



Suivi des échanges d'eau dans un mortier de sable recyclé modèle à l'état frais par une approche rhéologique

Houda Maimouni

► To cite this version:

Houda Maimouni. Suivi des échanges d'eau dans un mortier de sable recyclé modèle à l'état frais par une approche rhéologique. Génie civil. École centrale de Nantes, 2018. Français. NNT : 2018ECDN0045 . tel-02888105v1

HAL Id: tel-02888105

<https://theses.hal.science/tel-02888105v1>

Submitted on 2 Jul 2020 (v1), last revised 20 Jul 2020 (v2)

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THESE DE DOCTORAT DE

L'ÉCOLE CENTRALE DE NANTES
COMUE UNIVERSITE BRETAGNE LOIRE

ECOLE DOCTORALE N° 602
Sciences pour l'Ingénieur
Spécialité : « Génie civil »

Par

« Houda MAIMOUNI »

« Suivi des échanges d'eau dans un mortier de sable recyclé modèle à l'état frais par une approche rhéologique. »

Thèse présentée et soutenue à « Bouguenais », le « 4/12/2018 »
Unité de recherche : IFSTTAR et IMT Lille Douai

Rapporteurs avant soutenance :

Guillaume OVARLEZ Directeur de recherche CNRS, Université de Bordeaux
Luc COURARD Professeur, Université de Liège

Composition du Jury :

Examineurs : Ahmed LOUKILI Professeur, Ecole Centrale de Nantes
Marine FOURMENTIN Chargée de projets R&D, Sigma Béton
Philippe TURCRY Enseignant chercheur, Université de la Rochelle

Dir. de thèse : Yannick DESCANTES Chercheur HDR, IFSTTAR
Co-dir. de thèse : Sébastien REMOND Professeur, IMT Lille Douai
Conseiller d'études : Florian HUCHET Chargé de recherche HDR, IFSTTAR

Invité

Vincent Thiery Maître-assistant HDR, IMT Lille Douai

Remerciements

Aucune réussite n'est le fruit du travail d'un seul individu. En clôturant ces trois années de thèse de doctorat, je souhaite remercier toutes les personnes qui ont contribué à l'aboutissement de ce travail.

Toute ma gratitude revient à mes deux directeurs de thèse : Sébastien REMOND de l'IMT Lille Douai et Yannick DESCANTES de l'IFSTTAR Nantes, sans qui ce travail n'aurait pu éclore. Dans un souci constant de complémentarité et d'excellence, mes deux directeurs m'ont inculqué la rigueur expérimentale et rédactionnelle. Grâce à leur confiance, j'ai pu prendre en main un sujet pluridisciplinaire et réfléchir à une modélisation simpliste de phénomènes complexes. Je remercie chaleureusement mon encadrant Vincent THIERY, magicien de la microscopie sur béton, de m'avoir fait découvrir les possibilités offertes par les outils de la microscopie pour la modélisation de la microstructure des matériaux cimentaires. Je remercie tout autant Florian HUCHET pour son aide sur le volet d'analyse numérique, et Patrick RICHARD, mine de connaissances sur les outils de simulation numérique sous Python.

Je souhaite remercier ensuite mes rapporteurs de thèse, Guillaume OVARLEZ et Luc COURARD pour leur lecture du manuscrit et les améliorations que leurs remarques y ont apporté. Les rapports m'ont permis d'appréhender mes travaux sous une nouvelle perspective. J'adresse également mes remerciements à toutes les personnes qui ont accepté de juger mon travail, Mme. Marine FOURMENTIN, M. Ahmed LOUKILI et M. Philippe TURCRY. Toutes les remarques ont enrichi la discussion et ouvert un vaste champ pour des travaux futurs. Ces trois années de thèse ont été rythmées par des comités de suivi de thèse. Je remercie M. Nicolas ROUSSEL, M. Emmanuel KEITA et Mme. Vanessa JURY d'y avoir contribué. Nos réunions m'ont permis de prendre des décisions stratégiques et très judicieuses pour l'étape suivante.

Je n'aurais pas pu accomplir ce travail sans l'aide de nombreuses autres personnes, particulièrement au sein de l'IMT Lille Douai, où j'ai mené les campagnes expérimentales. Je

remercie notamment Guillaume POITIER, Michael D'HELF, Damien BETRANCOURT et David BULTEEL pour leur aide sur les campagnes de caractérisation de mes matériaux. Je remercie également l'ensemble du personnel de l'IFSTTAR Nantes, équipe MAST/GPEM, qui s'est montré toujours disponible.

Ma gratitude va vers Abdoulaye Fall pour m'avoir accueillie au sein de l'équipe de rhéologie au laboratoire Navier pour effectuer mes mesures rhéométriques. Ta générosité et ta maîtrise de la rhéométrie des matériaux cimentaires m'ont fortement aidée à analyser mes résultats.

Je tiens à remercier tous les doctorants de l'IMT Lille Douai pour leur amitié et pour les moments mémorables passés ensemble. Je pense notamment à Eliane, Reine, Noura et Joelle, que je remercie du fond du cœur d'avoir créé un environnement si chaleureux au laboratoire GCE. Je vous remercie pour votre aide sur certains essais « lourds », les pauses cafés, les roads-trips et tant d'autres choses. Je remercie ensuite tous les doctorants qui m'ont souvent fait oublier la grisaille de Douai, je pense à Cyril, Abdel, Coralie, Tristan, Angélique, Adrien, Ivan et Salma.

Je remercie mes parents de m'avoir transmis la soif du savoir dès mon très jeune âge et de m'avoir soutenu tout au long de mes années d'étude. Merci à ma sœur Ilham d'être présente dans mes moments les plus joyeux et les plus difficiles. Tes encouragements m'ont permis de m'attacher si bien à mes objectifs. Merci Mohammed de prendre si bien soin d'elle ! Merci à mes frères, Mohammed et Jalal, d'égayer mes journées malgré la distance.

Enfin, mon mari, Naoufal, merci pour ton soutien sans faille, merci de partager ma vie.

Table des matières

Remerciements	1
Table des matières	3
Table des figures	7
Liste des tableaux	15
Introduction générale	17
1. État de l'art	21
1.1. Recyclage des déchets du BTP	22
1.1.1. Production et consommation des granulats en France	22
1.1.2. Production des granulats de bétons recyclés (GBR)	23
1.2. Structure poreuse des granulats de bétons recyclés	24
1.2.1. Microstructure des bétons recyclés	25
1.2.2. Transfert d'eau dans les milieux poreux	27
1.2.3. Coefficient d'absorption et degré de saturation	28
1.3. Mesure d'absorption d'eau par les GBR immergés dans l'eau	29
1.3.1. Méthodes de mesure du coefficient d'absorption	29
1.3.2. Cinétique d'absorption d'eau par les GBR immergés dans l'eau	34
1.4. Transfert d'eau entre GBR et pâte de ciment	36
1.4.1. Suivi du transfert d'eau entre GBR et pâte de ciment fraîche par RMN	36
1.4.2. Suivi du transfert d'eau entre GBR et pâte de ciment par séparation mécanique	38
1.5. Comportement du béton contenant des granulats de bétons recyclés	40
1.5.1. Comportement du béton recyclé à l'état frais	40
1.5.2. Comportement du béton recyclé à l'état durci	43

1.6.	Conclusion	45
1.6.1.	Bilan des travaux antérieurs	45
1.6.2.	Objectifs et démarche de la thèse	46
2.	Protocoles et caractérisation des matériaux utilisés	49
2.1.	Introduction	50
2.2.	Protocole de suivi du transfert d'eau entre un sable recyclé modèle et une pâte fraîche	50
2.3.	Matériaux utilisés	54
2.3.1.	Filler	54
2.3.2.	Ciments	54
2.3.3.	Sables recyclés modèles	56
2.3.4.	Sable naturel	60
2.4.	Caractéristiques des sables modèles	60
2.4.1.	Absorption d'eau selon la norme NF EN 1097-6	61
2.4.2.	Microstructure par microscopie électronique à balayage	62
2.4.3.	Porosité par intrusion de mercure	65
2.5.	Compositions des mortiers et protocoles expérimentaux	68
2.5.1.	Compositions et préparation des mortiers	68
2.5.2.	Mode de pré-saturation des SPC	70
2.5.3.	Protocole et programme expérimental de suivi de la maniabilité	72
2.6.	Conclusion	73
3.	Transfert d'eau entre sable recyclé modèle et pâte de filler ou de ciment fraîche	75
3.1.	Influence de la morphologie des grains et de l'eau efficace sur l'étalement	77
3.1.1.	Comparaison des étalements de mortiers contenant sable naturel (SN) et sable de pâte de ciment (SPC)	77
3.1.2.	Influence de l'état de saturation et de la porosité des SPC sur l'étalement des mortiers de filler	78
3.1.3.	Impact de la quantité d'eau efficace sur la mesure d'étalement des mortiers de filler fabriqués avec SPC saturés	80
3.2.	Transfert d'eau entre SPC initialement secs et pâte de filler	82
3.2.1.	Relation empirique entre eau efficace et diamètre d'étalement des mortiers de sable saturé	82
3.2.2.	Calcul indirect de la quantité d'eau piégée par les SPC initialement secs immergés dans une pâte de filler	84
3.3.	Suivi du transfert d'eau d'une pâte de ciment fraîche vers un SPC initialement sec	86

3.4. Observations préliminaires de la zone d'interface entre sable de pâte de ciment et nouvelle pâte de ciment	89
3.5. Vérification des hypothèses initiales	91
3.6. Conclusion du chapitre	94
4. Modélisation du comportement rhéologique des mortiers de SPC et pâtes de filler ou de ciment	97
4.1. Introduction	99
4.2. Impact du rapport eau/solide sur le seuil d'écoulement des pâtes de filler et de ciment	100
4.2.1. Notions de rhéologie	102
4.2.2. Protocoles et mode de préparation	104
4.2.3. Résultats des mesures : pâtes de filler	106
4.2.4. Résultats des mesures : pâtes de ciment	109
4.3. Relation entre étalement et seuil d'écoulement d'un mortier : approche théorique	112
4.3.1. Étalement d'un fluide viscoplastique sur un plan horizontal : modèle théorique	112
4.3.2. Validation de la relation établie entre seuil d'écoulement et rayon d'étalement du modèle de Balmforth	132
4.4. Modélisation biphasique de la rhéologie des mortiers de SPC	140
4.4.1. Travaux antérieurs sur matériaux biphasiques modèles	141
4.4.2. Modélisation de la rhéologie des mortiers par une approche bi-phasique : cas des mortiers de filler	147
4.4.3. Modélisation de la rhéologie des mortiers par une approche biphasique : cas des mortiers de ciment	152
4.4.4. Compacité d'un sable de pâte de ciment (SPC)	153
4.5. Conclusion	155
5. Conclusions	159
Annexes	167
A. Appendix A	167
Bibliographie	169

Table des figures

1.1.	Évolution de la production de granulats naturels (UNPG, 2016).	22
1.2.	Part des granulats de recyclage dans la production totale de granulats selon une enquête de l'UNICEM (UNICEM, 2016).	23
1.3.	(a) Étapes de production des granulats de bétons recyclés. (b) Plateforme mobile de recyclage de l'entreprise Recybtp.	24
1.4.	Schéma d'un GBR.	25
1.5.	Variation de la distribution de tailles de pores en fonction du taux de remplacement des granulats naturels par des GBR (Gómez-Soberón, 2002).	25
1.6.	Image MEB d'un mortier contenant un sable recyclé à 2 jours d'hydratation. La limite entre l'ancienne pâte de ciment et la nouvelle pâte de ciment est indiquée en pointillés (Le et al., 2017).	26
1.7.	Illustration schématique des différents états de saturation des granulats. L'état saturé-surface-sèche peut être vu comme un état où l'imbibition des grains atteint un maximum sans que la porosité intra-granulaire ne soit nécessairement saturée en eau, tandis que la surface des grains est couverte uniquement d'une pellicule d'eau adsorbée.	28
1.8.	(a) Forme du cône de sable recyclé à l'état SSS selon la norme NF EN 1097-6. (b) Trace d'humidité sur le papier absorbant lors de la détermination de l'état SSS d'un sable recyclé par la méthode IFSTTAR (Le et al., 2016).	31
1.9.	(a) Absorptions d'eau de différentes fractions granulaires mesurées selon la norme NF EN 1097-6 et par la méthode IFSTTAR (Le et al., 2016). (b) Image à la loupe binoculaire d'un sable recyclé (0/0,63 mm) à l'état SSS (Zhao et al., 2013).	32
1.10.	Cinétique d'absorption d'eau par des gravillons recyclés entre 0 et 100 minutes (González-Taboada et al., 2017).	35

1.11. (a) Dispositif expérimental de suivi d'absorption en continu par la méthode RAWA et la méthode de pesée hydrostatique. (b) Cinétiques d'absorption d'eau de granulats naturels et recyclés obtenues par la méthode RAWA et la méthode de pesée hydrostatique améliorées (Bendimerad et al., 2015).	36
1.12. Schéma de l'échantillon utilisé pour suivre le transfert d'eau entre un fritté de billes de verre (9 mm de côté) et une pâte de ciment (Fourmentin et al., 2017).	37
1.13. Cinétique d'absorption d'eau par des granulats de pâte de ciment à E/C égal à 0,5 immergés dans l'eau (croix) ou dans une pâte de ciment fraîche (triangles) à E/C égal à 0,5 (Nael-Redolfi, 2016).	38
1.14. (a) Évolution temporelle de la teneur en eau piégée par des granulats légers initialement secs immergés dans des pâtes de ciment à différents rapports E/C . (b) Évolution temporelle de la teneur en eau de granulats légers ayant différents degrés de saturation initiaux immergés dans une pâte de ciment à E/C égal à 0,5.	39
1.15. Protocole de pesée hydrostatique adapté au suivi du transfert d'eau entre GBR et pâte de filler (Yacoub et al., 2018).	40
1.16. Variation de l'affaissement initial en fonction de la teneur en eau initiale des GBR (Poon et al., 2004a).	41
1.17. Variation de l'étalement (a) et du taux de perte d'étalement (b) en fonction du taux de remplacement du sable naturel par le sable recyclé. Les séries I et II ont des rapports E_{eff}/C égaux à 0,53 et 0,44 respectivement. Les deux séries comportent la même fraction volumique de ciment et de filler (de taille $> 45\mu m$). La série II comporte en plus des cendres volantes (de taille $< 45\mu m$) et une fraction volumique de gravillons naturels moins élevée que celle de la série I, lui conférant une maniabilité plus élevée (Kou and Poon, 2009).	42
1.18. Étalement à 5 minutes en fonction de la teneur en eau de pré-saturation (Le et al., 2016).	43
1.19. Courbes typiques de contraintes-déformation de bétons recyclés avec différents taux de remplacement des granulats naturels par des granulats recyclés (Xiao et al., 2005). Ici, NC correspond au béton préparé avec les gravillons naturels et RC30, RC50, RC70 et RC100 correspondent à des bétons recyclés avec taux de remplacement des gravillons naturels par des gravillons recyclés égaux à 30 %, 50 %, 70 % et 100 % respectivement.	44

