

19^e Edition des Journées scientifiques
du Regroupement Francophone pour la Recherche et la Formation sur le Béton
(RF)²B

SIAME, Anglet, France
12 et 13 juillet 2018

DETERMINATION DES CONTRAINTES SEUIL DES PÂTES DE CIMENT EN VUE D'UNE OPTIMISATION DE LA RHEOLOGIE DES BETONS

M. Bala^A, R. Zentar^A, P. Boustingorry^B

^A Institut Mines Telecom Lille-Douai, LGCgE-GCE, 764 bd Lahure, BP 10838, 59508 Douai, France

^B CHRYSO France, 7 rue de l'Europe - Z.I. - 45300 Sermaises du Loiret, France

RÉSUMÉ : Les performances technico-économiques du béton font de lui le matériau le plus utilisé en construction et le plus fabriqué au monde. Cependant, la quantité de ciment Portland incorporée dans le béton engendre un bilan carbone lourd. Un des leviers pour minimiser la quantité de ciment dans le béton est de réduire le volume de pâte. Pour ce faire, l'optimisation de la compacité du squelette granulaire peut constituer une solution sans affecter les propriétés à court terme (ouvrabilité) et à long terme (résistance et durabilité) du béton. Outre le volume de pâte, sa qualité traduite par son seuil de cisaillement, est une propriété essentielle à l'écoulement du béton. Dans ce contexte, notre travail vise à mettre en place une démarche de formulation de béton avec un volume minimal de pâte. Dans le présent article, l'objectif est d'observer l'influence des paramètres de formulation de la pâte (rapport eau/ciment et dosage en superplastifiant).

1. INTRODUCTION

Le béton hydraulique est constitué d'un empilement de grains de différentes tailles liés par une pâte de ciment. La pâte de ciment représente la phase liquide du béton frais. Dans un béton ordinaire, elle est composée de ciment, d'eau et d'adjuvants. D'autres types de bétons, tels que les Bétons à Haute Performance ou les Bétons Auto-Plaçants, nécessitent l'utilisation de particules ultrafines. L'autre phase du béton frais est la phase solide qui est constituée de granulats de différentes tailles et formes.

La rhéologie du béton repose non seulement sur un choix adéquat du squelette granulaire (compacité, ajout de particules ultrafines, diamètre maximale des granulats,...), mais aussi sur une qualité supérieure de la pâte de ciment qui vient se mettre dans les vides inter-granulaires du squelette. Des adjuvants (superplastifiants et agents de viscosité) peuvent être incorporés dans la pâte de ciment afin de garantir la fluidité et une certaine stabilité (résistance à la ségrégation). Le comportement rhéologique du béton est classiquement considéré comme celui d'un fluide à seuil (Mokéddem, 2012). Le seuil de cisaillement définit l'aptitude d'un béton à s'écouler sous une faible contrainte (solicitation). Des études sur des suspensions de tailles diverses plongées dans un fluide suspendant ont montré que le seuil de cisaillement de ce fluide dépend principalement de la compacité des particules solides, de leur fraction volumique, de leur taille et forme ainsi que du seuil de cisaillement du fluide suspendant (Flatt and Bowen, 2006 ; Roussel, 2008). Ce dernier sera étudié dans ce qui suit pour le cas des pâtes de ciment.

Le seuil de cisaillement est une manifestation soit des interactions particulières de type Van der Waals entre grains colloïdaux de tailles voisines du micromètre, soit du frottement solide entre grains de tailles voisines

du millimètre (Yammine, 2007). Cette propriété est évolutive dans le temps en considérant les changements physico-chimiques dus aux phénomènes de prise. Les superplastifiants agissent sur les grains de ciment par un effet électrostatique et/ou stérique afin de diminuer le seuil de cisaillement des matériaux cimentaires.

Un fluide en écoulement est caractérisé par une grandeur rhéologique, la viscosité, définie par le rapport entre la contrainte appliquée et la vitesse de cisaillement. Elle reflète la résistance visqueuse du fluide à l'écoulement (Hot, 2013). Différents comportements rhéologiques peuvent être observés lors du cisaillement d'un fluide, généralement classés en deux catégories distinctes : les fluides newtoniens et les fluides non newtoniens qui se différencient par leurs réponses à une sollicitation. Les fluides newtoniens ont la particularité d'avoir une viscosité indépendante du taux de cisaillement appliqué et de l'historique de l'écoulement. Ils suivent une loi de comportement linéaire. À l'inverse, les fluides non newtoniens ont une viscosité qui dépend du taux de cisaillement et qui peut changer avec le temps. On distingue alors différents types de comportement au cours de l'écoulement : des fluides rhéo-épaississants, des fluides rhéo-fluidifiants simples (pseudo-plastiques) et des fluides à seuil, ou plastiques (Figure 1).

