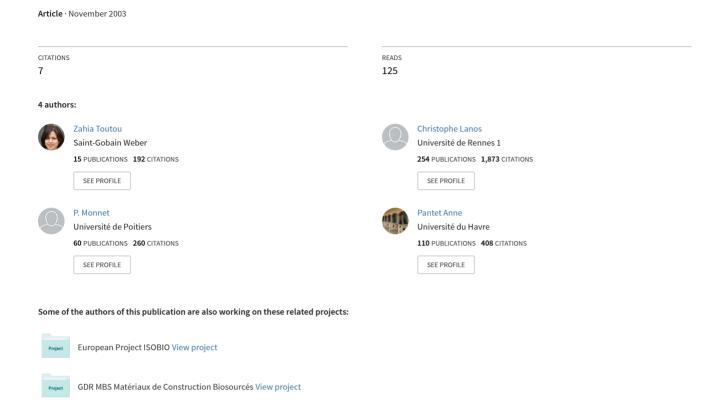
Rhéométrie des géosuspensions : de la pâte de ciment au micro-béton



Rhéologie des suspensions à matrice cimentaire : approche expérimentale multi-échelle

Zahia Toutou¹, Nicolas Roussel¹, Christophe Lanos², Yannick Mélinge², Philippe Monnet³, Anne Pantet⁴, Robert Le Roy⁵.

¹Laboratoire Central des Ponts et Chaussées de Paris, 58, bd Lefebvre 75738 Paris Cedex 15 France, zahia.toutou@lcpc.fr, Nicolas.roussel@lcpc.fr

²Laboratoire Génie Civil Génie Mécanique – Equipe Matériaux Institut National des Sciences Appliquées de Rennes, 20, avenue des Buttes des Coësmes 35043 Rennes Cedex France, christophe.lanos@insa-rennes.fr, yannick.melinge@insa-rennes.fr.

³Laboratoire d'Etudes Aérodynamiques, UMR 6609, Université de Poitiers Bd Curie. 86962 Futuroscope Cedex. France, philippe.monnet@lea.univ-poitiers.fr ⁴HydrASA, UMR 6532, Université de Poitiers, anne.pantet@esip.univ-poitiers.fr ⁵LAMI-ENPC Cité Descartes, 6 et 8 av. Blaise Pascale 77457 UMR Marne La Vallée Cedex 2, leroy@lami.enpc.fr

RESUME. L'approche proposée dans cette étude consiste à étudier le comportement d'un béton à partir du comportement des suspensions qui le composent : le fluide de référence, constitué par l'eau et les adjuvants, la pâte de ciment, le mortier et le béton. Des essais rhéométriques en contraintes ou en vitesses imposées sont réalisés sur chacune des suspensions. Les données expérimentales nous ont permis de réaliser une analyse paramétrique élargie. L'influence de la concentration et de la taille des éléments solides sur l'évolution des paramètres rhéologiques tels que le seuil de mise en écoulement et la viscosité a été identifiée. Le comportement rhéologique d'une suspension est directement gouverné par le comportement de la suspension de classe granulaire immédiatement inférieure.

ABSTRACT. The proposed approach consists in studying the behaviour of a concrete starting from four uncoupled suspensions scales: suspending fluid, corresponding to water and the additives, cement paste, mortar and concrete. Rheometric tests using controlled shear rates or shear stresses were carried out on each uncoupled suspension. The experimental data exploitation led us to propose a widened parametric analysis. The influence solid concentration and the particles size on the evolution of the rheological parameters such as the yield stress and the apparent viscosity was identified. In addition, the rheological behaviour of an uncoupled suspension is directly controlled by the behaviour of the uncoupled suspension from size range immediately below.

MOTS-CLÉS: bétons fluides, rhéométrie, rhéologie.