2.1.	Illustration schématique de la composition des mortiers préparés pour suivre le transfert d'eau d'une pâte de ciment ou de filler à l'état frais vers la porosité des granulats modèles initialement secs. Deux mortiers de compositions identiques sont préparés. Les sables sont introduits soit à l'état sec (a) soit à l'état saturé (c). Pour le mortier (a), l'eau efficace est composée initialement de l'eau efficace théorique et de l'eau d'absorption ($E_{eff,th} + WA_{24h}m_{sec}$). Pour le mortier (c), l'eau efficace comprend uniquement l'eau efficace théorique, l'eau d'absorption est initialement piégée dans la porosité du sable pré-saturé ($WA_{24h}m_{sec}$). Dès le premier contact du sable initialement sec avec la pâte fraîche, la quantité d'eau qui migre à un instant t de la pâte fraîche vers la porosité interne des granulats initialement sec est quantifiée en rajoutant la quantité d'eau de sur-saturation ΔE nécessaire pour donner aux mortiers (b) et (c) le même étalement à la même échéance de mesure.	53
2.2.	Granulométrie laser du filler et ciment blanc en volumes cumulés (a) et volumes différentiels (b).	55
2.3.	Granulométrie laser du ciment gris.	55
2.4.	(a) Apparition d'agglomérats de grains de ciment anhydres dans les pâtes de ciment préparées pendant la première série d'expériences. (b) Image d'une section polie d'une pâte de ciment préparée lors des essais préliminaires. Les agglomérats formés pendant le malaxage sont imperméables à la résine sous vide de par leur très faible porosité. (c) Image type d'une pâte de ciment hydratée obtenue en tamisant le ciment avant le malaxage, les agglomérats de ciment disparaissent.	57
2.5.	Schéma illustrant le lieu de prélèvement des échantillons des pâtes de ciment durcies pour analyse au porosimètre à intrusion de mercure.	58
2.6.	Étapes de préparation du sable de pâte de ciment (SPC). (a) Les pâtes de ciment sont réduites en blocs par une scie hydraulique. (b) Le sable concassé est immergé dans l'eau pendant 7 jours afin de compléter son hydratation. (c) Sable concassé obtenu après séchage.	59
2.7.	Granulométrie des SPC obtenus à l'issue du concassage ainsi que celle du sable naturel et du sable naturel recomposé.	60
2.8.	Images MEB en mode BSE des pâtes de ciment à rapports E/C égaux à 0,3 (gauche), 0,5 (milieu) et 0,7 (droite). Les pointes des flèches blanches indiquent des grains anhydres résiduels (zones claires). Les pointes des flèches noires indiquent la porosité (zones foncées).	64
2.9.	Histogrammes de niveaux de gris des pâtes de ciment à rapports E/C égaux à 0,3, 0,5 et 0,7.	65

2.10. (a) Porosimètre à intrusion de mercure utilisé. (b) Représentation schématique du pénétromètre.	66
2.11. Distributions de taille de pores des pâtes de ciment à rapports E/C égaux à 0,3, 0,5 et 0,7 mesurées par porosimétrie à intrusion de mercure.	67
2.12. Procédure de pré-saturation des sables de pâte de ciment (SPC).	70
2.13. Images des sable SPC3 (a), SPC5 (b) et SPC7 (c) issus directement du protocole de pré-saturation (avant séchage).	71
2.14. (a) Géométrie du cône utilisé pour les mesures d'étalement et positionnement de la caméra. (b) La surface du mortier étalé est mesurée avec ImageJ et le diamètre correspondant est déduit.	72
2.15. Procédure de malaxage des mortiers	73
3.1. Comparaison des étalements de mortiers de filler (a) et de ciment (b) fabriqués avec sables naturels et sables recyclés modèles à l'état saturé	77
3.2. Évolution temporelle du diamètre d'étalement des mortiers préparés avec SPC secs ou saturés et une quantité d'eau totale identique $E_{eff,th} + WA_{24h}m_{SPC}$ (gauche). Comparaison des diamètres d'étalement des mortiers préparés avec SPC secs et saturés à 6 minutes. Ici, les barres d'erreur correspondent aux écarts types calculés sur 3 répétitions (droite).	78
3.3. Évolution temporelle du diamètre d'étalement des mortiers de filler contenant SPC3 (a), SPC5 (b) et SPC7 (c) pré-saturés et différentes quantités d'eau efficace	81
3.4. Variation du logarithme du diamètre d'étalement en fonction de l'eau efficace pour des mortiers fabriqués avec SPC saturés.	83
3.5. (a) Évolution temporelle de la teneur en eau des SPC immergés dans une pâte de filler. (b) Évolution temporelle du degré de saturation des SPC immergés dans une pâte de filler.	85
3.6. Évolution temporelle du diamètre d'étalement des mortiers de ciment contenant SPC les secs ou saturés et une quantité d'eau totale identique $E_{eff,th} + WA_{24h}m_{sec}$	87
3.7. À gauche : évolution temporelle du diamètre d'étalement pour les mortiers de la série II contenant le sable SPC5 et différentes quantités d'eau efficace. À droite : variation du diamètre d'étalement à 6 minutes en fonction du rapport E_{eff}/C des mortiers fabriqués avec sable SPC5 pré-saturé.	88
3.8. Évolution temporelle de l'absorption d'eau par le sable SPC5 immergé dans une pâte de filler ou de ciment	88

3.9. Image au microscope électronique à balayage en mode électrons rétrodiffusés (gauche) et micro-analyse à la sonde EDS des éléments Calcium (milieu) et Silicium (droite) de la zone d'interface entre sable SPC3 et une nouvelle pâte de ciment. Deux grains de SPC3 appelés 1 et 2 peuvent être distingués. Les images ont la même échelle et couvrent une même zone.	90
3.10. Image au microscope électronique à balayage d'une section polie de mortier de sable SPC3 initialement sec immergé dans une pâte de ciment.	91
3.11. (a) Évolution temporelle du diamètre d'étalement D adimensionné par l'étalement initial (D/D_i) des mortiers de filler fabriqués avec sable naturel (FND) et SPC pré-saturés avec une même quantité d'eau efficace (F3S,F5S,F7S). (b) Évolution temporelle de l'étalement adimensionné des mortiers C3S, C5S, C7S et CND.	92
3.12. Pertes d'eau totales au cours des expériences calculées sur la base de suivi d'étalement des mortiers de filler et sable saturé.	93
3.13. (a) Image obtenue avec une caméra infrarouge du mortier C7D à l'intérieur du bol du malaxeur. (b) Évolution temporelle de la fraction d'eau évaporée du mortier C7D au cours de 90 minutes.	94
4.1. Démarche adoptée pour relier le rayon d'étalement des mortiers de SPC et pâte de filler ou de ciment à leur rapport E_{eff}/S . Premièrement, la variation du seuil d'écoulement des pâtes de filler ou de ciment (τ_0) en fonction du rapport (E_{eff}/S) (étape 1) sera étudiée. Ensuite, la relation entre rayon d'étalement (R) et seuil d'écoulement des mortiers de SPC (τ_c) sera étudiée théoriquement et expérimentalement en se basant sur les modèles de Roussel and Coussot (2005) et Balmforth et al. (2006) (étape 2). Enfin, les seuils d'écoulement des mortiers (τ_c) seront calculés connaissant les seuils d'écoulement de la pâte interstitielle (τ_0) en utilisant le modèle de Chateau-Ovarlez-Trung (COT) (Chateau et al., 2008). Le modèle COT fait intervenir la viscosité intrinsèque ($[\mu]$) et la compacité divergente (ϕ_{div}) des inclusions de SPC, ces deux paramètres sont déterminés par minimisation des moindres carrés des seuils d'écoulement calculés par l'approche de Balmforth et al. (2006) et par l'approche biphasique de COT. Les paramètres d'ajustement ($[\mu], \phi_{div}$) sont comparés à ceux de la littérature afin de conclure sur la cohérence des modèles de Chateau et al. (2008) et de Balmforth et al. (2006) pour décrire la rhéologie de nos mortiers.	101
4.2. Lois de comportement de fluides non-Newtoniens. Pour $\tau_c > 0$ et $n \neq 1$, on parle de fluide de Herschel-Bulkley. Le cas $n = 1$ correspond au modèle de Bingham. La loi de comportement d'un fluide Newtonien correspond au cas où $n = 1$ et $\tau_c = 0$	103

4.3. (a) Image du Rhéomètre C-VOR de Bohlin. (b) Image de la géométrie de couette.	104
4.4. Séquences de mesure utilisées pour les pâtes de filler (a) et pâtes de ciment (b).	106
4.5. Courbe d'écoulement d'une pâte de filler à $E/F = 0,4$ mesurée avec un mobile de type couette. Les flèches indiquent les rampes de taux de cisaillement croissante et décroissante. Les contraintes seuils statique et dynamique sont déterminés en ajustant les points expérimentaux au modèle de Herschel-Bulkley.	107
4.6. (a) Courbes d'écoulement des pâtes de filler de différents rapport E/F . La contrainte nécessaire pour atteindre un taux de cisaillement donné augmente lorsque le rapport E/F diminue. (b) Variation du seuil d'écoulement dynamique en fonction du rapport E/F . En insert, variation du seuil d'écoulement statique en fonction du seuil d'écoulement dynamique.	108
4.7. (a) Courbes d'écoulement des pâtes de ciment de différents rapports E/C . (b) Variation du seuil d'écoulement dynamique en fonction du rapport E/C	110
4.8. Seuils d'écoulement de pâtes de filler et pâtes de ciment à 6 minutes en fonction de la concentration volumique. Les seuils d'écoulement des pâtes de ciment mesurés par Fourmentin et al. (2017) sur pâtes de ciment de rapport E/C compris entre 0,3 et 0,6 sont également présentés.	111
4.9. Représentation schématique de la géométrie du fluide à ($t = 0$) (a), pendant l'écoulement (b) et à l'arrêt ($t > t_{arrêt}$). À l'arrêt de l'écoulement, deux géométries du fluide sont attendues ((c) et (d)). Les coordonnées cylindriques (O, r, θ, z) sont représentées. H représente l'épaisseur initiale du fluide et L son rayon initial. La courbe $h(r, t)$ décrit la surface libre. u et w correspondent aux vitesses selon (O, r) et (O, z) respectivement.	114
4.10. Évolution temporelle des profils de la surface libre ($\tilde{h}$) (trait plein) et de la surface seuil ($\tilde{Y}$) (trait en pointillés) adimensionnelles d'un fluide à seuil au cours de son étalement sous l'effet de son poids propre (Balmforth et al., 2006). L'évolution de $\tilde{h}$ et de $\tilde{r}$ avec le temps est montrée par une flèche. Initialement, la hauteur du fluide $\tilde{h}$ décrit : $\tilde{h} = 1$ pour $\tilde{r} \leq 1$ et $\tilde{h} = 0$ ailleurs. La figure (a) présente le cas d'un fluide de nombre de Bingham assez faible pour que l'intégralité du fluide s'effondre. La hauteur maximale finale du fluide étalé est inférieure sa hauteur initiale. La figure (b) présente le cas d'un fluide de nombre de Bingham assez élevé pour qu'une colonne au milieu du fluide reste non déformée. La hauteur maximale du fluide reste égale à 1 à l'arrêt de l'écoulement. Ces courbes sont tirées de l'étude de Balmforth et al. (2006) où l'équation (4.84) est résolue numériquement.	128

4.11. Variation du rayon d'étalement adimensionnel $\tilde{R}$ en fonction du nombre de Bingham.	131
4.12. Variation du nombre de Bingham B en fonction du rayon d'étalement adimensionné $\tilde{R}$ pour $B < B_c$ et $B \geq B_c$ (équations (4.101)). Les mesures expérimentales d'étalement de mortiers de SPC sont converties en unités adimensionnelles ($H \simeq 2$ cm, $L \simeq 10$ cm) et représentées sur la figure.	132
4.13. (a) Photo de pâte de filler à $E/F = 0,5$ à l'issue d'un essai d'étalement (b) Comparaison des seuils d'écoulement mesurés au rhéomètre aux seuils d'écoulement estimés par des essais d'étalement.	133
4.14. Comparaison des seuils d'écoulement mesurés au rhéomètre sur des pâtes de ciment aux seuils d'écoulement estimés par essais d'étalement.	135
4.15. Variation de $\ln(R)$ en fonction de $\ln(\Omega)$ pour le mortier de sable naturel testé à 6, 30 et 60 minutes. Les barres d'erreur ne sont pas représentées car confondues avec les points expérimentaux.	137
4.16. $\ln(R - L)$ en fonction de $\ln(\Omega)$ pour les différents volumes testés.	139
4.17. Variation de la contrainte seuil adimensionnée en fonction de la fraction volumique de suspensions de billes de polystyrène de tailles 80 μm , 140 μm et 315 μm et de billes de verre de tailles égales à 140 μm , 330 μm et 2 mm immergées dans divers fluides à seuil (suspension de bentonite, gel de carbopol et émulsion) et de billes de verre de 2 mm immergées dans une pâte de ciment. La ligne en trait plein correspond au modèle de COT (4.108) sans paramètre d'ajustement ($\phi_{div} = 0,56$).	144
4.18. Seuil d'écoulement adimensionné en fonction de la concentration volumique en inclusions pour différentes morphologies de sable. La ligne en pointillés représente le modèle de Chateau et al. (2008)	145
4.19. Connaissant le rapport eau efficace/solide (E_{eff}/S), le seuil d'écoulement est déterminé à partir du rayon d'étalement en utilisant les équations (4.101). Par ailleurs, le rapport (E_{eff}/S) permet de prédire le seuil d'écoulement de la pâte interstitielle à partir des mesures expérimentales de seuil d'écoulement. Ensuite, le seuil d'écoulement du mortier est calculé en utilisant l'approche de Chateau et al. (2008) en gardant la compacité divergente ϕ_{div} et la viscosité intrinsèque $[\mu]$ comme paramètres d'ajustement. Ces paramètres sont déterminés par application de la méthode des moindres carrés sur les seuils d'écoulement calculés par l'approche continue ($\tau_{c,exp}$) et ceux calculés par l'approche biphasique (τ_c).	147
4.20. Variation de la fraction volumique d'inclusions de SPC en fonction du rapport eau efficace/filler.	148