Plusieurs modèles rhéologiques existent qui peuvent décrire les comportements des fluides cités ci-dessus. Le comportement rhéo-épaississant (ou dilatant) est défini par un rhéogramme en viscosité dont la concavité est tournée vers le haut (Figure 1-a-2 et 1-b-2), le fluide devient plus visqueux et donc plus « épais » lorsque le cisaillement croît (Coussot, 2012). La loi de comportement d'Ostwald peut représenter ce type de comportements pour un exposant strictement supérieur à 1 :

$$\tau = K \times \dot{\gamma}^{n_e} \quad (\text{Eq 1})$$

- K étant l'indice de consistance (une constante) ;
- n_e est l'indice d'écoulement qui représente la déviation avec un fluide newtonien.

De même, le liquide rhéo-fluidifiant est défini par un rhéogramme en viscosité dont la concavité est tournée vers le bas (Figure 1-a-3 et 1-b-3) et qui peut être décrit par la loi d'Ostwald pour $n_e < 1$. Dans ce type d'écoulement la viscosité décroît lorsque le cisaillement augmente.

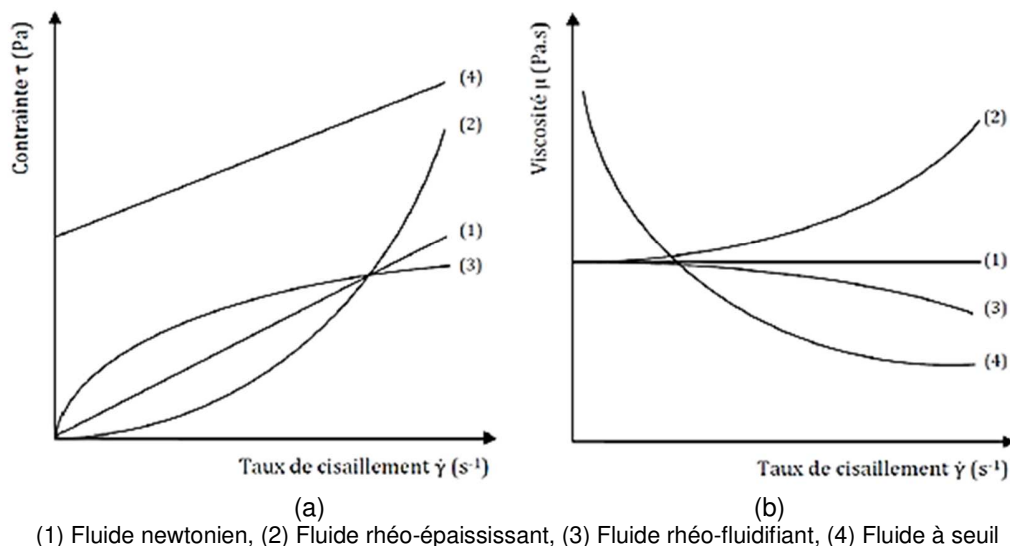


Figure 1. (a) Courbes d'écoulement en contraintes de cisaillement et (b) Courbes d'écoulement en viscosité (Hot, 2013)

En ce qui concerne les fluides à seuil (plastiques), ils ne s'écoulent qu'à partir d'une certaine contrainte de sollicitation appelée seuil de contrainte ou seuil d'écoulement. Si la contrainte appliquée au fluide est inférieure à cette contrainte seuil, le fluide ne s'écoule pas. Si la contrainte critique est atteinte, on entre dans le régime liquide. Pour ce type de fluides, les représentations les plus simples et les plus utilisées sont les modèles de Bingham ou d'Herschel-Bulkley.

Le modèle de Bingham reste le plus connu. Il s'agit d'un modèle linéaire en gradient, caractérisé par une viscosité plastique constante. La contrainte de cisaillement est donnée par :

$$\tau = \tau_0 + \mu_{pl} \times \dot{\gamma} \quad (\text{Eq 2})$$

- τ_0 est la contrainte seuil ;
- μ_{pl} est la viscosité plastique.

La loi de comportement de Herschel-Bulkley représente une généralisation des modèles de Bingham ($n=1$) et de celui d'Ostwald ($\tau_0 = 0$) :

$$\tau = \tau_0 + K \times \dot{\gamma}^{n_e} \quad (\text{Eq 3})$$

Où K et n_e sont les paramètres définis ci-dessus (modèle d'Ostwald) qui décrivent le comportement du matériau.

2. MATÉRIAUX, MATÉRIEL ET MÉTHODES

Dans cette étude, nous avons utilisé un ciment de type CEM I 52,5 R en provenance de Saint-Pierre-La-Cour (LafargeHolcim Ciments). Il s'agit d'un ciment destiné aux travaux de préfabrication, dont la finesse nous permet une gamme plus large de rapports eau/ciment (E/C) sans induire de sédimentation.

Par ailleurs, l'adjuvant utilisé durant cette étude est le superplastifiant haut réducteur d'eau CHRYSO®Fluid Optima 206. Il est conforme à la norme NF EN 934-2. Il s'agit d'un superplastifiant Polycarboxylate de nouvelle génération recommandé pour le béton prêt à l'emploi et les chantiers de Génie Civil. D'après la fiche technique de ce produit, il doit être incorporé de préférence dans l'eau de gâchage.

