux superplastifiants, les mêmes manipulations ont été réalisées avec un superplastifiant de la génération précédente (cf. §2.3).

Les résultats sont repris de la Figure 37 à la Figure 39. On relève ici le même type de comportement mais cette fois, l'amélioration qu'apporte le superplastifiant sur la demande en eau est plus timide. Cette constatation sera mise en évidence au §7.

Contrairement au cas du superplastifiant GLENIUM[®] 51, la transition entre l'état précédant la pâte lisse et la pâte lisse est cette fois beaucoup mieux marquée et les résultats en sont donc plus précis.

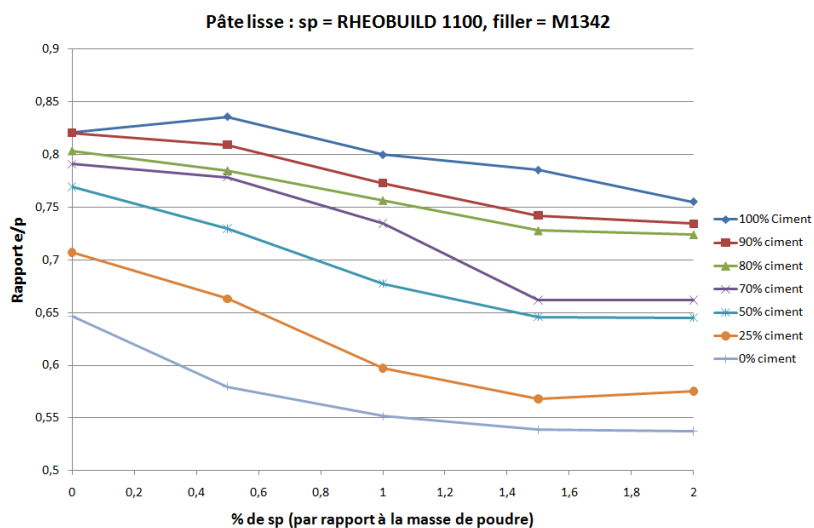


Figure 37 – Rapport e/p en fonction de la quantité de superplastifiant (RHEOBLUID®) pour le filler M1342

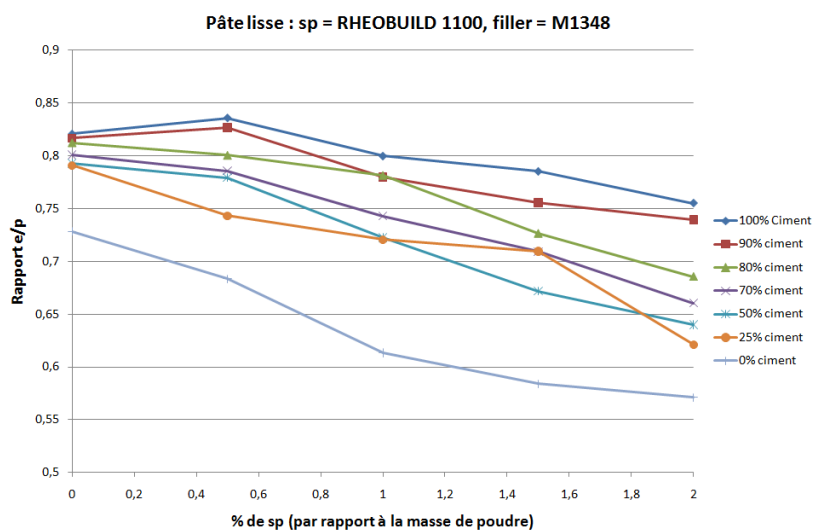


Figure 38 – Rapport e/p en fonction de la quantité de superplastifiant (RHEOBLUID®) pour le filler M1348

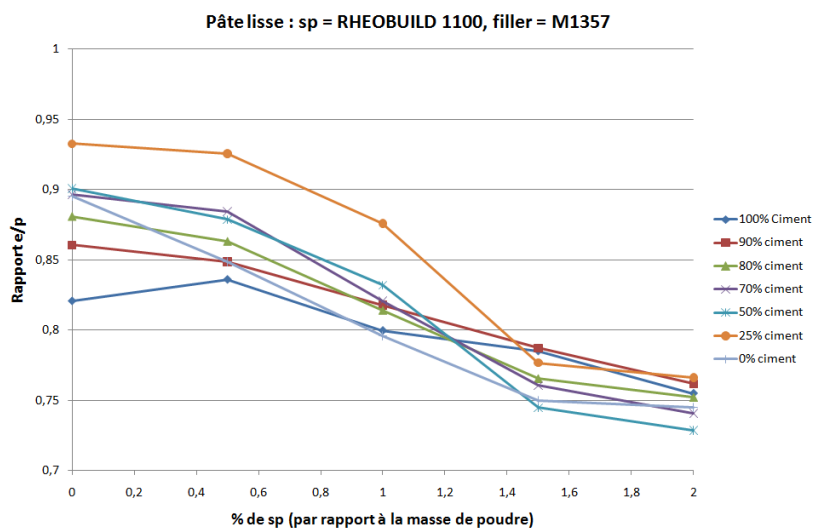


Figure 39 – Rapport e/p en fonction de la quantité de superplastifiant (RHEOBLUID®) pour le filler M1357

6.2 Essais BêtaP

Dans un premier temps, les résultats présentés concernent uniquement les valeurs d'étalement obtenues après l'opération de malaxage. En effet, les étalements obtenus 5 minutes après le premier essai étaient beaucoup plus faibles, notamment en présence de GLENIUM® 51. On reviendra sur ce problème lors de l'étude rhéologique des coulis où une investigation plus poussée sera réalisée.

6.2.1 Essais sur pâtes de ciment modifiées

A l'instar de ce qui a été réalisé dans le cas des essais de pâte lisse, les premières manipulations ont été effectuées sur les mélanges ne contenant pas de superplastifiant. Dans le but de ne pas surcharger ce paragraphe, les résultats numériques ont été reportés en Annexe 4.

Il est intéressant d'analyser la manière dont varient les deux paramètres de cet essai, à savoir la valeur du BêtaP ainsi que celle de la pente de la droite de régression.

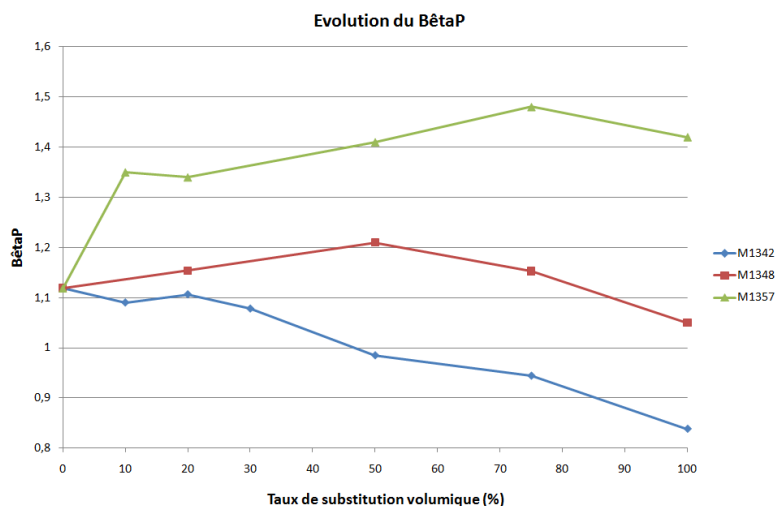


Figure 40 – Evolution de la valeur du BêtaP pour différentes valeurs du taux de substitution du ciment

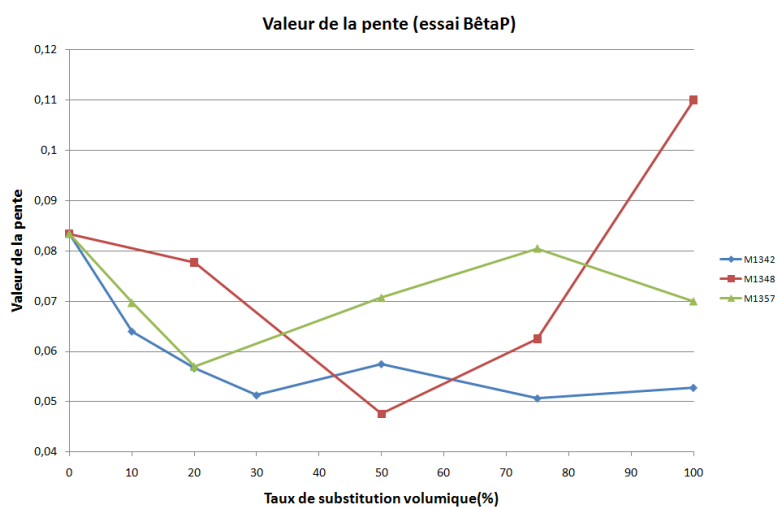


Figure 41 – Evolution de la valeur de la pente pour différentes valeurs du taux de substitution du ciment

Dans le cas du filler M1342, le BêtaP ainsi que la pente diminuent lorsque le taux de substitution augmente. Cela signifie d'une part que le rapport de rétention diminue (moins d'eau nécessaire pour permettre le mouvement des grains) et que la valeur de l'étalement est de plus en plus sensible à la teneur en eau du mélange.

6.2.2 Influence de la présence de superplastifiant sur le comportement des coulis

6.2.2.1 Influence du GLENIUM® 51

Les manipulations ont été limitées aux faibles taux de substitution ainsi qu'aux teneurs en superplastifiant de 0,5% par rapport à la masse de poudre. Les résultats sont présentés sur les graphiques suivants (Figure 42 et Figure 43).

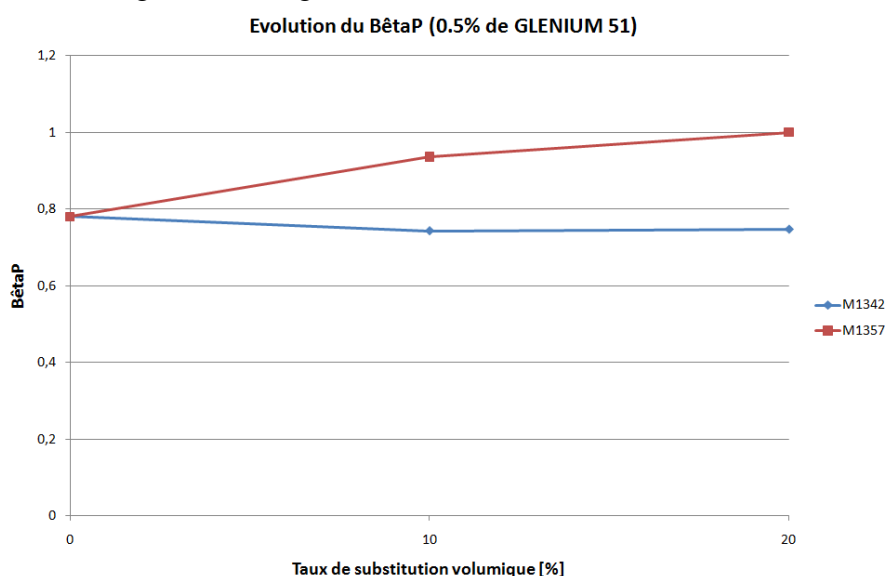


Figure 42 – Evolution du BêtaP avec ajout de GLENIUM® 51

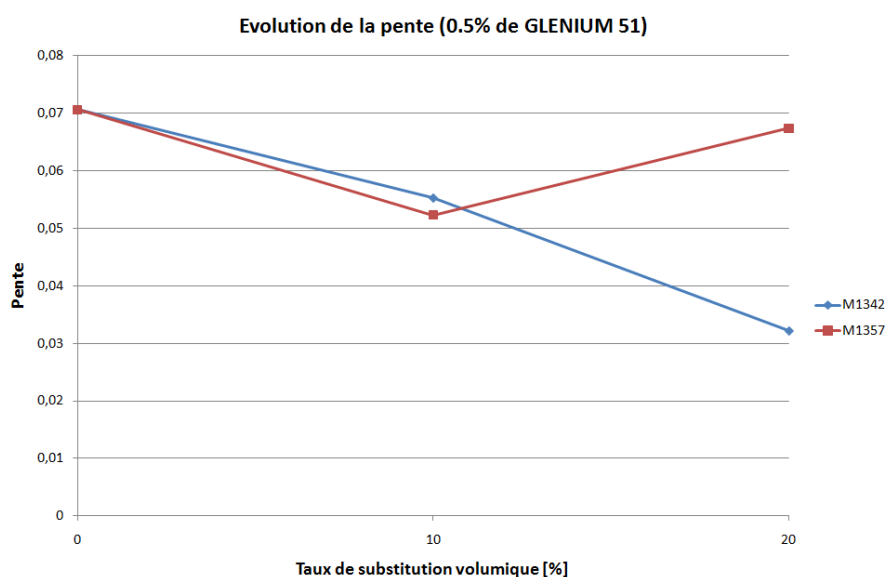


Figure 43 – Evolution de la pente avec ajout de GLENIUM® 51

On constate assez logiquement que la valeur du BêtaP augmente lorsqu'on substitue du ciment par du filler contenant de l'argile. A ce sujet, on peut faire le parallèle avec ce qui a été établi avec l'essai de pâte lisse. En effet, les particules d'argile jouant le rôle de rétenteur d'eau, elles ont tendance à augmenter la quantité d'eau nécessaire pour permettre la mobilité des particules.

Au contraire, on remarque que la valeur du BêtaP ne varie pas beaucoup dans le cas du filler de référence (M1342). On observe néanmoins une légère diminution à mesure qu'on augmente le taux de substitution volumique.

6.2.2.2 Influence du RHEOBUILD® 1100

Les manipulations identiques ont été réalisées au moyen du superplastifiant RHEOBUILD® 1100. Les résultats sont présentés ci-dessous (Figure 44 et Figure 45).

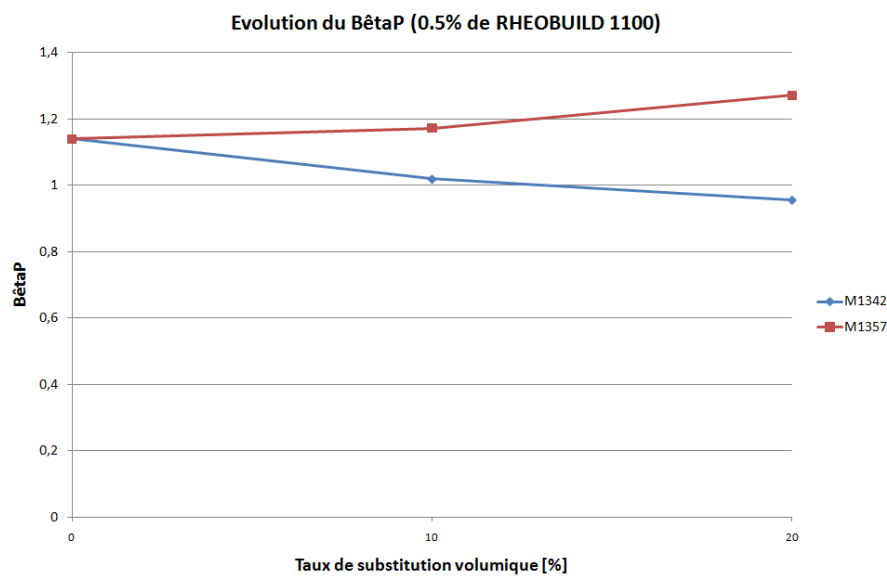


Figure 44 – Evolution du BêtaP avec ajout de RHEOBUILD® 1100

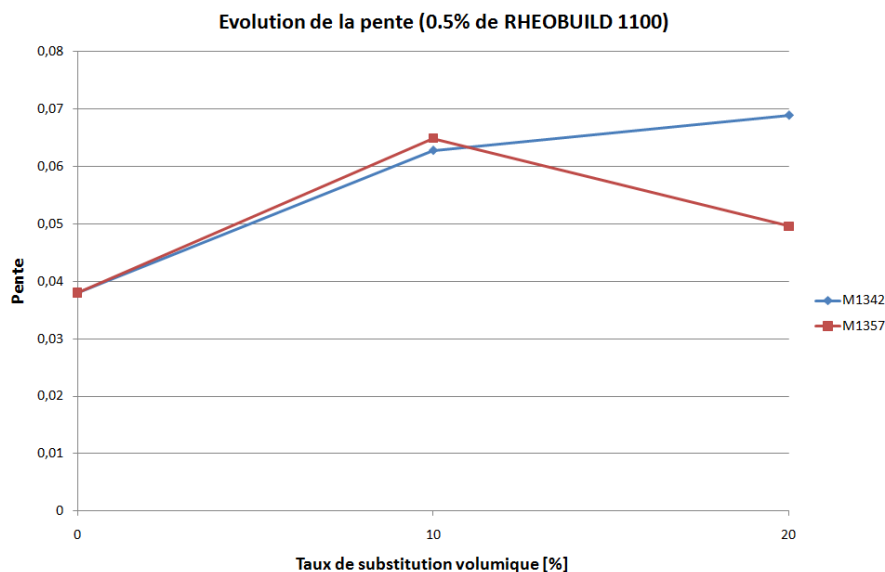


Figure 45 – Evolution de la pente avec ajout de RHEOBUILD® 1100

L'évolution de la pente est comparable à celle observée dans le cas du superplastifiant GLENIUM® 51. Au contraire, on peut remarquer sur la Figure 45 que la pente augmente lorsqu'on ajoute du filler calcaire, alors qu'on observait une diminution dans le cas du GLENIUM® 51. Cela signifie que dans ce cas, l'ajout de RHEOBUILD® 1100 dans les mélanges rend l'étalement de ceux-ci moins dépendant de la quantité d'eau rajoutée.

6.2.3 Influence du temps sur les paramètres

Comme expliqué précédemment, les essais ont été reproduits 5 minutes après le premier de manière à mettre en évidence la variation du BêtaP en fonction du temps. Ce second essai s'effectue sans malaxage intermédiaire. La pâte est simplement laissée au repos pendant le temps d'attente. Les graphiques ci-dessous (Figure 46 à Figure 48) représentent l'évolution du paramètre BêtaP au cours du temps pour les différents taux de substitution. On remarque que ce paramètre est toujours supérieur lorsqu'on considère la valeur du BêtaP après 5 minutes. Cela signifie que le mélange a besoin de plus d'eau pour mettre en mouvement les particules. Une explication de ce comportement sera fournie plus loin (§8.2). Notons dès à présent que plus le taux de substitution augmente, plus la différence entre les valeurs obtenues à 0 et 5 minutes s'estompe.

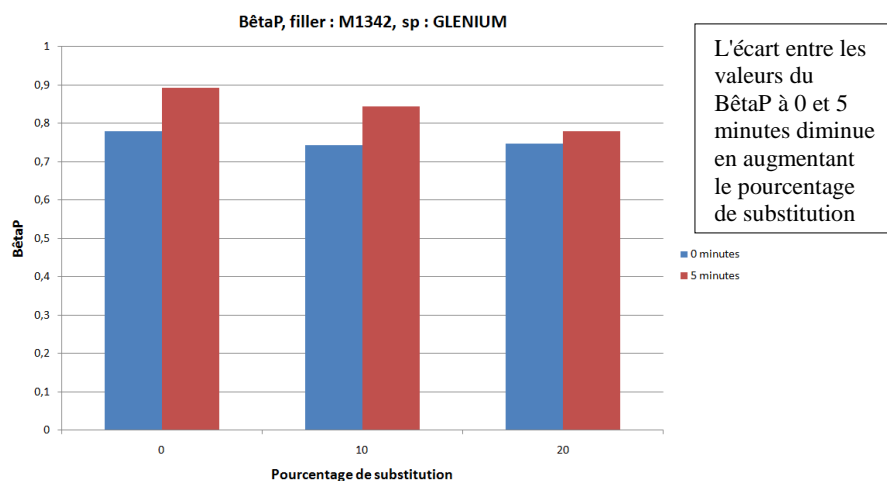


Figure 46 – Evolution du paramètre BêtaP au cours du temps : filler : M1342, sp : GLENIUM® 51

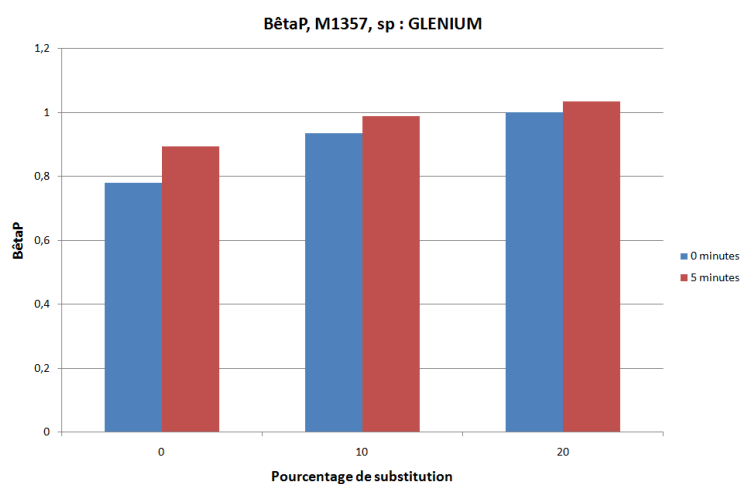


Figure 47 – Evolution du paramètre BêtaP au cours du temps : filler : M1357, sp : GLENIUM® 51

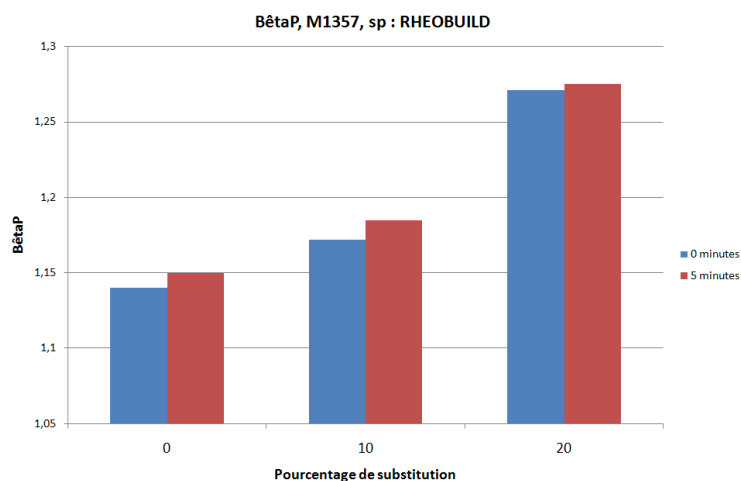


Figure 48 – Evolution du paramètre BêtaP au cours du temps : filler : M1357, sp : RHEOBUILD® 1100

6.3 Essais effectués au moyen du rhéomètre

6.3.1 Essais sur des pâtes de ciment modifiées

Une première série d'essais a tout d'abord été réalisée sur des coulis ne contenant pas de superplastifiant. Seul le taux de substitution du ciment par du filler a été modifié. Une fois les mesures effectuées, le traitement des données a consisté à caler la loi de Herschel-Bulkley sur le comportement observé durant les essais.

La première observation qui peut être réalisée est que malgré un étalement identique, les rhéogrammes sont différents. Ces derniers sont repris sur les figures ci-dessous (Figure 49 à Figure 51). Ces rhéogrammes sont non seulement différents mais ne comportent également pas forcément de points communs entre eux. Cela peut paraître paradoxal pour des coulis qui ont un étalement identique. Dans tous les cas, le comportement est rhéofluidifiant.

Dans le cas des fillers M1342 et M1348, on peut voir que la substitution de 30% de ciment par du filler déplace le rhéogramme vers le haut, ce qui n'est pas intéressant pour la composition d'un béton autoplaçant.

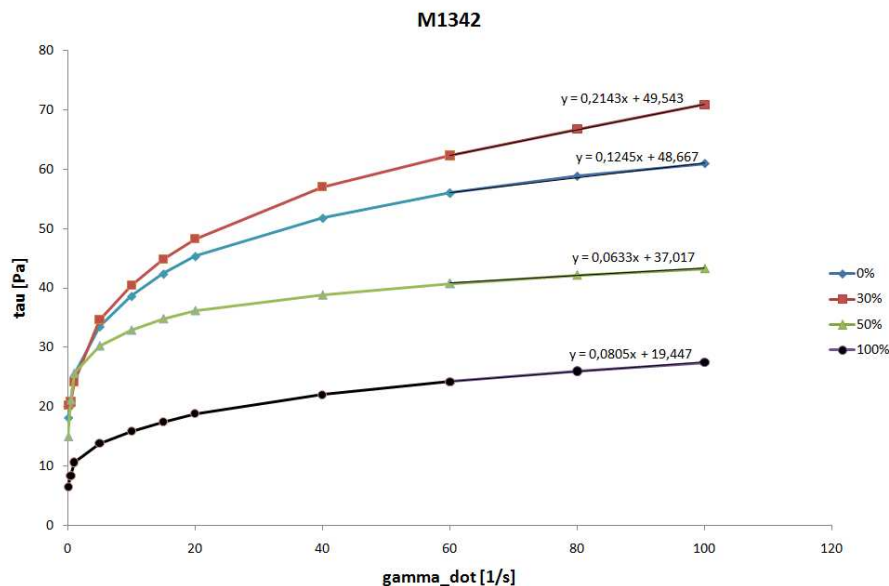


Figure 49 – Rhéogrammes obtenus pour le filler M1342

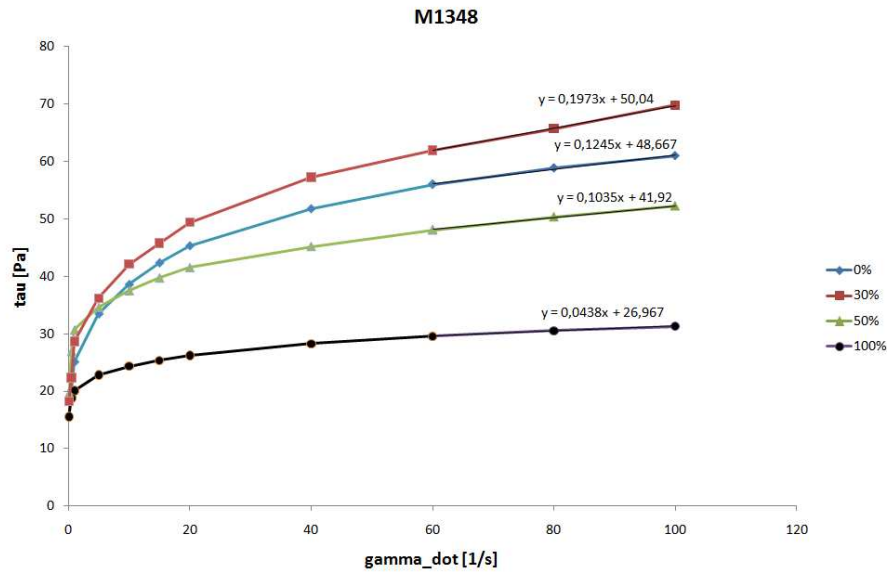


Figure 50 – Rhéogrammes obtenus pour le filler M1348

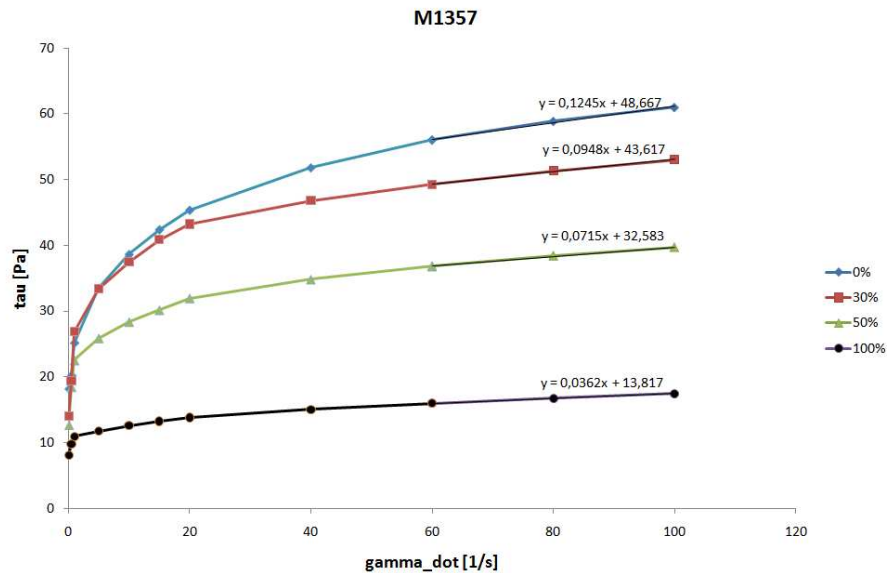


Figure 51 – Rhéogrammes obtenus pour le filler M1357

Les graphiques comparant les différents paramètres de la loi de comportement de Herschel-Bulkley sont repris en Annexe 5 (Figure 119 à Figure 121).

Dans le cas du filler M1357, les variables n et τ_0 varient proportionnellement l'une à l'autre. Cette tendance est également présente dans le cas des deux autres fillers mais est malgré tout moins marquée.

Pour chaque mélange, un échantillon de coulis a été prélevé et placé dans un tube transparent de manière à pouvoir déterminer si le mélange présentait de la ségrégation. En l'absence de superplastifiant, du ressuage a été observé uniquement dans le cas des mélanges contenant 100% de filler. Ce ressuage apparaissait peu après la mise en place du coulis dans le tube et s'amplifiait avec le temps. Néanmoins, les mélanges restaient homogènes durant la

mesure avec le rhéomètre étant donné le fait que l'échantillon était cisailé presque constamment. Les mesures ne sont donc pas affectées par ce ressuage.

Lorsqu'on s'intéresse à la formulation d'un béton autoplaçant, on cherche à obtenir un seuil de cisaillement le plus faible possible de manière à ce que le coulis se mette facilement en place. La Figure 52 compare l'évolution de la valeur du seuil pour les différents fillers. On remarque tout de suite l'optimisation de la valeur du seuil de cisaillement qu'apportent les mélanges constitués de 30 et 50% de filler M1357. Néanmoins, il convient de rappeler que le travail s'effectue à étalement constant. Le rapport E/P est plus important dans le cas du filler M1357 que dans le cas du filler M1348.

La Figure 52 permet également de mettre en évidence l'influence positive de la substitution du ciment par les fillers sur le seuil de cisaillement en l'absence de superplastifiant.