4.21. Seuil d'écoulement du mortier adimensionné par le seuil d'écoulement de la pâte interstitielle en fonction de la fraction volumique solide pour des suspensions de SPC3 dans des pâtes de filler. Les résultats expérimentaux sont bien ajustés par le modèle de Chateau et al. (2008) pour $(\phi_{div}, [\mu]) = (0, 37; 4, 89)$. Les croix correspondent à la borne inférieure de Hashin-Shtrikman.	149
4.22. (a) Seuil d'écoulement des mortiers de filler à 6 minutes calculé à partir du modèle de Balmforth et al. (2006) . Les triangles correspondent aux mortiers de SPC3, les disques aux mortiers de SPC5 et les carrés aux mortiers de SPC7. La ligne en trait plein correspond au modèle de COT avec $\phi_{div} = 0.37$ et $[\mu] = 4.89$. (b) $\sqrt{(1 - \phi/\phi_{div})^{-[\mu]\phi_{div}}}$ en fonction du seuil d'écoulement adimensionné τ_c/τ_0 pour tous les mortiers de SPC et pâte de filler. La ligne en trait plein correspond au modèle de Chateau et al. (2008)	150
4.23. Seuil d'écoulement adimensionné en fonction de la fraction volumique solide pour des suspensions de SPC5 dans des pâtes de ciment. Les résultats expérimentaux suivent bien le modèle de Chateau et al. (2008) pour $\phi_{div} = 0, 37$ et $[\mu] = 3, 39$. Le modèle de Chateau utilisé pour décrire la rhéologie des mortiers de filler s'écarte des données expérimentales des mortiers de ciment. Les croix correspondent à la borne inférieure de Hashin-Shtrikman (Hashin and Shtrikman, 1963).	153
4.24. (a) Dispositif de mesure de la compacité. (b) Moule arasé.	154

Liste des tableaux

1.1. Mesures de densité et d'absorption d'eau par des gravillons et sables recyclés issues de la littérature. La méthode utilisée pour effectuer chaque mesure est spécifiée. ρ_{rd} : densité réelle pré-séchée, ρ_{SSS} : densité saturée surface sèche, ρ_{abs} : densité absolue.	30
2.1. Pourcentages massiques des principales phases minéralogiques du ciment gris obtenus par analyse DRX/Rietveld.	55
2.2. Composition massique des pâtes de ciment préparées. Les masses de ciment, d'eau et de superplastifiant dans chaque gâchée sont respectivement notées m_c , m_e et m_{SP}	56
2.3. Mesures de porosité au mercure d'échantillons prélevés du haut, milieu et bas des flacons de pâte de ciment. L'écart-type est calculé sur la base des 3 mesures.	59
2.4. Mesures d'absorption (WA_{24h}), de porosité et de masse volume réelle séchée à l'étuve (ρ_{rd}) des gravillons de pâte de ciment de rapports E/C égaux à 0,3, 0,5 et 0,7 selon la norme NF EN 1097-6. Les écarts types des moyennes de 3 mesures sur des échantillons de chaque rapport E/C sont présentés.	62
2.5. Porosité et masse volumique réelle des pâtes de ciment à rapports E/C égaux à 0,3, 0,5 et 0,7, obtenues par porosimétrie à intrusion de mercure. Les écarts-type associés aux valeurs moyennes sont calculés sur la base de 3 échantillons analysés par rapport E/C , prélevés en haut, au milieu et au bas du flacon comme décrit sur la figure 2.5.	67

2.6.	Composition des mortiers des séries I et II préparées pour étudier le transfert d'eau entre SPC et pâte de filler ou de ciment. m_{sec} est la masse sèche du sable, F/C correspond à la masse du filler ou ciment, $E_{eff,th}$ correspond à l'eau efficace théorique, ΔE correspond à l'eau de sur-saturation, E_{mix} correspond à la masse d'eau introduite dans le mélange sous forme d'eau de gâchage et E_{SPC} à la teneur en eau des SPC à l'état initial. L'appellation des mortiers fait référence à la nature de la pâte (F pour filler et C pour ciment), le rapport E/C du SPC et la quantité d'eau de sursaturation ΔE . Par exemple, F3D correspond à un mortier de filler contenant SPC3 à l'état sec et C5S20 correspond à un mortier de ciment contenant SPC5 à l'état saturé et une quantité d'eau de sur-saturation égale à $\Delta W = 0,2WA_{24h}m_{sec}$	69
2.7.	Comparaison de la quantité d'eau absorbée par les SPC pré-saturés à l'absorption normalisée.	72
4.1.	Seuils dynamiques et seuils statiques des pâtes de filler ayant différents rapports E/F	109
4.2.	Seuils d'écoulement dynamiques et statiques des pâtes de ciment ayant différents rapports E/C . En insert, variation du seuil d'écoulement statique en fonction du seuil d'écoulement dynamique.	111
4.3.	Composition du mortier préparé pour étudier la corrélation entre l'étalement et le seuil d'écoulement.	136
4.4.	Dimensions des cônes utilisés pour mesurer l'étalement du mortier à base de sable naturel. R_{min} , R_{max} , H_0 et Ω sont respectivement le rayon minimal du cône, son rayon maximal, sa hauteur et son volume.	136
4.5.	Hauteur caractéristique H , longueur caractéristique L et nombre de Bingham des mortiers testés à 6 minutes par des cônes de différents volumes Ω	138
4.6.	Épaisseur d'arrêt $h(0)$, rayon d'étalement R et rapport $h(0)/R$ du mortier testé à 6 minutes pour différents volumes testés Ω	140
4.7.	Mesures de la viscosité intrinsèque et de la compacité divergente de différents types d'inclusions issues de la littérature.	146

Introduction générale

Actuellement, de nombreux bâtiments construits juste après la guerre arrivent en fin de vie. La déconstruction de ces bâtiments génère un gisement significatif de matériaux de construction. En France, le secteur du BTP produit annuellement environ 250 millions de tonnes de déchets dont 15 % proviennent du bâtiment. Seule une fraction de ces déchets est recyclée dans des applications routières, le reste est transféré dans des centres d'enfouissement. D'autre part, le secteur du BTP est le principal consommateur des ressources en granulats naturels. 440 millions de tonnes de ces ressources sont utilisées chaque année pour répondre aux besoins de ce secteur (UNPG, 2016). Bien qu'elles soient abondantes, ces ressources sont non-renouvelables et parfois difficiles d'accès à cause des difficultés administratives et environnementales liées à l'exploitation des carrières.

Face à ces enjeux, le recyclage du béton contribue à rationaliser l'utilisation des ressources naturelles et à inscrire les activités du BTP dans une logique de développement durable. Dans cette perspective, la directive européenne 2008/98/CE fixe un objectif de valorisation de 70 % des déchets de construction à l'horizon 2020. Plusieurs études se sont développées au niveau national afin de comprendre l'incidence de l'incorporation des granulats recyclés sur le comportement d'un nouveau béton. Le but est d'établir à terme un cadre normatif pour l'utilisation de ces granulats comme substitut pour les granulats naturels.

Les granulats de béton recyclés (GBR) sont constitués d'un mélange intime entre granulats naturels et pâte de ciment adhérente à l'état durci. Les GBR sont beaucoup plus poreux que les granulats naturels et absorbent une quantité d'eau importante lorsqu'ils sont immergés dans l'eau. L'absorption d'eau par les GBR en phase de malaxage modifie l'eau efficace du béton recyclé et doit être mesurée afin de prédire avec précision le rapport massique (E_{eff}/C) d'un béton recyclé. L'eau efficace (E_{eff}) est l'eau totale (E_{tot}) présente dans le béton diminuée de l'eau piégée dans la porosité des granulats ($E_{piégée}$). Une mauvaise évaluation de l'absorption d'eau par les GBR se traduit par une mauvaise estimation du rapport (E_{eff}/C) de la matrice cimentaire. Ceci a des conséquences négatives sur la fluidité du béton et sur ses propriétés mécaniques à l'état durci. Certaines études se sont intéressées

à l'absorption d'eau par des gravillons de béton recyclé mais peu d'études se sont penchées sur l'étude de l'absorption d'eau par la fraction sable. Ceci a pour cause la difficulté de mesurer l'absorption d'eau de la fraction sable des granulats recyclés par les normes actuelles essentiellement adaptées aux sables alluvionnaires. Ces normes s'appliquent mal à des sables concassés comportant une fraction importante de fines comme les sables recyclés.

Dans cette étude, nous avons choisi de nous intéresser aux transferts d'eau entre GBR et pâte de ciment fraîche pendant le malaxage du béton et de quantifier leur incidence sur la maniabilité du mélange. La majorité des études existantes portant sur la maniabilité des bétons recyclés tirent des conclusions qualitatives sur les échanges d'eau entre granulats de bétons recyclés et pâte de ciment fraîche (Le et al., 2016; Poon et al., 2004a). Par ailleurs, peu d'études se sont penchées sur l'incorporation de la fraction sable recyclée dans un nouveau béton. Dans ce cadre, nous avons choisi de nous focaliser sur les échanges d'eau entre un sable recyclé modèle et une pâte de ciment, en considérant leur influence sur le comportement à l'état frais.

Au vu de ce qui précède, ce rapport sera divisé en 4 chapitres.

Le chapitre 1 présente un état de l'art et une analyse critique des travaux antérieurs relatifs aux échanges d'eau entre des granulats de bétons recyclés et une pâte de ciment, avec examen de leur incidence sur le comportement rhéologique du béton. Dans un premier temps, une discussion de la situation actuelle du recyclage des granulats en France est présentée. Ensuite, la problématique de l'absorption d'eau par les granulats de bétons recyclés est abordée. En particulier, les différentes méthodes de mesure d'absorption d'eau par les GBR sont présentées. La microstructure typique des GBR est analysée afin d'expliquer l'absorption élevée des GBR. Les conséquences de cette absorption sur le comportement mécanique à l'état frais et durci sont discutées. Enfin, la possibilité de maîtriser le comportement mécanique d'un béton recyclé est discutée. Celle-ci se limitant généralement à l'usage des gravillons recyclés de béton. À la fin de ce chapitre, le résumé des travaux antérieurs et la démarche adoptée pour étudier le transfert d'eau entre des GBR modèles et une pâte de ciment fraîche sont présentés.

Dans le chapitre 2, nous décrivons les protocoles et matériaux utilisés dans nos expériences. Nous présentons le protocole expérimental mis au point pour suivre les échanges d'eau entre des granulats recyclés modèles et une pâte de ciment ou de filler fraîche. Ensuite, nous détaillons les protocoles de fabrication et caractérisation des sables recyclés modèles (microscopie électronique à balayage, porosimétrie par intrusion de mercure et mesure d'absorption selon la norme NF EN 1097-6).

Dans le chapitre 3, l'influence de la rugosité de surface, de l'état de saturation du sable et de

l'eau efficace sur le comportement du mortier à l'état frais est étudiée. La méthode de calcul des transferts d'eau entre des granulats recyclés modèles et une pâte fraîche est détaillée. Les résultats de suivi de ces transferts d'eau sont discutés à la lumière des caractéristiques du sable utilisé. Ces résultats sont comparés dans le cas d'un sable immergé dans une pâte de filler ou de ciment.

Le chapitre 4 examine la pertinence des hypothèses sur lesquelles repose le protocole expérimental de suivi du transfert d'eau entre un sable recyclé et une pâte fraîche à la lumière de modèles théoriques ou semi-empiriques existants. La relation entre eau efficace et étalement de mortier est étudiée théoriquement et expérimentalement en considérant le seuil d'écoulement du mortier. La rhéologie des mortiers préparés est discutée dans le cadre plus général des suspensions de particules dans un fluide à seuil.

Enfin, les principales conclusions de ce travail de recherche et quelques perspectives pour de futurs travaux sont présentées.

État de l'art

Contents

1.1. Recyclage des déchets du BTP	22
1.1.1. Production et consommation des granulats en France	22
1.1.2. Production des granulats de bétons recyclés (GBR)	23
1.2. Structure poreuse des granulats de bétons recyclés	24
1.2.1. Microstructure des bétons recyclés	25
1.2.2. Transfert d'eau dans les milieux poreux	27
1.2.3. Coefficient d'absorption et degré de saturation	28
1.3. Mesure d'absorption d'eau par les GBR immergés dans l'eau .	29
1.3.1. Méthodes de mesure du coefficient d'absorption	29
1.3.2. Cinétique d'absorption d'eau par les GBR immergés dans l'eau . .	34
1.4. Transfert d'eau entre GBR et pâte de ciment	36
1.4.1. Suivi du transfert d'eau entre GBR et pâte de ciment fraîche par RMN	36
1.4.2. Suivi du transfert d'eau entre GBR et pâte de ciment par séparation mécanique	38
1.5. Comportement du béton contenant des granulats de bétons recyclés	40
1.5.1. Comportement du béton recyclé à l'état frais	40
1.5.2. Comportement du béton recyclé à l'état durci	43
1.6. Conclusion	45
1.6.1. Bilan des travaux antérieurs	45
1.6.2. Objectifs et démarche de la thèse	46

1.1. Recyclage des déchets du BTP

1.1.1. Production et consommation des granulats en France

Les granulats désignent principalement des petits morceaux de roches (gravillons, sables . . .) de taille inférieure à 125 mm. Leur nature et leur forme dépend de leur provenance et mode de fabrication. Ils sont indispensables à la fabrication d'ouvrages de travaux publics et de génie civil. Après une relative stabilité au début des années 2000, la production des granulats a augmenté entre 2006 et 2007 avant de chuter de 26 % entre 2007 et 2016 à cause de la violente récession de 2008 dont les conséquences se font encore ressentir (Figure 1.1). La production des granulats s'est établie à 330 millions de tonnes en 2016 et représente une production annuelle d'environ 5 tonnes par habitant. La part des granulats alluvionnaires est en constante diminution au cours des dernières années au profit des granulats issus du concassage des roches massives et du recyclage pour une gestion plus raisonnée des ressources naturelles (UNPG, 2016). Environ 2700 carrières sont réparties sur tout le territoire français et constituent les lieux d'extraction et de production des granulats (legifrance, 2018). Le lancement et l'exploitation des carrières sont soumis à une législation environnementale stricte afin de limiter l'impact des activités de la carrière sur la biodiversité.