Afin de déterminer le dosage de saturation du ciment en superplastifiant, nous avons suivi la méthode des coulis de l'AFREM (de Larrard et al., 1996). L'essai consiste à mesurer le temps d'écoulement de 500mL de coulis de ciment au travers d'un cône de Marsh, en faisant varier le dosage en superplastifiant (rapport E/C fixe). Les mesures de fluidité du coulis sont représentées par une courbe donnant le temps d'écoulement du système Ciment-Superplastifiant en fonction du dosage en superplastifiant. Les mesures sont réalisées à un temps équivalent, 5 minutes après le contact eau-ciment.

Pour la mesure des caractéristiques rhéologiques, dans cette étude, nous avons utilisé le rhéomètre ANTON PAAR MCR102. Les réglages nécessaires avant de commencer les essais concernent essentiellement la température de l'essai (20 °C), l'ajustement du moteur, la réinitialisation de la force et le choix de l'entrefer. Durant cette étude, nous avons utilisé une géométrie cylindrique (couette) pour notre programme expérimental. Par ailleurs, pour préparer les coulis nous avons utilisé un mélangeur double rotation en respectant un temps de malaxage de 4 minutes au total.

Pour analyser l'effet du superplastifiant et du rapport E/C sur le seuil de contrainte, nous avons élaboré un programme expérimental en variant le rapport E/C de 0,4 à 0,6 (par pas de 0,1) et le dosage en superplastifiant en extrait sec de 0 à 0,37% avec un pas de 0,12% (jusqu'à dépasser le dosage de saturation qui est de 0,28% en E.S). Le Tableau 1 présente toutes les combinaisons d'essais effectués.

Dosage en superplastifiant		Rapport E/C		
en extrait sec (ES)	en dilué (SP)	0,40	0,50	0,60
0,00%	0,00%	x	x	x
0,12%	0,60%	x	x	x
0,24%	1,20%	x	x	x
0,37%	1,80%	x	x	x

Tableau 1. Programme expérimental

Afin d'éviter les effets de prise, tous les essais ont été réalisés à un temps égal après début du malaxage ($t = 5$ min). De plus, un précisaillement des échantillons a été effectué avant d'enregistrer les données de cisaillement pour éliminer toute influence de l'historique de l'échantillon ou tout autre effet secondaire (agglomération des grains de ciment, sédimentation,...). Le gradient de cisaillement appliqué varie de 100 s^{-1} à $0,01 \text{ s}^{-1}$ (rampe descendante). Le choix d'un intervalle de gradients large permet de s'adapter à une gamme de contraintes seuil large au vu du domaine expérimental envisagé (rapports E/C et dosages en superplastifiant).

Pour déterminer le seuil de cisaillement, trois mesures différentes sur chaque mélange ont été réalisées à chaque fois.

3. RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

La granulométrie du ciment influe non seulement sur le seuil de cisaillement (forces de van der Waals et frottements entre les grains), mais décide aussi du réglage de l'entrefer de la géométrie du rhéomètre. La courbe granulométrique du ciment est donnée par la Figure 2. Sur cette courbe, on note le diamètre maximal des grains de ciment qui est de 70 microns. Pour la géométrie cylindrique utilisée, l'entrefer est de 1 mm ce qui respecte la condition d'entrefer supérieur à 10 fois le diamètre maximal des grains.

La courbe de saturation du ciment par le superplastifiant est présentée dans la Figure 3. D'après cette courbe, la saturation du ciment CEM I 52,5 R SPLC en superplastifiant Optima 206 a eu lieu pour un dosage de 0,28 % en polymère sec (1,4% en produit tel quel). En dépassant ce dosage, des phénomènes de bullage et de ségrégation engendrés par les chutes de viscosité peuvent ralentir l'écoulement et augmenter le temps de passage au cône de Marsh.