KEYWORDS: fluid concretes, rheometry, rheology

1. Les nouveaux bétons fluides

La tendance actuelle dans le domaine des matériaux cimentaires, que ce soit au niveau de la conception, de la fabrication ou même de la prescription est de promouvoir l'utilisation des bétons fluides voire très fluides. Comparés aux bétons traditionnels, ces derniers présentent des avantages en terme de mise en œuvre et d'aspect de surface tout en conservant les performances mécaniques d'un béton ordinaire une fois durcis. Les bétons auto-plaçant (BAP) comptent parmi ces nouveaux bétons. Ces bétons sont très fluides et stables et se mettent en œuvre sans vibration. La construction en béton auto-plaçant se justifie à différents niveaux. La suppression de la vibration pour la mise en place réduit la nuisance sonore des chantiers. Les durées des phases de mise en œuvre sont plus courtes, ce qui constitue un gros avantage pour les interventions délicates ou en milieu urbain. Le BAP permet de remplir des coffrages dont la complexité de forme ou la densité en ferraillage n'aurait pu être imaginé dans le cas d'un béton ordinaire. Ce travail se veut une contribution à une meilleure connaissance des propriétés d'écoulement de ces bétons fluides. L'étude est abordée à différentes échelles : celle du béton, de son mortier et de sa pâte. Des mesures expérimentales effectuées à chacune de ces échelles permettent de relier le comportement rhéologique d'un béton à celui de ses phases constitutives.

2. Bétons fluides : rhéologie et modèles

La maniabilité des bétons (notion empirique) est à associer à leur comportement rhéologique (notion scientifique). Optimiser les conditions de mise en œuvre des bétons fluides (écoulement sous leur propre poids, remplissage d'un coffrage avec un fort ferraillage...) tout en conservant leur homogénéité (sans ségrégation, sans ressuage...) revient à optimiser leur rhéologie, c'est à dire la relation existant entre la contrainte appliquée au matériau et le gradient de vitesse de déformation qui en résulte. Les bétons sont souvent assimilés par souci de simplification à des fluides de Bingham (Banfill et al., 1983). Dans ce cas, la contrainte de cisaillement τ est une fonction linéaire du taux de cisaillement ($\tau=\tau_0+\mu_p\,\dot{\gamma}$, avec τ_0 le seuil de cisaillement et μ_p la viscosité plastique). Dans le cas des pâtes de ciment et des mortiers de sable fin, le modèle d'Herschel Bulkley ($\tau = \tau_0 + k \dot{\gamma}^n$, avec n l'indice de comportement et k un paramètre lié à la viscosité) semble plus adapté pour décrire les rhéogrammes expérimentaux (De Larrard, 1998). Par ailleurs, il est possible d'analyser, pour un taux de cisaillement donné, l'évolution de la viscosité apparente μ de la suspension en fonction de la concentration volumique solide φ. La viscosité apparente est calculée comme le rapport de la contrainte de cisaillement sur le taux de cisaillement pour une concentration volumique solide donnée. La viscosité réduite des pâtes de ciment, rapport de la viscosité apparente µ et la viscosité du fluide suspendant μ₀, est correctement décrite par le modèle de Krieger-Dougherty

(Krieger et Dougherty, 1959) $(\mu/\mu_0 = (1-\phi/\phi_M)^{-[\eta],\phi_M}$ avec ϕ_M la concentration d'empilement maximum et $[\eta]$ la viscosité intrinsèque), comme l'ont montré (Struble, 1995) et (Toutou et *al.*, 2003). Pour des suspensions faiblement concentrées ($\phi < 0,10$), le modèle d'Einstein plus simple ($\mu/\mu_0 = 1+2,5\phi$) proposé pour des suspensions de sphères dures peut suffire à décrire le comportement du mélange.