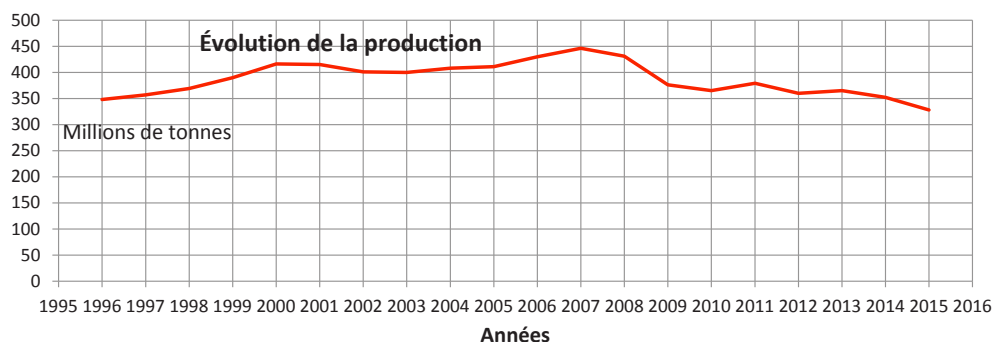


FIGURE 1.1. – Évolution de la production de granulats naturels (UNPG, 2016).

Les granulats sont la ressource naturelle la plus utilisée après l'eau. En France, les ressources en granulats naturels sont globalement abondantes, néanmoins l'accès à ces ressources est de plus en plus difficile à cause de l'urbanisation et des contraintes sur l'implantation et l'exploitation des carrières. La production actuelle de granulats naturels ne couvre pas l'ensemble des besoins et consommations. Le secteur du bâtiment et travaux publics mobilise 440 millions de tonnes de granulats chaque année contre environ 330 millions de tonnes produits, soit une consommation d'environ 7 tonnes par habitant et par an. Les granulats sont souvent utilisés pour des chantiers d'entretien de routes en milieu rural, dans les travaux liés

aux réseaux d'approvisionnement en eau et en électricité, dans la construction de nouveaux bâtiments et les travaux de terrassement. Le secteur des travaux publics représente environ 80 % des besoins en matière de granulats tandis que le secteur du bâtiment ne représente que 20 % des besoins.

1.1.2. Production des granulats de bétons recyclés (GBR)

Les granulats recyclés provenant des bétons de démolition constituent une ressource complémentaire aux granulats naturels. En 2014, le recyclage des granulats a représenté 7 % de la production totale de granulats. Ce taux est en hausse depuis les années 90 (Figure 1.2). En Europe, le béton constitue 20 à 80 % des déchets du secteur du BTP avec une moyenne de 60 % par pays. Le taux de recyclage du béton est d'environ 30 % (Commission, 2011). Ainsi, la part des granulats de béton dans les granulats recyclés est de l'ordre de 18 %. Le recyclage du béton issu de la déconstruction présente un double intérêt. D'une part, il permet de limiter la présence de dépôts sauvages et de sites d'enfouissement illégaux. D'autre part, le cycle de vie des granulats naturels est prolongé quasiment à l'infini en réincorporant les granulats de bétons recyclés (GBR) dans de nouveaux matériaux.



FIGURE 1.2. – Part des granulats de recyclage dans la production totale de granulats selon une enquête de l'UNICEM (UNICEM, 2016).

La figure 1.3 (a) résume les étapes de production des granulats de bétons recyclés à partir des déchets de déconstruction. La production de GBR passe par des étapes essentielles :

- **Déconstruction du bâtiment** : cette étape consiste en un démontage sélectif des bâtiments ou de certains éléments d'une construction afin de valoriser les déchets inertes du béton et les déchets non inertes et réduire la mise en décharge (Mongear and Veschambre, 2014). L'étape de déconstruction est précédée d'un audit avec inventaire systématique et complet des matériaux et de leurs filières de recyclage.

- **Production des granulats de bétons recyclés** : les granulats issus des plateformes de déconstruction sont concassés et criblés. Cette étape commune à la préparation de tout type de granulats est menée en carrière ou dans des installations mobiles amenées sur site (voir figure 1.3 (b)).
- **Élimination des polluants** : des appareillages et techniques spécifiques sont utilisés pour éliminer les impuretés du béton recyclé. Parmi les techniques utilisées on trouve : déferraillage manuel ou magnétique pour l'élimination des métaux ferreux, bassins de flottement pour le bois et le plastique, tri manuel pour le plâtre ou encore jet d'air pour l'élimination du carton et papier. Cette étape peut être réalisée pendant la déconstruction de l'ouvrage source (Recybeton, 2018).



FIGURE 1.3. – (a) Étapes de production des granulats de bétons recyclés. (b) Plateforme mobile de recyclage de l'entreprise Recybt.

1.2. Structure poreuse des granulats de bétons recyclés

Les GBR se différencient des granulats naturels par la présence d'une pâte de ciment adhérente aux granulats naturels de l'ancien béton (Figure 1.4). La présence de la pâte de ciment augmente fortement la porosité des granulats recyclés en comparaison avec les granulats naturels et diminue leur densité (Le et al., 2016; Paravithana and Mohajerani, 2006). La porosité interne des gravillons recyclés favorise le transfert d'eau entre les GBR et la pâte de ciment pendant le malaxage du béton (González-Taboada et al., 2017). Ce transfert modifie la quantité d'eau efficace du béton recyclé. Or, le rapport eau efficace/ciment conditionne les performances d'un béton à l'état frais et à l'état durci (Le et al., 2017). L'évolution de ce rapport avec le temps, peu comprise dans le cas d'un béton recyclé, a des conséquences négatives sur les propriétés d'un béton recyclé à l'état frais et à l'état durci.

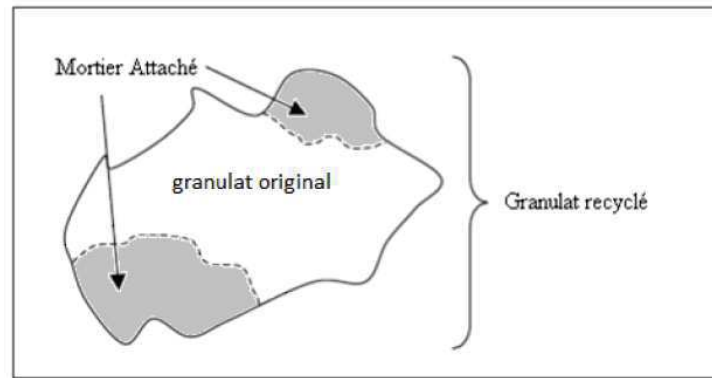


FIGURE 1.4. – Schéma d'un GBR.

1.2.1. Microstructure des bétons recyclés

Afin de comprendre la cinétique de transfert d'eau entre la porosité des GBR et une pâte de ciment fraîche, il est nécessaire de bien caractériser la microstructure des GBR et des bétons recyclés. Plusieurs auteurs se sont intéressés à l'étude de la microstructure des GBR et de la zone d'interface entre ces GBR et la nouvelle pâte de ciment (Le et al., 2017). La porosité à l'eau d'un béton recyclé augmente linéairement avec le taux de remplacement des granulats naturels par des GBR (Gómez-Soberón, 2002). La figure 1.5 montre la variation de la distribution de tailles de pores mesurée par porosimétrie à intrusion de mercure en fonction du taux de remplacement des granulats naturels (sable et gravillons) par des GBR. Le pression appliquée au mercure permet d'explorer des pores de taille allant jusqu'à 3 nm. Gómez-Soberón (2002) observent que la porosité augmente de 2,3 % lorsque le taux de remplacement passe de 0 à 100 %. La figure montre également que la différence entre les distributions de tailles de pores est plus marquée pour des pores de taille inférieure à 30 nm.

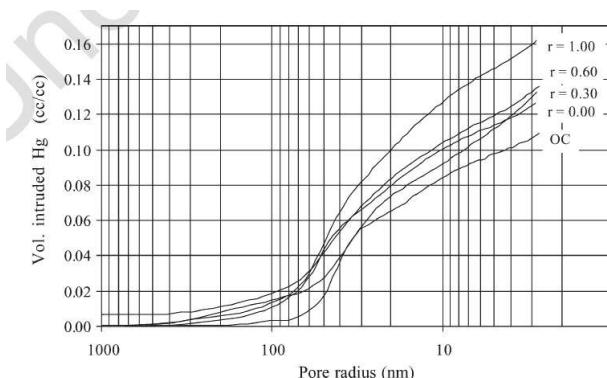


FIGURE 1.5. – Variation de la distribution de tailles de pores en fonction du taux de remplacement des granulats naturels par des GBR (Gómez-Soberón, 2002).

Dans un béton contenant des granulats naturels, la zone d'interface entre granulats et pâte de ciment est caractérisée par un gradient de porosité entre la surface des granulats et le cœur de la pâte de ciment. En raison de l'effet de paroi, l'arrangement des grains est plus lâche à l'interface. Ceci se traduit par un rapport E/C plus élevé dans cette zone par rapport au reste de la matrice cimentaire. La figure 1.6 présente une image au microscope électronique à balayage en mode électrons rétrodiffusés d'une section polie d'un mortier contenant un sable recyclé initialement sec et une pâte de ciment à 2 jours d'hydratation (Le et al., 2017). La distinction entre porosité (phase très sombre), hydrates (phases intermédiaires) et anhydres (phases très claires) est effectuée en se basant sur le niveau de gris, variant entre 0 et 255. À 2 jours, le degré d'hydratation de la nouvelle pâte de ciment est assez faible pour pouvoir distinguer visuellement les frontières entre l'ancienne et la nouvelle pâte. La nouvelle pâte de ciment paraît plus sombre que la pâte de ciment adhérant aux granulats recyclés du fait de sa forte porosité. On distingue à la surface des granulats recyclés une couche riche en Portlandite. Les auteurs observent aussi une augmentation de la concentration en grains de ciment anhydres lorsqu'on s'éloigne de la surface des granulats recyclés. L'état de saturation du sable recyclé semble avoir une faible influence sur la porosité moyenne de la zone comprise entre 0 et 60 μm de sa surface.

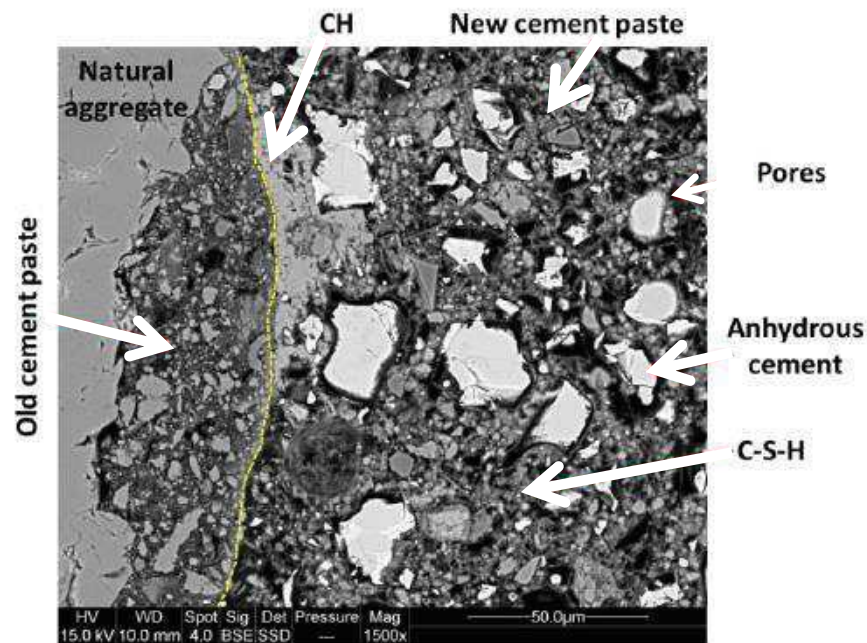


FIGURE 1.6. – Image MEB d'un mortier contenant un sable recyclé à 2 jours d'hydratation. La limite entre l'ancienne pâte de ciment et la nouvelle pâte de ciment est indiquée en pointillés (Le et al., 2017).

1.2.2. Transfert d'eau dans les milieux poreux

L'absorption est un phénomène physique par lequel un liquide migre par capillarité à l'intérieur d'un milieu poreux. Un matériau poreux est constitué d'une matrice solide et de vides occupés par au moins deux fluides. L'ensemble des vides d'un matériau solide est appelé **porosité**. De manière générale, la porosité est définie comme :

$$Porosité = \frac{V_{pores}}{V_{tot}}, \quad (1.1)$$

où V_{pores} et V_{tot} sont respectivement le volume de pores et le volume total (solide+pores). Pendant le malaxage du béton, l'eau s'infiltre dans la porosité par capillarité. Dans cette partie, nous présentons les méthodes de modélisation de transfert du fluide dans la porosité à l'échelle du pore capillaire et à l'échelle macroscopique.

Transfert de fluide dans un tube

À l'échelle du pore, les forces capillaires poussent le liquide à avancer dans la porosité. Cet effet est contrebalancé par les forces visqueuses et les forces gravitaires. L'équilibre de ces forces permet d'établir l'évolution temporelle de la hauteur de montée capillaire ($h(t)$) d'un fluide dans un pore capillaire, connue sous le nom de la loi de Washburn ([Washburn, 1921](#)) :

$$h(t) = \sqrt{\frac{\gamma R \cos \theta}{2\mu}} t, \quad (1.2)$$

ici, γ , R , θ et μ sont respectivement la tension de surface du liquide, le rayon du pore, l'angle de contact solide/liquide et la viscosité dynamique du fluide mouillant. L'eau monte jusqu'à une hauteur finie appelée : hauteur de Jurin. C'est la hauteur à laquelle les forces capillaires, visqueuses et gravitaires sont en équilibre. Cette hauteur (H_{jurin}) est égale à ([Lago and Araujo, 2001](#)) :

$$H_{jurin} = \frac{2\gamma \cos \theta}{\rho g R}, \quad (1.3)$$

où ρ est la masse volumique du fluide. Notons que la montée capillaire est d'autant plus rapide que le rayon du pore capillaire est grand. En revanche, la hauteur finale de montée capillaire, hauteur de Jurin, est inversement proportionnelle au rayon du pore.