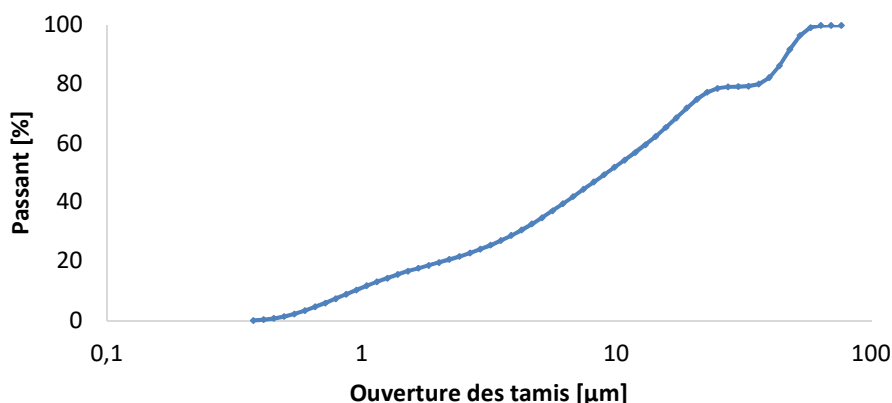


Figure 2. Courbe granulométrique du ciment

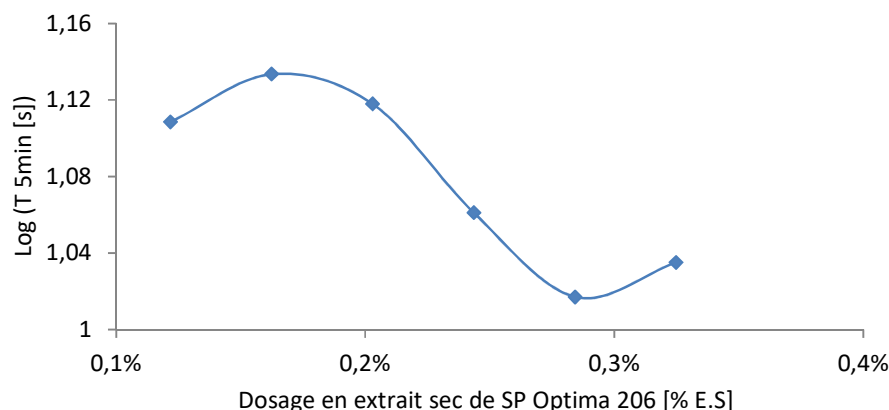


Figure 3. Courbe de saturation du ciment en superplastifiant

En suivant le protocole expérimental décrit précédemment, nous avons réalisé les essais de cisaillement des pâtes de ciment et tracé les courbes d'écoulement suivant un gradient de cisaillement décroissant.

Les courbes de la Figure 4 montrent que les contraintes de cisaillement diminuent sensiblement en augmentant le rapport E/C. Par exemple, pour un mélange sans superplastifiant, les contraintes sont divisées par deux en passant d'un rapport E/C de 0,4 à un rapport de 0,5. L'effet du superplastifiant quant à lui est remarqué sur chacune des courbes de la Figure 4. Entre les dosages en superplastifiant de 0,6% (0,12% en E.S) et 1,2% (0,24% en E.S), on note une chute des contraintes de cisaillement et de la viscosité. Cependant, pour les rapports E/C de 0,5 et 0,6 (Figure 4-b et Figure 4-c), les contraintes ne varient presque plus au-delà d'un dosage de 1,2% (0,24% en E.S) en superplastifiant. Comme pour la courbe de saturation présentée dans la Figure 3, on confirme que le superplastifiant a un effet très limité au-delà du dosage de saturation.

Notre objectif étant de déterminer la contrainte seuil des pâtes de ciment, l'analyse des données d'écoulement obtenues par le rhéomètre nous permet d'estimer cette dernière de différentes manières. Soit par analyse de la courbe d'écoulement, soit en modélisant l'ensemble des points de la courbe suivant un modèle rhéologique. Pour le cas d'une modélisation par une loi de comportement rhéologique (à travers les modèles rhéologiques vus précédemment), le modèle nous permet de calculer les différents paramètres, notamment le seuil de cisaillement.

La Figure 5-a montre un exemple de l'allure des courbes d'écoulement obtenues pour les mélanges étudiés. Dans un premier temps, la contrainte de cisaillement diminue avec le gradient de cisaillement. A de faibles gradients, on retrouve un pseudo plateau (Figure 5-b). La contrainte seuil est définie comme la valeur minimale qu'atteint la contrainte de cisaillement sur ce pseudo plateau. Elle représente la contrainte critique qui permet au fluide de rester en écoulement stable (Roussel et al., 2004 ; Vance et al., 2015). A des vitesses de cisaillement très faibles (inférieurs à $0,03 \text{ s}^{-1}$), la contrainte de cisaillement tend à augmenter, indiquant une instabilité d'écoulement (comportement thixotrope). Dans cette zone, la vitesse de structuration (agrégation) des grains est supérieure à celle de déstructuration par le gradient de cisaillement (état de compétition entre la structuration et de déstructuration). Cette instabilité d'écoulement peut être identifiée par la formation de bandes de cisaillement (Vance et al., 2015 ; Rahman et al., 2017 ; Fall et al., 2010). De plus, le phénomène de sédimentation des grains ou des agglomérats de ciment peut amplifier la contrainte de cisaillement dans cette zone.