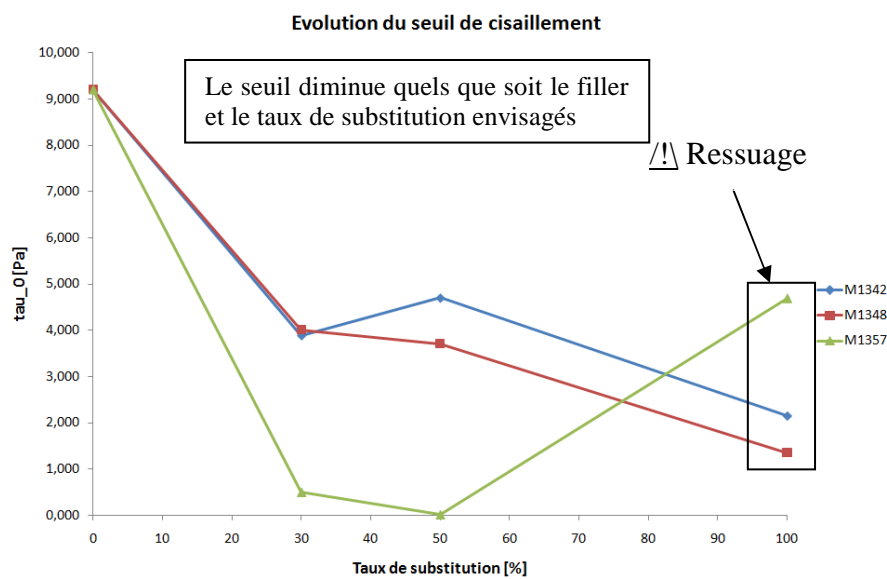


Figure 52 – Evolution du seuil de cisaillement (loi d'Herschel-Bulkley) pour les différents fillers

Comparons à présent les résultats obtenus lorsque la loi de Bingham est utilisée pour décrire le comportement rhéologique des coulis. Pour ce faire, la loi est calée à partir de la zone linéaire du graphique $\tau - \dot{\gamma}$, *i.e.* pour les taux de cisaillement élevés.

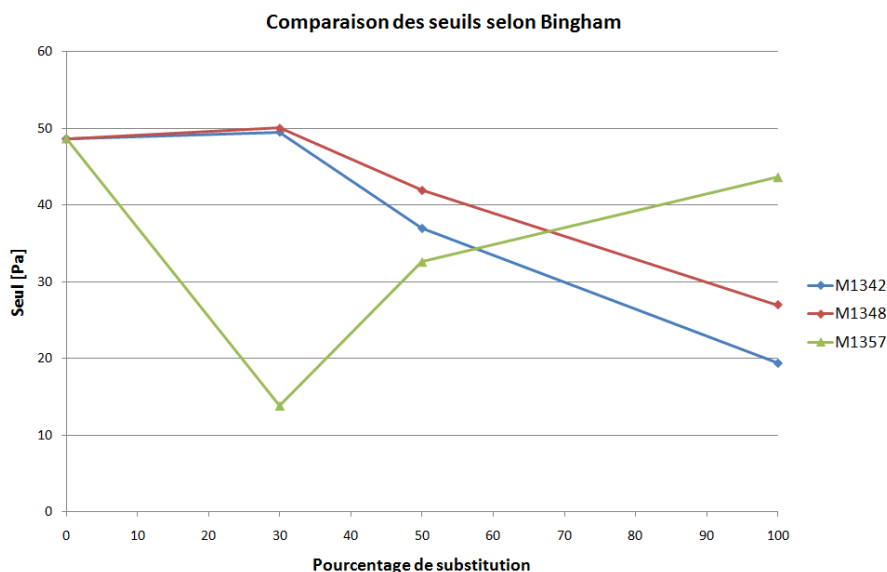


Figure 53 – Evolution du seuil selon la loi de Bingham pour des coulis sans adjuvant

On remarque que la tendance générale est que le seuil diminue à mesure qu'on augmente le taux de substitution (mis à part pour le filler M1357). Néanmoins, cette loi ne tenant pas compte des faibles taux de cisaillement, on n'a pas le même type de comportement que celui obtenu avec le modèle d'Herschel-Bulkley, plus fidèle à la réalité. Il convient donc de prendre garde aux données fournies dans la littérature et à s'assurer qu'on compare toujours des seuils obtenus avec des lois de comportement identiques.

6.3.2 Influence de la présence de superplastifiant sur le comportement des coulis

6.3.2.1 Influence du GLENIUM® 51

Les rhéogrammes obtenus sont repris ci-dessous (Figure 54 à Figure 56)¹¹. On remarque que dans le cas d'un coulis cimentaire pur, le comportement est du type rhéoépaississant (des explications seront fournies au §8.1). On peut y apprécier les effets bénéfiques que produit l'introduction de fillers calcaires. Dans le cas du filler M1342 (Figure 54), on remarque que le comportement est de moins en moins rhéoépaississant. Cette tendance se confirme dans le cas du filler M1348 (Figure 55). Dans le cas 100% M1348, la pente devient très faible et on pourrait craindre qu'il y ait glissement du coulis le long de la paroi du cylindre extérieur. En ce qui concerne le filler M1357 (Figure 56), on remarque que celui-ci influence fortement et de manière positive le comportement du rhéogramme. Prenons l'exemple du coulis constitué de 30% de filler M1357 : il s'agit là d'un mélange fort intéressant d'un point de vue rhéologique puisque l'addition de 30% de ce filler permet de faire disparaître la zone de glissement ainsi que celle de localisation présentes dans le cas 100% ciment (pour plus de détails sur ces comportements, voir §8.1, p74 où une analyse détaillée du comportement rhéoépaississant est effectuée).

¹¹ L'essai pour un coulis contenant 100% de filler M1342 n'a pas pu être effectué car il n'a pas été possible d'atteindre l'étalement de référence : on passe d'un état impossible à malaxer à un état totalement fluide en rajoutant seulement quelques gouttes d'eau.

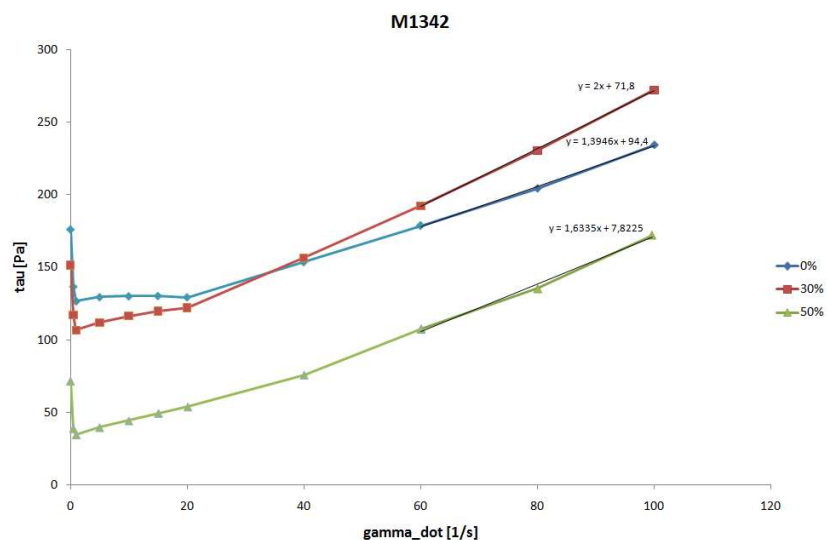


Figure 54 – Rhéogrammes obtenus pour le filler M1342 et 0,5% de GLENIUM® 51

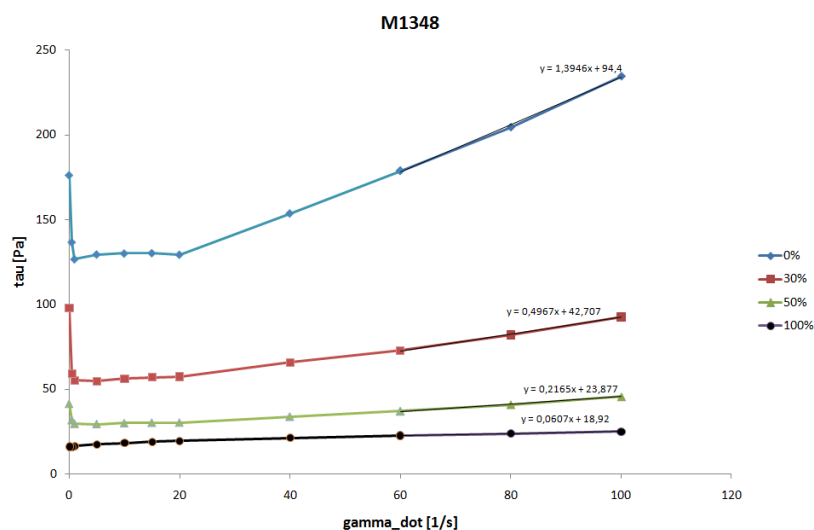


Figure 55 – Rhéogrammes obtenus pour le filler M1348 et 0,5% de GLENIUM® 51

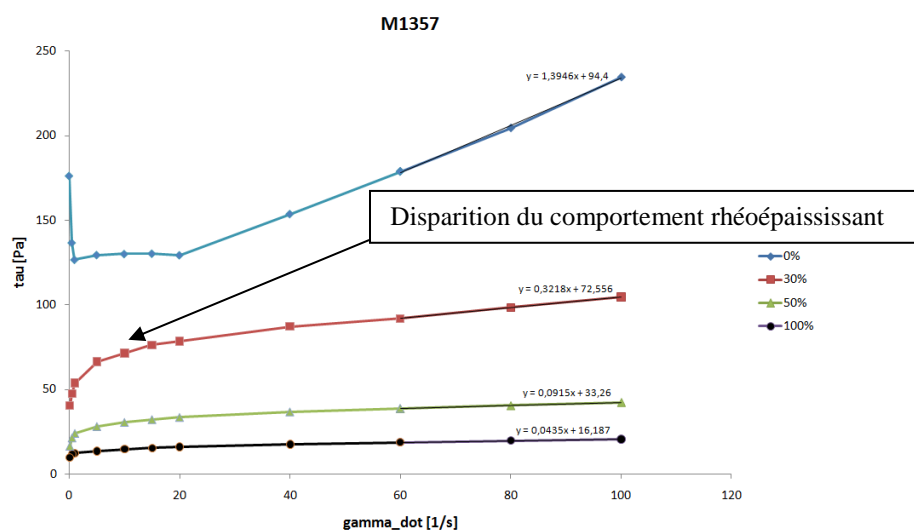


Figure 56 – Rhéogrammes obtenus pour le filler M1357 et 0,5% de GLENIUM® 51

L'évolution des paramètres rhéologiques dans le cas du filler M1357 est présentée sur le graphique de la Figure 57. Le trait horizontal à $n = 1$ permet de dissocier les comportements rhéofluidifiants (dont les valeurs de n se situent en-dessous du trait) des comportements rhéoépaississants (dont les valeurs de n se situent au-dessus du trait). Les graphiques montrant l'évolution des paramètres rhéologiques pour les autres fillers sont repris en Annexe 5.

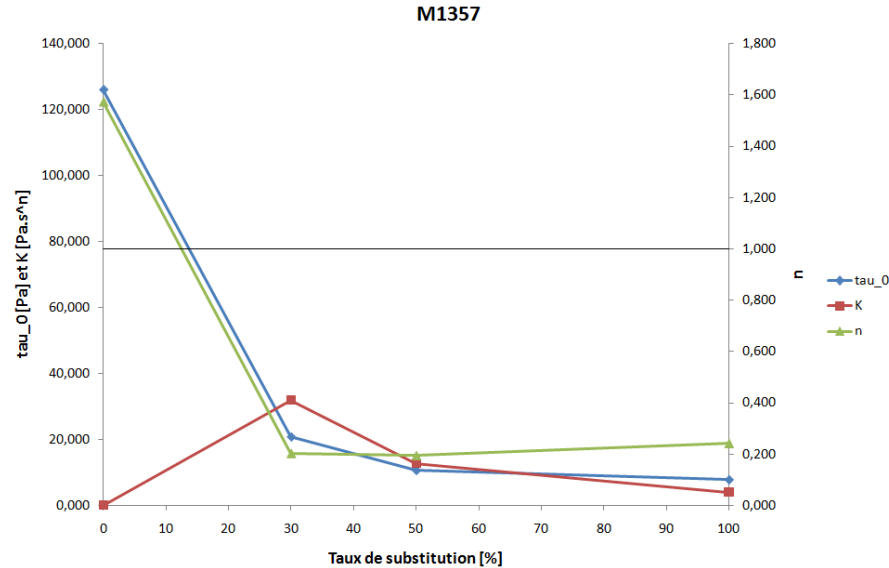


Figure 57 – Evolution des paramètres de la loi de Herschel-Bulkley pour le filler M1357 et 0,5% de GLENIUM® 51

A l'instar de ce qui a été souligné dans le cas sans superplastifiant, on peut remarquer que dans le cas du filler M1357, l'évolution des paramètres τ_0 et n se fait de manière très similaire, à des échelles différentes.

On a vu au §2.4 qu'une étude réalisée par Nehdi [10] avait mis en évidence l'augmentation de viscosité des pâtes contenant du superplastifiant polyacrylate en présence de fillers contenant un certain pourcentage de MgO ainsi qu'une rapide perte de maniabilité. On n'observe pas un tel comportement dans le cas du filler M1357, malgré le pourcentage non négligeable de dolomie qu'il contient. On peut donc en déduire que la présence de MgO n'a pas de conséquence néfaste ni sur la viscosité, ni sur le comportement temporel des coulis.

Une autre remarque importante est que la gamme des valeurs de paramètres rhéologiques n'est pas du tout la même que dans le cas des mélanges ne contenant pas de superplastifiant. Prenons l'exemple du filler M1357 (Tableau 6) :

Tableau 6 – Comparaison des paramètres rhéologiques avec et sans GLENIUM® 51 pour un coulis cimentaire

Pourcentage de substitution		0	30	50	100
τ_0 [Pa]	Sans superplastifiant	9,21	0,50	0,01	4,69
	Avec 0,5% de GLENIUM® 51	125,97	20,82	10,67	7,83
K [Pa · s ⁿ]	Sans superplastifiant	15,57	26,27	21,24	5,49
	Avec 0,5% de GLENIUM® 51	0,08	31,87	12,76	4,06
n	Sans superplastifiant	0,27	0,15	0,14	0,18
	Avec 0,5% de GLENIUM® 51	1,57	0,20	0,19	0,24

Ces différences peuvent être expliquées par le rôle d'agent de viscosité que joue le GLENIUM® 51 sur le coulis cimentaire. En effet, si l'étalement initial du coulis est bien de

220mm, la rapide perte de maniabilité modifie de manière importante les paramètres rhéologiques du coulis. Néanmoins, cette diminution de maniabilité est beaucoup moins marquée dans le cas de coulis contenant exclusivement du filler. Cela se traduit par une moins forte variation des paramètres rhéologiques. Une discussion de ce comportement sera présentée par la suite (§8.2).

La Figure 58 représente l'évolution du seuil de cisaillement en fonction du filler utilisé. De même que ce qui avait été remarqué dans le cas sans superplastifiant, le filler M1357 présente le seuil le plus faible pour les taux de substitution 30 et 50%.

A l'instar de ce qui a été observé pour des coulis ne contenant pas de superplastifiant, la substitution du ciment par des fillers calcaires permet de diminuer le seuil de cisaillement quel que soit le filler envisagé.

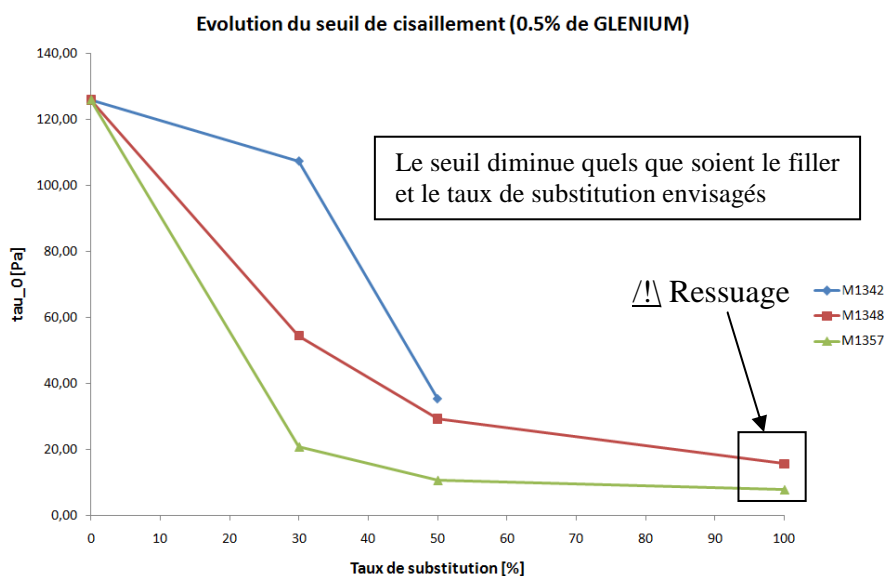


Figure 58 – Evolution du seuil de cisaillement pour les différents fillers (0.5% de GLENIUM® 51)¹²

6.3.2.2 Influence du RHEOBUILD® 1100

Les essais d'étalement ont également été réalisés avec le RHEOBUILD® 1100. Cette fois, la maniabilité reste plus stable dans le temps que dans le cas du GLENIUM® 51. On a alors pu monter jusqu'à des taux de superplastifiant de 2% par rapport à la masse de poudre. Analysons tout d'abord l'influence sur le rapport E/P du superplastifiant pour un étalement de 220mm. Pour ce faire, les graphiques suivants (Figure 59 à Figure 61) mettent en évidence la réduction du rapport E/P nécessaire pour atteindre un étalement de 220mm.

Seul le cas de coulis constitués exclusivement de filler M1342 n'a pas pu être testé. Ce dernier présentait un étalement très important et en diminuant progressivement la quantité d'eau, on obtenait un mélange impossible à malaxer (les pales du mixeur restaient immobiles). Entre ces deux états, il était impossible de trouver une quantité d'eau permettant d'avoir un étalement de 220mm.

¹² Ibid. 11.

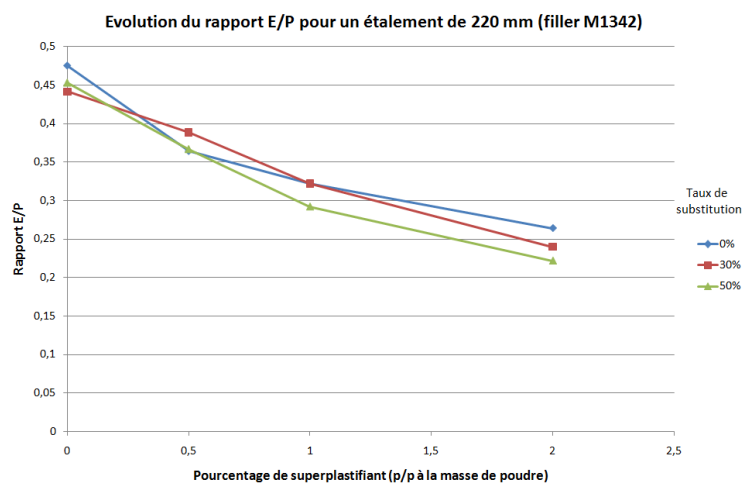


Figure 59 – Evolution du rapport E/P pour un étalement de 220mm en fonction du pourcentage de RHEOBUILD (M1342)

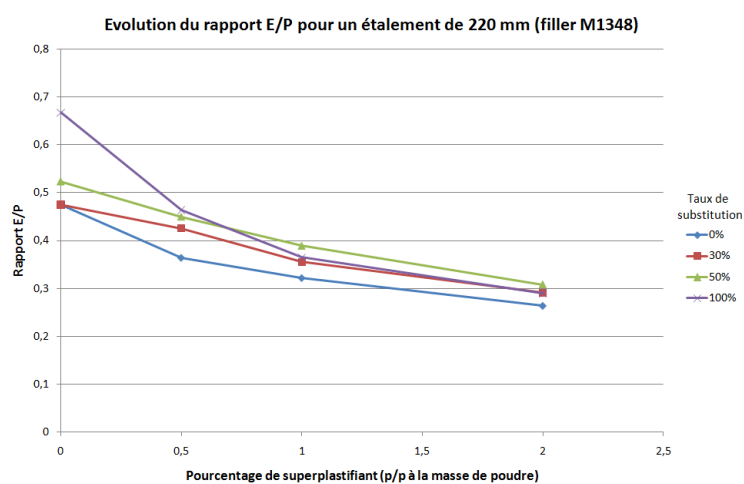


Figure 60 – Evolution du rapport E/P pour un étalement de 220mm en fonction du pourcentage de RHEOBUILD (M1348)

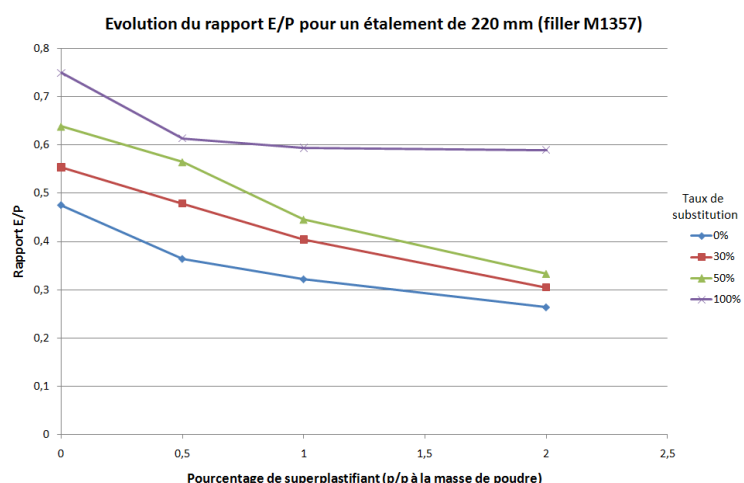


Figure 61 – Evolution du rapport E/P pour un étalement de 220mm en fonction du pourcentage de RHEOBUILD (M1357)

Les figures suivantes (Figure 62 à Figure 64) représentent les rhéogrammes obtenus avec 0,5% de RHEOBUILD® 1100. Le comportement est cette fois intermédiaire entre le comportement obtenu sans superplastifiant et avec du GLENIUM® 51 : il est à la fois

rhéofluidifiant (comme les coulis sans superplastifiant) et présente dans certains cas un phénomène de localisation (à l'instar de ce qui a été observé dans le cas du GLENIUM[®] 51). Notons au passage l'étroite similitude entre les courbes dans les cas 30 et 50% de filler M1342.

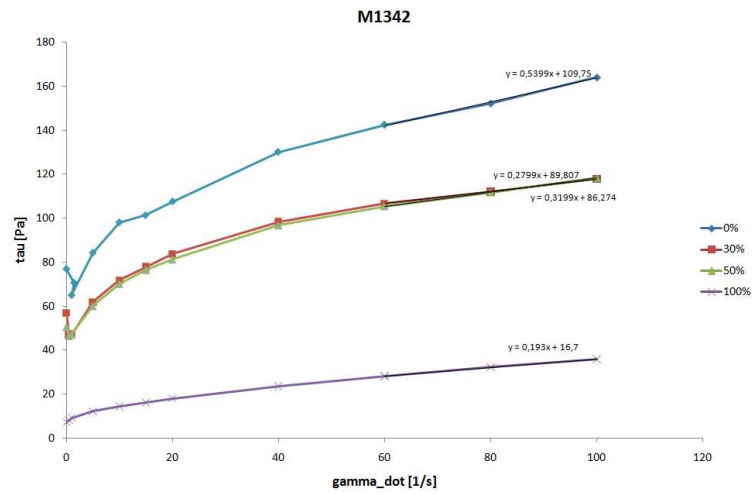


Figure 62 – Rhéogrammes obtenus pour le filler M1342 et 0,5% de RHEOBUILD[®] 1100

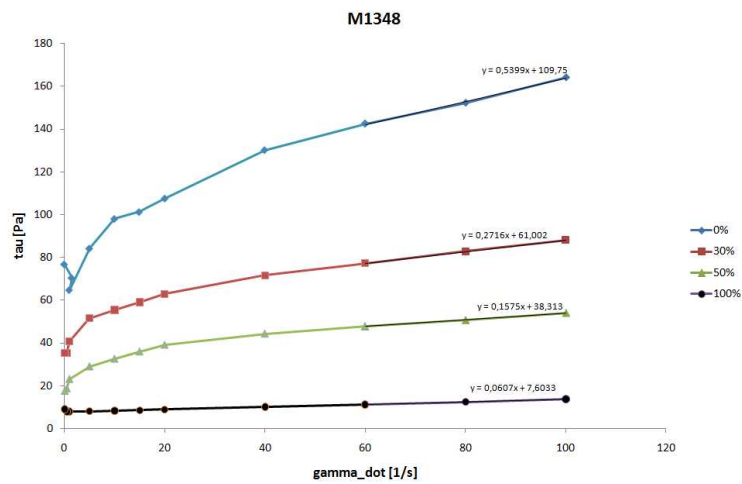


Figure 63 – Rhéogrammes obtenus pour le filler M1348 et 0,5% de RHEOBUILD[®] 1100

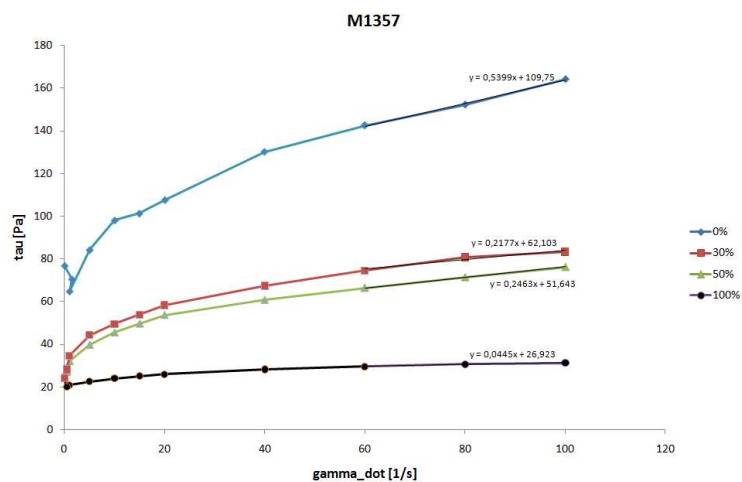


Figure 64 – Rhéogrammes obtenus pour le filler M1357 et 0,5% de RHEOBUILD[®] 1100

L'évolution du seuil de cisaillement selon la loi de Herschel-Bulkley est reprise ci-dessous. Contrairement aux cas sans superplastifiant et avec GLENIUM[®] 51, le seuil de cisaillement pour un taux de substitution de 50% est minimum dans le cas du filler M1348.

A l'instar de ce qui a été mis en évidence dans le cas du GLENIUM[®] 51, la substitution d'une partie du ciment par du filler permet de diminuer le seuil de cisaillement quel que soit le filler envisagé.

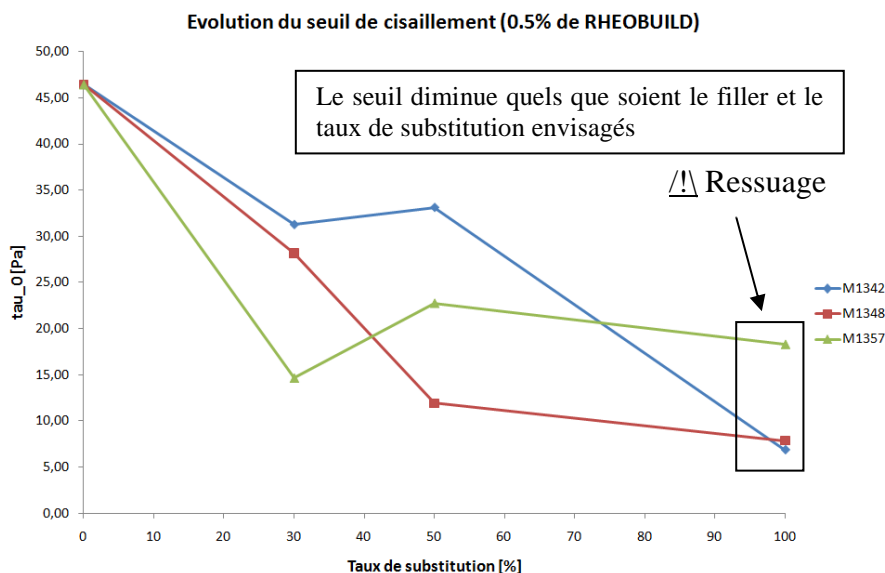


Figure 65 – Evolution du seuil de cisaillement pour les différents fillers (0,5% de RHEOBUILD[®] 1100)

6.4 Essais mécaniques

Des essais mécaniques ont été effectués sur quelques mélanges pour comparer les résistances avec le seuil de cisaillement. En effet, on recherche des seuils faibles dans les bétons autoplaçants mais il faut veiller à conserver une résistance à la compression suffisante. Les résultats complets des essais mécaniques sont repris en Annexe 6.

La Figure 66 met en évidence la résistance en compression de différents mélanges sans adjuvant. On remarque assez logiquement que la résistance à la compression diminue lorsqu'on substitue une partie du ciment par des fillers calcaires. On constate également que le filler M1342 permet d'améliorer assez fortement le rhéogramme par rapport à un mélange contenant uniquement du ciment tout en conservant une résistance à la compression maximum par rapport aux cas des autres fillers. Cette résistance est divisée par deux par rapport au mortier de référence (100% ciment sans superplastifiant).

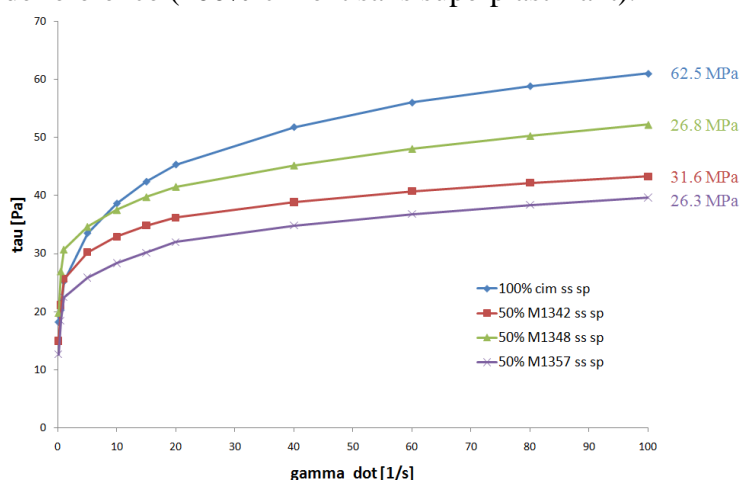


Figure 66 – Evolution de la résistance à la compression en fonction des mélanges envisagés (sans superplastifiant)

L'objectif premier des essais mécaniques visait à montrer que si le filler M1357 s'avérait très intéressant d'un point de vue rhéologique (influence assez positive sur le comportement des coulis), cela se réalisait en augmentant fortement le rapport E/P pour atteindre l'étalement de 220mm. On pouvait alors supposer que de fortes répercussions allaient être constatées sur la résistance à la compression des mortiers. Prenons l'exemple de deux mélanges suivants (Tableau 7) :

Tableau 7 – Comparaison des mélanges contenant du filler M1342 et M1357 en l'absence de superplastifiant

	50% M1342	50% M1357
Rapport E/P	0,45	0,64
Résistance à la compression [MPa]	31,6	26,3

On peut remarquer sur le tableau ci-dessus que la résistance à la compression est plus faible dans le cas d'un mélange constitué de filler M1357 (environ 5 MPa de moins) mais cette chute est relativement limitée par rapport à l'augmentation significative du rapport E/P. Ce rapport élevé dans le cas du filler M1357 semble donc ne pas avoir un effet aussi défavorable qu'escompté sur la résistance. On pourrait expliquer ce phénomène en imaginant qu'une partie de l'eau est pompée entre les feuillets d'argiles avant la phase d'hydratation des grains de ciment. De ce fait, elle ne participe pas à l'augmentation de porosité dans la pâte cimentaire comme c'est le cas lorsqu'on augmente le rapport E/C dans des coulis sans addition.