Transfert de fluide dans un milieu poreux : approche macroscopique

Afin de permettre le transfert de matière dans un solide, la porosité doit être partiellement

connectée. Dans ce cas, le milieu est dit perméable. La perméabilité (K) est définie comme la capacité qu'a un milieu poreux à laisser passer un fluide. Selon la loi de Darcy, dans un milieu poreux isotrope entièrement saturé, la vitesse v_f d'un fluide est proportionnelle au gradient de pression ∇P corrigé du dénivelé $\nabla \rho g z$, à la perméabilité et inversement proportionnelle à la viscosité dynamique μ du liquide :

$$v_f = -\frac{K}{\mu} \nabla (P + \rho g z) . \quad (1.4)$$

1.2.3. Coefficient d'absorption et degré de saturation

La détermination du coefficient d'absorption d'eau des granulats de bétons recyclés nécessite la connaissance de leur teneur en eau à l'état **saturé-surface-sèche** (SSS). Physiquement, cet état peut être vu comme un état où l'imbibition des grains atteint un maximum, tandis que seule une pellicule d'eau adsorbée demeure à leur surface (Figure 1.7) (NF EN 1097-6 , 2001). Selon la norme NF EN 1097-6, cet état résulte de l'immersion des granulats dans l'eau pendant 24 heures à pression atmosphérique suivie de leur séchage superficiel jusqu'à ce que les grains n'adhèrent plus entre eux par des forces capillaires. Le **coefficient d'absorption** (WA_{24h}) est calculé selon la formule :

$$WA_{24h}(\%) = 100 \frac{m_{sss} - m_{sec}}{m_{sec}} , \quad (1.5)$$

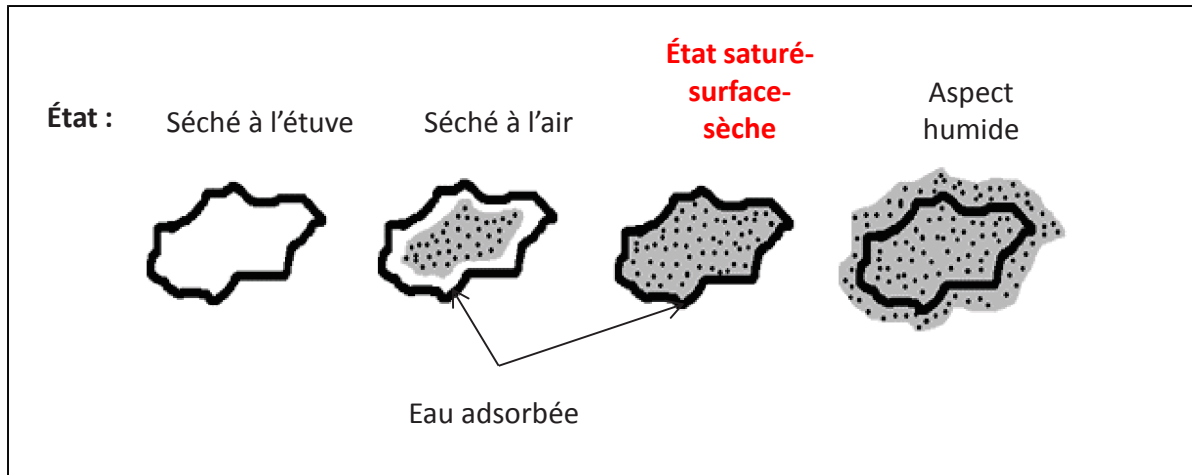


FIGURE 1.7. – Illustration schématique des différents états de saturation des granulats. L'état saturé-surface-sèche peut être vu comme un état où l'imbibition des grains atteint un maximum sans que la porosité intra-granulaire ne soit nécessairement saturée en eau, tandis que la surface des grains est couverte uniquement d'une pellicule d'eau adsorbée.

où m_{ss} et m_{sec} sont respectivement les masses de l'échantillon à l'état SSS et à l'état sec. À l'issue d'une immersion de durée égale à 24 heures, un volume V_{eau} remplit la porosité intragranulaire. Un **degré de saturation** peut être défini par référence au volume V_{SS} imbibant la porosité intragranulaire lorsque l'état SSS est atteint :

$$S = \frac{V_{eau}}{V_{pores}} = \frac{m_{eau}}{m_{sec} W A_{24h}}, \quad (1.6)$$

m_{eau} correspond à la masse d'eau piégée dans la porosité intragranulaire de l'échantillon à un état de saturation donné.

1.3. Mesure d'absorption d'eau par les GBR immergés dans l'eau

1.3.1. Méthodes de mesure du coefficient d'absorption

Des méthodes normalisées et non-normalisées ont été développées pour quantifier l'absorption d'eau par des granulats poreux. Le principe de ces méthodes est le même, il s'agit de quantifier l'eau piégée par les GBR à l'état saturé-surface-sèche après immersion complète dans l'eau pendant 24 heures. Toutefois, le mode opératoire de ces méthodes diffère selon la fraction granulaire du matériau testé. Nous présentons dans cette partie les méthodes de mesure d'absorption des gravillons et des sables recyclés. Nous nous intéressons aux difficultés à mesurer correctement l'absorption d'eau d'un sable recyclé par les méthodes classiques et nous présentons brièvement les méthodes alternatives développées dans la littérature pour quantifier l'absorption d'eau par des sables recyclés.

Absorption d'eau par les gravillons

Selon la méthode normalisée [NF EN 1097-6 \(2001\)](#), l'absorption d'eau par les gravillons ($D > 4$ mm) est mesurée par immersion d'une prise d'essai dans l'eau sous pression atmosphérique pendant 24 heures au sein d'un pycnomètre. Les granulats récupérés sont ensuite séchés en surface par un papier absorbant jusqu'à ce que les films d'eau visibles aient disparu de la surface de l'échantillon : les gravillons sont ainsi considérés à l'état SSS (Figure 1.7). Le coefficient d'absorption d'eau des gravillons saturés est déduit des masses de l'échantillon à l'état SSS et à l'état sec selon l'équation (1.5).

Le tableau 1.1 présente des résultats de mesures d'absorption et de densité de gravillons de GBR dans la littérature. On constate une forte dispersion des mesures due à l'hétérogénéité des GBR (Écart type = 1,9 %). Bendimerad et al. (2015) ont mesuré l'absorption de gravillons recyclés de tailles différentes provenant d'une même source suivant la norme EN 1097-6. Ils trouvent que l'absorption d'eau par les gravillons de taille 4/10 mm (5,62 %) est légèrement plus élevée que celle de la fraction 10/20 mm (5,31 %). Plusieurs auteurs ont observé cette diminution de l'absorption d'eau lorsque la taille des GBR augmente (Poon et al., 2004b; Padmini et al., 2009; Zhao et al., 2013). Ceci est expliqué par une diminution de la teneur en mortier adhérent lorsque la taille des gravillons augmente (Zhao et al., 2013).

TABLE 1.1. – Mesures de densité et d'absorption d'eau par des gravillons et sables recyclés issues de la littérature. La méthode utilisée pour effectuer chaque mesure est spécifiée. ρ_{rd} : densité réelle pré-séchée, ρ_{SSS} : densité saturée surface sèche, ρ_{abs} : densité absolue.

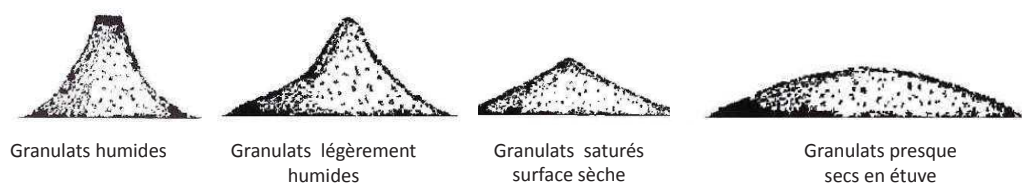
Référence	Type de GBR	ρ_{rd}	ρ_{SSS}	ρ_{abs}	WA_{24h}	Méthode de mesure
(Poon et al., 2004b)	Gravillons (10 mm)	2,409			8,82	Norme anglaise BS 812
(Poon et al., 2004b)	Gravillons (20 mm)	2,409			7,89	Norme anglaise BS 812
(Kou and Poon, 2009)	Gravillons (10 mm)	2,49			4,26	Non spécifiée
(Kou and Poon, 2009)	Gravillons (20 mm)	2,57			3,52	Non spécifiée
(González-Taboada et al., 2017)	Gravillons (4/11 mm)		2,34		6,96	EN 1097-6
(Bendimerad et al., 2015)	Gravillons (4/10 mm)				5,62	EN 1097-6
(Bendimerad et al., 2015)	Gravillons (10/20 mm)				5,31	EN 1097-6
(Zhao et al., 2015)	Sable (0/5 mm)			2,54	7,54	Méthode d'extrapolation
(Kou and Poon, 2009)	Sable (<5 mm)	2,49			6,05	Non spécifiée
(Kou and Poon, 2009)	Sable (0/4 mm)				8,7	Méthode d'extrapolation
(Kou and Poon, 2009)	Sable (1/4 mm)	2,44			6,86	EN 1097-6

Absorption d'eau par la fraction sable

Dans cette partie, nous présentons une méthode normalisée et quelques méthodes non-normalisées permettant de quantifier le coefficient d'absorption d'eau des sables recyclés. Toutes ces méthodes sont basées sur la saturation du sable recyclé puis son séchage jusqu'à l'état SSS.

La norme française NF EN 1097-6 (2001) propose un protocole de mesure du coefficient d'absorption d'eau par les sables recyclés. Ce protocole se base sur l'annihilation des forces capillaires existant entre les grains pour repérer l'état SSS. Cette méthode est dédiée à la fraction sable comprise entre 0,063 mm et 4 mm. Le passant au tamis de 63 μm est éliminé préalablement par tamisage sous eau. La méthode consiste en une pré-saturation de la prise d'essai pendant 24 heures par immersion complète dans l'eau suivie d'un séchage du matériau par un courant d'air chaud jusqu'à l'état SSS. Cet état est reconnu par la forme du

tas résultant d'un essai d'effondrement à l'aide d'un moule tronconique : lorsque le matériau est dans l'état SSS, le tas s'affaisse selon une forme régulière (figure 1.8 (a)). Une autre méthode non-normalisée, connue sous le nom de la méthode IFSTTAR N78 (2011), a été développée pour mesurer l'absorption d'un sable riche en fines. Cette méthode consiste à immerger le sable testé ($63\ \mu\text{m}/4\ \text{mm}$) dans l'eau pendant 24 heures, puis à sécher la surface de l'échantillon jusqu'à l'état SSS à l'aide d'un papier absorbant. Cet état est atteint lorsque plus aucune trace d'humidité n'apparaît sur la surface du papier (figure 1.8 (b)).



(a)



(b)

FIGURE 1.8. – (a) Forme du cône de sable recyclé à l'état SSS selon la norme NF EN 1097-6. (b) Trace d'humidité sur le papier absorbant lors de la détermination de l'état SSS d'un sable recyclé par la méthode IFSTTAR (Le et al., 2016).

Les deux méthodes présentent des limites dans le cas d'un sable recyclé, bien illustrées dans l'étude de Le et al. (2016). Dans cette étude, les mesures d'absorption par différentes classes granulaires d'un sable de bétons recyclés par la méthode IFSTTAR et selon la norme NF EN 1097-6 sont comparées (figure 1.9 (a)). Les auteurs trouvent que pour les fractions grossières ($D > 0,8\ \text{mm}$), la méthode IFSTTAR et la méthode normalisée donnent des résultats similaires de mesure d'absorption. En revanche, pour les fractions plus fines, des différences importantes entre les résultats obtenus par les deux méthodes apparaissent, la méthode IF-

STTAR donnant des valeurs d'absorption nettement plus élevées. Le tableau 1.1 regroupe des mesures d'absorption d'eau de sables de bétons recyclés collectées de la littérature.

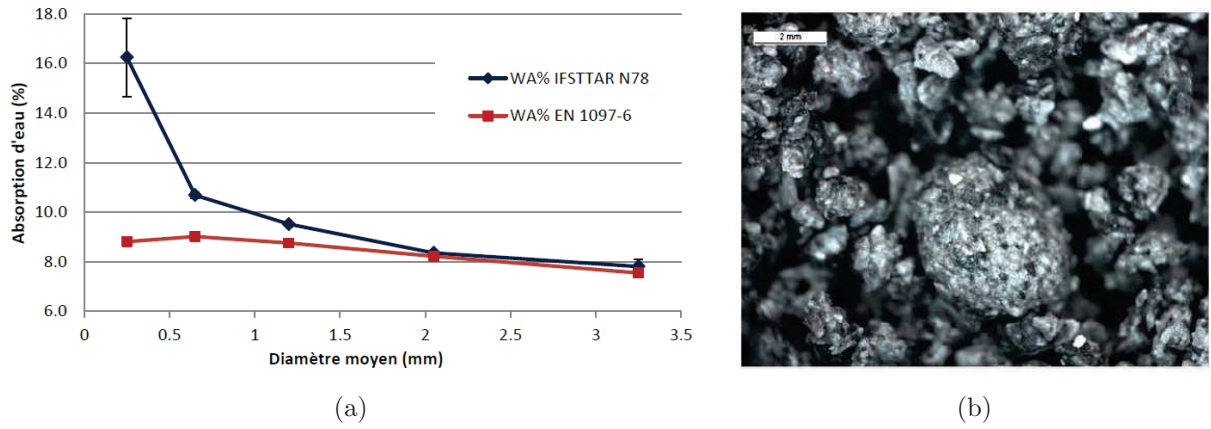


FIGURE 1.9. – (a) Absorptions d'eau de différentes fractions granulaires mesurées selon la norme NF EN 1097-6 et par la méthode IFSTTAR (Le et al., 2016). (b) Image à la loupe binoculaire d'un sable recyclé (0/0,63 mm) à l'état SSS (Zhao et al., 2013).