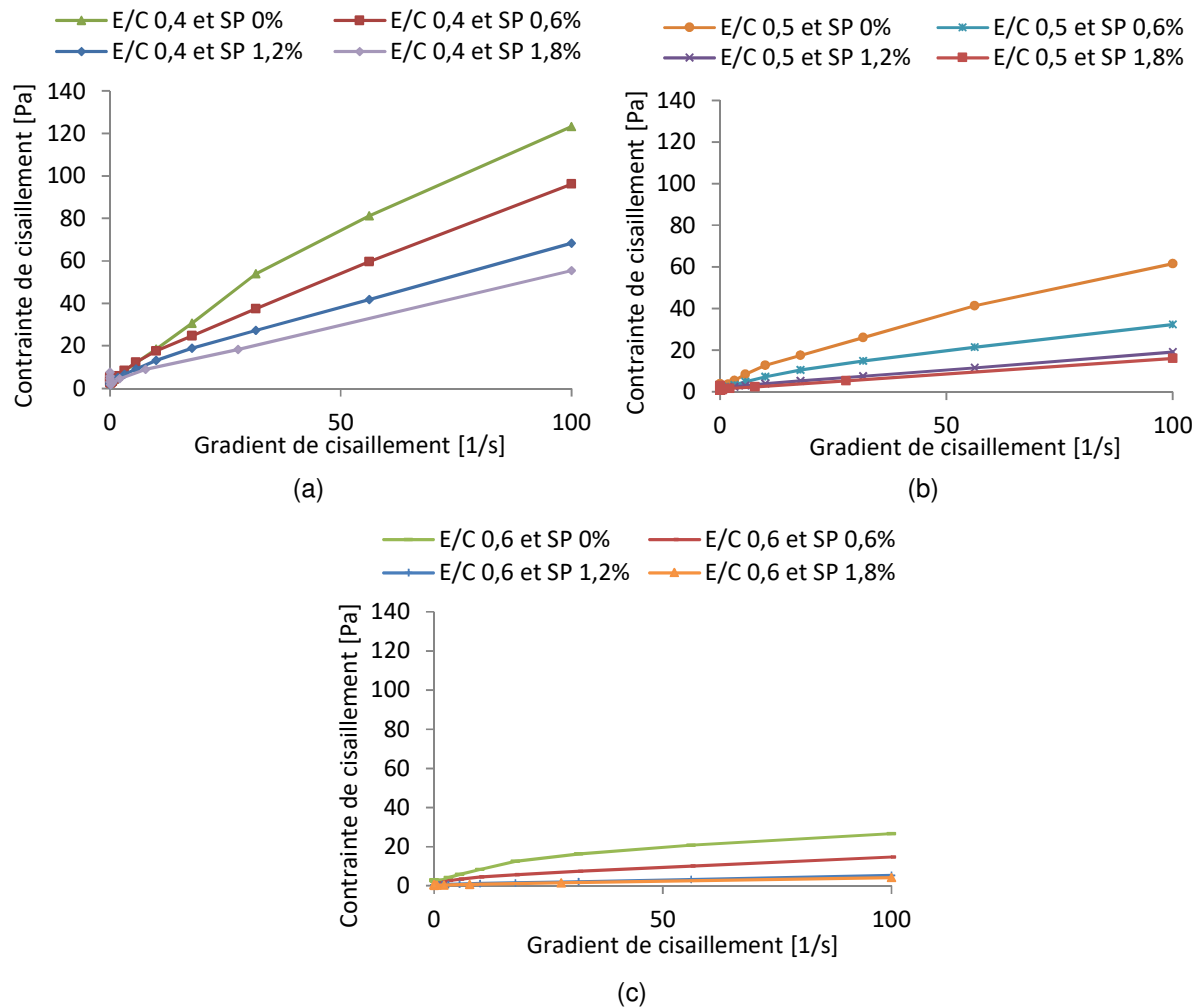


Figure 4. Courbes d'écoulement au rhéomètre : (a) Rapport E/C = 0,4 (b) Rapport E/C = 0,5 (c) Rapport E/C = 0,6

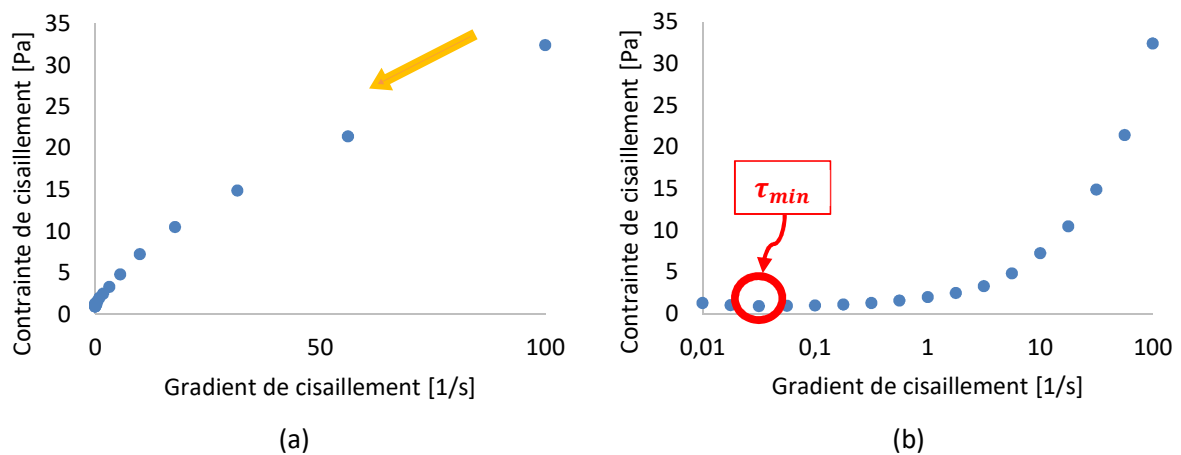


Figure 5. Allure des courbes d'écoulement obtenues par le rhéomètre pour E/C = 0,5 et SP = 0,6% : (a) en échelle linéaire et (b) zoom en échelle semi-log

L'évolution des contraintes seuil mesurées avec la méthode décrite dans la Figure 5 (avec les écarts-types entre trois échantillons différents) est donnée dans la Figure 6. On observe une diminution des seuils de cisaillement en fonction de l'augmentation du rapport E/C et de l'ajout du superplastifiant. L'ajout du superplastifiant provoque une défloculation des gains de ciment qui se traduit par une chute du seuil de cisaillement même avec un faible dosage (0,12% en E.S).