Les mélanges constitués de 30 et 50% de fillers calcaires M1342 avec 0,5% de RHEOBUILD® 1100 ont des rhéogrammes très similaires. La Figure 67 montre que leur résistance mécanique est différente et il est donc préférable d'avoir recours à un mélange constitué de 30% de M1342. On remarque également sur cette figure qu'un mélange constitué de 50% de filler M1348 a un rhéogramme plus intéressant qu'un mélange constitué de 50% de filler M1342 et une résistance comparable. On peut donc en conclure qu'en présence de RHEOBUILD® 1100, le filler M1348 est plus intéressant que le M1342.

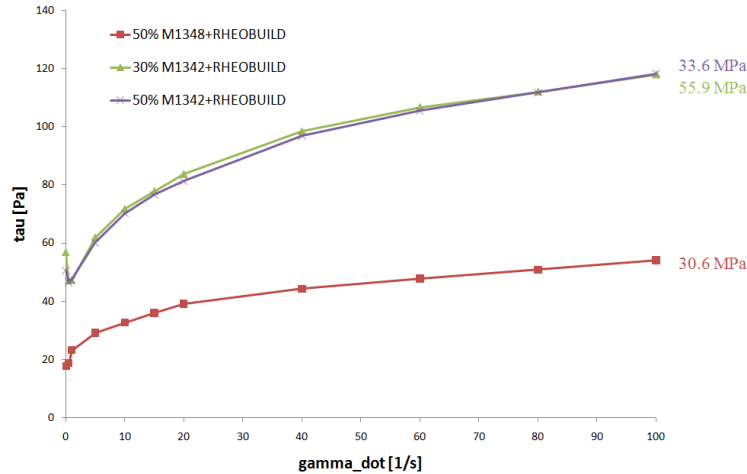


Figure 67 – Evolution de la résistance à la compression en fonction des mélanges envisagés (avec RHEOBUILD)

La Figure 68 montre l'évolution de la résistance en compression avec le seuil de cisaillement. Les mélanges encadrés sur la figure sont ceux qui permettent de réduire le coût et la chaleur d'hydratation des mélanges, tout en conservant un seuil de cisaillement relativement faible (inférieur ou légèrement supérieur à celui du coulis cimentaire pur). Les autres mélanges ont un seuil beaucoup plus élevé et une résistance plus faible que le mélange de référence et ne sont donc pas très intéressants dans le cadre de l'application de bétons autoplaçants. Il s'agit de pâtes constituées de filler M1342 adjuvantées en superplastifiant. On a en effet remarqué plus haut (§6.3.2.1) que ce filler ne diminue pas de manière importante le seuil de cisaillement en présence de superplastifiant lorsqu'on travaille à étalement constant.

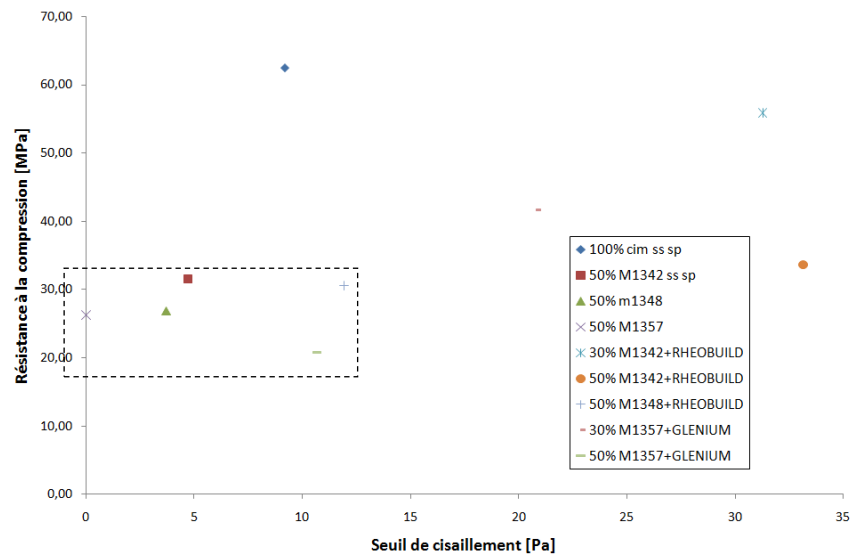


Figure 68 – Evolution de la résistance en compression avec le seuil de cisaillement

6.5 Essais au cône de Marsh

Quelques essais ont été réalisés dans le but de comparer les résultats obtenus en se basant sur les formules analytiques et les résultats obtenus en laboratoire. Le premier essai a été réalisé sur de l'eau dont les caractéristiques (à 20°C) sont reprises dans le Tableau 8.

Tableau 8 – Paramètre rhéologiques de l'eau (20°C) selon la loi d'Herschel-Bulkley

	Valeur	Unité
τ_0	0	[Pa]
K	10^{-3}	[Pa · s ⁿ]
n	1	—

Des essais ont également été effectués sur des coulis composés de ciment et d'autres composés de filler.

La quantité d'eau a été déterminée de manière à obtenir un étalement de 220mm au cône Vicat. Le Tableau 9 permet de comparer certains de ces résultats.

On observe tout d'abord que les temps relatifs à l'eau et au coulis constitué de filler M1357 sont assez proches quelle que soit la méthode utilisée¹³. Ce n'est plus le cas en ce qui concerne le ciment. Pour comprendre cette différence de résultat, il faut considérer le protocole suivi pour les essais en laboratoire. En effet, comme on a pu le mettre en évidence lors des essais au rhéomètre, les coulis cimentaires ont des propriétés variables au cours du temps et sont tributaires du mode de malaxage. L'essai sur le ciment a été effectué après un quart d'heure, ce qui correspond environ au temps à partir duquel les mesures rhéologiques s'effectuaient sur les coulis (compte tenu des phases précédant l'étape permettant la détermination des paramètres rhéologiques). Entre-temps, le mélange est placé dans un malaxeur et cisailé en permanence pour tenter de reproduire l'histoire du coulis dans le rhéomètre.

Au vu des résultats obtenus pour un coulis cimentaire, il semble que des floccs se soient formés et l'absence de phase de précisaillement du coulis, ne permettant pas de les casser. Il en résulte donc une augmentation du temps d'écoulement en laboratoire par rapport à ce que la théorie prédit. On peut supposer que si le coulis avait été mélangé à l'aide d'un mixeur et qu'il avait subi une histoire identique au coulis étudié, on aurait obtenu des valeurs proches de celles prédites par la méthode analytique.

Tableau 9 – Comparaison des temps d'écoulement obtenus pour méthode analytique et en laboratoire

	Temps analytique ¹⁴ [s]	Temps en laboratoire [s]
Eau	4,7	4,2
Filler M1357	5,06	5,4
Ciment	52,65	69,5

A l'instar de ce qui a été souligné dans le cas de l'étalement au cône Vicat, on peut ici souligner le fait que bien qu'il soit envisageable de prédire le temps d'écoulement au cône de Vicat à partir des caractéristiques rhéologiques, l'inverse est impossible (la relation n'est pas

¹³ L'écart entre la valeur analytique et le temps en laboratoire est de l'ordre de grandeur du temps de réaction de l'opérateur.

¹⁴ Déterminé sur base des paramètres de comportement d'Herschel-Bulkley.

biunivoque). L'essai au cône de Marsh ne permet pas d'apporter d'informations supplémentaires par rapport aux résultats fournis par le rhéomètre. Il a néanmoins pour avantage d'être rapide, facilement transportable et nécessite du matériel peu coûteux, contrairement au rhéomètre qui, malgré sa précision et la grande quantité d'informations qu'il fournit est très coûteux, encombrant et a un rendement moins important (environ deux essais par heure pour un protocole de base). Il permet en outre de comparer facilement plusieurs coulis entre eux en n'ayant qu'un seul paramètre variable.

En conclusion, seuls quelques essais au cône de Marsh ont été effectués mais il n'aurait pas été très pertinent d'en réaliser davantage puisqu'il est théoriquement possible de déterminer le temps d'écoulement au cône à partir des caractéristiques rhéologiques.

6.6 Aiguille Vicat

Examinons à présent l'impact des superplastifiants sur les temps de prise des pâtes de ciment contenant du filler. Les essais ont été réalisés à l'état de pâte lisse. De cette manière, tous les vides entre particules sont remplis d'eau et les différents mélanges se trouvent dans un état rhéologique identique (état de dilatance, cf. §3.2.1).

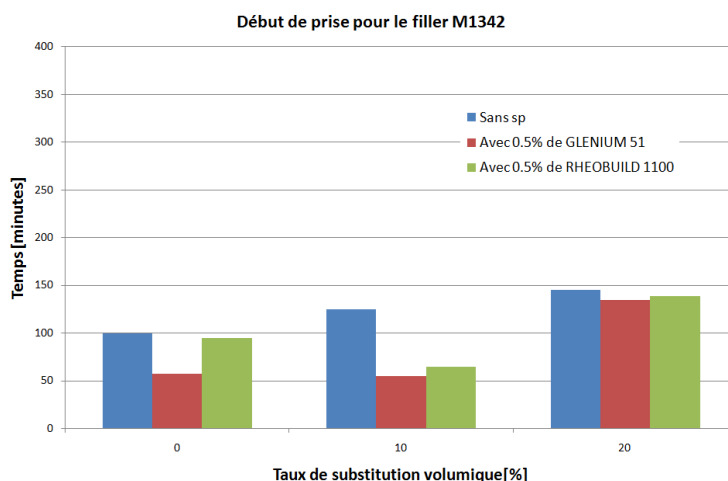


Figure 69 – Comparaison des temps de début de prise pour le filler M1342

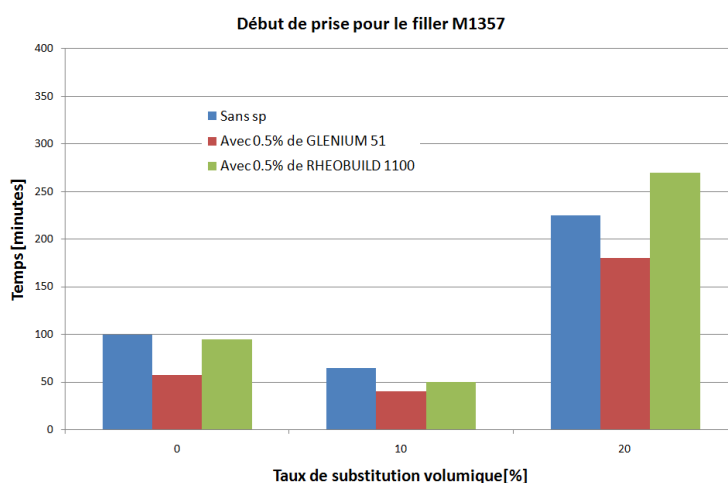


Figure 70 – Comparaison des temps de début de prise pour le filler M1357

On constate (Figure 69 et Figure 70) que dans les temps de prise des mélanges sans superplastifiant et avec le fluidifiant RHEOBUILD[®] 1100 sont très proches. Au contraire, le temps de début de prise des mélanges contenant du GLENIUM[®] 51 est inférieur. L'explication de cette observation sera détaillée plus loin (§8.2).

En ce qui concerne les temps de fin de prise (Figure 71 et Figure 72), on peut observer le phénomène inverse. En effet, si les temps de fin de prise restent comparables pour les mélanges sans superplastifiant et ceux contenant du RHEOBUILD[®] 1100, les mélanges adjuvantés en GLENIUM[®] 51 ont un temps de fin de prise plus élevé.

On peut également souligner que, de manière générale, plus le taux de substitution augmente, plus les temps de prise se prolongent. Cette observation peut être expliquée par le fait que plus le taux de substitution augmente, moins il y a d'éléments réactifs au sein du mélange. Or, la réaction du ciment avec l'eau étant exothermique, elle a tendance à s'accélérer. Ce phénomène est donc diminué si on remplace une partie du ciment par du filler.

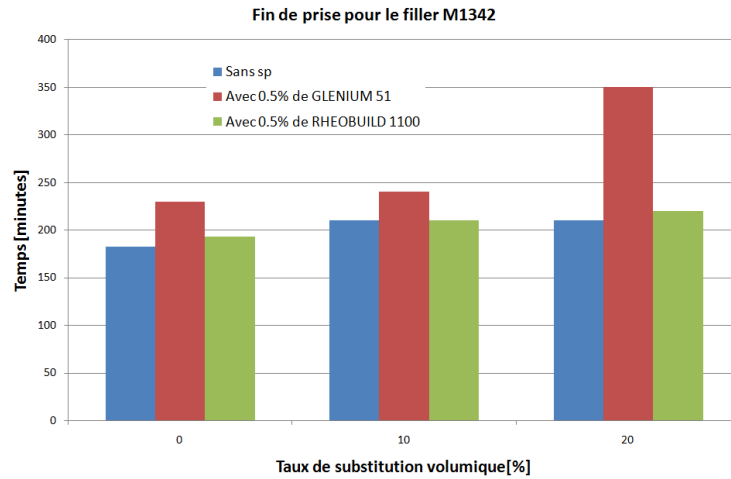


Figure 71 – Comparaison des temps de fin de prise pour le filler M1342

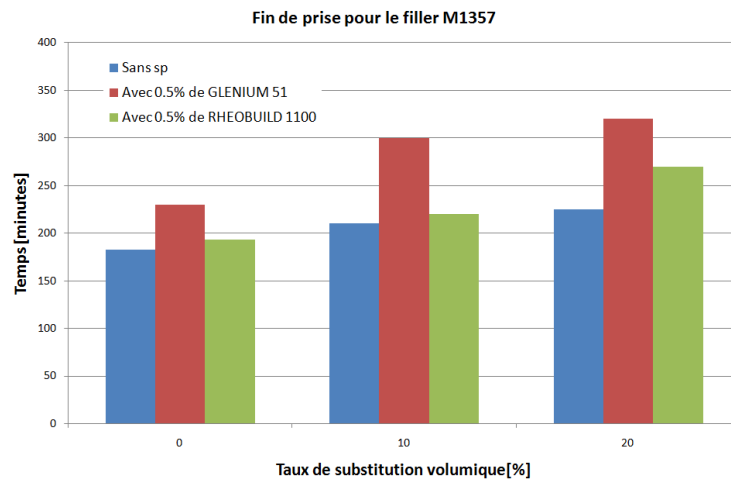


Figure 72 – Comparaison des temps de fin de prise pour le filler M1357

PARTIE III : COMMENTAIRES SUR LES RÉSULTATS

La partie précédente avait pour but de présenter un certain nombre de résultats obtenus au cours des essais réalisés. Certaines observations ont déjà été commentées et les paragraphes qui vont suivre ont pour objectif de comparer les différents résultats entre eux et de pousser un peu plus loin la réflexion à propos de certains comportements étranges observés lors des essais, comme la perte de maniabilité dans le temps des coulis en présence de superplastifiant.

7 Comparaison de l'efficacité des superplastifiants

7.1 Mise en évidence au moyen de l'essai de pâte lisse

On peut constater ci-dessous que quel que soit le taux de substitution ou le filler calcaire envisagé, le GLENIUM® 51 s'avère toujours plus efficace que le RHEOBUILD® 1100 (Figure 73 et Figure 74). Cette tendance est en accord avec ce qui est généralement avancé, à savoir que les superplastifiants de dernière génération sont plus efficaces que leurs prédécesseurs car leur mode d'action principal est par effet stérique plutôt que par effet électrostatique. Le graphique concernant le filler M1348 est repris en Annexe 3 car le comportement est comparable à celui observable dans le cas du filler M1342.

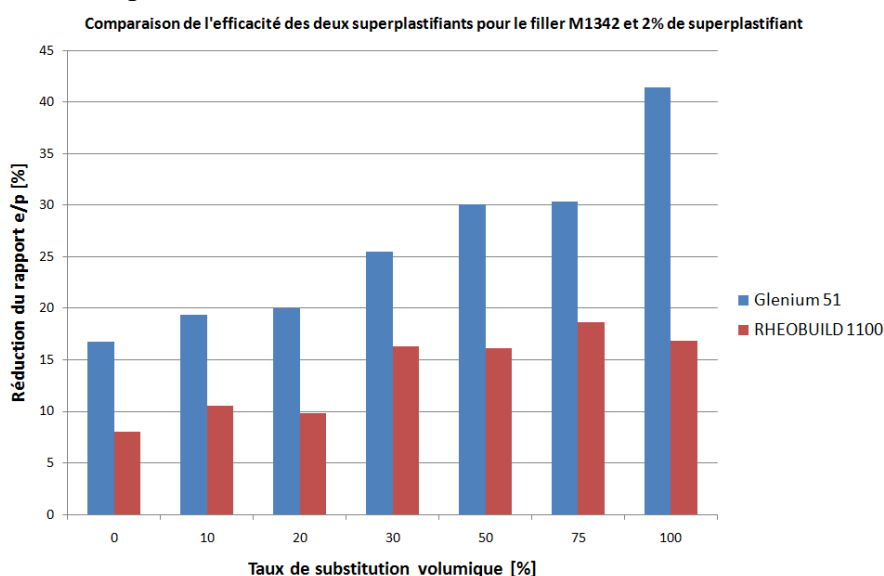


Figure 73 – Comparaison du gain en pourcents sur la demande en eau pour un pourcentage de superplastifiant de 2% (masse de poudre) par rapport à un mélange sans superplastifiant, filler M1342

On peut également souligner le fait que si le GLENIUM® 51 permet de réduire de manière très importante (41%) la demande en eau dans le cas d'un mélange constitué uniquement de filler M1342, il s'avère moins efficace dans le cas du filler M1357 qui, pour rappel, contient une certaine quantité d'argile. L'ajout de superplastifiant dans le cas d'un mélange comportant du filler M1357 permet de réduire la quantité d'eau nécessaire pour atteindre l'état de pâte lisse mais l'efficacité du superplastifiant reste néanmoins relativement limitée (Figure 74). L'action d'un superplastifiant par effet stérique semble donc moins performante en présence d'argile.

Au §6.1.2, on a également souligné le fait que dans le cas du filler contenant de l'argile active (M1357), l'action des superplastifiants était relativement limitée. On peut expliquer ce phénomène par le fait que l'argile ayant une très grande surface spécifique interne (feuillet), elle va avoir tendance à adsorber une partie du superplastifiant qui ne pourra pas jouer son rôle de fluidifiant puisqu'il ne se trouve pas en surface des grains de fillers.

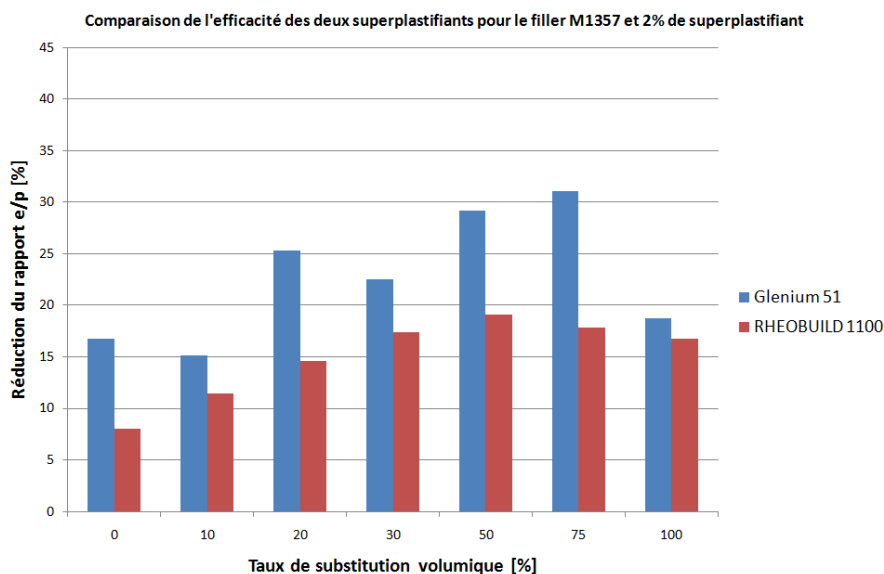


Figure 74 – Comparaison du gain en pourcents sur la demande en eau pour un pourcentage de superplastifiant de 2% (masse de poudre) par rapport à un mélange sans superplastifiant, filler M1357

La grande efficacité du GLENIUM[®] 51 sur le filler M1342 permet d'expliquer pourquoi il a été impossible d'atteindre un étalement de 220mm lors des essais au rhéomètre pour un coulis constitué de 100% de ce filler (§6.3.2) : le superplastifiant permet d'atteindre un étalement très important avec très peu d'eau et dès qu'on diminue légèrement la quantité d'eau pour essayer de réduire l'étalement, le coulis devient impossible à mélanger car des boulettes de filler sec se forment et bloquent les hélices du mixeur. L'augmentation d'efficacité du GLENIUM[®] 51 sur un mélange constitué de filler M1342 est mise en évidence à la Figure 75.

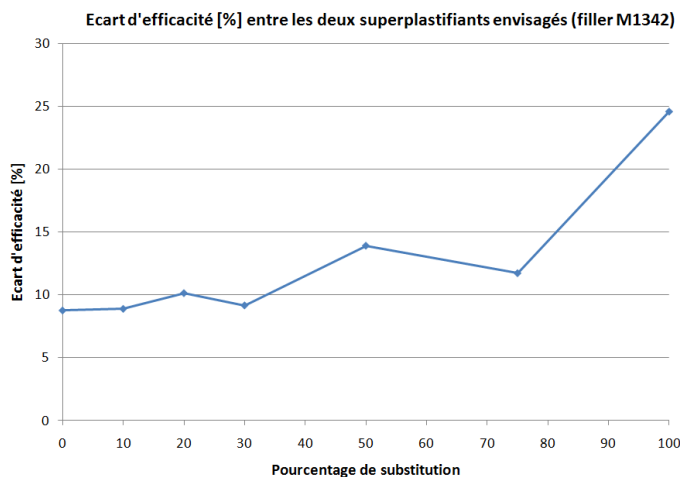


Figure 75 – Ecart d'efficacité entre les deux superplastifiants envisagés (filler M1342)

7.2 Mise en évidence au moyen de l'essai BêtaP

Les figures ci-dessous (Figure 77 et Figure 78) comparent les effets des superplastifiants sur les valeurs du BêtaP. On remarque que le GLENIUM® 51 diminue d'une façon appréciable la valeur du BêtaP quel que soit le filler considéré. Cela signifie qu'il faut moins d'eau pour permettre le mouvement des particules. Ceci est logique puisque les superplastifiants sont reconnus pour diminuer l'eau nécessaire pour obtenir une maniabilité donnée. Quant au RHEOBUILD® 1100, son effet sur le BêtaP est moins marqué, en particulier pour les mélanges contenant exclusivement du ciment (taux de substitution nul). Dans le cas du filler M1342, il semblerait que la substitution d'une partie du ciment par du filler a un effet bénéfique sur le comportement rhéologique des coulis adjuvantés en superplastifiant. On peut faire l'observation inverse dans le cas du filler M1357.

En ce qui concerne l'impact des superplastifiants sur la valeur de la pente de l'essai, on remarque (Figure 79 et Figure 80) que, de manière générale, celle-ci a tendance à diminuer lorsqu'on ajoute du superplastifiant. L'étalement du mélange devient donc plus sensible à l'ajout d'eau. Dans le cas de coulis cimentaires purs, il semblerait que le RHEOBUILD® 1100 ait principalement un impact sur la valeur de la pente tandis que le GLENIUM® 51 joue à la fois sur la valeur du BêtaP mais aussi sur la pente. Cela signifie, dans le cas du RHEOBUILD® 1100, que l'action du superplastifiant se marque d'autant plus lorsqu'on s'intéresse à des étalements importants (plus R est grand, plus le rapport e/p est diminué par rapport à sa valeur initiale). Ces effets sont représentés sur la Figure 76.

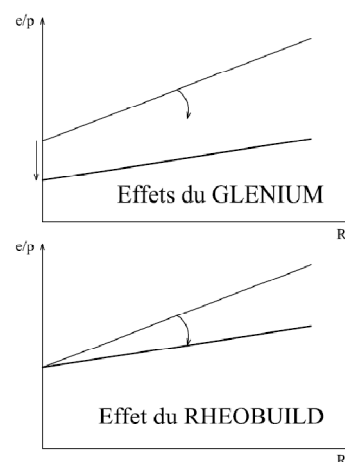


Figure 76 – Effets des superplastifiants sur les coulis cimentaires purs (taux de substitution nul)

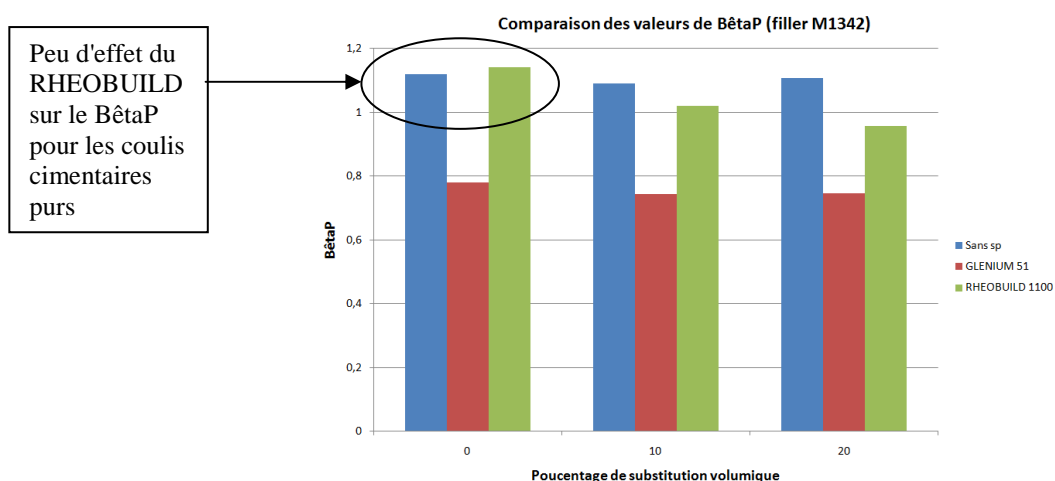


Figure 77 – Comparaison des valeurs de BêtaP pour le filler M1342 pour les différents superplastifiants

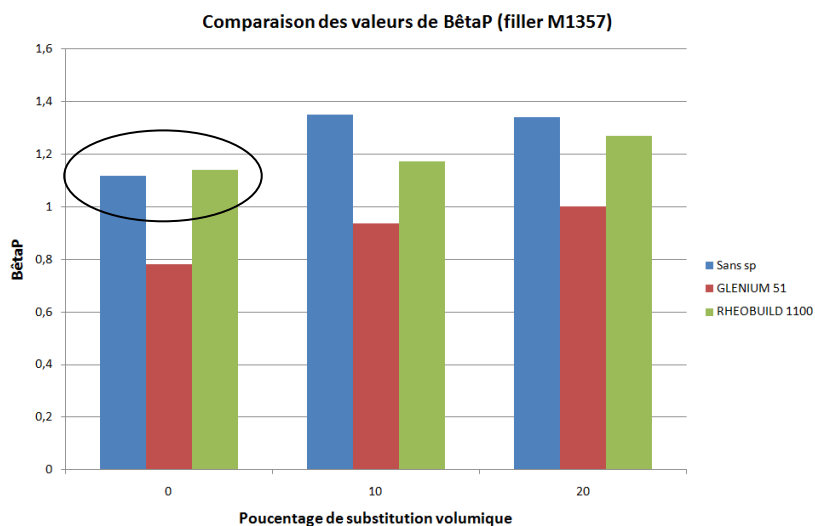


Figure 78 – Comparaison des valeurs de BêtaP pour le filler M1357 pour les différents superplastifiants

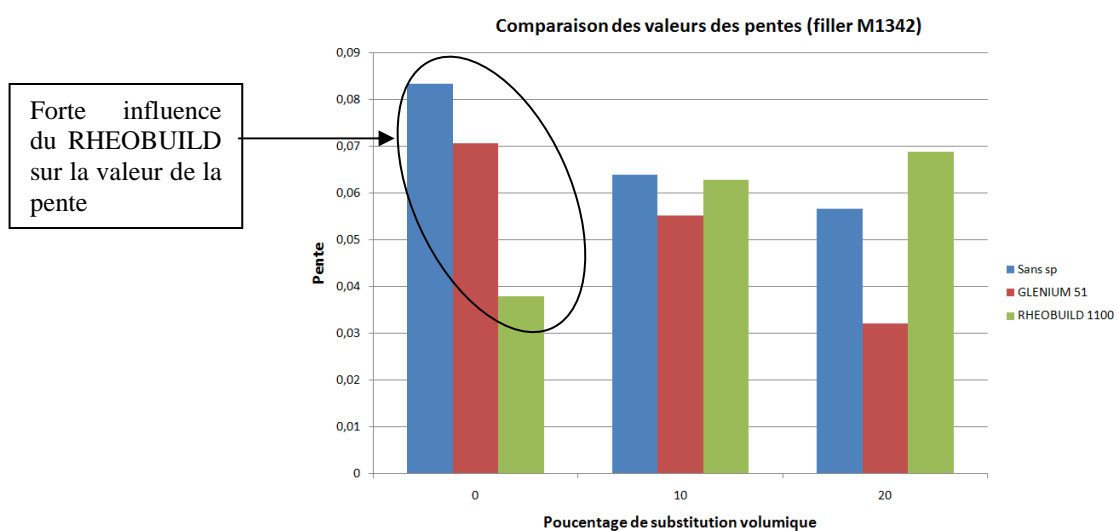


Figure 79 – Comparaison des valeurs des pentes pour le filler M1342 pour les différents superplastifiants

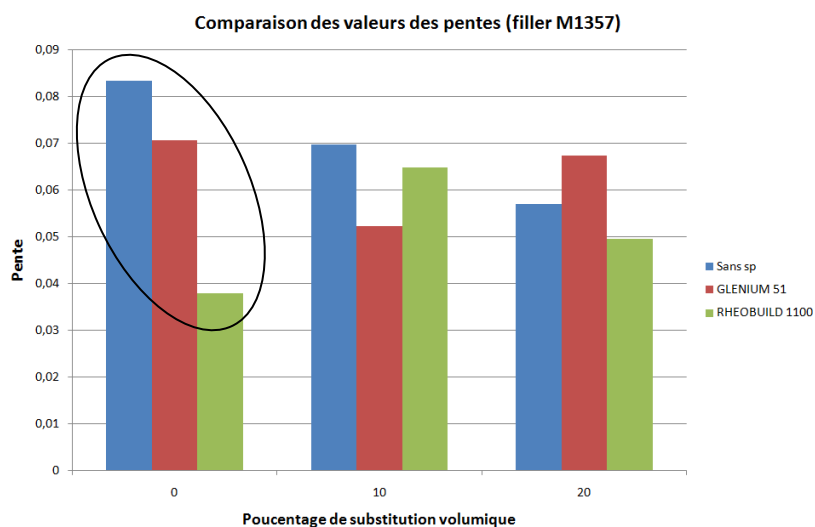


Figure 80 – Comparaison des valeurs des pentes pour le filler M1357 pour les différents superplastifiants

7.3 Mise en évidence au moyen de l'essai à étalement constant

Les trois graphiques suivants comparent l'efficacité des superplastifiants en fonction des fillers envisagés pour obtenir un étalement de 220mm au moyen du cône Vicat (manipulation réalisée dans le cadre des essais au rhéomètre). On peut remarquer que, de manière générale, la réduction du rapport E/P dans le cas 0,5% de GLENIUM® 51 est comparable avec celle engendrée par 2% de RHEOBUILD® 1100, mis à part dans le cas du filler M1357 (Figure 83) où on peut voir que le GLENIUM® 51 n'a pas un effet aussi marqué que dans le cas des autres fillers. On peut ici faire le lien avec une observation réalisée dans le cadre des essais de pâte lisse qui ont permis de mettre en évidence le fait qu'il n'y avait dans ce cas pas de forte différence d'effet entre les deux superplastifiants (Figure 74, page 69).