3. Programme expérimental

3.1. Descriptions des suspensions testées

Les matériaux ayant servi à la préparation des suspensions sont un ciment blanc Calcia, du sable roulé Palvadeau (sable S₁ : 0/0,315 mm et sable S₂ : 0,315/0,600 mm), un gravier roulé 4/8 mm Palvadeau, un superplastifiant Optima 100 de la famille des phosphonates modifiées de Chrysofluid, un agent stabilisant constitué par une suspension aqueuse de nanosilice, RhoximatTM CS 60 SL de Rhodia et de l'eau ordinaire. La combinaison de ces constituants a permis de préparer des suspensions à différentes classes de grains de façon à mettre en évidence l'influence de la phase solide, dite « phase dispersée », par rapport à la phase fluide, dite « phase continue ». On distinguera alors quatre échelles d'étude :

- Les suspensions de nano silice sont constituées de la suspension aqueuse de nanosilice, de l'optima 100 et d'eau. Cette suspension est considérée comme fluide de référence (ou fluide suspendant).
- Les pâtes de ciment sont constituées des suspensions de nanosilice et de ciment.
- Les mortiers sont composés de pâtes de ciment et de sable S₁ ou S₂.
- Les bétons sont composés de mortiers de sable S₁ et de gravier roulé 4/8 mm.

Chaque suspension représente une échelle dimensionnelle pour l'étude rhéologique finale d'un béton. La plus petite échelle est celle de la suspension de nanosilice et la plus grande est celle du béton. Les compositions de ces différentes suspensions sont données dans les tableaux (1a, 1b, 1c, 1d et 1e).

E/C correspond au rapport pondéral du dosage en eau et du dosage en ciment. NS est le dosage pondéral en extrait sec de nanosilice. Optima100/C est le rapport pondéral du dosage en extrait sec de superplastifiant et du dosage en ciment. ϕ_S et ϕ_G sont respectivement la concentration volumique en sable et en gravier.

Tableau 1. Compositions des suspensions testées.

a. Compositions des suspensions de nanosilice

Désignation	FP1	FP2	FP3	FP4	FP5	FP6	FP7	FP8	FP9	FP10	FP11
Optima100/Eau	0,03	0,03	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,01
NS/Eau	0,08	0,07	0,07	0,06	0,06	0,05	0,05	0,05	0,04	0,04	0,04
φNS %	0,03	0,03	0,03	0,03	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02

4 Revue Européenne de Génie Civil. Volume 9 – n° 3/2005

b. Compositions des pâtes de ciment

Désignation	P1	P2	Р3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11
E/C	0,250	0,275	0,300	0,325	0,350	0,375	0,400	0,425	0,450	0,475	0,500
NS/C	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Optima100/C	0,007	0,007	0,007	0,007	0,007	0,007	0,007	0,007	0,007	0,007	0,007

c. Compositions des mortiers de sable S1 (0/0,315 mm)

Désignation	MP5-5S ₁	MP5-10S ₁	MP5-15S ₁	MP5-20S ₁	MP5-25S ₁	MP5-30S ₁
E/C	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
NS/C	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Optima100/C	0,007	0,007	0,007	0,007	0,007	0,007
$\phi_{ m S}$	0,05	0,10	0,15	0,20	0,25	0,30

d. Compositions des mortiers de sable S2 (0,315/0,600 mm)

Désignation	MP5-10S ₂	MP5-15S ₂	MP5-20S ₂	MP5-25S ₂	MP5-30S ₂	MP5-35S ₂
E/C	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
NS/C	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
Optima100/C	0,007	0,007	0,007	0,007	0,007	0,007
ϕ_{S}	0,10	0,15	0,20	0,25	0,30	0,35

e. Compositions des Bétons en kg/m³

Désignation	Ciment blanc	Sable 0/0,315	Gravier 4/8	eau	Optima 100	NS	E/C	ϕ_{G}
#01	1004	94	706	266	23	89	0,35	27%
#02	982	92	746	260	23	87	0,35	29%
#03	960	90	787	254	22	85	0,35	31%
#04	909	85	882	241	21	81	0,35	34%
#05	902	84	896	239	21	80	0,35	35%
#06	838	78	1016	222	20	74	0,35	39%

On remarque que les bétons formulés présentent des dosages en ciment importants, probablement supérieurs à ceux présentés par des BAP commerciaux. Cependant les formulations choisies n'intègrent aucun ajout de fines.