On observe également le rôle réducteur d'eau du superplastifiant : par exemple, la contrainte seuil de la pâte non adjuvantée à E/C = 0,6 est du même ordre de grandeur que celle de la pâte à E/C = 0,4 à un dosage de 0,24% en Optima 206.

L'augmentation du rapport E/C dans les pâtes de ciment engendre une baisse de la fraction volumique en solide. Avec l'emploi d'un superplastifiant, les distances interparticulaires augmentent et les forces de van der Waals diminuent. Ceci induit la diminution du seuil de cisaillement comme montré sur la Figure 7.

Afin de vérifier les résultats de la Figure 6, une modélisation des courbes d'écoulement est réalisée afin de calculer les contraintes seuil (Banfill, 2006). Comme montré sur la Figure 5-a, les courbes d'écoulement des pâtes de ciment suivent une loi en puissance. Une loi de type Herschel-Bulkley (Equation 3) correspond parfaitement à ce type de fluides notamment dans un domaine de variation du gradient de cisaillement large (Vance et al., 2015). Les paramètres du modèle d'Herschel-Bulkley vu précédemment (k , n et τ_0) sont ajustés sur les courbes d'écoulement via une linéarisation en logarithme (Equation 4) après avoir retiré tous les points qui se situent dans la zone d'instabilité d'écoulement.

$$\text{LOG}(\tau') = \text{LOG}(k) + n \times \text{LOG}(\dot{\gamma}) \quad (\text{Eq 4})$$

Avec : $\tau' = \tau - \tau_0$

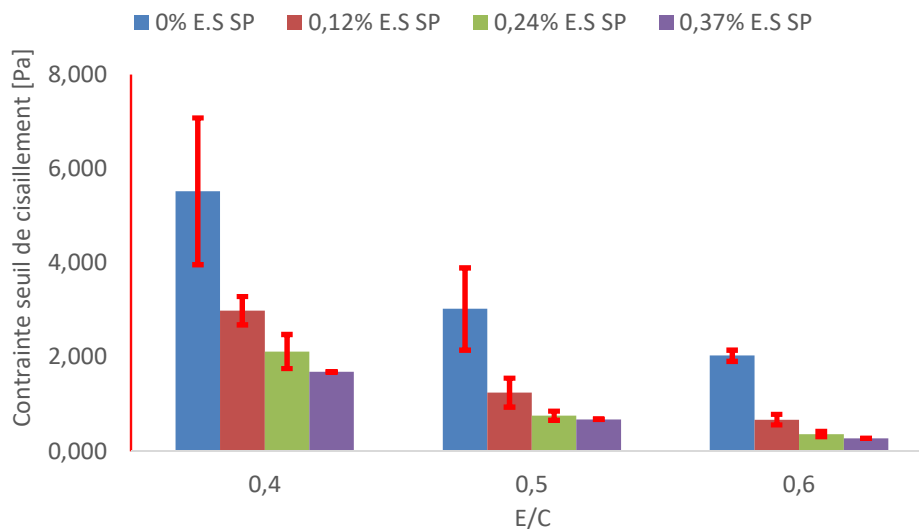


Figure 6. Evolution des contraintes seuil de cisaillement mesurées par le rhéomètre en fonction du rapport E/C et du dosage en superplastifiant

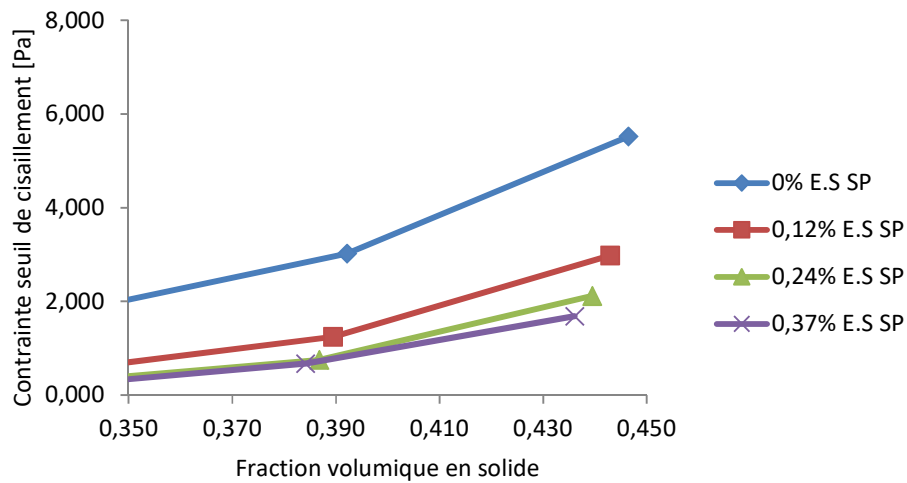


Figure 7. Evolution des contraintes seuil de cisaillement mesurées par le rhéomètre en fonction de la fraction volumique en solide

La Figure 8 montre un exemple de la modélisation des courbes d'écoulement par la loi d'Herschel-Bulkley en adoptant les paramètres tels que définis précédemment.