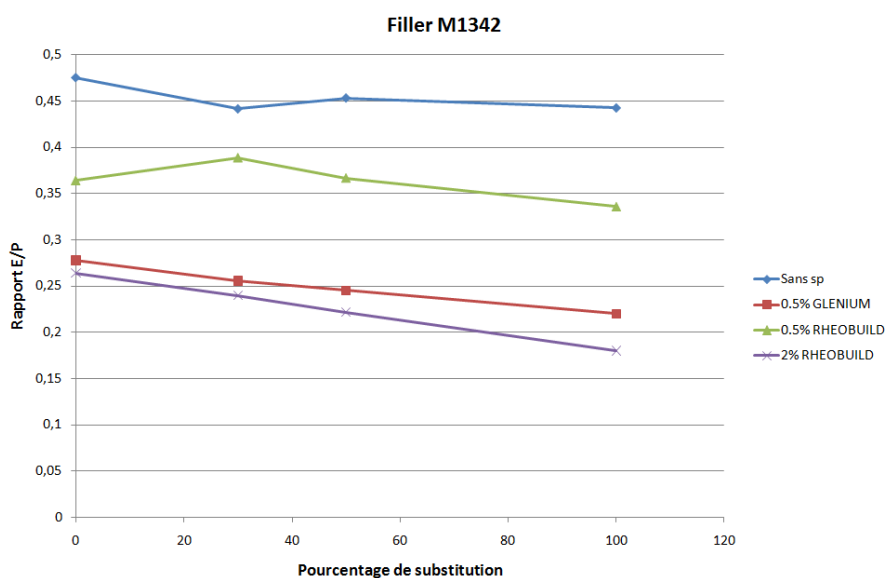


Figure 81 – Evolution du rapport E/P pour un étalement de 220mm pour le filler M1342

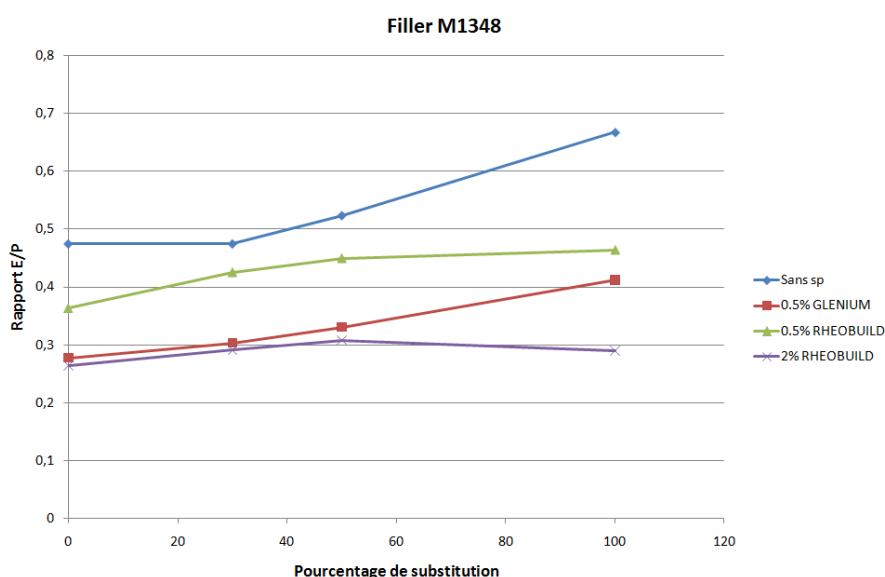


Figure 82 – Evolution du rapport E/P pour un étalement de 220mm pour le filler M1348

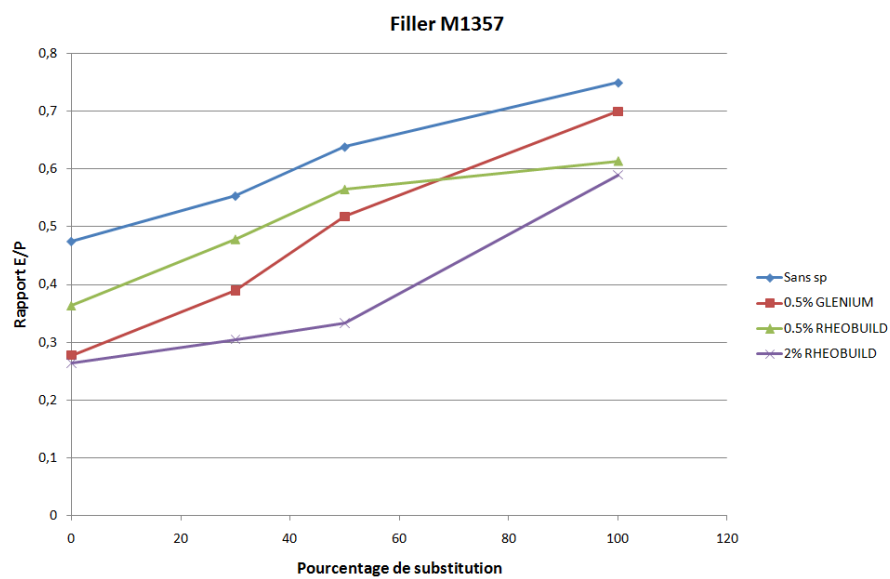


Figure 83 – Evolution du rapport E/P pour un étalement de 220mm pour le filler M1357

8 Comportement des coulis en présence de superplastifiant

8.1 Influence sur le comportement rhéologique

Dans le cas de certains coulis étudiés au moyen du rhéomètre, le comportement de ceux-ci s'est avéré être rhéoépaississant, contrairement aux coulis sans adjuvant (rhéofluidifiants). Ce phénomène est typique des mélanges adjuvantés en superplastifiant. En réalité, on peut expliquer ce comportement en imaginant qu'en ajoutant du superplastifiant, celui-ci diminue le nombre de floccs. Or, ces derniers étaient à l'origine du comportement rhéofluidifiant puisqu'ils avaient tendance à disparaître pour les taux de cisaillement élevés. On peut également rajouter que, selon Bossi et Brady [31], au-delà d'une certaine vitesse de cisaillement, les forces hydrodynamiques deviennent plus importantes que les forces répulsives engendrées par le superplastifiant. On observe alors une augmentation du couple appliqué au rotor.

Pour être tout à fait rigoureux, le comportement enregistré était un peu plus complexe car il présentait un comportement tel que représenté à la Figure 84. On remarque que les deux premiers points présentent des contraintes de cisaillement très élevées et s'écartent fortement du comportement rhéoépaississant. Cette observation a déjà été réalisée par plusieurs auteurs [28; 32]. Néanmoins, ces points se situent dans une gamme de $\dot{\gamma}$ en dehors du domaine de validité du rotor et ont donc été ignorés pour le calage du modèle de comportement rhéologique. La suppression de ces points a également été réalisée par Nguyen [28].

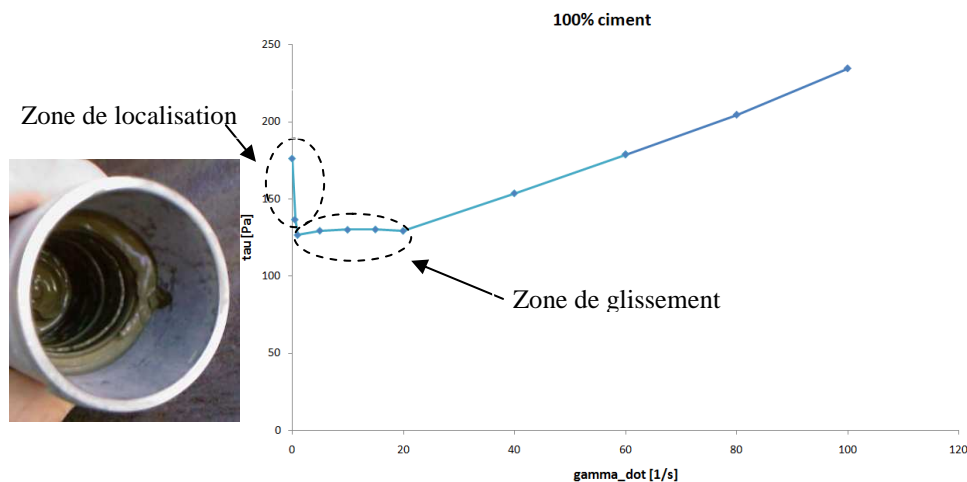


Figure 84 – Comportement rhéoépaississant en présence de GLENIUM® 51

La Figure 84 permet de mettre en évidence deux types de comportement que l'on peut rencontrer lorsqu'on insère du superplastifiant dans un coulis : les phénomènes de localisation et de glissement.

Selon Kaci *et al.* [32], la zone de localisation (représentée sur la Figure 85) est due à la concentration des déformations sur une certaine épaisseur du coulis à proximité du rotor. Au sein du coulis immobile, la contrainte de cisaillement est inférieure au seuil. L'épaisseur cisailée étant plus faible que celle prévue, le coulis oppose une contrainte plus importante puisqu'en réalité, on se trouve dans des taux de cisaillement plus importants que ceux

escomptés. Si l'intégrale du produit des forces résultantes et de leur bras de levier est plus importante qu'en l'absence de localisation, le coulis impose un couple plus important.

La zone de glissement correspond au glissement du coulis sur la paroi du cylindre extérieur. Cela explique pourquoi la contrainte opposée par le coulis est presque indépendante du taux de cisaillement. Au-delà d'une certaine vitesse, ce glissement cesse et les résultats fournis par le rhéomètre sont bien représentatifs du comportement du coulis.

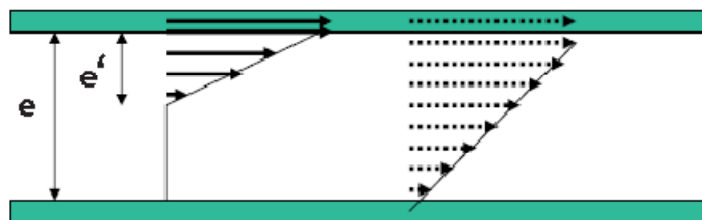


Figure 85 – Phénomène de localisation [32]

Evaluons à présent comment varie la valeur du rapport E/P en fonction du taux de substitution (Figure 86). On peut remarquer qu'à part un "effet d'échelle" dû à la présence de superplastifiant, l'allure des courbes est généralement identique, selon que l'on considère des coulis avec ou sans superplastifiant. Le filler M1342 a tendance à maintenir le rapport E/C relativement constant quel que soit le taux de substitution tandis que les fillers M1348 et M1357 ont tendance à augmenter ce rapport.

On peut interpréter les résultats obtenus de la manière suivante : les superplastifiants permettent de réduire la quantité d'eau nécessaire pour obtenir un étalement fixé tout en maintenant intact l'impact positif ou négatif des fillers. Ce résultat est assez logique. Prenons l'exemple du filler M1357 contenant de l'argile : ce constituant joue le rôle de rétenteur d'eau et a tendance à augmenter la quantité d'eau nécessaire pour obtenir un étalement de référence. En présence de superplastifiant, l'argile joue le même rôle et nécessite donc plus d'eau pour pouvoir s'écouler.

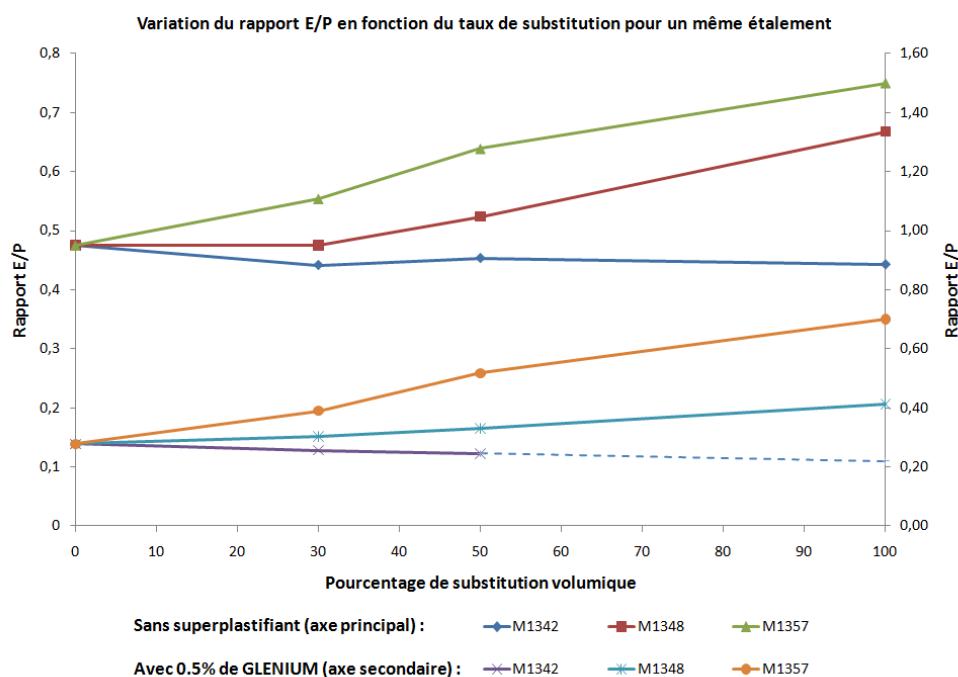


Figure 86 – Evolution du rapport E/P pour un étalement de 220mm, sans superplastifiant

8.2 Evolution temporelle du comportement rhéologique

L'idée initiale lors des essais au rhéomètre consistait à introduire un taux de superplastifiant de 2% afin de constater l'effet du superplastifiant lorsque celui-ci se trouve en abondance dans le coulis. Néanmoins, les premiers essais réalisés sur des coulis contenant 100% de ciment se sont avérés impossibles à mesurer au rhéomètre. En effet, bien que le coulis ait un étalement initial de 220mm, il perdait très rapidement sa fluidité initiale et le couple maximum était immédiatement dépassé après l'avoir inséré dans le rhéomètre (environ 1 minute après malaxage). Outre son rôle fluidifiant, le GLENIUM[®] 51 joue également le rôle d'agent de viscosité. Cette propriété permet de réduire de manière très importante la ségrégation au sein des mélanges. Cet excès de viscosité s'estompe lorsqu'on insère de nouveau le coulis dans le mixeur mais on ne récupère pas la fluidité initiale, loin de là. Selon Nguyen [28], l'augmentation importante de viscosité peut également être expliquée par le fait qu'à faible vitesse, les chaînes de superplastifiant (quand elles se trouvent en excès) qui ne sont pas adsorbées sur la surface des particules s'enchevêtrent et augmentent le couple au niveau du rhéomètre.

Des essais ont été réalisés de manière à déterminer s'il s'agit d'une simple augmentation de viscosité ou s'il s'agit de thixotropie. Pour ce faire, un nouveau protocole a été implémenté, consistant à imposer plusieurs paliers de durée croissante entre lesquels sont intercalées des périodes de repos de durée identique. La Figure 87 représente l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction du temps pour un coulis cimentaire ne contenant pas de superplastifiant. On peut constater que malgré le fait que cette contrainte évolue dans le temps durant les paliers, elle reste néanmoins relativement constante.

Au contraire, dans le cas d'un coulis contenant 0,5% de GLENIUM[®] 51 (Figure 88), on remarque tout d'abord que cette contrainte évolue de manière relativement importante en fonction du temps. Elle a tendance à augmenter en fonction du temps durant un même palier. Cela signifie que la viscosité du coulis augmente en fonction du temps pour un taux de cisaillement identique. Il ne s'agit donc pas de thixotropie (vraie ou fausse) mais bien d'une augmentation de viscosité dans le temps. En comparant les deux figures, on constate également que les contraintes, lorsqu'elles sont stabilisées durant les paliers, sont beaucoup plus importantes dans le cas d'un coulis contenant du GLENIUM[®] 51. Tout porte donc à croire que ce superplastifiant augmente de manière importante la viscosité du coulis constitué de ciment.

Lorsqu'on zoome sur la transition entre un état de repos et un état fortement cisailé, la transition se réalise avec un pic, suivi d'une descente précédant une montée à pente douce (Figure 89). Le pic pourrait être expliqué par le fait que les chaînes de polymères entre les grains de ciment doivent être partiellement cassées pour permettre le mouvement de coulis. Une fois ces chaînes suffisamment rompues, le mouvement du coulis est rendu plus aisé et la contrainte de cisaillement diminue. On observe ensuite une remontée de la courbe quelquefois observée pour certains mélanges [14]. Il pourrait s'agir d'antithixotropie causée par une restructuration partielle de la pâte. L'antithixotropie (ou rhéopexie) est caractérisée par une diminution de maniabilité d'un coulis sous une action mécanique. Etant donné que ce phénomène n'apparaît pas en l'absence de superplastifiant, on pourrait l'expliquer par la restructuration partielle de macromolécules de superplastifiant durant la rotation, après que celles-ci aient été rompues. Pour prouver que ce phénomène est bien dû à la présence de superplastifiant, la Figure 90 illustre le même type de comportement observé dans le cas d'un

coulis constitué exclusivement de filler M1348 et de GLENIUM® 1100. Cela confirme l'explication fournie ci-dessus.

Une dernière remarque peut être effectuée en observant les deux graphiques des Figure 87 et Figure 88. En effet, il a été souligné plus haut que des temps de repos étaient imposés entre les paliers. Pour ce faire, une vitesse nulle y a été imposée. Or, on peut remarquer sur les figures que la contrainte n'y est pourtant pas nulle. On pourrait alors croire que cette contrainte est nécessaire pour conserver une vitesse de rotation nulle mais ce n'est pas le cas. En réalité, il semblerait que lorsque le rhéomètre diminue progressivement la vitesse de rotation durant la phase descendante, il diminue le couple appliqué sur le rotor jusqu'à atteindre une vitesse nulle. Or, les fluides à seuil ne se mettent en mouvement qu'à partir du moment où leur seuil est dépassé. Dans le cas présent, une fois que le rhéomètre impose une contrainte plus faible que le seuil, le fluide se fige et le rhéomètre conserve la valeur du couple qu'il applique, même si un couple de valeur inférieure permet également de maintenir le fluide à l'arrêt. Cela explique également pourquoi, pour des temps proches de zéro (*i.e.* lorsque le fluide n'a pas encore été mis en mouvement), on obtient des contraintes de cisaillement très faibles : en effet, on part alors d'une vitesse de rotation nulle et le rhéomètre augmente progressivement son couple jusqu'à dépasser le seuil de cisaillement.

Pour appuyer un peu mieux cette réflexion, on peut reprendre les résultats obtenus pour un coulis cimentaire sans adjuvant (protocole de base). Dans ce cas, la contrainte mesurée durant la période de repos située entre la période de pré-cisaillement et la période comprenant les escaliers est de 9,3 Pa (pour une vitesse nulle). Lorsqu'on cale une loi de Herschel-Bulkley sur les résultats obtenus, le seuil de cisaillement est de 9,2 Pa. Il ne faut néanmoins pas se baser uniquement sur cette valeur pour établir le seuil de cisaillement car il y a des cas où cette observation ne colle pas tout à fait avec le seuil établi sur base du modèle d'Herschel-Bulkley. Par exemple, dans le cas d'un coulis contenant 50% de filler M1348, la valeur de la contrainte pour une vitesse de rotation nulle est de 10,3 Pa et le seuil est de 14,9 Pa.

En résumé, la contrainte obtenue pour une vitesse de rotation nulle donne une idée de la valeur du seuil de cisaillement mais n'est cependant pas totalement fidèle au seuil établi à partir de la loi de comportement d'Herschel-Bulkley. On peut clore cette réflexion en soulignant le fait que la loi de comportement susmentionnée est une approximation de la réalité et n'est donc pas une panacée.

De cette réflexion découle une remarque intéressante : si, dans le cas du coulis cimentaire sans adjuvant, la valeur de la contrainte de cisaillement enregistrée lorsque le rotor ne tourne plus est assez constante en fonction du temps pour les différents paliers (Figure 87), ce n'est plus le cas lorsqu'on ajoute du superplastifiant (Figure 88). La valeur de cette contrainte augmente entre chaque palier, ce qui signifie en quelque sorte que le seuil de cisaillement augmente.

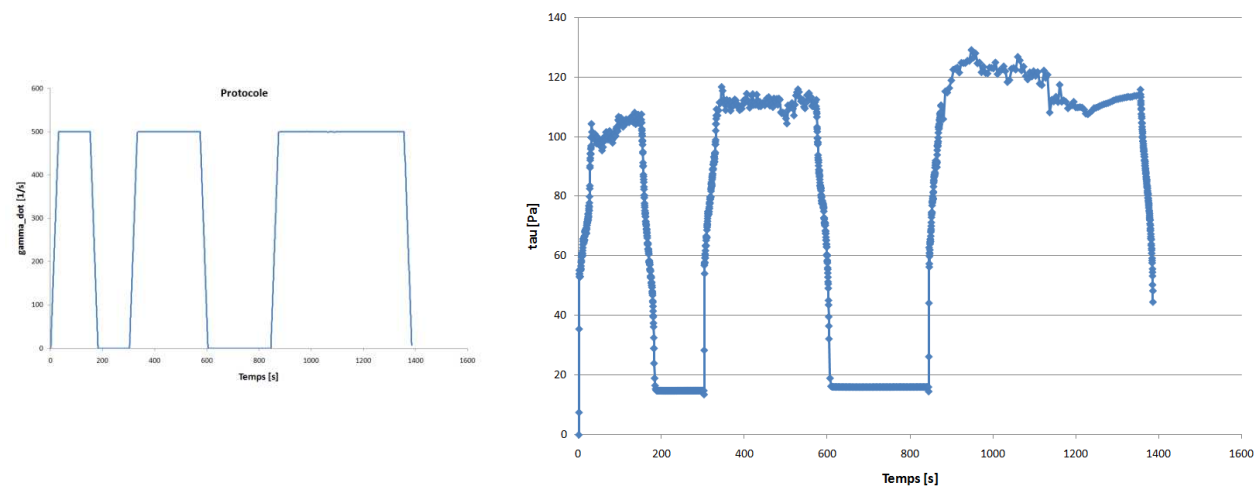


Figure 87 – Evolution de la contrainte de cisaillement pour un coulis cimentaire simple

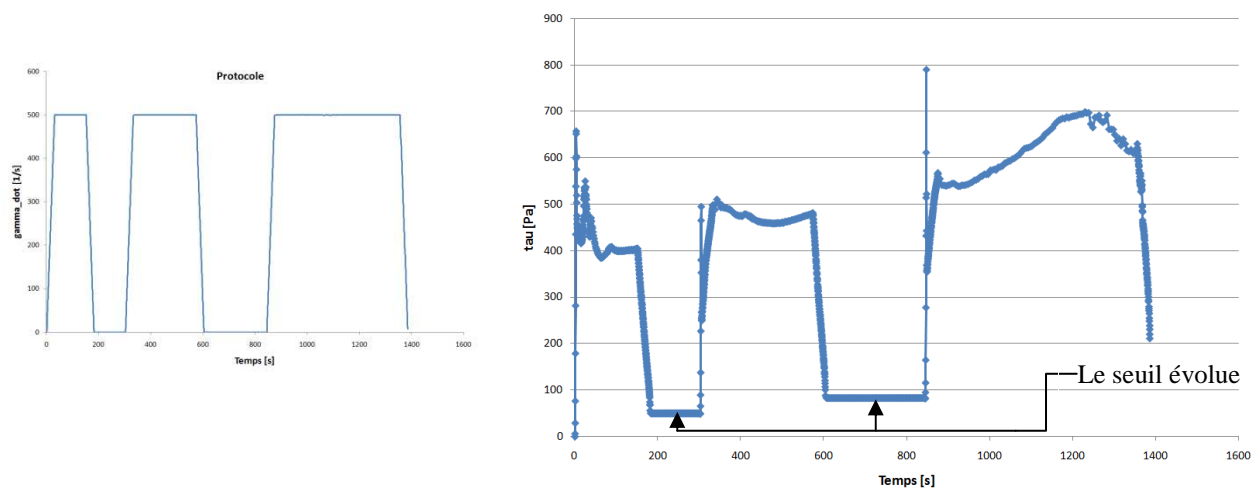


Figure 88 – Evolution de la contrainte de cisaillement pour un coulis cimentaire avec 0,5% de GLENIUM® 51

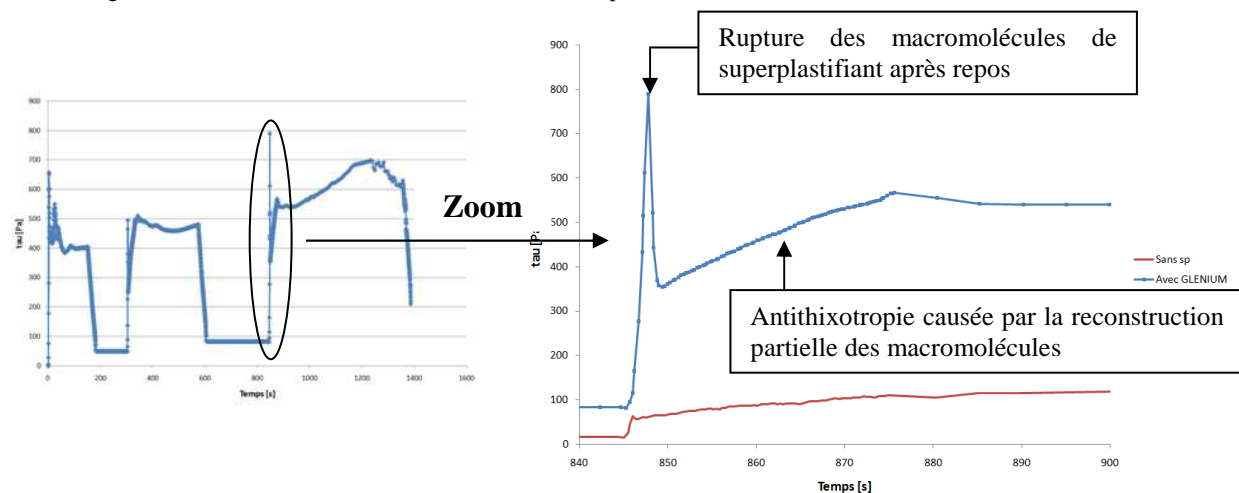


Figure 89 – Transition entre un état de repos et un état cisailé pour un coulis cimentaire avec 0,5% de GLENIUM® 51

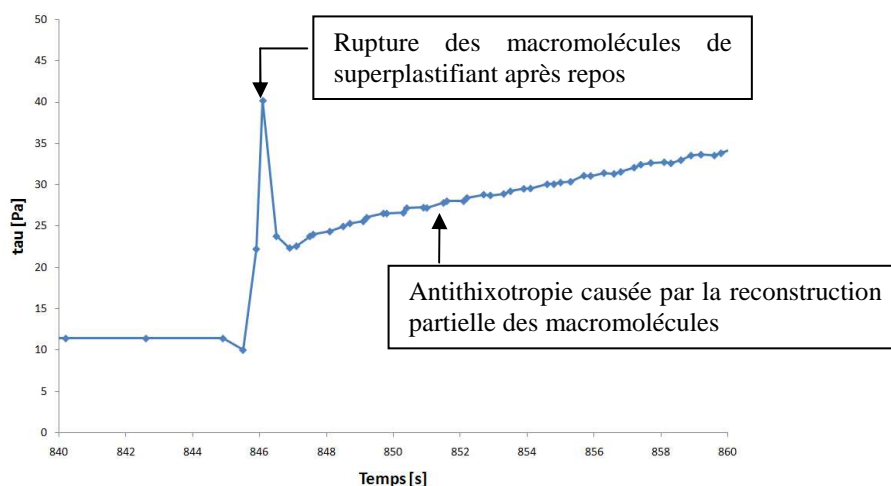


Figure 90 – Transition entre un état de repos et un état cisailé pour un coulis de filler M1348 avec 0,5% de GLENIUM

Le même comportement est observable avec des teneurs en superplastifiant de 1%. Il a donc été décidé d'étudier des coulis contenant 0,5% en masse de poudre de GLENIUM[®] 51, tout en gardant à l'esprit que ce superplastifiant n'est probablement pas le plus judicieux pour une mise en place aisée puisque la rapide perte de fluidité n'est pas une propriété recherchée dans le cas des bétons autoplaçants.

Afin de pousser la réflexion un peu plus loin, des essais supplémentaires ont été effectués pour suivre l'évolution des rhéogrammes dans le temps. Pour ce faire, le rotor avec une géométrie **vanne** a été utilisé. Ce dernier permet d'étudier des coulis dont la viscosité est plus importante que les rotors cylindriques. Le protocole imposé au rhéomètre est représenté à la Figure 91. Il est constitué d'une phase de précisaillement suivie par un certain nombre d'escaliers permettant d'obtenir trois points sur le rhéogramme. Ce protocole ne permet certes pas d'obtenir un rhéogramme complet du coulis mais il permet néanmoins de suivre son évolution au cours du temps en procédant à un grand nombre de mesures.