3.2. Moyens expérimentaux utilisés et essais réalisés

Un rhéomètre Rhéologica RM 500 de type Couette, a été utilisé pour effectuer les essais rhéométriques sur les suspensions de nanosilice, les pâtes de ciment et les mortiers. Les surfaces des deux cylindres, mobile et fixe, sont lisses. Les entrefers qui ont été retenus sont de 1mm pour les suspensions de nanosilice (diamètre maximum de particule, d_{max} , égal à 14 nm), de 2,05 mm pour les pâtes de ciment ($d_{max} = 98 \mu m$) et les mortiers de sable 0/0,315 mm ($d_{max} = 315 \mu m$) et de 3,25 mm pour les mortiers de sable 0,315/0,600 mm ($d_{max} = 600 \mu m$). Les bétons ont été testés à l'aide du rhéomètre à béton BTRhéom à géométrie plan-plan et travaillant en torsion. La distance entre la pale supérieure et inférieure est de 100 mm, ce qui assure un rapport entre l'entrefer cisaillé et la taille maximale des grains (ici $d_{max} = 8 \mu m$) de 12,5. Cet appareil permet de tester des bétons plastiques à fluides présentant un affaissement au cône supérieur à 10 cm. Le mode de fonctionnement et les protocoles de mesures de cet appareil sont largement décrits dans la littérature (Hu, 1995), (Sedran, 1999), (Ferraris et *al.*, 2000 et 2003).

Les suspensions de nanosilice et les bétons ont été testés en vitesses imposées respectivement entre 1 s⁻¹ et 200 s⁻¹ dans le cas des suspensions de NS et entre 0,51 s⁻¹ et 10,29 s⁻¹ dans le cas des bétons. En revanche dans le cas des pâtes de ciment et des mortiers des essais en contraintes imposées ont été réalisés. Des rampes de contraintes allant de 0,1 Pa à 350 Pa ont été utilisées. Elles correspondent à des plages de vitesses de cisaillement allant de 0,01 s⁻¹ à 400 s⁻¹ pour certaines compositions. Dans tous les cas, trois séries de mesure, constituées chacune de mesures en contraintes (ou vitesses) croissantes suivies de mesures en contraintes (ou vitesses) décroissantes, sont réalisées. Seules les valeurs moyennes calculées sur ces trois séries et obtenues à partir des mesures en contraintes (ou vitesses) décroissantes sont rapportées dans cette étude. Ces courbes dites de restructuration après une destructuration, qui est supposée complète, permettent de s'affranchir au mieux des conditions initiales de manipulation (préparation, mise en place des échantillons...) et des phénomènes de thixotropie (Roussel, 2004). Par ailleurs, les mesures ont été effectuées à la température ambiante de 20 °C.

4. Résultats et analyses

4.1. Comportement rhéologique

Les courbes d'écoulement obtenues sont caractéristiques de comportements de type viscoplastique sur l'ensemble des vitesses de cisaillement et ce pour toutes les suspensions testées. Le fluide de référence constitué par les suspensions de nanosilice présente également un seuil de mise en écoulement (fig.1). Dans ce cas, les valeurs de seuil identifiées sont faibles et s'étalent de 0,5 Pa à 3,5 Pa pour les plus concentrées.

6 Revue Européenne de Génie Civil. Volume 9 – n° 3/2005

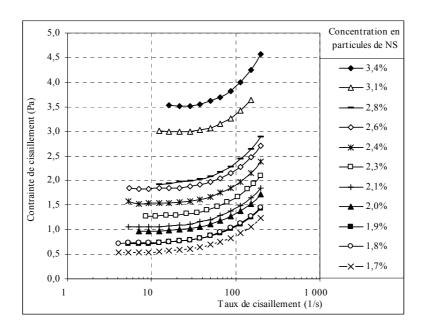


Figure 1. Rhéogrammes des suspensions de nanosilice pour différentes concentrations volumiques en particules nanométriques de silice.