À partir des courbes d'écoulement modélisées, on observe un comportement rhéo-fluidifiant de nos pâtes de ciment. Les fluides rhéo-fluidifiants voient leur viscosité diminuer lorsque la vitesse de cisaillement augmente (cela correspond à une valeur de l'exposant « n » de la loi d'Herschel-Bulkley inférieure à 1). Ce comportement est souvent observé dans le cas des pâtes de ciment (Schwartzentruber et al., 2006 ; Jayasree and Gettu, 2008). En effet, le comportement rhéo-épaississant peut apparaître dans le domaine des gradients de cisaillement élevés (Feys et al., 2009).

Sur la Figure 9, le résultat de l'identification de la contrainte seuil en utilisant deux méthodes différentes (méthode par calage du modèle Herschel-Bulkley et lecture directe) montre une très bonne concordance des résultats. La seule divergence observée est pour la pâte de ciment avec $E/C = 0,4$ et sans superplastifiant. En effet, les mesures étant réalisés par une géométrie « couette » de surface lisse, la courbe d'écoulement obtenue pourrait être perturbée par le glissement à cause d'une faible adhérence entre les parois du cylindre et l'échantillon testé.

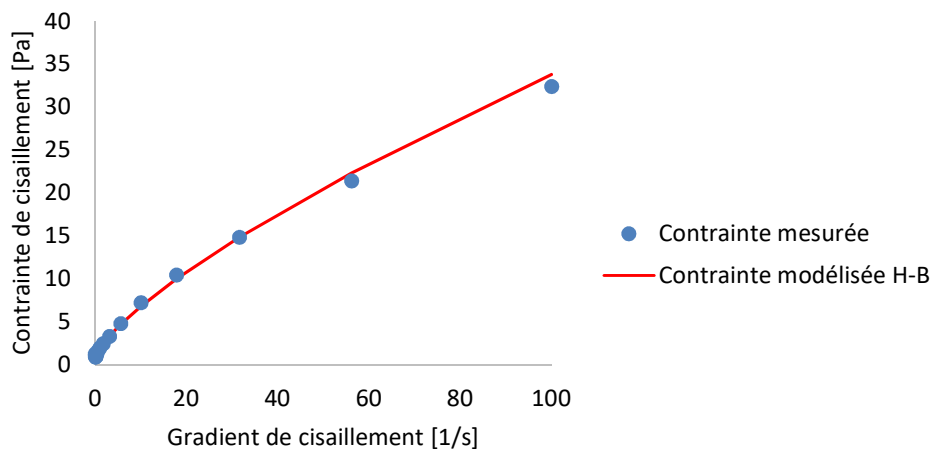


Figure 8. Courbes d'écoulement modélisées pour $E/C = 0,5$ et $SP = 0,6\%$

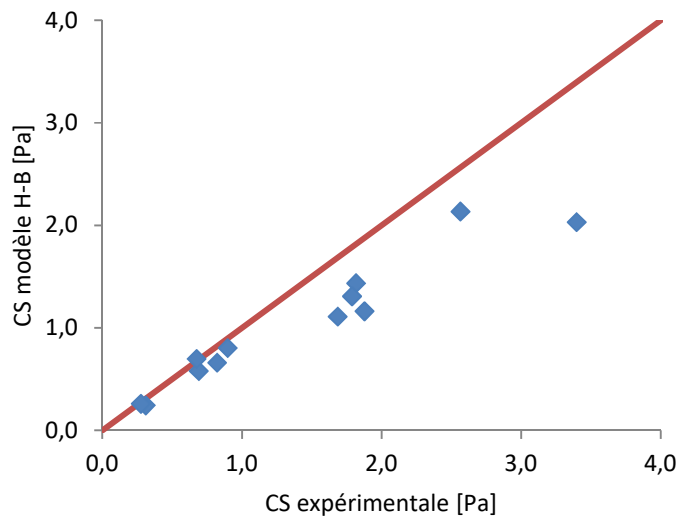


Figure 9. Comparaison des contraintes seuil mesurées et calculées

4. CONCLUSION

Le programme expérimental mené sur une large gamme de pâtes de ciment par des essais de rhéomètre et la modélisation par le modèle d'Herschel-Bulkley nous permettent d'arriver aux conclusions suivantes :