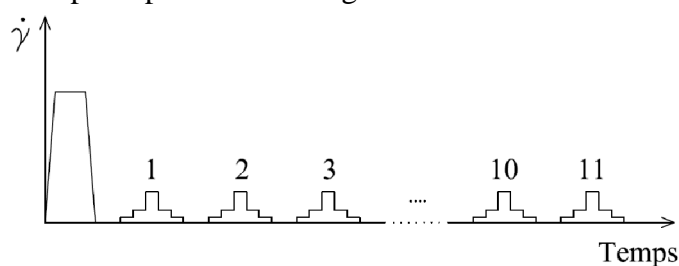


Figure 91 – Protocole de mesure permettant de suivre l'évolution rhéologique des coulis

Ces essais ont été réalisés sur un certain nombre de coulis de manière à pouvoir déterminer comment varie l'augmentation de viscosité sur les coulis cimentaires en fonction du temps et si ce comportement est également observé sur les coulis constitués de fillers calcaires. Les différents rhéogrammes calculés pour un même coulis cimentaire contenant du GLENIUM[®] 51 sont représentés à la Figure 127 (Annexe 5). Ce schéma permet de remarquer que, de manière générale, les rhéogrammes ont tendance à se déplacer vers le haut (traduisant une augmentation du seuil) et à s'incliner vers le haut (témoignant d'une augmentation de viscosité).

Comparons à présent ce comportement avec celui obtenu dans le cas d'un coulis cimentaire sans superplastifiant afin de vérifier si l'évolution des caractéristiques n'est pas due

exclusivement au ciment. On peut constater sur la Figure 128 (Annexe 5) que les courbes ont également tendance à se déplacer vers le haut en fonction du temps. Le graphique représentant l'évolution du seuil de cisaillement confirme cette observation. Néanmoins, le seuil augmente de manière moins importante que dans le cas d'un coulis contenant du GLENIUM® 51.

A la lumière de cet essai, on peut donc conclure que si l'ajout de superplastifiant permet effectivement de diminuer la quantité d'eau requise pour obtenir un étalement donné, la viscosité et le seuil de cisaillement augmentent néanmoins rapidement avec le temps et l'effet bénéfique du superplastifiant se laisse promptement oublier.

La Figure 92 représente l'évolution du seuil de cisaillement de différents coulis. Ce seuil a été calculé par la méthode expliquée un peu plus haut (contrainte de cisaillement pour une vitesse de rotation nulle). Ce graphique permet de tirer plusieurs conclusions intéressantes. Tout d'abord, dans le cas d'un coulis cimentaire constitué de GLENIUM® 51, on constate une augmentation importante du seuil de cisaillement. Néanmoins, une augmentation du seuil est à recenser dans le cas d'un coulis constitué exclusivement de ciment sans adjuvant. Le GLENIUM® 51 n'est donc pas le seul responsable de la diminution importante de maniabilité du coulis cimentaire. L'essai effectué sur un coulis constitué exclusivement de filler permet de mettre en évidence le fait que la diminution de maniabilité observée en présence de GLENIUM® 51 est due à une interaction entre le ciment et l'adjuvant puisqu'aucune augmentation de seuil n'est observée dans le cas des fillers. Au contraire, on peut voir une très légère diminution du seuil en fonction du temps. Enfin, le graphique représente également l'évolution du seuil de cisaillement pour un coulis adjuvanté de 0,5% de RHEOBUILD® 1100. On peut remarquer que si le seuil augmente en fonction du temps, cette augmentation est comparable à celle constatée dans le cas d'un coulis cimentaire sans adjuvant. On peut donc en déduire que le RHEOBUILD® 1100 n'a pas un impact négatif très important en fonction du temps, contrairement au GLENIUM® 51.

On a donc pu mettre en évidence un effet bénéfique supplémentaire des fillers calcaires sur le comportement rhéologique des coulis : la substitution partielle du ciment par ceux-ci permet de s'affranchir en partie de la diminution rapide de maniabilité des coulis provoquée par le GLENIUM® 51.

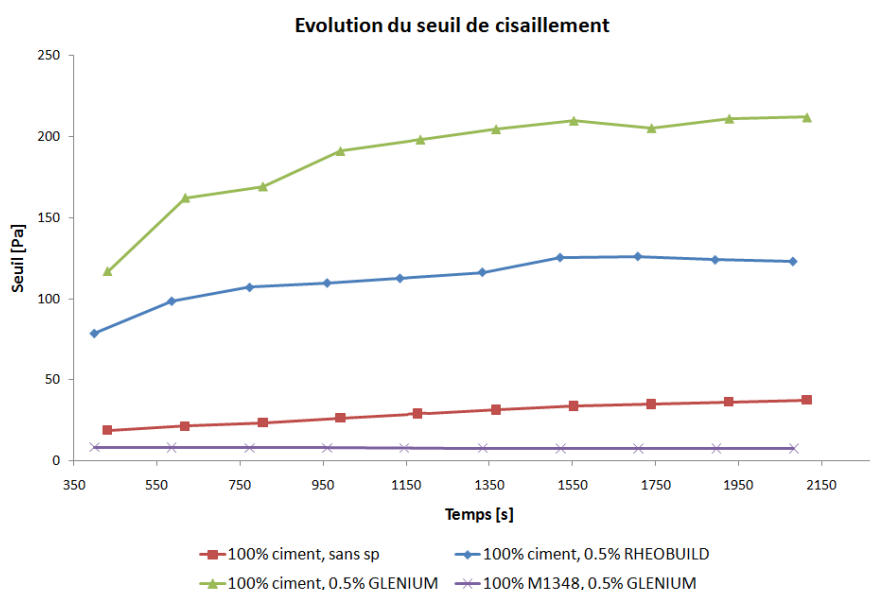


Figure 92 – Comparaison de l'évolution du seuil de cisaillement pour plusieurs coulis

Un dernier essai a été réalisé pour confirmer la tendance qu'a le GLENIUM® 51 à augmenter plus rapidement la viscosité des coulis cimentaires. Pour ce faire, un essai Vicat a été réalisé sur trois coulis cimentaires différents dont l'étalement au cône Vicat est de 220mm. Le premier est constitué d'un coulis cimentaire sans adjuvant et les deux autres sont adjuvés avec 0,5% de GLENIUM® 51 et RHEOBUILD® 1100. La Figure 93 compare les résultats de ces essais.

Si les temps de fin de prise sont assez semblables, on peut néanmoins constater que la présence de superplastifiant diminue le temps de début de prise. En particulier, le GLENIUM® 51 réduit ce temps d'une valeur de 80%. Il s'agit là d'une démonstration supplémentaire de la rapide perte de maniabilité qu'ont les coulis cimentaires en présence de ce superplastifiant.

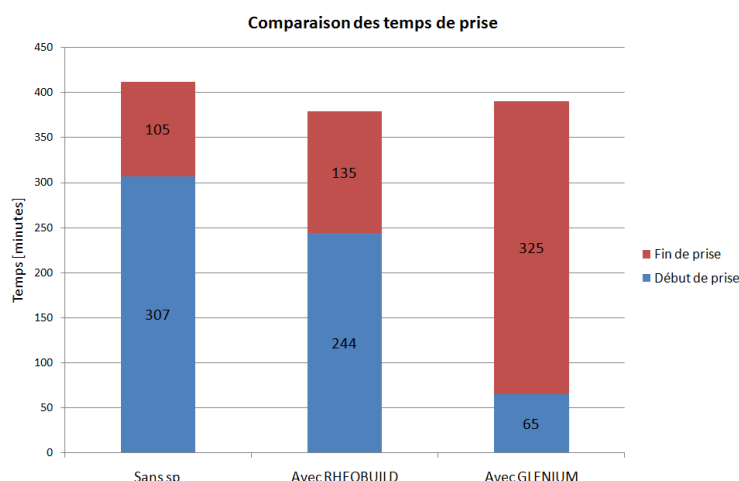


Figure 93 – Comparaison des temps de prise (essai Vicat)

On peut faire le lien avec les résultats obtenus lors des essais BêtaP après 5 minutes (§6.2.3). On a pu constater que le BêtaP augmente en fonction du temps et de manière plus importante en ce qui concerne le GLENIUM® 51. Or, la valeur du BêtaP représente le rapport e/p tout juste nécessaire pour permettre le mouvement des particules lorsqu'on soulève le cône. Elle est donc fortement dépendante du seuil de cisaillement. Or, on vient de mettre en évidence que ce seuil augmente de manière importante en fonction du temps, en particulier dans le cas du GLENIUM® 51. Cela explique donc l'augmentation importante de la valeur du BêtaP en fonction du temps. On a également souligné dans le même paragraphe que l'augmentation temporelle du BêtaP a tendance à s'estomper à mesure que le taux de substitution augmente. Cela rejoint la constatation faite ci-dessus à propos de l'évolution temporelle des paramètres rhéologiques en présence de fillers calcaires : ceux-ci ont tendance à les stabiliser. La démonstration a été effectuée au moyen des essais réalisés à l'aide du rhéomètre et a été confirmée au moyen des résultats des essais BêtaP.

On a également vu au cours des essais Vicat (§6.6) que les mélanges contenant du GLENIUM[®] 51 sont les premiers à atteindre le début de prise mais ils sont les derniers à parvenir à la fin de prise. Ceci peut être expliqué à la lueur des fiches techniques. En effet, dans le cas du GLENIUM[®] 51, la fiche technique¹⁵ précise que « *Dès l'incorporation du GLENIUM[®] dans le mélange cimentaire, une première partie active agit immédiatement et la seconde est présente mais inactive. L'hydratation du ciment, qui se déroule normalement, fait évoluer le pH du mélange vers la basicité, ce qui provoque la libération progressive des molécules complémentaires. Celles-ci travaillent de la même manière que les premières et prolongent donc l'état de dispersion évitant ainsi la floculation et donc le raidissement précoce du mélange.* ». Cela pourrait expliquer pourquoi la fin de prise est retardée dans le cas du GLENIUM[®] 51 : la deuxième phase d'action du superplastifiant prolonge le temps de fin de prise.

¹⁵ Fiche technique du GLENIUM[®] 51, cf. Annexe 2

9 Evaluation de la dépendance entre les résultats des essais

Le graphique ci-dessous (Figure 94) montre la corrélation qui existe entre les essais de pâte lisse avec et sans GLENIUM[®] 51. Le même type de comportement est observable dans le cas du RHEOBUILD[®] 1100 ($R^2 = 0,75$). Ces bonnes corrélations montrent que l'effet des fillers sur les mélanges est conservé en présence de superplastifiant. Si un filler a un impact négatif sur la compacité d'un mélange sans adjuvant, cet effet sera identique en présence de superplastifiant. Ce raisonnement se base sur le fait que la pente de la droite de corrélation vaut un. Pour illustrer cette observation et faire le lien avec d'autres types d'essais, on peut mettre ce résultat en parallèle avec le commentaire qui a été fait à propos de la Figure 86, page 75. On avait alors souligné le fait que la forme des courbes du rapport E/P nécessaire pour atteindre un étalement de référence est identique pour des coulis avec et sans superplastifiant.

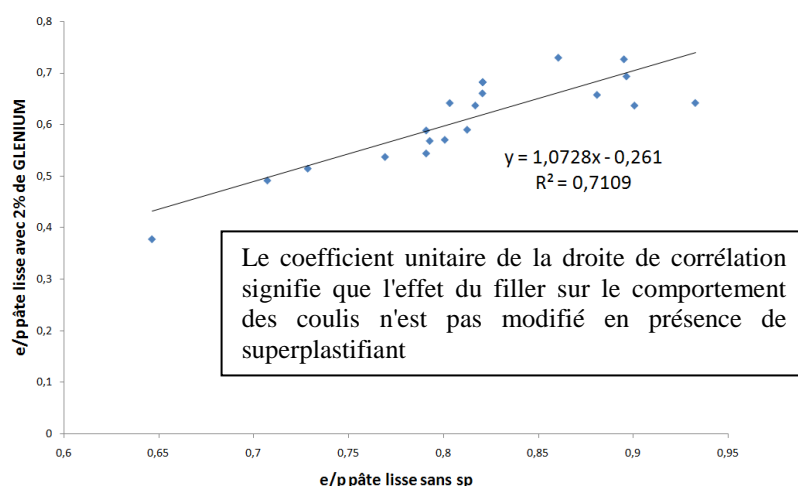


Figure 94 – Corrélation entre les rapports e/p (volume) avec et sans GLENIUM[®] 51

On va à présent démontrer qu'il existe un lien entre l'efficacité des superplastifiants déterminée au moyen de l'essai sur pâte lisse et la surface spécifique des fillers. Pour ce faire, considérons des pâtes constituées exclusivement de filler. Dans un premier temps, examinons s'il existe une corrélation entre la surface spécifique B.E.T. et la demande en eau des fillers en l'absence de superplastifiant (Figure 95). Puisque la surface spécifique s'exprime en fonction de la masse, il paraît judicieux de travailler avec le rapport E/P plutôt qu'avec son équivalent volumique (e/p). Dans le but d'appuyer la réflexion sur des bases plus solides, les manipulations ont été réalisées avec deux fillers supplémentaires afin d'éviter de n'avoir que trois points de comparaison sur les graphes. Les fillers en question sont les M1376 et M1350.

On peut constater que la corrélation entre les deux variables est assez bonne (0,86), ce qui signifie assez logiquement que la demande en eau augmente avec la surface B.E.T. Cela peut être interprété de la façon suivante : plus la surface spécifique augmente, plus on a besoin d'eau pour venir s'adsorber à la surface des particules.

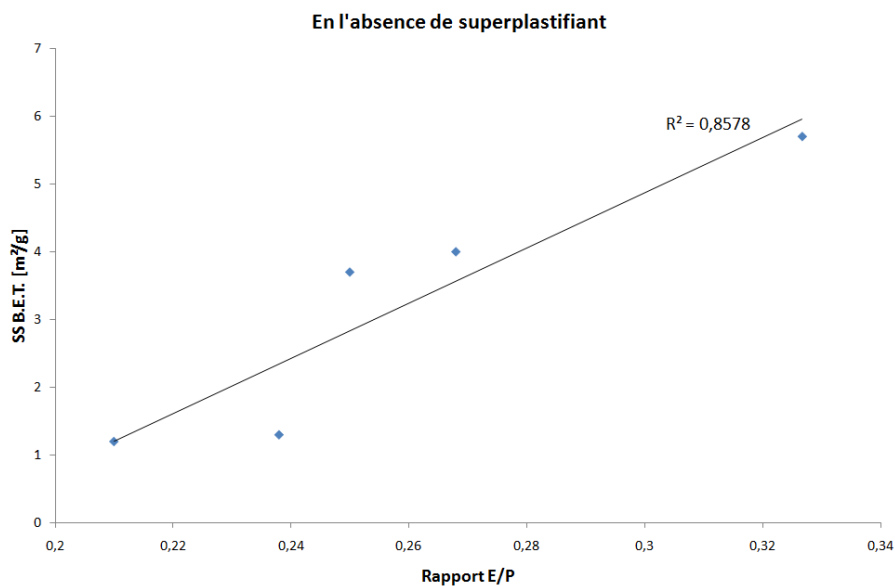


Figure 95 – Corrélation entre le rapport E/P (pâte lisse) et la surface spécifique B.E.T. en l'absence de superplastifiant

La question est de savoir si cette corrélation subsiste en présence de superplastifiant. Pour ce faire, le pourcentage de superplastifiant a été fixé à 0,5% par rapport à la masse de la poudre pour les cinq fillers envisagés précédemment. Dans le cas du GLENIUM[®] 51, la corrélation est très bonne puisqu'elle s'élève à 0,985. Par contre, dans le cas du RHEOBUILD[®] 1100, la corrélation est un peu moins bonne (0,867). En analysant le graphique, on remarque qu'un seul point s'écarte assez fort de la tendance. Il s'agit du filler M1342.

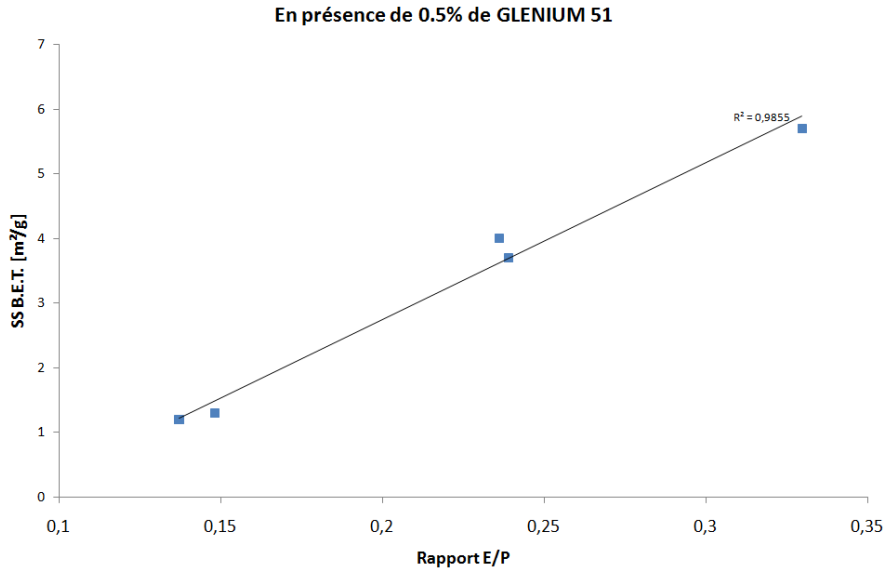


Figure 96 – Corrélation entre le rapport E/P (pâte lisse) et la surface spécifique B.E.T. ; 0,5% de GLENIUM[®] 51

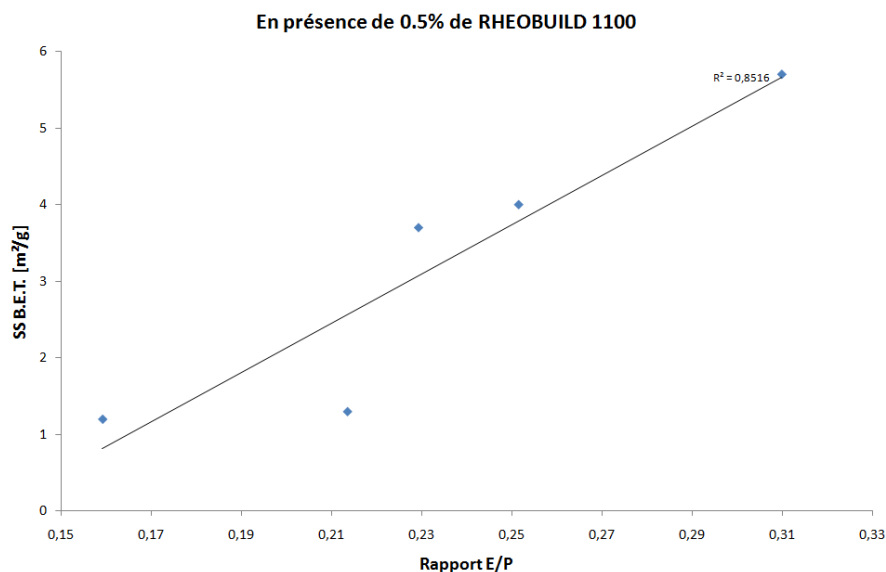


Figure 97 – Corrélation entre le rapport E/P (pâte lisse) et la surface spécifique B.E.T. ; 0,5% de RHEOBUILD® 1100

La mesure de la surface spécifique B.E.T. a l'avantage de tenir compte de la présence d'argile au sein des fillers, ce que ne permet pas la mesure de la surface Blaine. Dans le cas des fillers envisagés ici, il n'existe pas de corrélation entre les surfaces Blaine et B.E.T. Ce comportement a été mis en évidence à l'occasion du projet FILLTECH [3]. Selon les auteurs, ce comportement pourrait être expliqué par le fait que les très fines particules s'adsorbent à la surface des plus grosses grâce à des phénomènes surfaciques. Par conséquent, ces fines particules ont un effet moins négatif sur la perméabilité de la poudre par "effet filler"¹⁶.

Ce manque de corrélation entre le rapport E/P à l'état de pâte lisse et la surface spécifique Blaine est mis en évidence sur la Figure 98. Ces résultats concernent, à l'instar des trois graphiques précédents, les fillers M1342, M1348, M1357, M1376 et M1350. Le manque de corrélation est également observable dans le cas du RHEOBUILD® 1100.

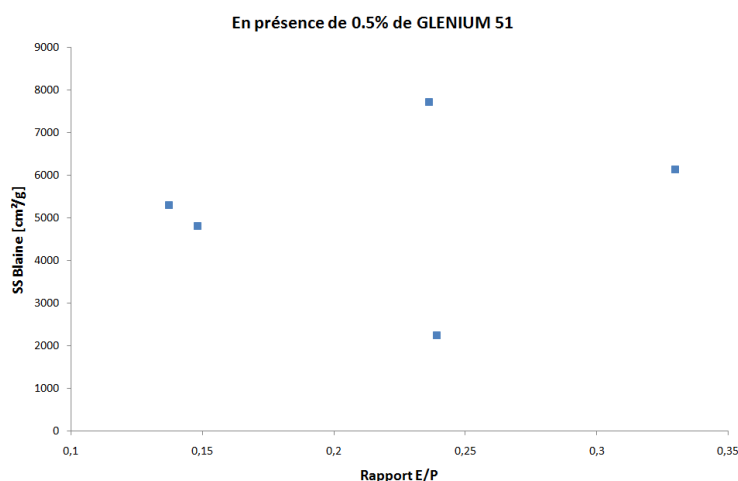


Figure 98 – Surface Blaine en relation avec le rapport E/P à l'état de pâte lisse pour le GLENIUM 51

En conclusion, il existe bel et bien une corrélation entre le rapport E/P à l'état de pâte lisse et la surface spécifique, mais uniquement dans le cas de la surface B.E.T.

¹⁶ Pour rappel, la surface Blaine se mesure grâce à la perméabilité à un gaz d'un échantillon de poudre

Il n'existe pas de corrélation entre la valeur du BêtaP ou de la pente et la valeur du rapport e/p à l'état de pâte lisse. Un exemple est illustré sur la Figure 99 dans le cas de l'ajout de GLENIUM® 51 pour le filler M1342. Par contre, si on compare les améliorations (en pourcents) qu'apportent les superplastifiants sur les résultats des deux types d'essais, on obtient de bonnes corrélations pour le GLENIUM® 51 (Figure 100 et Figure 101). En effet, dans le cas du filler M1342, on obtient une corrélation de 0,99 entre l'amélioration qu'apporte le GLENIUM® 51 sur le rapport e/p à l'état de pâte lisse et l'amélioration de la valeur du BêtaP avec addition de GLENIUM® 51 par rapport à un mélange qui n'en contient pas. De la même manière, cette corrélation s'élève à 0,985 dans le cas du filler M1357. Il convient néanmoins de souligner que cette observation s'est effectuée sur base de trois points et n'est donc pas d'une grande précision.

On peut remarquer que la pente de la droite de corrélation n'est pas identique dans le cas des deux fillers envisagés. Pour le M1342, une amélioration croissante du BêtaP est synonyme d'une amélioration croissante du rapport e/p à l'état de pâte lisse. Au contraire, dans le cas du filler M1357, une amélioration croissante du rapport e/p à l'état de pâte lisse entraîne une amélioration décroissante du BêtaP.

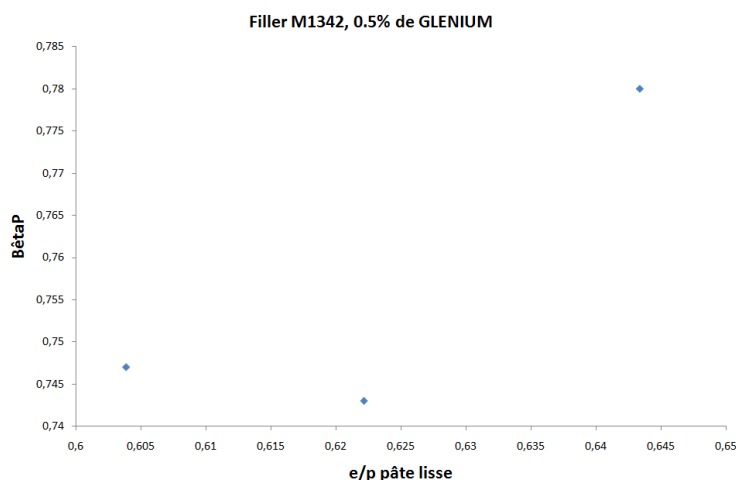


Figure 99 – Comparaison de la valeur du BêtaP et du rapport e/p pour l'essai sur pâte lisse

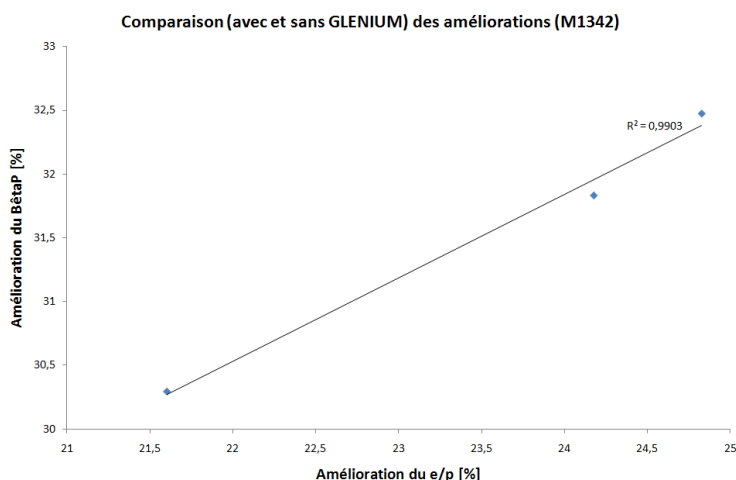


Figure 100 – Corrélation entre les améliorations qu'apporte le GLENIUM® 51 sur les essais BêtaP et pâte lisse (M1342)

(0 ; 10 et 20% de substitution)

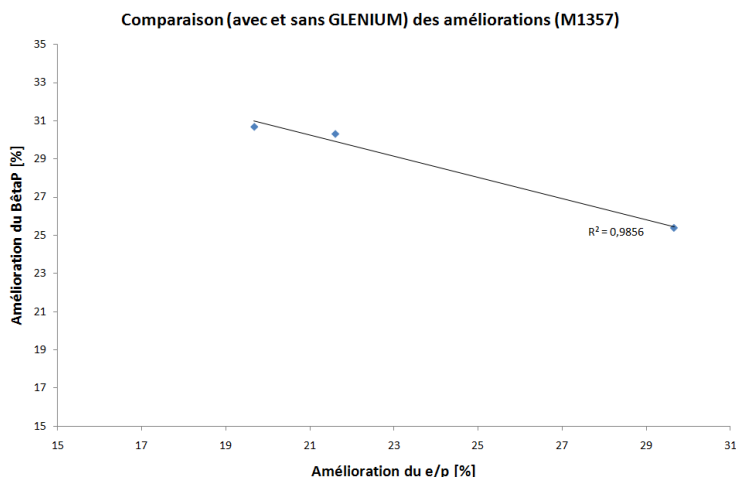


Figure 101 – Corrélation entre les améliorations qu'apporte le GLENIUM® 51 sur les essais BêtaP et pâte lisse (M1357)
(0 ; 10 et 20% de substitution)

On constate sur la Figure 101 que le GLENIUM® 51 a un effet moins important sur le BêtaP que sur le rapport e/p à l'état de pâte lisse dans le cas de mélanges contenant du filler M1357.

Au contraire, on remarque (Figure 102) que cette corrélation n'existe pas en présence de superplastifiant RHEOBUILD® 1100.

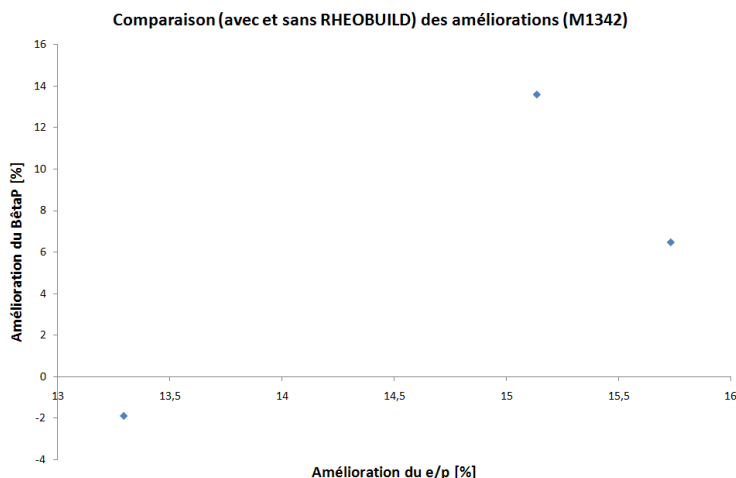


Figure 102 – Comparaison des améliorations qu'apporte le RHEOBUILD® 1100 sur les essais BêtaP et pâte lisse (M1342)

Les figures ci-dessous représentent l'évolution des rapports E/P à l'état de pâte lisse et les mêmes rapports nécessaires pour obtenir un étalement de 220mm (Figure 103 à Figure 105). Ces corrélations sont intéressantes car elles font le lien entre des essais destinés à décrire l'arrangement des particules dans un mélange (essais sur pâtes lisses) et des essais de rhéologie. Cela signifie que pour un étalement constant, le mélange nécessitera plus d'eau si sa compacité est faible (E/P pour la pâte lisse est plus élevé, ce qui signifie que l'espace entre les particules est plus grand). La meilleure corrélation dans le cas des coulis contenant du superplastifiant peut s'expliquer par le rôle structurant que celui-ci joue dans l'essai de pâte lisse (les particules s'imbriquent mieux).

Pour comprendre le phénomène de manière physique, on peut imaginer que si la compacité est faible, il y a beaucoup de vides entre les particules. Il faut donc les remplir avant de pouvoir mettre en mouvement le mélange. Au contraire, dans un mélange très compact, on arrive plus vite à la saturation et l'eau en excès permet le mouvement du coulis.