Les courbes d'écoulement (rhéogrammes) des différentes échelles de suspensions sont semblables. Les valeurs de seuil (valeur de la contrainte à l'origine) et de viscosité (la pente des courbes) sont d'autant plus grandes que la concentration volumique solide est grande. Un exemple est donné sur la figure 2 dans le cas d'une composition de béton (#05), de son mortier (MP5-5S1), de sa pâte de ciment (P5) et de son fluide suspendant (FP5).

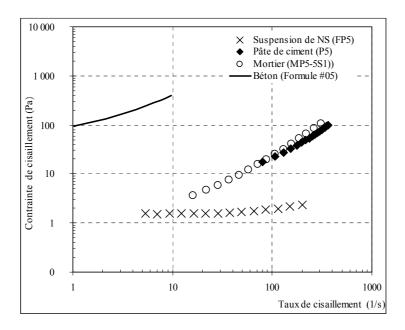


Figure 2. Comparaison du rhéogramme d'un béton, de celui de son mortier, de sa pâte de ciment et de son fluide suspendant.

4.2. Seuil de mise en écoulement

L'exploitation des modèles rhéologiques cités au paragraphe 2 a permis d'extrapoler à partir des différents rhéogrammes les valeurs de seuil de cisaillement pour un taux de cisaillement nul. Dans le cas des bétons et des suspensions de nanosilice, l'extrapolation est réalisée via le modèle de Bingham et via le modèle d'Herchell-Bulkley dans le cas des pâtes de ciment et des mortiers. Les seuils de cisaillement suivent une loi de type exponentiel avec la concentration volumique solide (figure 3). Ces derniers augmentent quand ϕ augmente.

Par ailleurs, on peut constater qu'à concentration volumique solide totale (NS, ciment, sable et gravier) égale, le seuil de cisaillement d'une pâte de ciment peut être plus élevé que celui d'un mortier. Un tel résultat a été déjà observé avec d'autres compositions de pâtes de ciment et de mortiers (Toutou et *al.*, 2003).

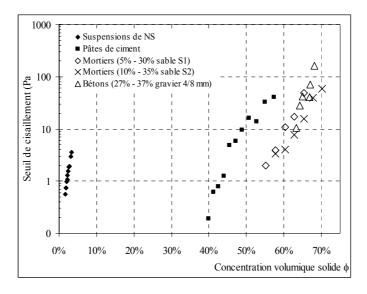
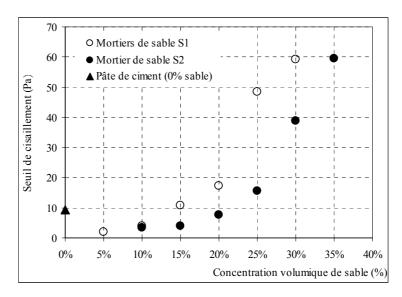


Figure 3. Seuil de cisaillement des bétons, des mortiers, des pâtes de ciment et des suspensions de NS fonction de la concentration solide.