- ✓ Le seuil de saturation du ciment en superplastifiant déterminé par la méthode des coulisses est confirmé par la méthode rhéométrique pour des rapports E/C supérieurs à 0,5. Pour des E/C faibles, d'après les résultats obtenus par la méthode rhéométrique (à travers les courbes d'écoulement), on peut penser que la méthode des coulisses a tendance à sous-estimer le dosage de saturation.
- ✓ En termes de détermination des contraintes seuil, deux méthodes ont été utilisées : la méthode par identification du point d'instabilité d'écoulement à partir d'un gradient descendant (contrainte critique) et la méthode par extrapolation des courbes d'écoulement suivant un modèle rhéologique. A partir des résultats obtenus, il apparaît une grande concordance entre les deux méthodes à l'exception de l'essai pour E/C = 0,4 sans adjuvant.
- ✓ L'évolution des contraintes seuil des pâtes de ciment testées varie dans une large gamme.
- ✓ Même pour des taux d'adjuvantation faibles (le tiers du dosage de saturation), une chute importante des contraintes seuil est observée.
- ✓ L'effet de l'adjuvant semble plus efficace lorsque le rapport E/C est grand.

Enfin, les résultats de cette étude expriment parfaitement le rôle d'un superplastifiant dans la diminution du seuil de cisaillement des pâtes de ciment. Le programme expérimental mené et les contraintes seuil obtenues feront l'objet d'une étude de formulation de béton afin de constater leur impact sur la rhéologie et le seuil de cisaillement du béton.

REMERCIEMENTS

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à mes encadrants, Pr. Rachid ZENTAR pour m'avoir accueilli au sein de son équipe et Dr. Pascal Boustingorry pour sa disponibilité et son analyse très fine des résultats. Je remercie également les dirigeants et le personnel du département Génie Civil et Environnemental de

l'IMT Lille-Douai ainsi que de la direction R&D de CHRYSO pour les moyens techniques et financiers mis à ma disposition afin de mener à bien ce modeste travail.

RÉFÉRENCES

- Banfill, P. F. G., Rheology of Fresh Cement and Concrete, *Rheology Reviews*, 2006: pp.61-130, 2006.
- Coussot, P., *Comprendre La Rhéologie: De La Circulation Du Sang à La Prise Du Béton*, Volume 1, EDP Sciences - GFR, 2001.
- Fall, A., Jose P., and Daniel B., Yielding and Shear Banding in Soft Glassy Materials, *Physical Review Letters*, 105 (22): 225-502, 2010.
- Feys, D., Verhoeven, R., and De Schutter., G., Why Is Fresh Self-Compacting Concrete Shear Thickening?, *Cement and Concrete Research*, 39 (6): 510–523, 2009.
- Flatt, R. J., and Bowen., P., Yodel: A Yield Stress Model for Suspensions, *Journal of the American Ceramic Society*, 89 (4): 1244–1256, 2006.
- Hot, J., Influence Des Polymères de Type Superplastifiants et Agents Entraîneurs d'air Sur La Viscosité Macroscopique Des Matériaux Cimentaires, Thèse de doctorat, Paris Est, 2013.
- Jayasree, C., and Gettu, R., Experimental Study of the Flow Behaviour of Superplasticized Cement Paste, *Materials and Structures*, 41 (9): 1581–1593, 2008.
- de Larrard, F., Bosc, F., Catherine, C., and Deflorenne, F., La Nouvelle Méthode Des Coulis de l'AFREM Pour La Formulation Des Bétons à Hautes Performances, *Bulletin de Liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, 202 (1996): 61-69, 1996.
- Mokéddem, S., Contrôle de La Rhéologie d'un Béton et de Son Évolution Lors Du Malaxage Par Des Mesures En Ligne à l'aide de La Sonde Viscoprobe, Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Nantes, 2012.
- Rahman, M., Wiklund, J., Kotzé, R., and Håkansson, U., Yield Stress of Cement Grouts, *Tunnelling and Underground Space Technology*, 61: 50–60, 2017.
- Roussel, N., Le Roy, R., and Coussot, P., Thixotropy Modelling at Local and Macroscopic Scales, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 117 (2–3): 85–95, 2004.
- Roussel, N., *Ecoulement et Mise En Œuvre Des Bétons*, Laboratoire Central Des Ponts Et Chaussées (LCPC), Paris, 2008.
- Schwartzentruber, L., Le Roy, R., and Cordin, J., Rheological Behaviour of Fresh Cement Pastes Formulated from a Self Compacting Concrete (SCC), *Cement and Concrete Research* 36, (7): 1203–1213, 2006.
- Vance, K., Sant, G., and Neithalath, N., The Rheology of Cementitious Suspensions: A Closer Look at Experimental Parameters and Property Determination Using Common Rheological Models, *Cement and Concrete Composites*, 59: 38–48, 2015.
- Yammine, J., Rhéologie Des Bétons Fluides à Hautes Performances: Relations Entre Formulations, Propriétés Rhéologiques, Physico-Chimie et Propriétés Mécaniques, Thèse de doctorat, École normale supérieure de Cachan, 2007.