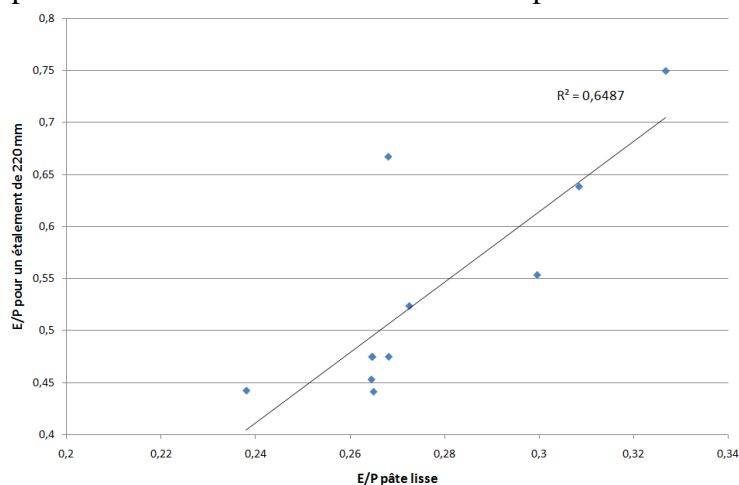


Figure 103 – Corrélation entre les résultats à étalement constant et à l'état de pâte lisse (sans sp)

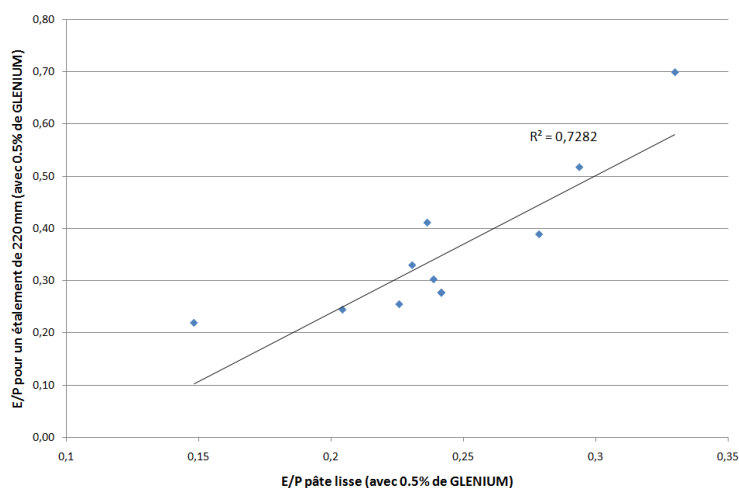


Figure 104 – Corrélation entre les résultats à étalement constant et à l'état de pâte lisse (avec 0,5% de GLENIUM)

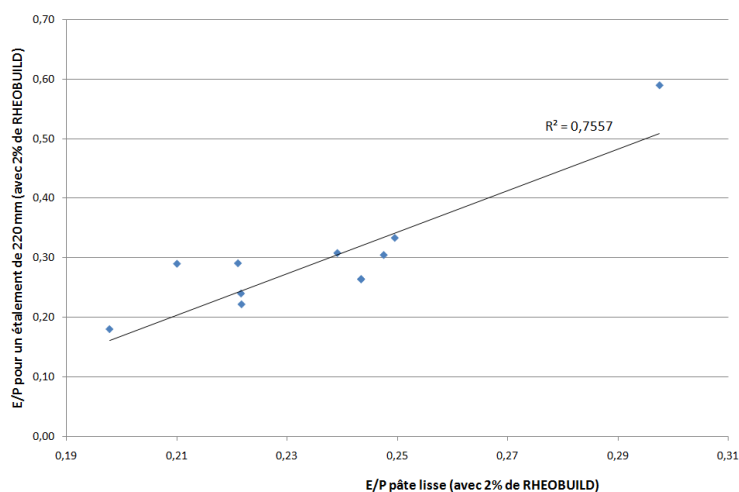


Figure 105 – Corrélation entre les résultats à étalement constant et à l'état de pâte lisse (avec 2% de RHEOBUILD)

Examinons à présent s'il existe une corrélation entre les seuils selon la loi de Bingham et selon la loi de Herschel-Bulkley. Le graphique ci-dessous (Figure 106) montre que malgré qu'il y ait une légère tendance commune, on ne peut néanmoins pas parler de corrélation. Ce résultat peut être expliqué par le fait que le seuil de Bingham ne se base que sur les résultats obtenus pour des taux de cisaillement élevés et ne tient pas du tout compte des taux de cisaillement faibles, qui influencent fortement les paramètres du comportement d'Herschel-Bulkley. La même observation peut être effectuée en présence de superplastifiant.

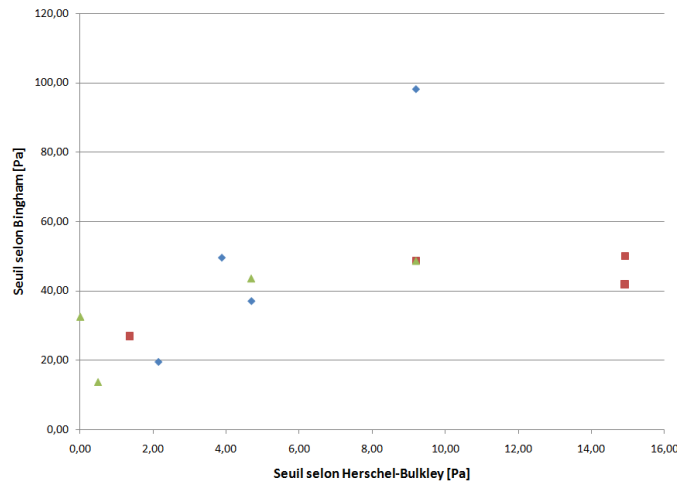


Figure 106 – Relation entre les seuils selon la loi de Bingham / Herschel-Bulkley (sans superplastifiant)

On peut encore mettre en évidence le lien entre la dimension D50 des mélanges et le rapport E/P nécessaire pour obtenir l'étalement de référence de 220mm (Figure 107). On peut remarquer qu'il existe bel et bien une certaine correspondance qui n'est néanmoins pas parfaite puisqu'en analysant le graphique, on peut remarquer que les courbes se référant aux fillers M1348 et M1357 sont interverties sur les deux graphiques. On peut donc dire qu'il existe une influence de la dimension des particules sur la demande en eau pour une maniabilité donnée. La comparaison du rapport E/P avec la surface B.E.T. serait vraisemblablement meilleure. Malheureusement, cette valeur n'a pas pu être établie dans le cas du ciment, ce qui ne permet pas de déterminer la courbe de variation de la surface spécifique des mélanges en fonction du taux de substitution.

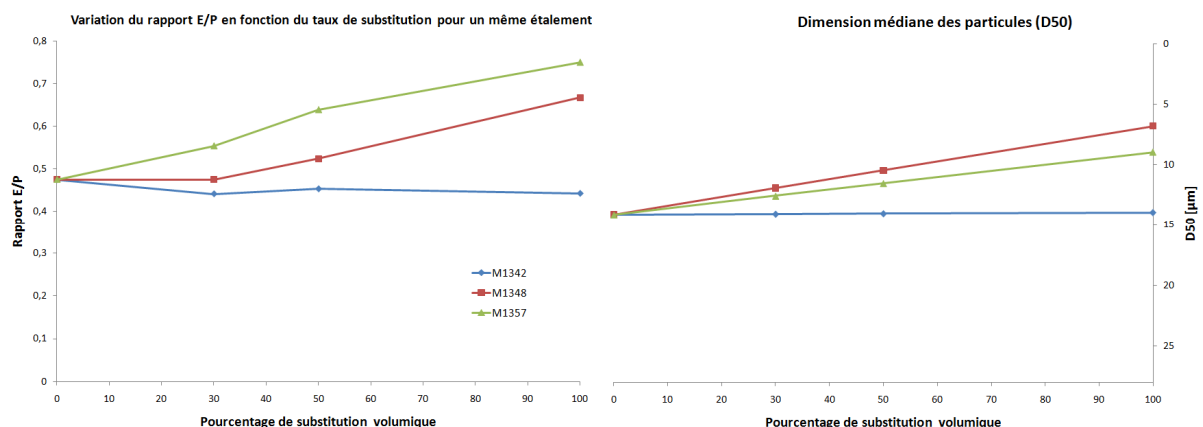


Figure 107 – Comparaison de la demande en eau pour un étalement donné et la dimension des grains (D50)

10 Relation entre seuil de cisaillement et étalement au cône

On a vu au §3.2.5 qu'il est possible de déterminer le seuil de cisaillement d'un fluide au moyen de la valeur de son étalement, et ce, quel que soit le cône utilisé. Pour rappel, la formule est la suivante :

$$\tau_c = a \cdot \frac{\rho g \Omega^2}{\pi^2 R^5} \quad (\spadesuit)$$

où $a = \frac{14}{8}$;

Dans le cadre de ce travail, les résultats fournis par cette formule différaient fortement par rapport à ce qui était extrapolé grâce aux résultats fournis par le rhéomètre. Une explication à ces fortes différences peut être trouvée dans les hypothèses sous-jacentes à l'établissement de cette formule. En effet, cette dernière repose sur des modèles d'écoulement négligeant l'inertie du coulis durant son affaissement. Or, les coulis étudiés avec le rhéomètre étaient relativement fluides, et leur affaissement se déroulait très rapidement (quelques dixièmes de seconde). Dans ce cas, le terme d'inertie dans l'équation d'écoulement (ρV^2) n'est plus négligeable et on sort des hypothèses de l'établissement de la formule.

A titre illustratif, la Figure 108 exprime l'évolution du seuil de cisaillement en fonction de la masse volumique du coulis. On peut constater que les résultats sont fort dispersés de telle sorte qu'on ne puisse pas espérer une relation linéaire entre la masse volumique du coulis et son étalement au cône comme le prétend l'équation (\spadesuit) ci-dessus.

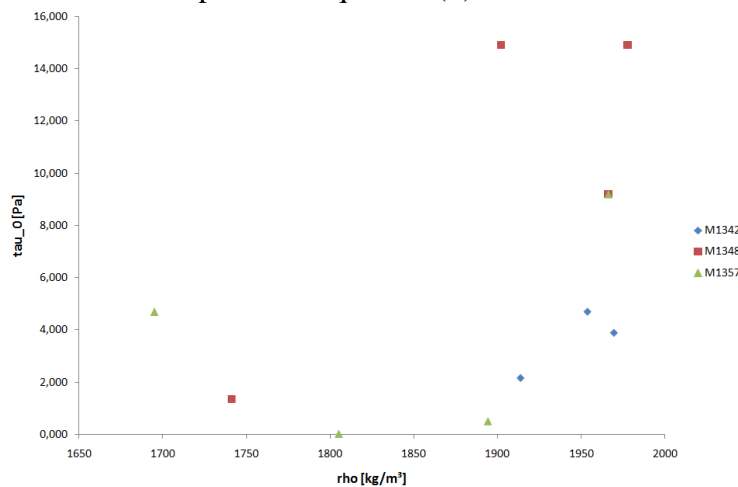


Figure 108 – Evolution du seuil en fonction de la masse volumique du coulis (cas sans superplastifiant)

PARTIE IV : CONCLUSIONS

11 Recommandations pour la suite de l'étude

Pour venir compléter la réflexion, il serait intéressant de réaliser des essais au moyen du rhéomètre sur des coulis pour lesquels on maintiendrait le rapport e/p constant. De cette manière, il serait possible de recouper ces résultats avec les conclusions obtenues à maniabilité constante. En effet, si à la lumière des rhéogrammes obtenus dans ce travail, le filler M1357 semble très intéressant d'un point de vue rhéologique car il permet d'améliorer très fortement le comportement des coulis, la conclusion serait vraisemblablement très différente si on avait travaillé à e/p constant puisqu'on sait que pour obtenir l'étalement de référence, il a fallu ajouter une grande quantité d'eau.

On a également rappelé que l'efficacité des superplastifiants variait en fonction du moment où celui-ci est inséré dans le mélange (§2.3.2). Dans tous les essais réalisés dans ce travail, le superplastifiant était introduit simultanément à l'eau de gâchage. Il serait intéressant d'analyser l'impact de l'introduction différée du superplastifiant puisque, en général, il s'agit de la manière la plus efficace d'utiliser un superplastifiant.

L'étude a essentiellement porté sur le comportement des coulis. L'application finale visant essentiellement les bétons, il faudrait analyser l'impact des caractéristiques rhéologiques des coulis sur le comportement des bétons à l'état frais, *i.e.* lorsqu'on les insère dans une matrice granulaire.

On a vu au §6.1.1 qu'un pourcentage de substitution de 98% avait un e/p à l'état de pâte lisse assez différent que pour un taux de substitution de 100%. Une explication possible a été de dire que les particules exercent des forces de répulsion de telle sorte que l'arrangement entre elles ne s'effectue pas de manière optimale. Il serait judicieux d'effectuer un essai de potentiel zêta. Cela permettrait de confirmer ou non l'hypothèse avancée.

12 Conclusion générale

Il est essentiel pour une formulation optimale de béton de bien cerner l'interaction du système ciment-fillers calcaires-superplastifiant. Comme on a pu le voir tout au long de ce travail, la quantité de superplastifiant à insérer dans un mélange ne peut se déterminer exclusivement en fonction de la quantité de ciment mais doit tenir compte de la présence éventuelle de fillers calcaires étant donné le fait que l'adjuvant agit également sur elles.

Le fait de travailler avec deux superplastifiants différents a permis de comparer leur efficacité. On a notamment pu constater que le GLENIUM[®] 51 (famille des polycarboxylates) est légèrement moins efficace en présence de fillers contenant de l'argile (M1357) et que, au contraire, il agit mieux en présence de calcaire pur (M1342).

L'essai de pâte lisse permet de caractériser l'agencement des particules dans un mélange. Cet essai est rapide, peu coûteux et, à l'inverse du pycnomètre, permet d'étudier des mélanges contenant du superplastifiant. Il a permis de mettre en évidence l'évolution du rapport e/p pour différents pourcentages de superplastifiant. On a pu remarquer que, dans la plupart des cas, la saturation est comprise entre 1,5 et 2% de superplastifiant par rapport à la masse de poudre. Le fait d'exprimer la quantité de superplastifiant par rapport à la masse de poudre traduit bien le fait que les fillers calcaires influencent la quantité de superplastifiant adsorbée dans les coulis.

Une bonne corrélation entre la surface spécifique B.E.T. et le rapport E/P à l'état de pâte lisse a également été mise en évidence.

Des essais avec un taux de substitution de 98% ont permis de montrer un comportement assez étrange puisque l'état de pâte lisse s'obtient avec une quantité d'eau bien supérieure à celle nécessaire pour un mélange constitué de 100% de filler. Ce comportement pourrait être expliqué par un mauvais arrangement des particules, entraînant des vides entre les particules plus grands que ceux escomptés.

L'essai BêtaP est un essai peu coûteux en matériel, fournissant la valeur du rapport e/p nécessaire pour permettre la mise en mouvement d'un mélange ainsi que la pente de variation de ce rapport pour un diamètre d'étalement croissant. Il est assez coûteux en temps et relativement difficile à réaliser pour des mélanges contenant des superplastifiants car la pente est très faible.

On a pu remarquer que l'effet du superplastifiant naphthalène sulfoné sur les coulis cimentaires consiste essentiellement à réduire la valeur de la pente tandis que le GLENIUM[®] 51 réduit à la fois le paramètre β_p ainsi que la pente.

Une perte de maniabilité en fonction du temps a également été mise en évidence en présence de superplastifiant et les essais ont montré que cette perte se réduit lorsque le taux de substitution du ciment par du filler calcaire augmente, ce qui constitue un très bon avantage en faveur des fillers (quels qu'ils soient) puisqu'ils stabilisent la maniabilité dans le temps des coulis en présence de superplastifiant.

Les essais réalisés à l'aide du rhéomètre ont été effectués à étalement constant. Cet étalement de référence a été choisi à partir d'un coulis cimentaire pur dont la quantité d'eau est tout juste inférieure à celle entraînant un ressuage. Le rhéogramme étant caractérisé par trois variables indépendantes (loi de comportement d'Herschel-Bulkley), il est logique d'obtenir des rhéogrammes différents à partir d'une seule valeur fixée, l'étalement.

Le rhéomètre est un appareil très précis permettant de fournir des résultats contenant beaucoup d'informations caractérisant le comportement rhéologique d'un coulis. Il s'agit néanmoins d'un outil très coûteux et difficilement transportable.

Un soin particulier a dû être porté lors des manipulations car les premiers essais effectués ont montré que les résultats fournis étaient fortement dépendants du mode et du temps de malaxage, du temps écoulé entre le malaxage et la mesure, de la température du mélange, bref, de l'histoire du coulis.

La substitution d'une partie du ciment par du filler calcaire (quel qu'il soit) permet de diminuer le seuil de cisaillement des coulis en présence de superplastifiant. Il s'agit là d'un deuxième effet bénéfique mis en évidence dans ce travail de ce constituant. Ceci est dû à la diminution de la maniabilité des coulis cimentaires en présence des superplastifiants utilisés dans ce travail. Cette diminution du seuil d'écoulement est due au fait que le comportement rhéoépaississant observé pour un coulis cimentaire contenant du superplastifiant tend à disparaître à mesure qu'on substitue une partie du ciment par du filler.

Les essais d'étalement qui précédaient la phase des mesures à l'aide du rhéomètre ont montré que, de manière générale, l'effet bénéfique de 0,5% de superplastifiant GLENIUM®51 est proche de celui obtenu avec 2% de RHEOBUILD®1100.

Les essais Vicat, qui fournissent une information sur le temps de prise des coulis, ont permis de confirmer le fait qu'un coulis contenant du GLENIUM®51 présente un temps de début de prise relativement faible par rapport à un coulis sans adjuvant. Au contraire, le temps écoulé entre le début et la fin de prise est allongé.

Les essais mécaniques ont montré que l'important ajout d'eau nécessaire pour atteindre l'étalement de référence dans le cas des fillers M1357 n'a pas un grand impact sur la résistance en compression des mortiers. Néanmoins, on constate une forte diminution de la résistance en compression des mortiers à mesure qu'on augmente le taux de substitution. Cette substitution n'est donc justifiable que lorsqu'on désire diminuer le coût des mélanges et/ou la chaleur d'hydratation.

En théorie, il est possible de déterminer le temps d'écoulement au cône de Marsh à partir des paramètres caractérisant le rhéogramme d'un fluide. Quelques essais ont été effectués pour comparer les résultats analytiques avec les résultats en laboratoire. Une certaine divergence a été constatée dans le cas des coulis cimentaires. En effet, comme on l'a rappelé plus haut, les caractéristiques rhéologiques des coulis cimentaires sont fortement dépendantes de son histoire. Or, il n'est pas possible de recréer des conditions identiques à celles qui ont été rencontrées dans le rhéomètre pour un coulis étudié à l'aide du cône de Marsh.

Le cône de Marsh ne fournit pas autant d'informations que le rhéomètre. En termes de quantité d'informations, il s'apparente plus à un essai d'étalement. Il a l'avantage d'être facilement transportable, contrairement au rhéomètre.

On a donc pu mettre en évidence certains comportements des coulis suite à la substitution partielle du ciment par des fillers calcaires. Il convient de bien cerner les effets que produisent les fillers et les superplastifiants sur les comportements des pâtes, en particulier à l'état frais de manière à en tirer le meilleur parti.

PARTIE V :

ANNEXES

Annexe 1 Pycnomètre

➤ Fiche technique

micromeritics®

Anglis
RUE DEWEZ, 14
5000 NAMUR-BELGIUM
TEL. : 081/22.50.85

MultiVolume Pycnometer 1305

DESCRIPTION

The MultiVolume Pycnometer 1305 provides a rapid means for precisely determining the true volume of powders, porous materials, and irregularly shaped solid objects. A very wide range of sample volumes, from 0.5 to 150 cm³ can be accommodated. Absolute density can then be calculated with an assured accuracy of ± 0.1 to 0.2%.

The chamber containing

the sample is first pressurized with a gas, preferably helium. Subsequent expansion of this gas into a precisely measured volume results in a pressure drop. The sample volume and density are then easily calculated from the two pressure readings as displayed on the digital indicator.

The unique design of the MultiVolume Pycnometer 1305 is based on three different sized sample chamber volumes, each

with its own expansion volume sized to provide maximum accuracy for that range.

BENEFITS

- Economically priced.
- Easy to use.
- Fast analyses.
- Largest sample volume range, 150 to 0.5 cm³.
- No vacuum required.



MultiVolume Pycnometer 1305

APPLICATIONS

Pycnometer applications include density measurements for metal oxides, refractories, carbon black, activated charcoal, amorphous silica, metal powders, ceramics, graphites, cokes, catalysts, pharmaceuticals, pigments, and many more materials.

SPECIFICATIONS**ELECTRIC:**

Accommodates to standard power mains worldwide.

GAS:

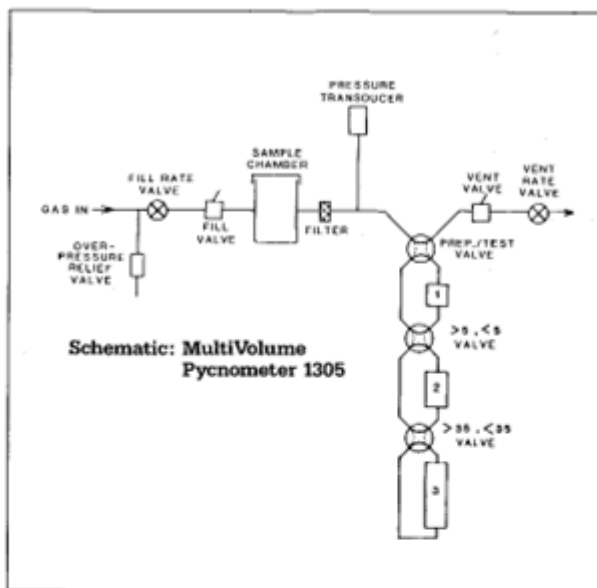
Helium at 140 to 170 kPa (20 to 25 psig) for best performance.

VACUUM:

Has attachment point for optional customer-supplied vacuum pump.

EXPOSED MATERIALS:

Aluminum, copper, brass, Buna-N.

**ACCURACY:**

sample volume

accuracy as percent of maximum sample volume

0.5 to 5 cm³ solids
(0.5 to 4 cm³ powders)

{ ± 0.2% (± 0.010 cm³), guaranteed
{ ± 0.1% (± 0.005 cm³) usually attained

5 to 35 cm³ solids
(4 to 31 cm³ powders)

{ ± 0.2% (± 0.070 cm³), guaranteed
{ ± 0.1% (± 0.035 cm³) usually attained

35 to 150 cm³ solids
(31 to 120 cm³ powders)

{ ± 0.2% (± 0.3 cm³), guaranteed
{ ± 0.1% (± 0.15 cm³) usually attained

One Micromeritics Drive • Norcross, GA 30093-1877 • Telex: 682-7018

Domestic Sales — (404) 662-3633
International Sales — (404) 662-3660

Domestic Repair Service — (404) 662-3666
Customer Service — (404) 662-3636

135/42706C

➤ Fichier résultat

Le résultat d'un des essais est repris dans le Tableau 10.

Tableau 10 – Résultats de la mesure de la masse volumique absolue du ciment

Nom echantillon:	ciment1						
Vcell	369,812	Vexp:	212,259	Vmort:	0	Vtot	0
Tare:	8,366	Tare+ech:	33,69	Pd ech:	25,324		
Actif	P1(psig)	P2(psig)	Vs(cm3)	Densite(gr/cm3)	Vpor	Porosity(%)	
1	18,106	10,429	8,146384	3,108618	0	0	
1	18,096	10,42	8,167513	3,100576	0	0	
1	18,11	10,426	8,180941	3,095487	0	0	
Vsample(cm3):	8,164.946						
Densite(gr/cm3):	3,101561						
Vol pore(cm3):	0						
Porosite(%):	0						

Annexe 2 Fiches techniques des superplastifiants

➤ GLENIUM® 51



GLENIUM® 51

Superplastifiant haut réducteur d'eau pour béton à faible E/C et hautes performances



Description

Le GLENIUM® 51 est un adjuvant non chloré d'une nouvelle génération chimique à base d'éther polycarboxylique modifié. Cet adjuvant a été développé pour l'utilisation dans l'industrie du béton où haute qualité, durabilité et performances mécaniques initiales et finales élevées sont requises.

La nouvelle chimie du GLENIUM®

Le GLENIUM® se différencie des superplastifiants traditionnels par son action nouvelle et originale qui améliore de façon très significative le pouvoir dispersant sur le ciment.

Cette nouvelle structure chimique agit sur le grain de ciment par répulsion électrostatique et effet stérique, c'est-à-dire en créant un obstacle physique au rapprochement des particules de ciment. L'état dispersé est ainsi amélioré.

De plus, cette réaction est la combinaison de deux actions successives. Dès l'incorporation du GLENIUM® dans le mélange cimentaire, une première partie active agit immédiatement et la seconde est présente mais inactive. L'hydratation du ciment, qui se déroule normalement, fait évoluer le pH du mélange vers la basicité, ce qui provoque la libération progressive des molécules complémentaires.

Celles-ci travaillent de la même manière que les premières et prolongent donc l'état de dispersion évitant ainsi la floculation et donc le raidissement précoce du mélange.

Domaines d'application

Le GLENIUM® 51 est particulièrement adapté à l'industrie de la préfabrication. En effet ses performances permettent de diminuer la température de l'étuve en conservant, voire en améliorant, les caractéristiques mécaniques requises à jeune âge. De plus, la durabilité des éléments fabriqués est améliorée par la diminution des effets néfastes des températures élevées (chocs thermiques, microfissurations).

Le GLENIUM® 51 est plus généralement utilisable pour l'élaboration de bétons à hautes performances mécaniques initiales et finales.

Propriétés

Le GLENIUM® 51 permet d'obtenir des bétons maniabiles avec des très fortes réductions d'eau, ce qui garantit donc des bétons de haute qualité.

Le GLENIUM® 51 apporte les avantages suivants au niveau de la mise en place, des performances et de la qualité intrinsèque du béton :

augmente

- la résistance à la compression à jeune âge et à long terme,
- la résistance à la flexion à jeune âge et à long terme,
- le module d'élasticité,
- l'adhérence sur les aciers,
- la résistance à la carbonatation,
- l'imperméabilité,
- la résistance aux agressions atmosphériques,
- la qualité des parements et de la texture du béton.

diminue

- la vibration,
- le retrait,
- le risque de fissuration,
- le fluage.

Caractéristiques

• Aspect	liquide
• Couleur	brun
• Masse volumique (MA 002)	1,08 ± 0,02 g/cm³
• pH (MA003)	7,0 ± 1
• Teneur en chlorures (MA 004)	< 0,1 %
• Extrait sec	36,6 ± 1,8%
• Na2O eq	< 2 %
• Transport	non classé
• Etiquetage	pas de symbole exigé

Mode d'emploi

Le GLENIUM® 51 est un adjuvant pour béton qui doit être incorporé isolément. L'effet optimal est obtenu par incorporation du GLENIUM® 51 dans le béton en différé, c'est-à-dire après l'addition de 70 % de l'eau de gâchage dans le malaxeur.



The Chemical Company

GLENIUM® 51

Toutefois, il est possible d'incorporer le GLENIUM® 51 dans l'eau de gâchage.

Eviter d'ajouter le GLENIUM® 51 sur les granulats.

Recommandations

En cas de gel, réchauffer le produit jusqu'à une température proche de + 30°C et agiter mécaniquement.

Compatibilité

Le GLENIUM® 51 est compatible avec la majorité des ciments.

Le GLENIUM® 51 n'est pas compatible avec certains plastifiants et superplastifiants. Consultez votre représentant local BASF CC France pour toute synergie.

Dosage

Plage normale d'utilisation

0,3 à 2,0 % du poids du ciment, soit 0,27 à 1,82 L pour 100 kg de ciment.

Pour d'autres utilisations, consultez votre représentant local BASF CC France.

Conditionnement

Conteneur de 1000 L, fût de 210 L, bidon de 10 L ou vrac.

Stockage

Il est recommandé de stocker le GLENIUM® 51 dans des conditions de températures supérieures à + 5°C.

Précautions d'emploi

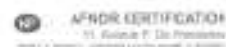
Le GLENIUM® 51 ne contient aucune substance exigeant un label particulier.

BASF Construction Chemicals France SAS a obtenu sa responsabilité civile tant en exploitation qu'après livraison de ses produits par une police d'assurance souscrite auprès de la Compagnie HDI Geilng France. Les garanties de cette police sont complétées par la police "emploi" responsabilité civile et/ou Geilng souscrite auprès de la société d'assurances HDI Geilng Allemagne.

Nous faisons toutefois un tel usage de nos conseils d'après nos connaissances les plus étendues, nous nous réservons donc le droit de modifier à tout moment le contenu de ce manuel.

L'emploi des produits doit être adapté aux conditions spécifiques à chaque situation. Pour toute précision complémentaire, nous vous conseillons de prendre contact avec l'une de nos agences BASF Construction Chemicals France.

Nos fiches de données de sécurité sont disponibles sur simple demande par Internet (www.basf-cs.fr) ou sur téléphone au 01 69 47 58 00.



BASF Construction Chemicals France SAS
Z.I. Petite Montagne Sud - 10, rue des Cèvennes - Lisses - 91017 Evry-Corbeil
Tél. : 01 69 47 58 00 Fax : 01 68 06 06 32 <http://www.basf-cs.fr>

➤ RHEOBUILD® 1100 con.30%



The Chemical Company

RHEOBUILD® 1100 con.30%



0956-CPD-1502

Superplastifiant / Haut réducteur d'eau (EN 934-2 T.3.1/T.3.2)



Description

Le RHEOBUILD 1100 CON.30% - adjuvant benorisé RHEOBUILD 1100 dilué - est un fluidifiant hautement réducteur d'eau spécialement formulé pour conférer au béton des propriétés rhéoplastiques.

Un béton rhéoplastique est un béton fluide présentant à l'essai au cône d'Abrams un affaissement d'au moins 200 mm; il s'écoule facilement sans ségrégation et son rapport eau/ciment est le même que celui d'un béton sans adjuvant et présentant un affaissement de 25 mm au cône.

Fiche technique

État d'agrégation	: liquide
Couleur	: brun
Poids spécifique à 20 C	: 1,145 kg/l
pH à 20 C	: 6 - 9
Teneur en halogénures	: max. 0,1 m/m%
Teneur en matière solide	: 30 %
Viscosité à 20 C	: < 70 mPa.s
Na ₂ O équivalent	: max. 5 %
Point de congélation	: -2 °C
Toxicité	: n.a.
Code couleur	: gris

Conditionnement, stockage et conservation

Le RHEOBUILD 1100 CON.30% est livré en vrac ou en fûts de 210 litres.

Stocker dans des récipients fermés, à l'abri du gel, mais en dessous de 35 C. Si le RHEOBUILD 1100 CON.30% a gelé, le faire dégeler à une température entre +2 °C et +30 °C et le reconstituer en agitant lentement.

Ne jamais utiliser d'air comprimé à cet effet.

Le RHEOBUILD 1100 CON.30% se conserve pendant 12 mois dans son emballage d'origine.

Dosage

Le RHEOBUILD 1100 CON.30% est dosé de 500 à 1200 cc par 100 kg ciment. Pour des applications spécifiques, d'autres dosages peuvent être appliqués.

Prière de consulter notre Service Technique, qui vous aidera à déterminer le dosage optimal.

Le RHEOBUILD 1100 CON.30% et l'eau de gâchage peuvent être dosés en même temps. L'effet plastifiant ou la réduction d'eau est maximum si l'adjuvant est dosé après l'eau de gâchage.

L'addition de RHEOBUILD 1100 CON.30% aux additifs secs ou au ciment est à déconseiller. Ressuage peut être causée par l'utilisation de vieux ciment, du sable cassé, temps de malaxage insuffisant, trop d'eau et ou si on emploie un dosage trop élevé d'adjuvant.

Pour la production d'un béton auto nivelant on recommande l'utilisation de silica fume ou de fraisil. Dans ce cas les fraisils ou silica fume sont dosés en même temps que le ciment.