Ce résultat est caractéristique d'une concentration en sable assez faible et telle qu'il n'y ait pas de contacts granulaires qui contribuent à augmenter le seuil en introduisant une composante de friction. Il existerait ainsi une concentration volumique en sable en dessous de laquelle le seuil d'un mortier est inférieur à celui de sa pâte (fig. 4a). Le sable ne contribue qu'à occuper un volume au sein de la pâte et respectivement le gravier d'un béton présente probablement une concentration limite au sein de son mortier (le cas des bétons testés ici ne permet pas de conclure sur ce point étant donnée la faible concentration en sable de leur mortier cf. fig. 4b). Le seuil de cisaillement dans ces conditions est essentiellement lié au potentiel d'interaction physico-chimique des particules fines de ciment et/ou de sable, respectivement selon qu'on est en présence d'un mortier ou d'un béton. La distinction de deux composantes, physico-chimique et granulaire, contribuant au seuil de cisaillement a été confirmé par (Mansoutre et al., 1999) en combinant l'étude de la contrainte normale et celle de la contrainte de cisaillement dans le cas de pâtes de ciment cisaillées dans une géométrie cône-plan. Cette étude aboutit à une évolution exponentielle du seuil de cisaillement en fonction de la concentration volumique en ciment en distinguant une gamme de concentration (faible) pour laquelle l'interaction physico-chimique engendre le seuil de mise en écoulement et une gamme de concentration (élevée) pour laquelle les effets de friction intergranulaires deviennent dominants. Pour conclure, contrôler le seuil de mise en écoulement d'un béton revient à contrôler la part du seuil due à la pâte de ciment et celle due à son squelette granulaire.



(a)

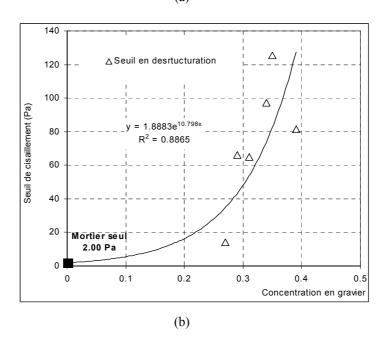


Figure 4. Comparaison du seuil de cisaillement des mortiers avec celui de leur pâte (a) et de celui des bétons avec celui de leur mortier (b).

5. Viscosité

A partir des rhéogrammes, il est possible d'exprimer l'évolution de la viscosité apparente en fonction du taux de cisaillement. Les courbes représentées sur la figure 6 sont déduites des rhéogrammes donnés sur la figure 2.

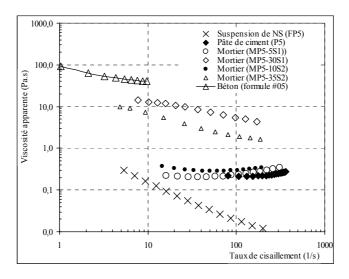


Figure 5. Viscosité apparente fonction du taux de cisaillement.

On constate que l'évolution de la viscosité apparente d'un béton (#05) peut être différente de celle de son mortier (MP5-5S1), de sa pâte de ciment (P5) et de son fluide suspendant (FP5). Dans ce cas, il apparaît un comportement de type rhéofluidifiant (diminution de μ en fonction de $\dot{\gamma}$) pour le béton et le fluide suspendant (suspension de NS) sur les plages de vitesse de cisaillement testées. En revanche, dans le cas de la pâte de ciment et des mortiers de sable S1 et S2 à faible dosage, un comportement rhéoépaississant (augmentation de μ en fonction de γ) apparaît pour les grandes vitesses de cisaillement). Cette propriété semble disparaître dans le cas des mortiers fortement dosés en sable (MP5-30S₁ et MP5-35S₂), (fig. 5). Par ailleurs, la viscosité apparente d'un béton rapportée à la viscosité du fluide suspendant (suspension de NS) augmente quand la concentration solide augmente (fig. 6b). Le même résultat a été observé dans le cas des pâtes de ciment et des mortiers (fig. 6a). Le calage d'un modèle type Krieger-Dougherty s'est avéré correct dans le cas des pâtes de ciment et des mortiers de sables fins S₁ et S₂ (diamètre maximal de grain inférieur à 600 microns) (fig. 6a). En revanche, dans le cas des bétons (fig. 6b), l'utilisation d'un tel modèle ne permet pas de décrire correctement le comportement observé. Pour obtenir une description correcte, il faudrait injecter dans le modèle des valeurs de compacité maximale ϕ_M largement supérieures à 1, ce qui n'a pas de sens physiquement. La relation entre la viscosité d'un béton et celle de son mortier et/ou de sa pâte n'est pas directe. La polydispersité du squelette granulaire et les phénomènes de réorganisations des différentes phases solides et fluides compliquent ce passage.