On s'attend à une augmentation de l'absorption d'eau lorsque la taille des granulats de bétons recyclés diminue à cause d'une augmentation de la fraction de pâte de ciment adhérente (De Juan and Gutiérrez, 2009). Toutefois, les résultats expérimentaux (figure 1.9 (a)) ne vont pas dans ce sens. En effet, la méthode NF EN 1097-6 sous-estime l'absorption d'eau. Ceci peut être expliqué par l'aspect anguleux et frottant des sables recyclés qui augmente la cohésion des granulats et bloque l'effondrement du cône de sable même si la teneur en eau piégée est inférieure à celle dans l'état SSS. Une autre explication réside dans la nécessité d'allonger les temps de séchage pour désagglomérer les grains de sable. Un séchage d'autant plus long que les grains de sable sont petits est requis. On observe par contre que la méthode IFSTTAR surestime l'absorption. Dans ce cas, le séchage de la surface des grains par un papier ne permet pas de casser tous les agglomérats de petites particules. Ces derniers piègent une partie de l'eau libre dans des ponts capillaires. Ainsi, l'absorption d'eau mesurée par cette méthode intègre une partie de l'eau inter-granulaire présente dans les ponts capillaires de ces agglomérats et surestime l'absorption d'eau réelle. La figure 1.9 (b) montre un sable recyclé de taille (0/0,63 mm) à l'état saturé-surface-sèche selon la méthode IFSTTAR (Zhao et al., 2013). Cette figure confirme la présence d'agglomérats de particules de tailles supérieures à la taille maximale des grains testés.

Pour remédier à ces difficultés, Zhao et al. (2015) proposent une méthode alternative de mesure d'absorption d'eau d'un sable recyclé (0/4 mm). Cette méthode est basée sur la corrélation linéaire entre l'absorption d'eau par les GBR et leur teneur en pâte de ciment

(Zhao et al., 2013; Padmini et al., 2009). Pour cela, on suppose que l'absorption d'eau de la pâte de ciment adhérente et des gravillons naturels ne dépend que de la teneur en pâte quelle que soit la fraction granulaire. Le sable étudié est divisé en fractions granulaires. Une mesure de l'absorption d'eau et de la teneur en pâte de ciment des fractions grossières du sable étudié permet de tracer une corrélation empirique entre l'absorption d'eau et la teneur en pâte de ciment. Cette corrélation est ensuite exploitée pour déduire l'absorption d'eau par les fractions plus fines connaissant leur teneur en pâte de ciment.

Dans l'étude de Zhao et al. (2015), la teneur en pâte de ciment est déterminée par une mesure de la fraction soluble à l'acide salicylique. Le et al. (2016) se sont inspirés du protocole décrit précédemment pour proposer une méthode plus simple de mesure d'absorption par extrapolation. Cette méthode est basée sur la proportionnalité entre la perte de masse entre 105 °C et 475 °C et la proportion d'hydrates (à l'exception de la Portlandite qui est seulement partiellement déshydratée à la limite haute de température), elle-même proportionnelle à la teneur en pâte de ciment hydratée. La relation empirique entre l'absorption et la perte de masse tracée pour les fractions grossières est exploitée pour déduire l'absorption d'eau par les fractions fines. L'absorption du sable homogène est finalement déduite. Un sable recyclé (0/4 mm) du PN Recybeton (Recybeton, 2018) est testé selon cette méthode, son absorption mesurée par la méthode d'extrapolation est égale à 8,7 %. Celle-ci est comprise entre l'absorption d'eau mesurée par la norme EN 1097-6 (7,3 %) et celle mesurée par la méthode IFSTTAR (10,6 %). Ainsi, les résultats de cette méthode sont cohérents avec les mesures selon la norme EN 1097-6 et la méthode IFSTTAR. Néanmoins, celle-ci reste relativement longue à mettre en place comparativement aux méthodes normalisées. De plus, elle suppose une bonne hydratation de la pâte de ciment pour limiter la proportion résiduelle d'anydres.

Gentilini et al. (2015) proposent une autre méthode pour mesurer l'absorption d'eau de sables recyclés contenant des fines (0/4 mm). Cette méthode est basée sur le séchage en tambour tournant et à température constante d'un échantillon saturé, avec suivi de la masse et de l'hygrométrie. L'évolution temporelle du taux d'évaporation d'eau fait apparaître un point critique séparant la phase d'évaporation de l'eau intergranulaire de la phase d'évaporation de l'eau liée. Ce point critique correspond à l'état SSS. L'inconvénient de cette méthode réside dans la difficulté d'homogénéiser correctement l'échantillon pour un séchage homogène.

Yacoub et al. (2018) ont utilisé un protocole basé sur le même principe en gardant l'échantillon fixe pour mesurer l'absorption d'eau par un sable recyclé (1/4 mm) après pré-saturation sous vide pendant 24 heures. L'absorption d'eau mesurée par cette méthode (9,8 %) est nettement supérieure à l'absorption d'eau mesurée par la norme NF EN 1097-6 (6,86 %). Les auteurs expliquent ce décalage par le fait qu'une pré-saturation sous vide est plus efficace pour rem-

plir les pores d'un sable recyclé qu'une immersion dans l'eau. Au cours de ces mesures, la température de séchage est de 80 °C au lieu de 60 °C adoptée dans l'étude de [Gentilini et al. \(2015\)](#). Cette température peut déshydrater certains hydrates comme l'Ettringite ([Nael-Redolfi, 2016](#)).

1.3.2. Cinétique d'absorption d'eau par les GBR immergés dans l'eau

La norme NF EN 1097-6 ne donne aucune information sur la cinétique d'absorption des granulats au cours du temps. Cette cinétique est utile pour prévoir la demande en eau d'un béton recyclé à l'état frais. Nous présentons ici quelques méthodes de suivi de l'absorption d'eau par des granulats de bétons recyclés immergés dans l'eau.

[Tam et al. \(2008\)](#) ont développé un protocole expérimental pour suivre l'absorption d'eau en temps réel par la fraction gravillons des GBR immergés dans l'eau (méthode RAWA) dans un pycnomètre. Les masses d'eau rajoutées pour compenser l'absorption d'eau par les gravillons sont mesurées à intervalles réguliers. La cinétique d'absorption d'eau par les gravillons est déduite, connaissant la masse sèche de l'échantillon. Celle-ci est très rapide durant les premières minutes et ralentit avec le temps conformément aux lois de Washburn (équation (1.2)). L'inconvénient de cette méthode réside dans l'impossibilité de quantifier la quantité d'eau absorbée durant les tous premiers instants de mise en contact de l'échantillon avec l'eau, avant la première pesée du pycnomètre rempli d'eau. Par ailleurs, il est nécessaire de remuer constamment le pycnomètre afin de chasser les bulles d'air. Ceci rend le protocole non adapté à la fraction sable des GBR.

Ensuite, [Tegguer \(2012\)](#) a proposé une méthode basée sur la pesée hydrostatique pour suivre l'absorption d'eau au cours du temps de gravillons de bétons recyclés ($D > 4$ mm). Les granulats sont placés dans un panier immergé dans un bain d'eau thermostaté à 20 °C. La variation de la masse de l'échantillon dans l'eau permet de suivre la cinétique de transfert d'eau vers la porosité des gravillons. L'inconvénient de cette méthode réside aussi dans l'impossibilité d'accéder à la variation de la masse de l'échantillon juste après immersion dans l'eau et avant la première mesure de la masse de l'échantillon. [González-Taboada et al. \(2017\)](#) ont appliqué cette méthode pour suivre l'absorption d'eau par des gravillons recyclés (4/11 mm, $WA_{24h} = 6,96$ %). Ils trouvent que l'absorption d'eau est très rapide durant les 5 premières minutes puis ralentit avec le temps. Un degré de saturation de 80 % est atteint durant les 10 premières minutes (figure 1.10). Néanmoins, ils supposent que la première mesure de la masse à l'équilibre correspond à la masse de l'échantillon dans l'eau. Cette hypothèse est fautive car l'absorption d'eau par les GBR est très rapide entre l'instant du premier contact des GBR avec l'eau et la première pesée.

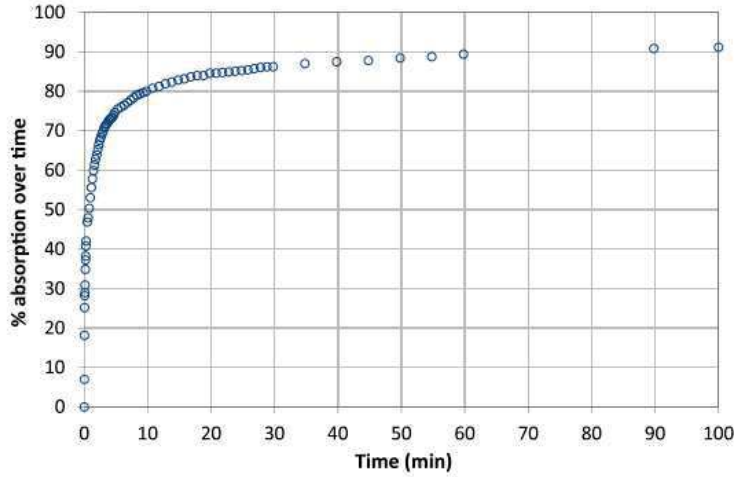


FIGURE 1.10. – Cinétique d’absorption d’eau par des gravillons recyclés entre 0 et 100 minutes (González-Taboada et al., 2017).

Bendimerad et al. (2015) ont combiné et amélioré les méthodes RAWA (Tam et al., 2008) et la pesée hydrostatique (Tegguer, 2012) pour suivre la cinétique de saturation de gravillons de GBR immergés dans l’eau. L’absorption d’eau des granulats juste après immersion dans l’eau et avant la première pesée à t_0 ($Abs(t_0)$) est calculée connaissant l’absorption à la fin de l’essai ($Abs(t_f)$) et la quantité d’eau absorbée entre les instants t_0 et t_f $((M_{ab}(t_f) - M_{ab}(t_0))/M_{sec})$ moyennant la relation :

$$Abs(t_0) = Abs(t_f) - 100 \frac{M_{ab}(t_f) - M_{ab}(t_0)}{M_{sec}}. \quad (1.7)$$

Le suivi des masses du pycnomètre et de l’échantillon immergé est effectué en continu jusqu’à une durée de 100 heures. Cette méthode est appliquée à deux types de GBR issus d’un béton de démolition (4/10 mm, $WA_{24h} = 5,62\%$; 10/20 mm, $WA_{24h} = 5,31\%$) et à des granulats naturels (4/10 mm, $WA_{24h} = 0,65\%$). Si les bulles d’air sont correctement évacuées, une absorption égale à 80 % du coefficient d’absorption final est atteinte au bout de 10 minutes pour les deux types de gravillons recyclés et au bout de 4 heures pour les granulats naturels (voir figure 1.11 (b)). Ceci est expliqué par la porosité plus ouverte des gravillons recyclés en comparaison avec les gravillons naturels. Par ailleurs, on remarque que les cinétiques d’absorption d’eau des gravillons recyclés de deux tailles différentes sont similaires. On conclut que la cinétique d’absorption est plus influencée par la nature de la pâte ou du mortier d’origine et ne dépend pas de la fraction granulaire. La cinétique de saturation des GBR mesurée par Bendimerad et al. (2015) est comparable à celle mesurée par González-Taboada et al. (2017) sur des GBR recyclés (4/11 mm, $WA_{24h} = 6,96\%$).

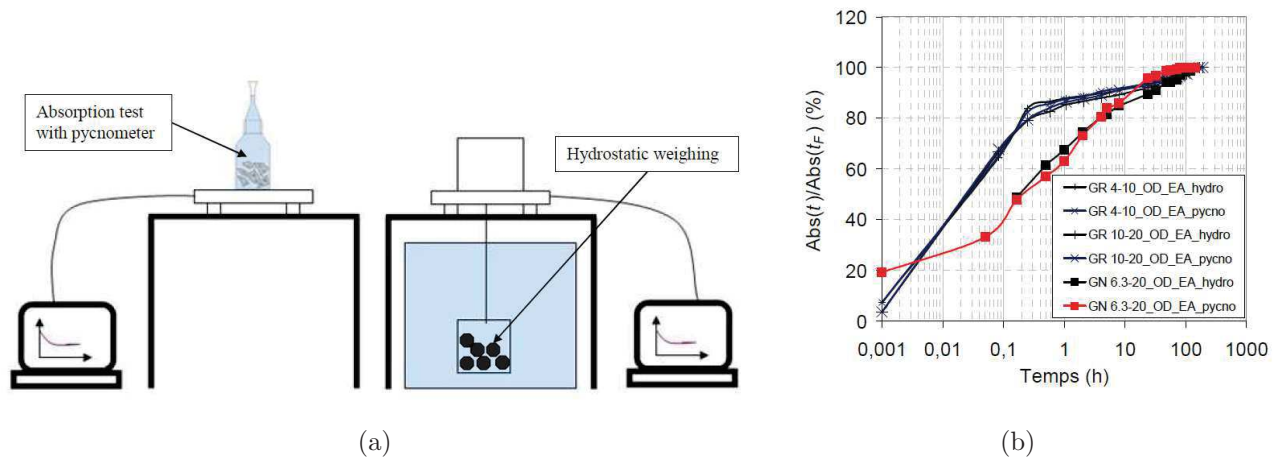


FIGURE 1.11. – (a) Dispositif expérimental de suivi d'absorption en continu par la méthode RAWA et la méthode de pesée hydrostatique. (b) Cinétiques d'absorption d'eau de granulats naturels et recyclés obtenues par la méthode RAWA et la méthode de pesée hydrostatique améliorées ([Bendimerad et al., 2015](#)).

1.4. Transfert d'eau entre GBR et pâte de ciment

Selon le degré de saturation des GBR, leur forte absorption d'eau peut entraîner des échanges d'eau avec la pâte de ciment fraîche. Ces échanges modifient l'eau efficace du béton et influencent ses propriétés aux états frais et durci. Dans la littérature, le degré de saturation des GBR immergés dans une pâte de ciment est estimé par référence aux mesures d'absorption dans l'eau ([Ignjatović et al., 2013](#)). Cependant, la structuration et la prise de la pâte de ciment fraîche au cours du malaxage du béton recyclé sont à l'origine d'une diminution de la teneur en eau des GBR dans une pâte de ciment de l'ordre de 40 % par rapport à l'absorption d'eau ([Nael-Redolfi, 2016](#)). Ainsi, il est nécessaire de connaître l'absorption d'eau des GBR et la cinétique du transfert d'eau entre des GBR et une pâte de ciment fraîche afin de quantifier correctement l'eau efficace des bétons recyclés.