Lors du dosage au chantier en cas de béton prêt à l'emploi, ajouter RHEOBUILD 1100 CON.30% directement dans le mixer et malaxer à grande vitesse pendant 1 à 2 minutes par m³ de béton jusqu'à ce que le mélange soit homogène.

Compatibilité

Le RHEOBUILD 1100 CON.30% est compatible avec tous les ciments répondant aux normes CEM.



si un béton à haute teneur en air est requis; le RHEOBUILD 1100 CON.30% peut être utilisé conjointement aux entraîneurs d'air fabriqués par BASF-CC, comme le MICRO-AIR. Dans ce cas, le MICRO-AIR doit être introduit dans le mélange séparément.

Le RHEOBUILD 1100 CON.30% conserve une efficacité optimale pour autant qu'il soit utilisé comme composant d'un système "adjuvant" BASF-CC.

Lors de l'utilisation d'autres adjuvants BASF-CC il faut ajouter chaque adjuvant séparément au mélange.

Durée d'ouvrabilité

La durée exacte du maintien de la maniabilité dépend non seulement de la température, mais aussi du type de ciment utilisé, de la nature des granulats et de la méthode de transport.

Il est recommandé d'établir des essais réels afin de déterminer le dosage optimal en relation avec les spécifications exigées de temps de prise et de résistance. Pour ce qui concerne la cure du béton, il est recommandé de prévoir des méthodes appropriées. Le MASTERKURE

Domaine d'application

Le RHEOBUILD 1100 CON.30% est recommandé pour toutes applications; béton non armé, béton armé et béton précontraint, béton projeté ou mortier, c'est à dire pour béton nécessitant une fluidité augmentée, facteur eau/ciment faible, résistance et durabilité élevées.

- les bétons de masse
- les bétons pompés

- les bétons sur acier galvanisé
- béton fudé
- béton hautes résistances (H.S.C.)

Avantages

Le RHEOBUILD 1100 améliore considérablement les caractéristiques de béton frais et du béton durci.

Le béton frais

- un béton fluide présentant un affaissement au cône de plus de 200 mm;
- une ouvrabilité prolongée;
- temps de prise contrôlé;
- cohésion et sans ségrégation;
- sans ressuage.

Le béton durci

- résistances initiales et finales augmentées;
- module d'élasticité plus élevé;
- augmentation de l'adhérence béton/acier;
- béton étanche;
- durabilité augmentée;
- diminution du retrait et du fissage;
- sonorité élevée.

Précautions

Le RHEOBUILD 1100 CON.30% n'est pas toxique; ni pour la santé, ni pour l'environnement. Éviter tout contact avec les yeux et contact prolongé avec la peau. En cas de contact avec les yeux, rincer abondamment à l'eau claire et consulter un médecin. Porter des gants et des lunettes de sécurité. Garder le produit hors de la portée des enfants. Consultez les données de sécurité pour des enseignements complémentaires.

BASF Construction Chemicals Belgium NV
Industrieterrein 'Ravenshout' 3711
Nijverheidsweg 89, B-3945 Ham
tel. +32 11 34 34 34 - fax +32 11 40 13 92
bccf-con@baf.be - www.basf-con.be
B.T.W./T.V.A. BE 0417 791 569
RPR/RPM Hasselt

BASF Nederland B.V., Construction Chemicals
Karlslusstraat 2
Postbus 132, NL-4900 AC Oosterveld N.B.
tel. +31 162 41 66 00 - fax +31 162 42 56 94
bccf-con@basf.nl - www.basf-con.nl
B.T.W. NL DE1829117R01
HR Arnhem 09022833



Cette information est basée sur nos meilleures connaissances au profit. L'acheteur/applicateur effectuera, en fonction du support et du caractère d'une part, de la mise en œuvre et conditions de travail d'autre part, sur lesquels BASF Construction Chemicals s'a assuré influence, sous sa responsabilité un essai d'adéquation du produit et se avant de commencer la réalisation. Des conseils écrits et oraux, conforme à nos conditions générales de vente sont sans engagement de notre part. La dernière édition des fiches techniques annule et remplace les précédentes.

Annexe 3 Résultats des essais de pâte lisse

➤ En l'absence de superplastifiant

Tableau 11 – Résultats des essais de pâte lisse sans superplastifiant

		Taux de substitution [%] :						
		0	10	20	30	50	75	100
M1342	E/P	0,26	0,27	0,27	0,26	0,26	0,25	0,24
	e/p	0,82	0,82	0,80	0,79	0,77	0,71	0,65
M1348	E/P	0,26	0,27	0,27	0,27	0,27	0,28	0,27
	e/p	0,82	0,82	0,81	0,80	0,79	0,79	0,73
M1357	E/P	0,26	0,28	0,29	0,30	0,31	0,33	0,33
	e/p	0,82	0,86	0,88	0,90	0,90	0,93	0,90

➤ Avec superplastifiant

Tableau 12 – Résultats des essais de pâte lisse avec le superplastifiant GLENIUM® 51

			Taux de substitution du ciment par du filler [%]						
			0	10	20	30	50	75	100
e/p	0% de GLENIUM 51	M1342	0,82	0,82	0,80	0,79	0,77	0,71	0,65
		M1348	0,82	0,82	0,81	0,80	0,79	0,79	0,73
		M1357	0,82	0,86	0,88	0,90	0,90	0,93	0,90
	0,5% de GLENIUM 51	M1342	0,74	0,73	0,78	0,66	0,58	0,55	0,39
		M1348	0,74	0,77	0,71	0,70	0,66	0,66	0,63
		M1357	0,74	0,78	0,79	0,82	0,85	0,88	0,89
	1% de GLENIUM 51	M1342	0,71	0,70	0,69	0,62	0,58	0,50	0,36
		M1348	0,71	0,68	0,63	0,63	0,58	0,53	0,56
		M1357	0,71	0,75	0,74	0,69	0,76	0,78	0,82
	1,5% de GLENIUM 51	M1342	0,66	0,69	0,65	0,60	0,52	0,47	0,35
		M1348	0,66	0,63	0,62	0,59	0,52	0,51	0,50
		M1357	0,66	0,71	0,63	0,69	0,61	0,63	0,72
	2% de GLENIUM 51	M1342	0,64	0,62	0,60	0,55	0,50	0,46	0,38
		M1348	0,64	0,60	0,55	0,53	0,53	0,51	0,48
		M1357	0,64	0,69	0,62	0,66	0,60	0,61	0,69
	Gain sur la demande d'eau (2% par rapport à 0%)	M1342	21,60	24,18	24,83	30,31	34,90	35,47	41,07
		M1348	21,60	26,71	32,05	33,43	32,91	35,66	34,03
		M1357	21,60	19,67	29,66	26,83	33,35	34,97	22,65

Tableau 13 – Résultats des essais de pâte lisse avec le superplastifiant RHEOBUILD® 1100

			Taux de substitution du ciment par du filler [%]						
			0	10	20	30	50	75	100
e/p	0% de RHEOBUILD 1100	M1342	0,82	0,82	0,80	0,79	0,77	0,71	0,65
		M1348	0,82	0,82	0,82	0,82	0,82	0,82	0,82
		M1357	0,82	0,86	0,88	0,90	0,90	0,93	0,90
	0,5% de RHEOBUILD 1100	M1342	0,83	0,80	0,77	0,77	0,72	0,65	0,61
		M1348	0,83	0,83	0,83	0,83	0,83	0,83	0,83
		M1357	0,83	0,84	0,85	0,87	0,87	0,92	0,84
	1% de RHEOBUILD 1100	M1342	0,78	0,75	0,74	0,71	0,66	0,58	0,53
		M1348	0,78	0,78	0,78	0,78	0,78	0,78	0,78
		M1357	0,78	0,80	0,79	0,80	0,81	0,86	0,78
	1,5% de RHEOBUILD 1100	M1342	0,75	0,71	0,70	0,63	0,62	0,54	0,51
		M1348	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75
		M1357	0,75	0,76	0,73	0,73	0,71	0,75	0,79
	2% de RHEOBUILD 1100	M1342	0,71	0,69	0,68	0,62	0,60	0,54	0,50
		M1348	0,71	0,71	0,71	0,71	0,71	0,71	0,71
		M1357	0,71	0,72	0,71	0,70	0,69	0,73	0,78
	Gain sur la demande d'eau (2% par rapport à 0%)	M1342	13,30	15,73	15,14	21,60	21,44	24,22	22,75
		M1348	13,30	13,30	13,30	13,30	13,30	13,30	13,30
		M1357	13,30	16,47	19,41	22,04	23,63	22,09	13,24

➤ Demande en eau

Les graphiques ci-dessous reprennent la demande en eau en fonction de la quantité de superplastifiant, exprimée en pourcentage par rapport à la masse de ciment.

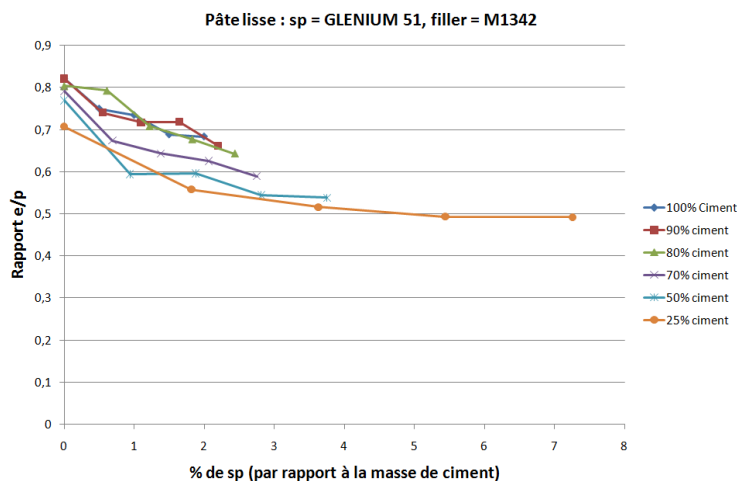


Figure 109 – Rapport e/p en fonction de la quantité de GLENIUM® 51 ; filler M1342 ; (p/p masse de ciment)

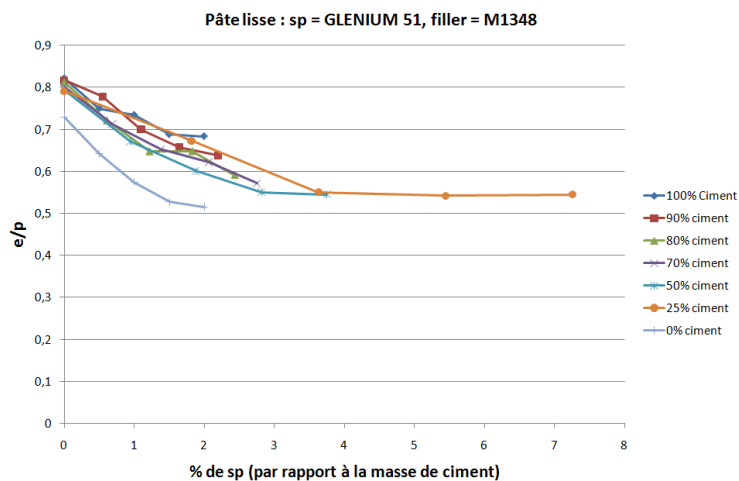


Figure 110 – Rapport e/p en fonction de la quantité de GLENIUM® 51 ; filler M1348 ; (p/p masse de ciment)

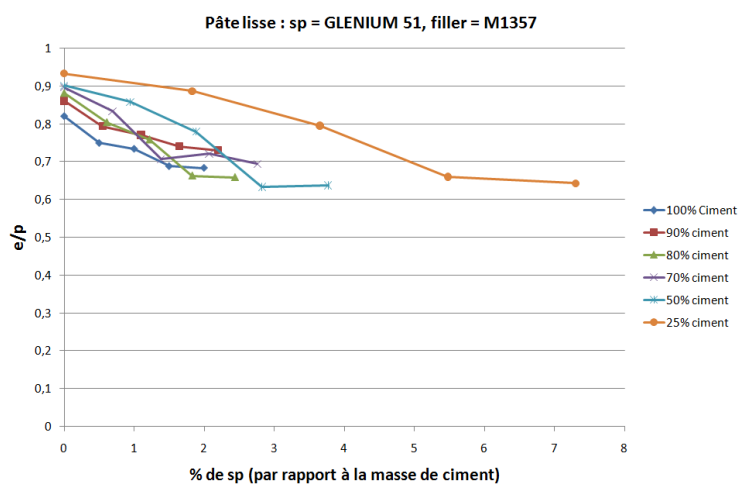


Figure 111 – Rapport e/p en fonction de la quantité de GLENIUM® 51 ; filler M1357 ; (p/p masse de ciment)

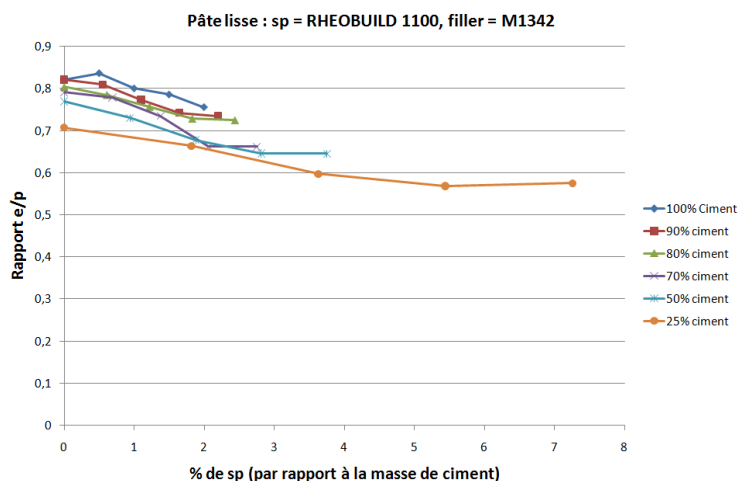


Figure 112 – Rapport e/p en fonction de la quantité de RHEOBUILD® 1100 ; filler M1342 ; (p/p masse de ciment)

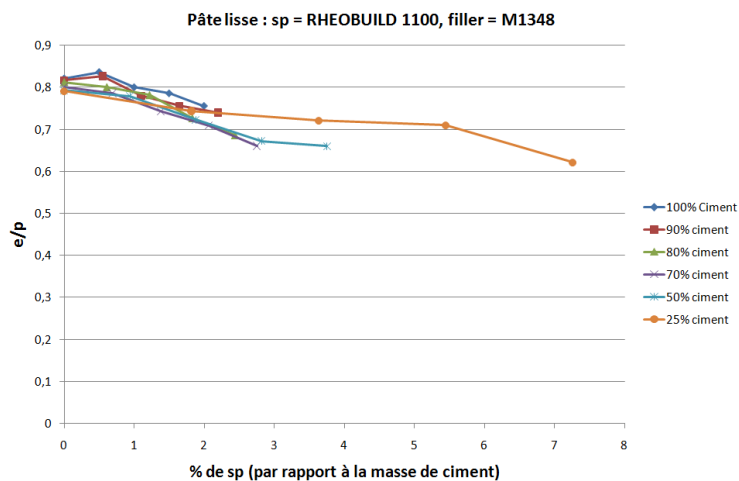


Figure 113 – Rapport e/p en fonction de la quantité de RHEOBUILD® 1100 ; filler M1348 ; (p/p masse de ciment)

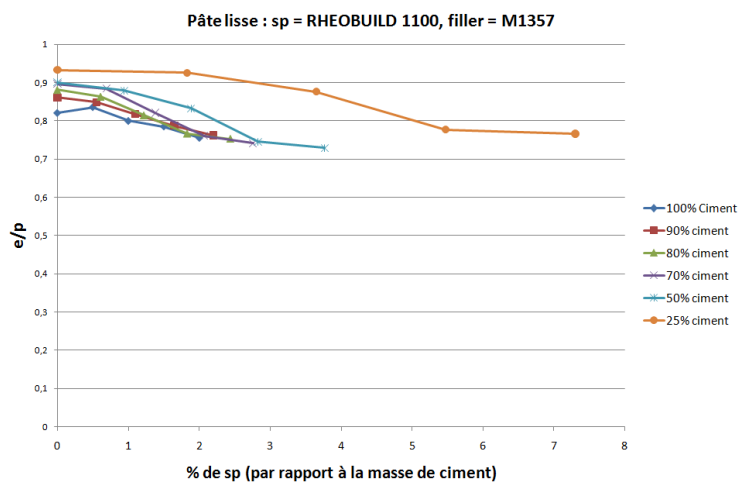


Figure 114 – Rapport e/p en fonction de la quantité de RHEOBUILD® 1100 ; filler M1357 ; (p/p masse de ciment)

➤ Comparaison de l'efficacité des superplastifiants

Tableau 14 – Gain en pourcents sur la demande en eau pour un pourcentage de superplastifiant de 2% (masse de poudre) par rapport à un mélange sans superplastifiant

		Taux de substitution massique [%]						
		0	10	20	30	50	75	100
M1342	GLENium 51	21,60	24,18	24,83	30,31	34,90	35,47	41,07
	RHEOBUILD 1100	13,30	15,73	15,14	21,60	21,44	24,22	22,75
M1348	GLENium 51	21,60	26,71	32,05	33,43	32,91	35,66	34,03
	RHEOBUILD 1100	13,30	14,71	20,84	22,75	17,37	26,43	26,84
M1357	GLENium 51	21,60	19,67	29,66	26,83	33,35	34,97	22,65
	RHEOBUILD 1100	13,30	16,47	19,41	22,04	23,63	22,09	13,24

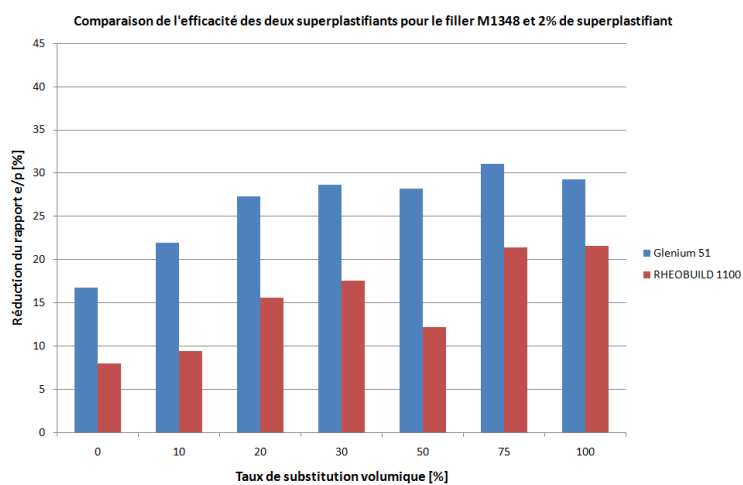


Figure 115 – Comparaison du gain en pourcents sur la demande en eau pour un pourcentage de superplastifiant de 2% (masse de poudre) par rapport à un mélange sans superplastifiant, filler M1348

Annexe 4 Résultats des essais BêtaP

➤ Sans superplastifiant

Le Tableau 15 reprend les résultats des essais BêtaP sans superplastifiant établis au moyen d'une régression linéaire au départ de quatre points obtenus pour quatre valeurs de e/p différentes.

Tableau 15 – Récapitulatif des résultats de l'essai BêtaP en l'absence de superplastifiant

		Taux de substitution volumique [%]						
		0	10	20	30	50	75	100
M1342	BêtaP	1,119	1,09	1,1063	1,0779	0,9847	0,944	0,8381
	Pente	0,0834	0,064	0,0567	0,0513	0,0575	0,0507	0,0528
M1348	BêtaP	1,119	ND	1,154	ND	1,21	1,153	1,05
	Pente	0,0834	ND	0,0777	ND	0,0476	0,0625	0,11
M1357	BêtaP	1,119	1,35	1,34	ND	1,41	1,48	1,42
	Pente	0,0834	0,0697	0,057	ND	0,0707	0,0805	0,07

➤ Avec superplastifiant

Le Tableau 16 reprend les résultats des essais BêtaP avec et sans superplastifiant établis au moyen d'une régression linéaire au départ de quatre points obtenus pour quatre valeurs de e/p différentes.

Tableau 16 – Résultats des essais BêtaP avec et sans superplastifiant

			Taux de substitution [%]		
			0	10	20
Sans sp	M 1342	BêtaP	1,12	1,09	1,11
		Pente	0,08	0,06	0,06
	M1357	BêtaP	1,12	1,35	1,34
		Pente	0,08	0,07	0,06
0.5% ¹⁷ GLENium	M 1342	BêtaP	0,78	0,74	0,75
		Pente	0,07	0,06	0,03
	M1357	BêtaP	0,78	0,94	1,00
		Pente	0,07	0,05	0,07
0.5% ¹⁷ RHEOBUILD	M 1342	BêtaP	1,14	1,02	0,96
		Pente	0,04	0,06	0,07
	M 1357	BêtaP	1,14	1,17	1,27
		Pente	0,04	0,06	0,05

¹⁷ Par rapport à la masse de poudre

Annexe 5 Rhéomètre

➤ Informations sur le rhéomètre

Sensor System	Z31	Z38
Titan Rotor Order No.	222-1461	222-1460
Inertia I (10^{-6} kg m^2)	11.17	20.957
Mass m (g)	74.2	92.4
Material: DIN No.	3.7035	3.7035
Radius R_i (mm)	15.725	19.010
$\pm \Delta R_i$ (mm)	0.0020	0.004
Length l (mm)	55	55
$\pm \Delta l$ (mm)	0.03	0.03
Distance a (mm)	8.0	8.0
Beaker TEF /Z48 222-1 431	222-1467	222-1467
Radius R_a (mm)	21.700	21.700
$\pm \Delta R_a$ (mm)	0.004	0.004
Material: DIN No.	1.4305	1.4305
Gasket (200°C) Order No.	002-5178	002-5178
Radii Relationship R_a/R_i	1.3804	1.1415
Measuring Gap	5.98	2.69
Sample Volume (cm^3)	52.0	33.0
Perm. Temperature max. °C	200	200
Calculation Factors		
A (Pa/Nm)	11710	8010
$\pm \Delta A$ (%)	0.5	0.5
M ($\text{s}^{-1}/\text{rad s}^{-1}$)	4.21	8.60
$\pm \Delta M$ (%)	0.5	0.5

Figure 116 – Fiche technique des rotors

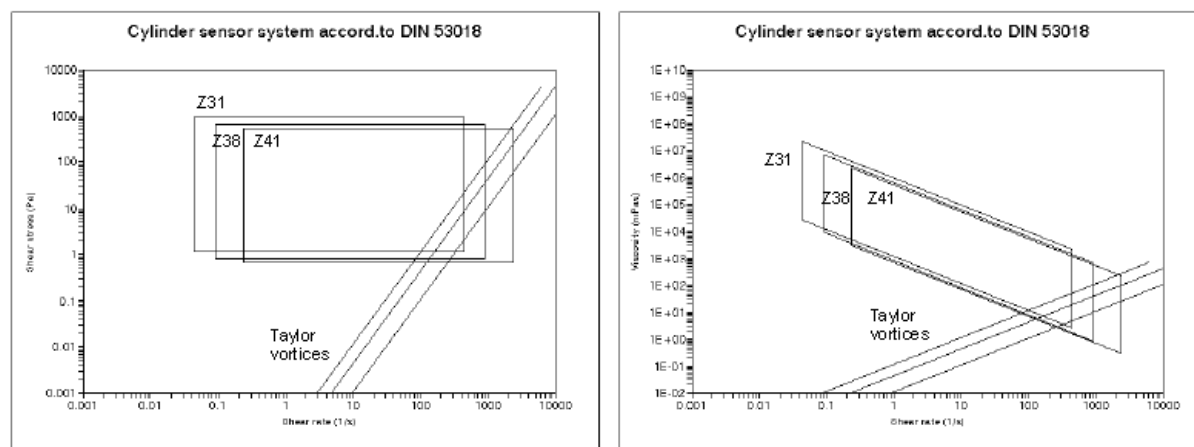


Figure 117 – Domaine de validité des rotors

➤ Comparaison des paliers atteints avec les deux modes de malaxage

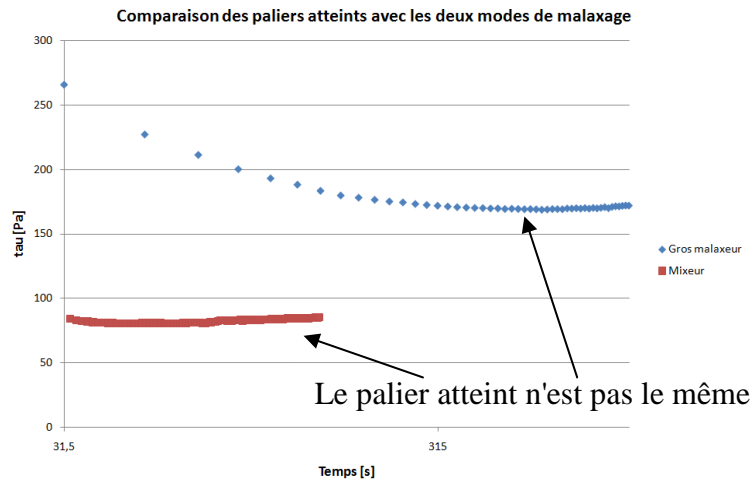


Figure 118 – Comparaison des paliers atteints avec les deux modes de malaxage (échelle de temps logarithmique)

➤ Calage du modèle de Herschel-Bulkley (programme VBA)

Option Explicit

'Déclaration des vecteurs

'-----

Dim taustar(11) As Double

Dim tau(11) As Double

Dim gamma(11) As Double

'Déclaration des scalaires

'-----

Public sigma As Double

Public mu As Double

Public n As Double

Public i As Double

Public bestcor As Double

Public bestsigma0 As Double

Public bestmu As Double

Public bestn As Double

Public cor As Double

Public sigmamax As Double

Public sigmainit As Double

Public mumax As Double

Public muinit As Double

Public nmax As Double

Public ninit As Double

Public passigma As Double

Public pasmu As Double

Public pasn As Double

Public nbpt As Double

Sub programme()

```
nbpt = 0
i = 2
```

```
While Worksheets("Feuil1").Cells(i, 1).Value <> ""
```

```
    nbpt = nbpt + 1
    i = i + 1
```

```
Wend
```

```
sigmamax = Worksheets("Feuil1").Cells(3, 9).Value
sigmainit = Worksheets("Feuil1").Cells(4, 9).Value
mumax = Worksheets("Feuil1").Cells(5, 9).Value
munit = Worksheets("Feuil1").Cells(6, 9).Value
nmax = Worksheets("Feuil1").Cells(7, 9).Value
ninit = Worksheets("Feuil1").Cells(8, 9).Value
passigma = Worksheets("Feuil1").Cells(3, 10).Value
pasmu = Worksheets("Feuil1").Cells(5, 10).Value
pasn = Worksheets("Feuil1").Cells(7, 10).Value
```

```
For i = 2 To (nbpt + 1)
```

```
    gamma(i - 1) = Worksheets("Feuil1").Cells(i, 1).Value
    tau(i - 1) = Worksheets("Feuil1").Cells(i, 2).Value
```

```
Next i
```

```
sigma = sigmainit
mu = munit
n = ninit
bestcor = 1000000000
Worksheets("Feuil1").Cells(10, 9).Value = 0
```

```
While sigma <= sigmamax
```

```
    While mu <= mumax
```

```
        While n < nmax
```

```
            For i = 1 To nbpt
```

```
                taustar(i) = sigma + mu * gamma(i) ^ n
```

```
            Next i
```

```
            cor = 0
```

```
            For i = 1 To nbpt
```

```
                cor = cor + (tau(i) - taustar(i)) ^ 2 * (i) ^ 5
```

```
            Next i
```

```
            If cor < bestcor Then
```

```
                bestsigma0 = sigma
                bestmu = mu
                bestn = n
                bestcor = cor
```

End If

n = n + pasn

Wend

n = ninit

mu = mu + pasmu

Wend

mu = muinit

Worksheets("Feuil1").Cells(10, 9).Value = sigma / sigmamax * 100

sigma = sigma + passigma

Wend

For i = 2 To (nbpt + 1)

Worksheets("Feuil1").Cells(i, 3).Value = bestsigma0 + bestmu * (Worksheets("Feuil1").Cells(i, 1).Value) ^
bestn

Next i

Worksheets("Feuil1").Cells(1, 6).Value = bestsigma0

Worksheets("Feuil1").Cells(2, 6).Value = bestmu

Worksheets("Feuil1").Cells(3, 6).Value = bestn

End Sub

➤ **Résultats obtenus pour des mélanges sans superplastifiant**

Tableau 17 – Résumé des résultats obtenus pour des coulis sans superplastifiant

Pourcentage de substitution		0	30	50	100
M1342	$\tau_0 [Pa]$	9,21	3,89	4,70	2,16
	$K [Pa \cdot s^n]$	15,57	20,28	20,84	7,76
	n	0,27	0,26	0,13	0,25
	$\rho [kg/m^3]$	1801,95	1805,39	1789,51	1749,43
	E/P	0,48	0,44	0,45	0,44
	V_p/V_t	0,40	0,42	0,41	0,45
	$\tau_{0,bingham} [Pa]$	98,20	49,54	37,00	19,44
	$Pente_{bingham} [Pa \cdot s]$	0,12	0,21	0,06	0,08
M1348	$\tau_0 [Pa]$	9,21	4,01	3,708	1,35
	$K [Pa \cdot s^n]$	15,57	13,48	13,94	18,30
	n	0,27	0,31	0,21	0,10
	$\rho [kg/m^3]$	1801,95	1813,57	1738,02	1577,03
	E/P	0,48	0,48	0,52	0,67
	V_p/V_t	0,40	0,41	0,37	0,36
	$\tau_{0,bingham} [Pa]$	48,66	50,04	41,92	26,97
	$Pente_{bingham} [Pa \cdot s]$	0,12	0,20	0,10	0,04
M1357	$\tau_0 [Pa]$	9,21	0,50	0,01	4,69
	$K [Pa \cdot s^n]$	15,57	26,27	21,24	5,49
	n	0,27	0,15	0,14	0,18
	$\rho [kg/m^3]$	1801,95	1729,91	1640,82	1530,69
	E/P	0,48	0,55	0,64	0,75
	V_p/V_t	0,40	0,38	0,35	0,33
	$\tau_{0,bingham} [Pa]$	48,66	13,81	32,58	43,61
	$Pente_{bingham} [Pa \cdot s]$	0,12	0,09	0,07	0,04

➤ **Résultats obtenus pour des mélanges contenant 0.5% de GLENIUM® 51**

Tableau 18 – Résumé des résultats obtenus pour des coulis avec 0.5% de GLENIUM® 51