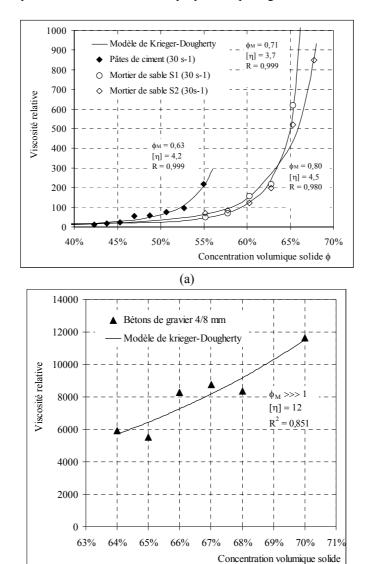


Figure 6. Calage du modèle de Krieger-Dougherty sur les viscosités des suspensions testées : (a) cas des pâtes de ciment et des mortiers, (b) cas des bétons.

(b)

6. Conclusion

Ce programme expérimental multi-échelles appliqué à des suspensions entrant dans la composition d'un béton a permis d'analyser le lien entre le comportement rhéologique d'un béton fluide et celui de son mortier ou de sa pâte de ciment. Le seuil de cisaillement d'un béton semble être corrélé à deux paramètres : le seuil de sa pâte de ciment et le seuil apporté par le squelette granulaire. En revanche, il ne semble pas exister de relation franche et directe entre la viscosité d'un béton et celle de son mortier ou de sa pâte de ciment.

Enfin, nous nous sommes limités dans cet article à la présentation des principales tendances observées. Une étude exhaustive de l'intégralité des résultats obtenus lors de cette campagne expérimentale est en cours. De plus, une méthode prédictive multi-échelles plus complète qui tient compte des mécanismes de structuration des phases constitutives d'un béton, notamment la pâte de ciment, est en cours de construction.

7. Bibliographie

- De Larrard F., Ferraris C.F. and Sedran T., Fresh concrete: a Herchell-Bulkley material, Technical note, Materials and Structure 31 (211) (1998) 494-498.
- Ferraris C., De Larrard F. (2003), Comparison of concrete rheometers: International tests at MBT, Rapport du NIST.
- Ferraris C. and al. (2000), Comparison of concrete rheometers: international test at LCPC, Nantes, Rapport du NIST.
- Hu C. (1995) Rhéologie des bétons fluides, Thèse ENPC.
- Krieger I.M., Dougherty T.J. (1959), Trans. Soc. Rheol 111, 137-152.
- Mansoutre S., Colombet P., Van Damme H. (1999) «Water retention and granular rheological behavior of fresh C3S paste as function of concentration » Cem. Concr. Res., Vol.29, N'9, 1441-1453.
- Roussel N. (2004), Steady and transient flow behaviour of fresh cement pastes, Cement and Concrete Research (in press).
- Sedran T. (1999), Rhéologie et rhéométrie des bétons, Application aux bétons auto-nivelants, thèse ENPC.
- Struble L. J., Guo-Kuang Sun (1995), Viscosity of portland cement paste as function of concentration, Adv, Cem. Bas. Mat., 2, 62-69.
- Toutou Z., Lanos C., Mélinge Y., Modèle de viscosité multi-échelle appliqué aux microbétons, 38ème Colloque annuel du GFR, pp 65-68, Brest, octobre 2003.
- Toutou Z., Lanos C., Monnet P., Pantet A, (2003), Rhéométrie des géosuspensions : de la pâte de ciment au micro-bétons, Revue Rhéol., Vol.4 18-31.