1.4.1. Suivi du transfert d'eau entre GBR et pâte de ciment fraîche par RMN

La résonance magnétique nucléaire est basée sur l'interaction entre le moment magnétique de spin de certains noyaux d'atomes et un champ magnétique externe. Conçue à l'origine pour des applications en imagerie médicale, l'usage de la RMN s'étend à l'étude des matériaux

du génie civil, notamment leur texture poreuse et le transfert d'humidité dans leur porosité (Fourmentin et al., 2016). Fourmentin et al. (2017) ont suivi le transfert d'eau entre des pâtes de ciment fraîches et des frittés de billes de verres (128/240 μm) immergés dans les pâtes par des mesures RMN (figure 1.12).

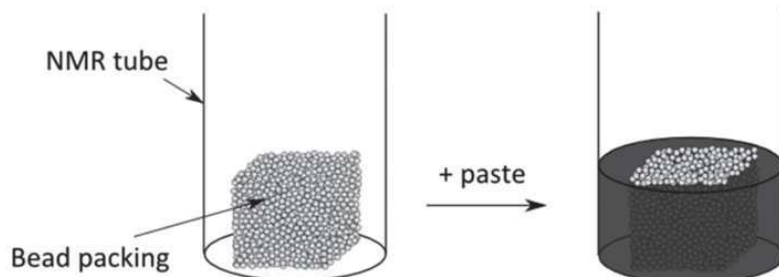


FIGURE 1.12. – Schéma de l'échantillon utilisé pour suivre le transfert d'eau entre un fritté de billes de verre (9 mm de côté) et une pâte de ciment (Fourmentin et al., 2017).

Les résultats montrent que quel que soit le rapport E/C de la pâte de ciment fraîche entre 0,3 et 0,63, un fritté de billes dont les pores ont une taille suffisamment faible (de l'ordre de 10 μm) en contact avec la pâte peut extraire assez d'eau pour être saturé au bout de 30 minutes. Le fritté reste saturé jusqu'à 5 à 8 heures car le retrait de la pâte est encore capable de contrebalancer la consommation d'eau due à son hydratation. Cependant, au-delà de 8 heures d'hydratation, une fraction de l'eau contenue dans la porosité du fritté est re-transférée vers la pâte sous l'action des forces capillaires induites par la formation de micropores dans la pâte de ciment consécutive à son hydratation.

Si l'on remplace le fritté de verre par des gravillons en contact avec la pâte de ciment fraîche, la saturation complète n'est pas atteinte. La figure 1.13 montre la cinétique d'absorption d'eau par des gravillons de pâte de ciment à E/C égal à 0,5 (4/5 mm, $WA_{24h} = 21,5 \%$), immergés dans l'eau ou dans une pâte de ciment fraîche, mesurée par RMN (Nael-Redolfi, 2016). Un degré de saturation maximal moins élevé est observé lorsque les gravillons sont plongés dans une pâte de ciment par rapport à une immersion dans l'eau. L'absorption d'eau par les gravillons de pâte de ciment atteint un plateau à 13 % de la masse sèche après 9 minutes d'immersion dans la pâte de ciment. Cette teneur en eau représente un degré de saturation de seulement 61 % de l'absorption normalisée des gravillons utilisés. La diminution du degré de saturation dans le cas de granulats de pâte de ciment durcie en comparaison avec un fritté de billes de verre peut être expliquée par une connectivité plus élevée de la porosité du fritté par rapport à celle de la pâte de ciment. Elle peut être aussi due à différence de taille de pores : celle-ci est plus élevée dans le cas du fritté ($\simeq 10 \mu\text{m}$) par rapport à une pâte de ciment (large gamme de tailles de pores comprises entre quelques nanomètre et 1

μm). La porosité du fritté est plus accessible que celle de la pâte de ciment et favorise une absorption d'eau plus rapide selon les lois de Washburn (1.2).

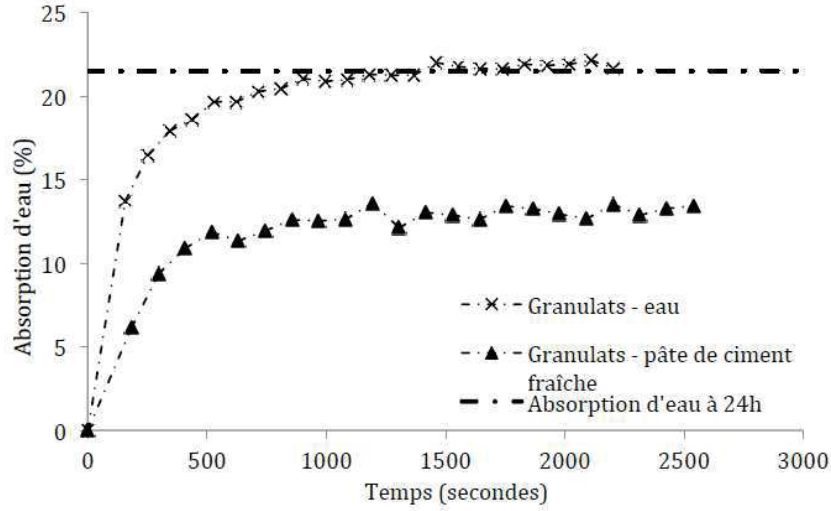


FIGURE 1.13. – Cinétique d'absorption d'eau par des granulats de pâte de ciment à E/C égal à 0,5 immergés dans l'eau (croix) ou dans une pâte de ciment fraîche (triangles) à E/C égal à 0,5 (Nael-Redolfi, 2016).

1.4.2. Suivi du transfert d'eau entre GBR et pâte de ciment par séparation mécanique

Bello et al. (2017) proposent une méthode originale pour étudier la cinétique de transfert d'eau entre des gravillons légers et une pâte de ciment fraîche. Le protocole est basé sur une séparation mécanique des granulats légers et de la pâte de ciment fraîche à l'aide d'un tamis à une échéance donnée. Ensuite, la pesée séparée des granulats enrobés de pâte de ciment, de la pâte de ciment interstitielle et des granulats secs permettent de calculer l'évolution de la teneur en eau des granulats. Les auteurs supposent que la teneur en eau de la pâte de ciment fraîche enrobant les granulats légers est égale à celle de la pâte de ciment interstitielle. La figure 1.14 (a) montre l'évolution temporelle de la fraction massique d'eau piégée par les granulats légers initialement secs ($4/10\text{ mm}$, $WA_{24h}=12,8\%$) immergés dans des pâtes de ciment de différents rapports E/C . Les résultats montrent qu'à 5 minutes, la teneur en eau des granulats légers immergés dans les 4 pâtes de ciment (4,3 %) est inférieure à celle des granulats légers immergés dans l'eau (environ 5,7 %). Au cours de cette période, la pâte de ciment fraîche enrobant les granulats freine le transfert d'eau vers la porosité. Au-delà de cette période, la cinétique de transfert d'eau devient limitée par la vitesse

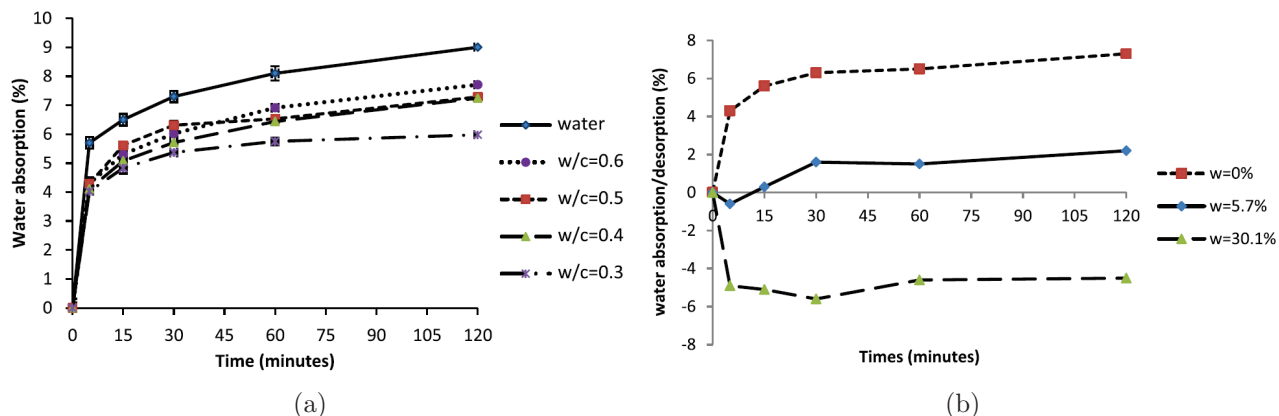


FIGURE 1.14. – (a) Évolution temporelle de la teneur en eau piégée par des granules légers initialement secs immergés dans des pâtes de ciment à différents rapports E/C . (b) Évolution temporelle de la teneur en eau de granules légers ayant différents degrés de saturation initiaux immergés dans une pâte de ciment à E/C égal à 0,5.

de transfert d'humidité à l'intérieur de la porosité capillaire des granules. Par ailleurs, la valeur asymptotique d'eau piégée diminue lorsque le rapport E/C de la pâte de ciment fraîche diminue. Ceci s'explique par une diminution de la perméabilité à l'eau des pâtes de ciment lorsque leur rapport E/C diminue. L'impact du degré de saturation initial des granules sur leur absorption a été étudié également. La figure 1.14 (b) montre l'évolution temporelle de la quantité d'eau piégée par des granules légers à différents degrés de saturation initiaux lorsqu'ils sont immergés dans une pâte de ciment à E/C égal à 0,5. Un transfert d'eau vers la pâte de ciment a lieu lorsque les granules sont initialement saturés ou sur-saturés. En revanche, ce transfert a lieu de la pâte de ciment fraîche vers les granules lorsque leur teneur en eau est inférieure à leur absorption d'eau. En effet, durant les 5 premières minutes, les phénomènes d'absorption/désorption affectent le rapport eau efficace/ciment et la maniabilité du mélange. Passée cette période, les phénomènes d'hydratation de la pâte de ciment l'emportent sur le transfert d'eau entre la pâte de ciment et les granules légers. Ce protocole n'est malheureusement applicable qu'avec la fraction grossière, pour laquelle une séparation mécanique des gravillons de la pâte de ciment est envisageable.

Yacoub et al. (2018) adaptent la méthode de pesée hydrostatique (Tegguer, 2012) pour étudier les échanges d'eau entre un sable recyclé (1/4 mm, $WA_{24h} = 6,86\%$) et une pâte de filler de rapport massique eau/filler égal 0,5. Le protocole expérimental est présenté sur la figure 1.15. Ce protocole est appliqué au sable recyclé pré-saturé avec différentes quantités d'eau. Comme prévu, les auteurs constatent que le transfert d'eau vers le sable recyclé diminue lorsque sa teneur en eau de pré-saturation augmente. Néanmoins, vue la différence de densité entre les particules de filler et l'eau (de l'ordre de $1,7\text{ g/cm}^3$), il paraît difficile d'as-

sur la stabilité de la pâte de filler pendant la durée de l'essai (15 minutes) sans malaxage. Par ailleurs, les auteurs n'expliquent pas la méthode d'évacuation des bulles d'air. En effet, comparée à une pesée hydrostatique classique, il est plus difficile d'évacuer les bulles d'air dans une pâte de filler que dans l'eau, ceci pourrait fausser les résultats de suivi d'absorption.

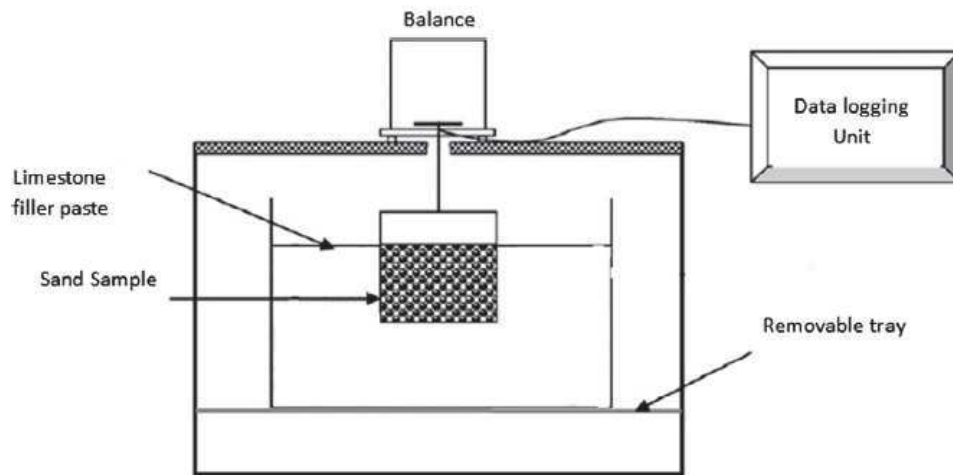


FIGURE 1.15. – Protocole de pesée hydrostatique adapté au suivi du transfert d'eau entre GBR et pâte de filler (Yacoub et al., 2018).

1.5. Comportement du béton contenant des granulats de bétons recyclés

Afin d'augmenter le taux d'incorporation des granulats de bétons recyclés dans un nouveau béton, de nombreuses études se sont intéressées à l'influence de l'incorporation des GBR sur le comportement du béton recyclé à l'état frais et durci ainsi que sur la durabilité d'un béton recyclé (Poon et al., 2004b; Evangelista and De Brito, 2007, 2010; Zhao et al., 2013; Le et al., 2016). Les principaux résultats sont résumés ci-après. On rappelle que notre objectif est d'étudier l'effet des échanges d'eau entre des GBR et une pâte de ciment fraîche sur le comportement du béton à l'état frais. Ainsi, nous allons détailler davantage cet aspect.