Pourcentage de substitution		0	30	50	100
M1342	τ_0 [Pa]	125,97	107,37	35,31	_18
	K [Pa · s ⁿ]	0,08	0,32	0,47	
	n	1,57	1,36	1,23	
	ρ [kg/m ³]	2134,60	2068,33	2118,17	
	E/P	0,28	0,26	0,25	
	V_p/V_t	0,54	0,57	0,59	
	$\tau_{0,bingham}$ [Pa]	94,40	71,80	7,82	
	$Pente_{bingham}$ [Pa · s]	1,40	2,00	1,63	
M1348	τ_0 [Pa]	125,97	54,48	29,32	15,69
	K [Pa · s ⁿ]	0,08	0,05	0,02	0,68
	n	1,57	1,43	1,50	0,57
	ρ [kg/m ³]	2134,60	2016,15	1946,31	1671,34
	E/P	0,28	0,30	0,33	0,41
	V_p/V_t	0,54	0,53	0,51	0,47
	$\tau_{0,bingham}$ [Pa]	94,40	42,71	23,88	18,92
	$Pente_{bingham}$ [Pa · s]	1,40	0,50	0,22	0,06
M1357	τ_0 [Pa]	125,97	20,82	10,67	7,83
	K [Pa · s ⁿ]	0,08	31,87	12,76	4,06
	n	1,57	0,20	0,19	0,24
	ρ [kg/m ³]	2134,60	1877,57	1685,85	1541,97
	E/P	0,28	0,39	0,52	0,70
	V_p/V_t	0,54	0,46	0,40	0,34
	$\tau_{0,bingham}$ [Pa]	94,40	72,56	33,26	16,18
	$Pente_{bingham}$ [Pa · s]	1,40	0,32	0,09	0,04

¹⁸ Ibid. 12

➤ Evolution des paramètres rhéologiques pour des coulis cimentaires modifiés

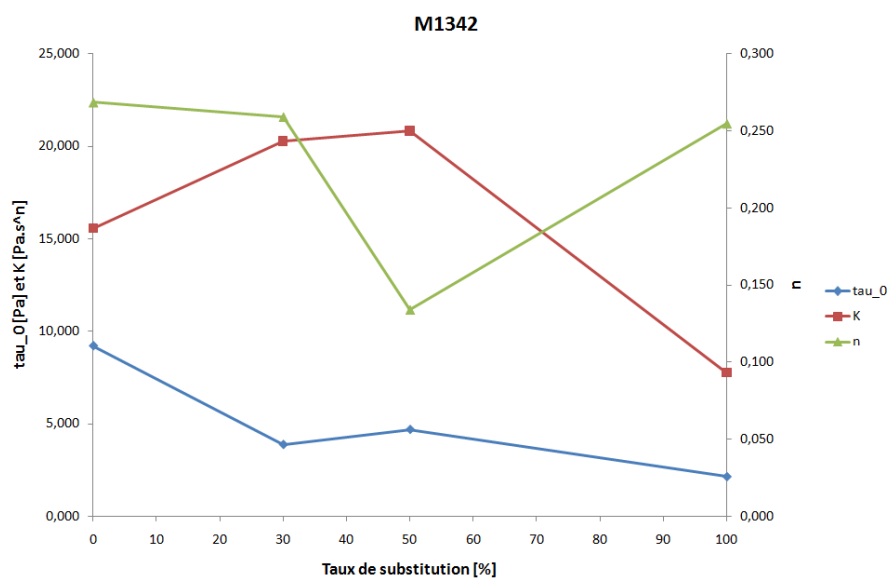


Figure 119 – Evolution des paramètres de la loi de Herschel-Bulkley pour le filler M1342

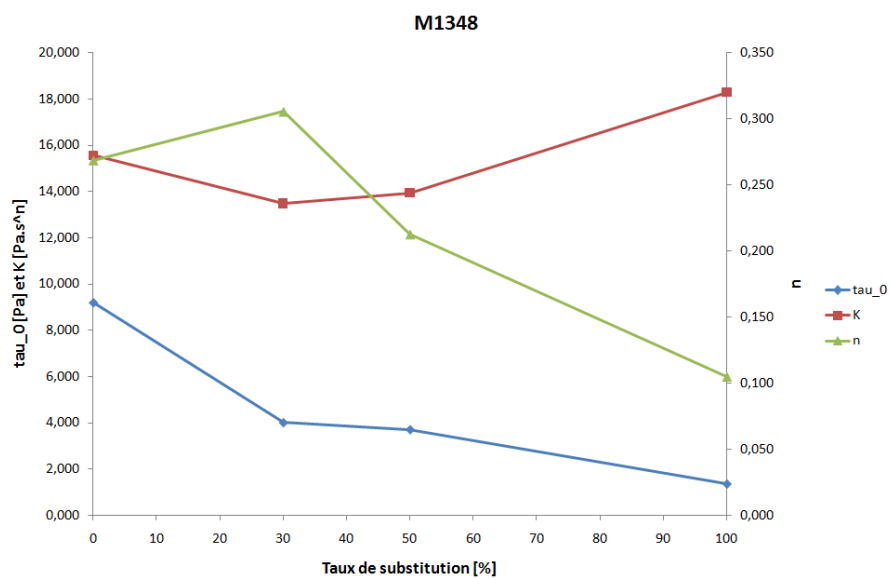


Figure 120 – Evolution des paramètres de la loi de Herschel-Bulkley pour le filler M1348

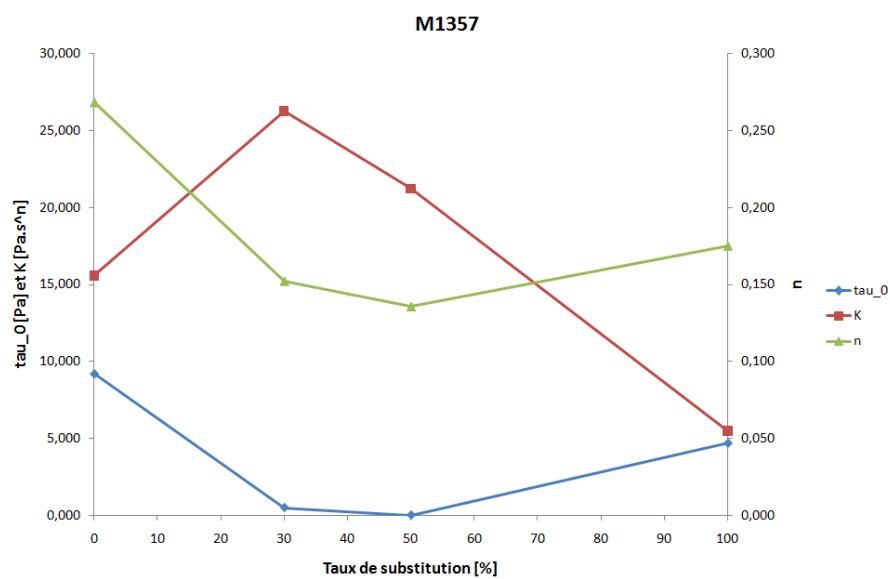


Figure 121 – Evolution des paramètres de la loi de Herschel-Bulkley pour le filler M1357

➤ Evolution des paramètres rhéologiques en présence de GLENIUM® 51

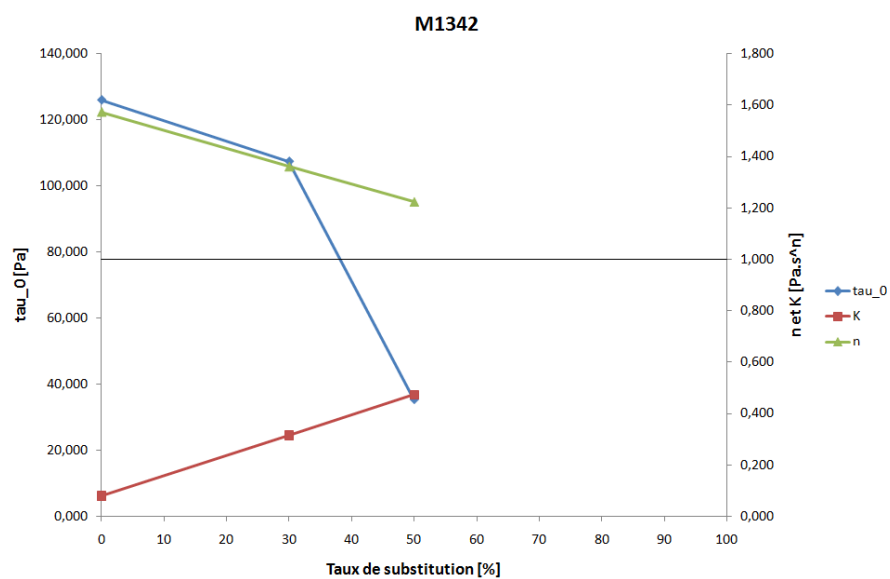


Figure 122 – Evolution des paramètres de la loi de Herschel-Bulkley pour le filler M1342 et 0,5% de GLENIUM® 51¹⁹

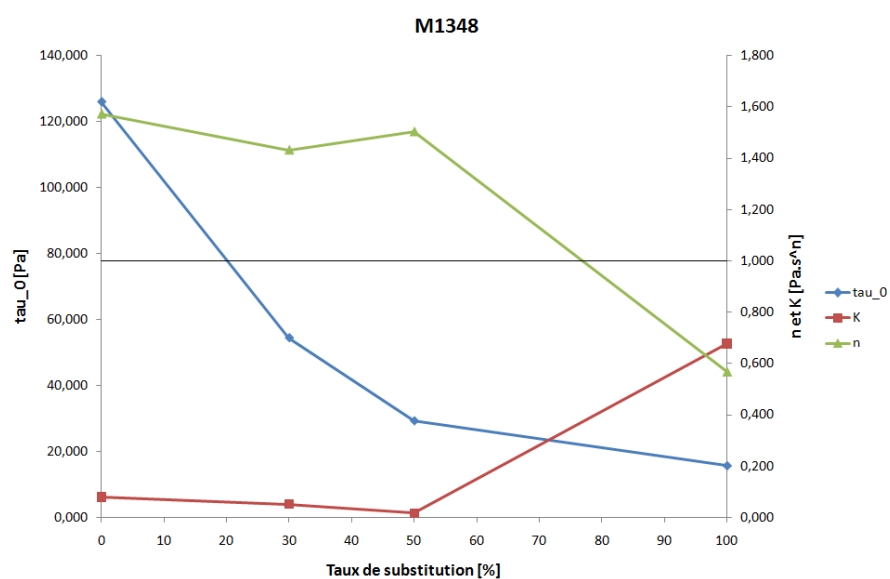


Figure 123 – Evolution des paramètres de la loi de Herschel-Bulkley pour le filler M1348 et 0,5% de GLENIUM® 51

¹⁹ Ibid. 11.

➤ Evolution des paramètres rhéologiques en présence de RHEOBUILD

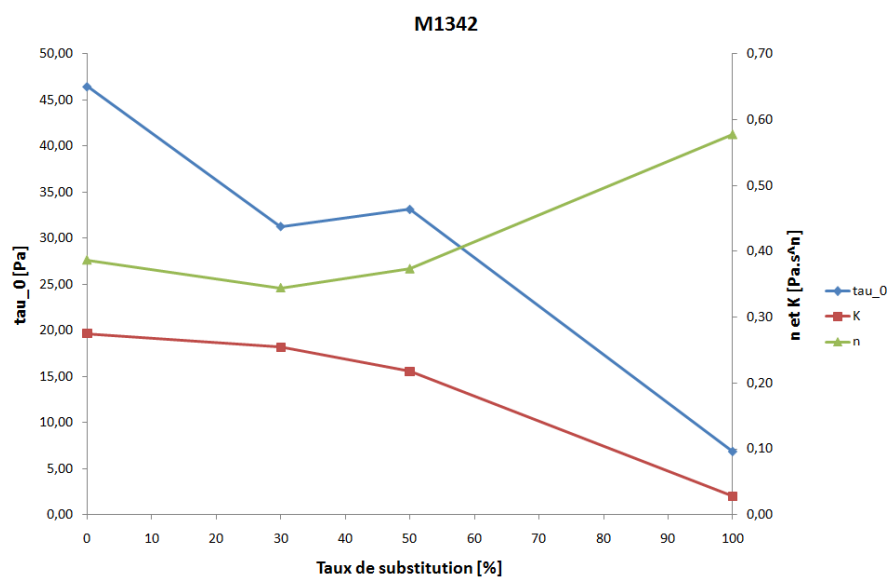


Figure 124 – Evolution des paramètres de la loi de Herschel-Bulkley pour le filler M1342 et 0,5% de RHEOBUILD

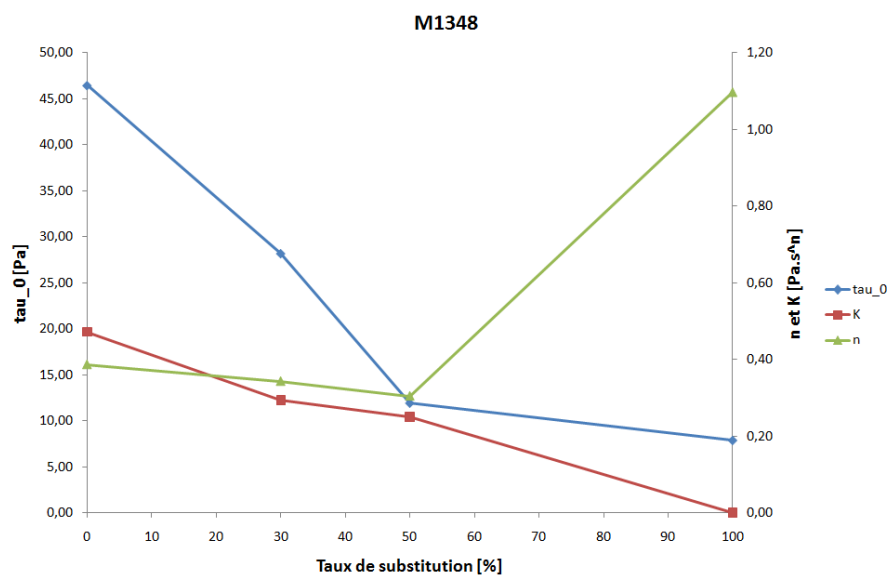


Figure 125 – Evolution des paramètres de la loi de Herschel-Bulkley pour le filler M1348 et 0,5% de RHEOBUILD

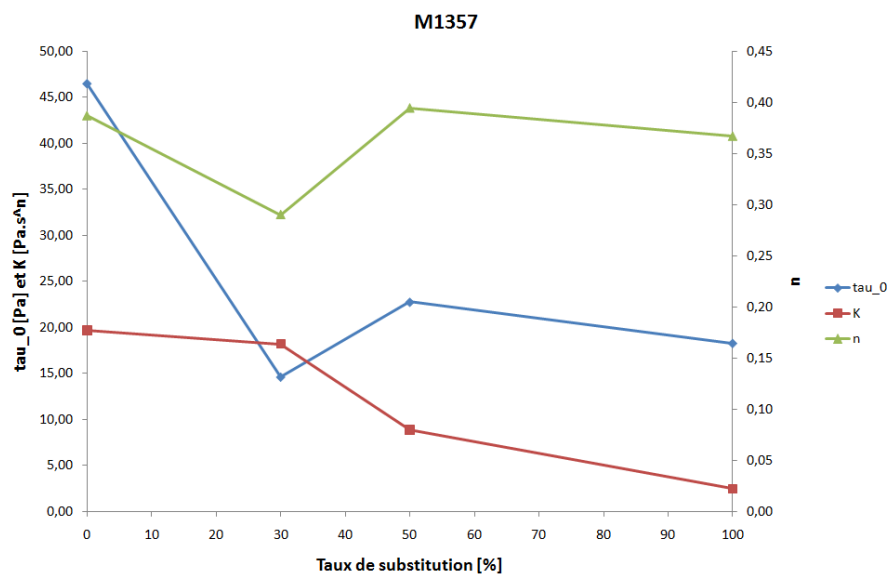


Figure 126 – Evolution des paramètres de la loi de Herschel-Bulkley pour le filler M1357 et 0,5% de RHEOBUILD

➤ Evolution temporelle des rhéogrammes

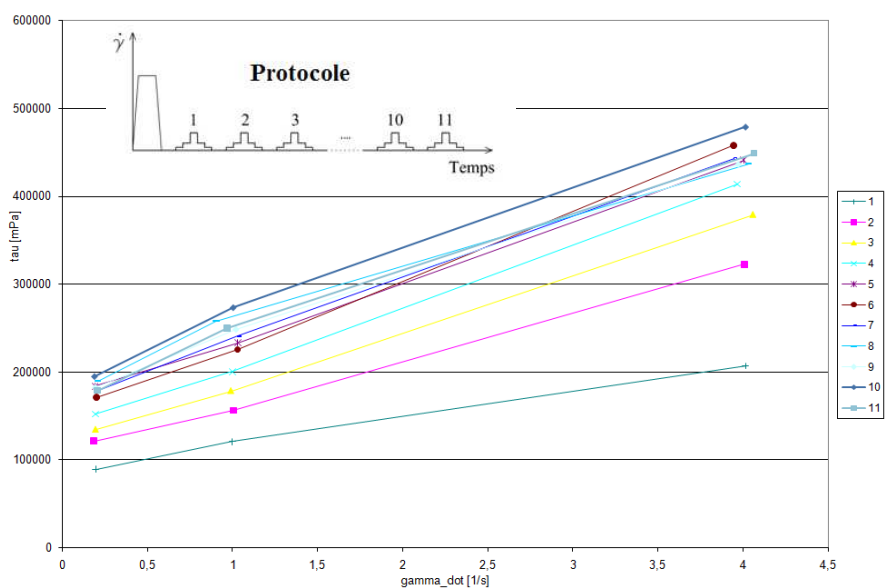


Figure 127 – Evolution des rhéogrammes dans le temps (100% ciment et 0,5% GLENIUM® 51)

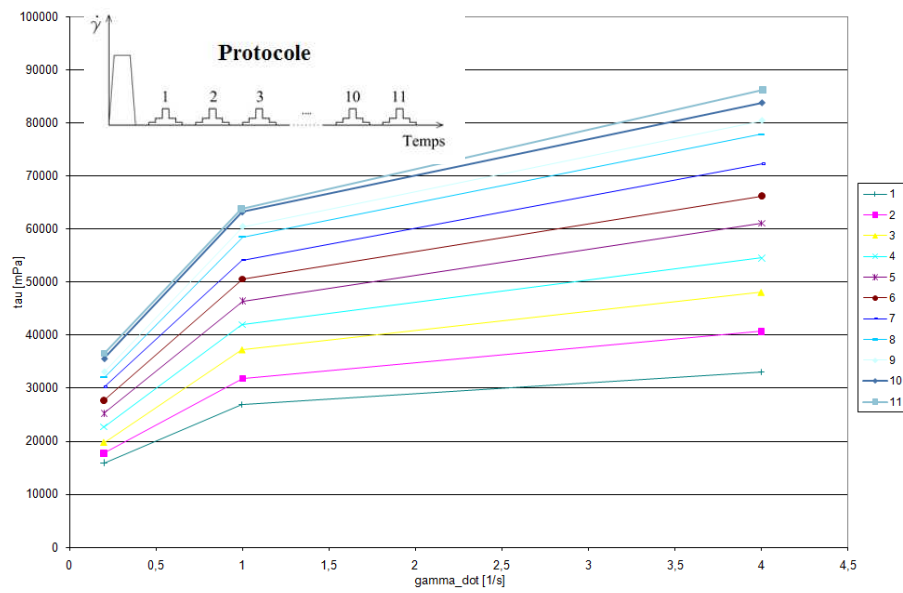


Figure 128 – Evolution des rhéogrammes dans le temps (100% ciment et sans superplastifiant)

Annexe 6 Essais mécaniques

➤ Résultats des essais

Tableau 19 – Résistances des mortiers réalisés, triés par ordre croissant de résistance en compression

	GLENIUM	RHEOBUILD	Flexion	Compression	Seuil
			MPa	MPa	Pa
100% ciment			8,07	62,48	9,2
30% M1342		✓	7,47	55,90	31,28
30% M1357	✓		5,96	41,68	20,82
50% M1342		✓	5,21	33,62	33,14
50% M1342			5,28	31,58	4,7
50% M1348		✓	5,40	30,57	11,93
50% M1348			4,46	26,85	3,7
50% M1357			4,91	26,27	0,01
50% M1357	✓		4,37	20,82	10,67

Annexe 7 Cône de Marsh

➤ Prédiction du temps d'écoulement au cône de Marsh à partir du rhéogramme

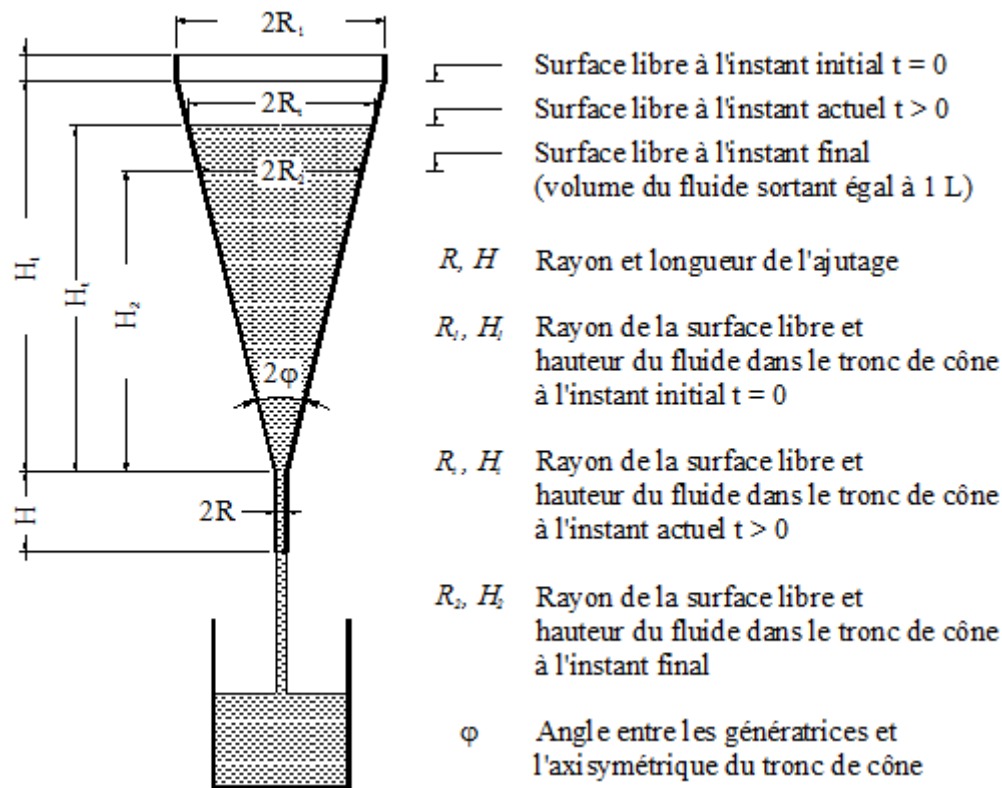


Figure 129 – Dimensions géométriques (en millimètres) du cône de Marsh et leur notation [28]

Selon Nguyen [28], il est possible de déterminer le temps d'écoulement au cône de Marsh d'un coulis dont on connaît le rhéogramme. Pour ce faire, on se base sur les équations suivantes :

$$t = - \int_{H_1}^{H_2} \frac{(R + H_t \tan \varphi)^2}{\bar{V}_\beta R^2} dH_t$$

Où t est le temps d'écoulement au cône de Marsh

H_t est la hauteur de coulis au temps t

Les autres paramètres sont repris à la Figure 129

La vitesse moyenne corrigée à la sortie du cône :

$$\bar{V}_\beta = \frac{\bar{V}}{\beta}$$

Le coefficient tenant compte du fait que l'écoulement s'écarte de l'écoulement de Poiseuille :

$$\beta = \frac{1}{2\lambda} \sqrt{\frac{\alpha R}{H}} \left[\frac{n}{2(3n+1)} \right]^{\frac{n}{2}} \left(1 - e^{-0.1\sqrt{\text{Re}}} \right) \left(\sqrt{\text{Re}} + \frac{1.5}{n} \sqrt[4]{\text{Re}} \right) + 1$$

Coefficient tenant compte du frottement le long des parois :

$$\lambda = 0,96$$

Le nombre de Reynolds de l'écoulement :

$$\text{Re} = \frac{\rho \bar{V}^{2-n} (2R)^n}{K}$$

La vitesse moyenne à la sortie du cône vaut :

$$\bar{V} = \frac{nR}{3n+1} \left[\frac{R}{2K} \left(\rho g + \frac{\Delta p}{H} \right) \right]^{\frac{1}{n}} f\left(\frac{r_0}{R}\right)$$

$$f\left(\frac{r_0}{R}\right) = \left[1 + \frac{2n}{2n+1} \left(\frac{r_0}{R}\right) + \frac{2n^2}{(n+1)(2n+1)} \left(\frac{r_0}{R}\right)^2 \right] \left(1 - \frac{r_0}{R} \right)^{\frac{n+1}{n}}$$

Le rayon du bloc solide non-cisaillé :

$$r_0 = \frac{2\tau_0}{\rho g + \frac{\Delta p}{H}}$$

Pour déterminer la différence de pression Δp entre l'entrée et la sortie de l'ajutage, on suppose que la force subie par le coulis dans l'ajutage est proportionnelle à une force hydrostatique :

$$\Delta p = \left(\alpha \rho g \cdot \left(1 + \frac{H_t}{H} \right) - \rho g \right) \cdot H$$

Le coefficient de proportionnalité vaut :

$$\alpha = \frac{1 - 1.1 \frac{\tau_0}{\rho g H \tan \varphi}}{1 + \frac{R}{3nH \tan \varphi}}$$

PARTIE VI : RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Courard L., Notes de cours de "Choix et optimisation des matériaux de construction", 2008.
- [2] Groupement Belge du Béton., "Technologie du béton." Bruxelles, 2006.
- [3] Centre Scientifique et Technique de la Construction, Centre Technologique International de la Terre et de la Pierre, Département Géomac de l'Université de Liège., "FILLTECH, Technologie des bétons liée à l'utilisation de fillers calcaires : valorisation de ceux-ci par une utilisation dans les bétons." Belgique, Biennale 2004-2006, février 2007.
- [4] Yahia A. et al., "Rheological properties of highly flowable mortar containing limestone filler-effect of powder content and W/C ratio." *Cement and Concrete Research* 35, mai 2004, pp. 532-539.
- [5] Bessa A., "Evaluation de la contribution des additions minérales à l'activité liante du ciment dans les mortiers." XXIèmes Rencontres Universitaires de Génie Civil - Prix "René Houpert", 2003, pp. 39-48.
- [6] Péra J. et al., "Influence of finely ground limestone on cement hydration." *Cement and Concrete Composite* 21, 1999, pp. 99-105.
- [7] Escadeillas G., "Les fillers et additions calcaires comme additions pour bétons hydrauliques." *PRODICAL - LMDC*, juin 1996.
- [8] Lucas J.-P., "Etude, par une méthode d'usure par abrasion, de l'auréole de transition formée dans un béton de ciment Portland." 1985.
- [9] Gallias J.-L. et al., "The effect of fine mineral admixtures on water requirement of cement pastes." *Cement and Concrete Research* 30, 2000, pp. 1543-1549.
- [10] Nehdi M., "Why some carbonate fillers cause rapid increase of viscosity in dispersed cement-based materials." *Cement and Concrete Research* 30, juin 2000, pp. 1663-1669.
- [11] Bigas J.-P., Gallias J.-L., "Single-drop agglomeration of fine mineral admixtures for concrete and water requirement of pastes." *Powder Technology* 130, 2003, pp. 110-115.
- [12] Flatt R.J. et al., "La rhéologie des Matériaux Cimentaires." National Institute of Standards and Technology, CIMENT, BÉTON, PLÂTRE, CHAUX, N°867, juin-juillet 2004, pp. 48-55.
- [13] Perche F., "Adsorption de polycarboxylates et de lignosulfonates sur poudre modèle et ciments." Thèse de doctorat, Lausanne, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 2004.
- [14] Cyr M., "Contribution à la caractérisation des fines minérales et à la compréhension de leur rôle joué dans le comportement rhéologique des matrices cimentaires." Thèse de doctorat en cotutelle, Toulouse et Sherbrooke, Institut national des sciences appliquées de Toulouse et Université de Sherbrooke, décembre 1999.
- [15] Mikanovic N., Jolicoeur C., "Influence of superplasticizers on the rheology and stability of limestone and cement pastes." *Concrete and Cement Research* 38, janvier 2008, pp. 907-919.
- [16] Giraudeau-Lenain C., "Interaction organo-aluminates dans les ciments. Interaction de polyméthacrylates-g-PEO dans l'hydrocalumite." Thèse de doctorat, Paris, Université Pierre et Marie Curie, février 2009.
- [17] Dieryck V. et al., "Adjuvants pour béton : développements récents." *Les Dossiers du CSTC*, Cahier n°1, 2° trimestre 2005.
- [18] Collepardi M., "Admixtures used to enhance placing characteristics of concrete." *Cement and Concrete Composites* 20, 1998, pp. 103-112.
- [19] Ramachandran V.-S., "Interaction of admixtures in the cement-water system." *Application of Admixtures in Concrete*, A.M. Paillère, 1995, pp. 1-14.
- [20] Ramachandran V.-S. et al., "Superplasticizers : Properties and Applications in Concrete." *CANMET*, Ottawa, Canada, 1998.
- [21] Nehdi M. et al., "Rheology of high-performance concrete : effect of ultrafine particles." *Cement and Concrete Research* 28, février 1998, pp. 687-697.
- [22] Tsvilis S. et al., "A study on the parameters affecting the properties of Portland limestone cements." *Cement and Concrete Composites* 21, 1999, pp. 107-116.
- [23] Couarraze G., Grossiord J.-L., "Initiation à la rhéologie." Paris, [éd] Tec & Doc, 3ème édition, 2000.
- [24] Courard L., "Caractères généraux des matériaux." Université de Liège, pp. 62-63.
- [25] Yahia A., K.H. Khayat., "Analytical models for estimating yield stress of high-performance pseudoplastic grout." *Cement and Concrete Research* 31, février 2001, pp. 731-738.
- [26] Legrand C., "Contribution à l'étude de la rhéologie du béton frais." Thèse de doctorat, Toulouse, Université Sabatier de Toulouse, avril 1971.
- [27] Domone P., H.-W. Chai., "Testing of binders for high performance concrete." *Cement and Concrete Research*, Vol. 27, juin 1997, pp. 1141-1147.
- [28] Nguyen V.-H., "Comportement rhéologique et écoulement au cône de Marsh des coulis cimentaires." Thèse de doctorat, Université de Cergy-Pontoise, octobre 2007.
- [29] Roussel N., Coussot P., "Ecoulement d'affaissement et d'étalement : modélisation, analyse et limites pratiques." *Revue Européenne de Génie Civil*.
- [30] Michel F., "Caractérisation physique des fillers calcaires." Mémoire de DEA, 2006.
- [31] Bossis G., Brady J.-F., "The rheology of concentrated suspensions of spheres in simple shear flow by numerical simulation." *J. Fluid Mech.*, 155, 1985, pp. 105-109.
- [32] Kaci A. et al., "Rheological behaviour of render mortars." *Applied Rheology* 19, 2009.