1.5.1. Comportement du béton recyclé à l'état frais

Plusieurs études se sont intéressées aux conséquences de l'incorporation des GBR sur la maniabilité d'un béton recyclé (Kou and Poon, 2009; Poon et al., 2004a; Le et al., 2016; González-Taboada et al., 2017). En effet, il est bien connu que la maniabilité d'un béton

dépend directement de son rapport eau efficace/ciment, celui-ci conditionne les performances du béton aussi bien à l'état frais que durci. [Poon et al. \(2004a\)](#) se sont intéressés à l'influence de l'état de saturation et du taux de remplacement des gravillons naturels par des gravillons recyclés ($WA_{24h} \simeq 7\%$) sur le comportement du béton à l'état frais. À fraction volumique identique de gravillons, l'eau de gâchage est ajustée pour compenser l'absorption d'eau par les gravillons recyclés. Ces auteurs montrent que l'affaissement initial (à environ 10 minutes) augmente plutôt linéairement avec le taux de remplacement des gravillons naturels par les gravillons recyclés (figure 1.16). Ceci est dû à une augmentation de la quantité d'eau ajoutée

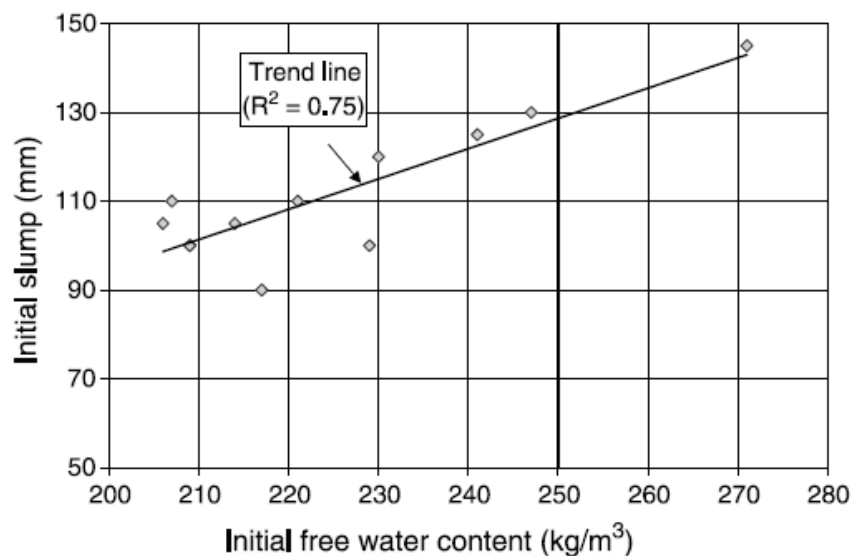


FIGURE 1.16. – Variation de l'affaissement initial en fonction de la teneur en eau initiale des GBR ([Poon et al., 2004a](#)).

dans les bétons pour compenser l'absorption d'eau par les gravillons recyclés. Cet excès d'eau n'est pas entièrement absorbé par les gravillons recyclés au moment de la première mesure d'affaissement et participe à la fluidité du béton. En outre, le taux de diminution d'affaissement est plus élevé pour les bétons contenant des gravillons recyclés initialement secs que pour les gravillons naturels. Ceci traduit un transfert d'eau graduel de la pâte de ciment vers la porosité interne des gravillons, ce transfert est responsable d'une perte de maniabilité au fil du temps plus marquée pour les bétons recyclés que pour le béton de référence. En revanche, les bétons contenant des gravillons recyclés à l'état saturé-surface-sèche montrent une perte d'étalement au cours du temps plus lente que celle des bétons de référence. Ceci suggère un relargage d'eau des gravillons à l'état SSS vers la pâte de ciment.

Des résultats similaires ont été obtenus par [Kou and Poon \(2009\)](#) sur des bétons contenant des mélanges de GBR avec différentes proportions volumiques de sables recyclés. Ces auteurs

observent également que l'étalement initial (à 10 minutes) augmente quasi-linéairement avec le taux de remplacement du sable naturel par le sable recyclé (figure 1.17 (a)). Ceci est dû à l'augmentation de la quantité d'eau ajoutée pour compenser l'absorption des granulats initialement séchés à l'air. Cette tendance confirme qu'une partie de l'eau ajoutée pour compenser l'absorption d'eau par le sable n'est pas absorbée avant la première mesure. Le taux de perte d'étalement entre la première mesure d'étalement et la mesure à 60 minutes augmente avec le taux de remplacement du sable naturel par le sable recyclé (figure 1.17 (b)). Ceci est expliqué par une capacité d'absorption plus élevée des sables recyclés par rapport aux sables naturels.

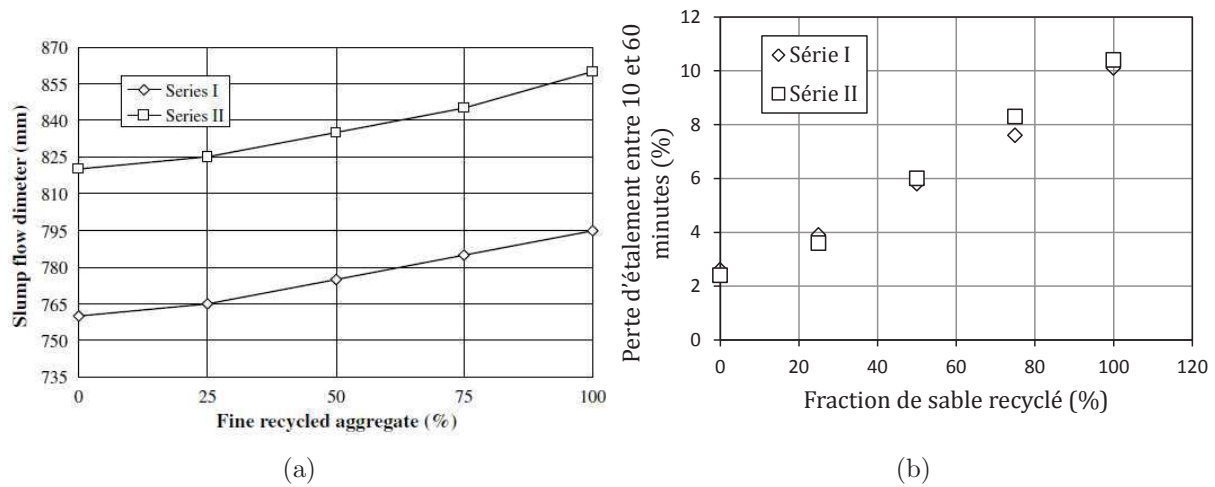


FIGURE 1.17. – Variation de l'étalement (a) et du taux de perte d'étalement (b) en fonction du taux de remplacement du sable naturel par le sable recyclé. Les séries I et II ont des rapports E_{eff}/C égaux à 0,53 et 0,44 respectivement. Les deux séries comportent la même fraction volumique de ciment et de filler (de taille $> 45\mu\text{m}$). La série II comporte en plus des cendres volantes (de taille $< 45\mu\text{m}$) et une fraction volumique de gravillons naturels moins élevée que celle de la série I, lui conférant une maniabilité plus élevée (Kou and Poon, 2009).

Le et al. (2016) ont étudié l'influence de l'état de saturation d'un sable de bétons recyclés (0/4 mm, $WA_{24h} = 8,7\%$) et de son mode de pré-saturation sur la maniabilité du mortier. À composition égale, en particulier à eau totale identique, l'étalement de mortiers contenant un sable recyclé pré-saturé avec différents teneurs en eau est mesuré à 5 minutes après le début du malaxage. Si la teneur en eau des granulats atteignait la valeur de l'absorption WA_{24h} , l'étalement des mortiers préparés devrait être constant quelle que soit la pré-saturation. Or, les résultats montrent que l'étalement du mortier diminue quand la teneur en eau de pré-saturation augmente (figure 1.18). En effet, lorsque la teneur en eau de pré-saturation augmente, l'eau disponible dans la pâte de ciment diminue pour garder une quantité constante d'eau totale. L'étalement se stabilise au-delà d'une teneur en eau de pré-saturation égale à

10 %. Cette teneur en eau de pré-saturation est très proche de l'absorption d'eau du sable en question, d'ailleurs on peut voir sur la figure 1.18 que l'eau de pré-saturation au-delà de 10 à 11 % reste dans le flacon utilisé pour effectuer la pré-saturation. Ainsi, il existe une cinétique de transfert d'eau entre le sable recyclé et la pâte de ciment fraîche et le délai de 5 minutes n'est pas suffisant pour que la teneur en eau du sable recyclé atteigne WA_{24h} .

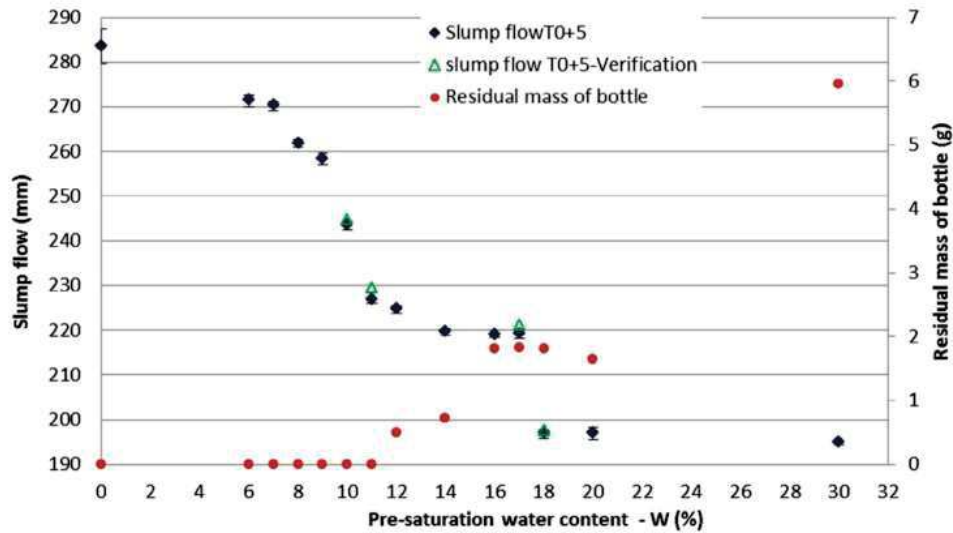


FIGURE 1.18. – Étalement à 5 minutes en fonction de la teneur en eau de pré-saturation (Le et al., 2016).

En conclusion, la maniabilité des bétons recyclés est affectée par les transferts d'eau qui s'opèrent entre GBR et pâte de ciment fraîche. Quelle que soit la taille des GBR (gravillons ou sable), un transfert d'eau a lieu de la pâte vers la porosité interne des GBR initialement secs. Ce transfert d'eau est responsable d'une chute de maniabilité au cours du temps. Inversement, un transfert d'eau des GBR initialement à l'état SSS vers la pâte de ciment peut avoir lieu. Dans ce cas, ce transfert d'eau augmente l'eau efficace et la maniabilité des mortiers.

1.5.2. Comportement du béton recyclé à l'état durci

Il est bien connu que la résistance à la compression d'un béton diminue lorsque le taux de remplacement des granulats naturels par des granulats de bétons recyclés augmente. La perte de résistance est due à la qualité plus faible des granulats de bétons recyclés par rapport aux granulats naturels. Elle peut également être le résultat d'une mauvaise estimation du rapport eau efficace/ciment d'un béton recyclé (Topcu and Sengel, 2004). Les courbes de contrainte - déformation typiques de bétons recyclés avec différents pourcentages de remplacement des gravillons naturels par des gravillons recyclés sont présentées sur la figure 1.19 (Xiao et al.,

2005). Ici, les gravillons recyclés sont introduits dans le béton à l'état pré-saturé. Le rapport E_{eff}/C est maintenu égal à 0,43 dans toutes les compositions. Les fractions volumiques de sable et de gravillons sont maintenues constantes dans toutes les formulations. Avant le pic de contraintes, on voit que la contrainte nécessaire pour atteindre une déformation donnée augmente lorsque le taux de remplacement diminue. Le maximum de chaque courbe correspond à la résistance à la compression. Celle-ci diminue de 26 % lorsque les gravillons naturels sont remplacés par des gravillons de bétons recyclés. Des résultats similaires ont été obtenus par [Le et al. \(2017\)](#). Des mortiers de proportions volumiques en sable identiques et de rapport E_{eff}/C égal à 0,5 sont préparés soit avec du sable naturel ($WA_{24h} = 0,5\%$) soit avec du sable recyclé ($WA_{24h} = 10\%$). Une diminution de la résistance à la compression de 40 % est notée pour une substitution complète du sable naturel initialement sec par du sable recyclé à l'état pré-saturé. Cette chute a été expliquée par une zone de transition entre le sable recyclé et la pâte de ciment fraîche de plus faible qualité, une résistance moins élevée des granulats de bétons recyclés par rapport aux granulats naturels et/ou une mauvaise estimation du rapport eau efficace/ciment.

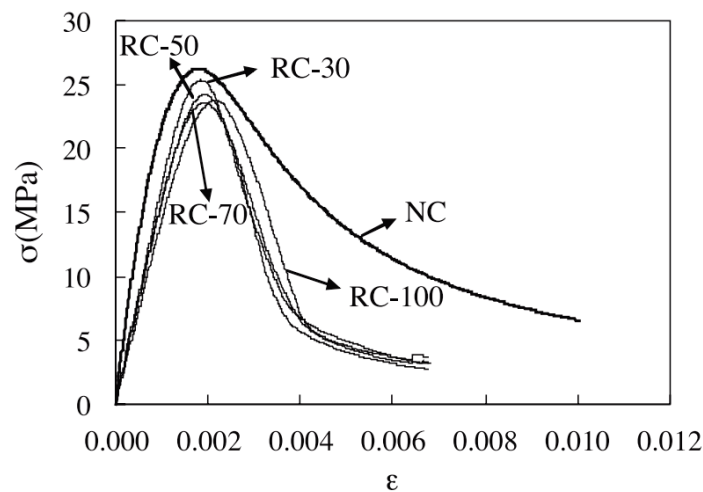


FIGURE 1.19. – Courbes typiques de contraintes-déformation de bétons recyclés avec différents taux de remplacement des granulats naturels par des granulats recyclés ([Xiao et al., 2005](#)). Ici, NC correspond au béton préparé avec les gravillons naturels et RC30, RC50, RC70 et RC100 correspondent à des bétons recyclés avec taux de remplacement des gravillons naturels par des gravillons recyclés égaux à 30 %, 50 %, 70 % et 100 % respectivement.

[Evangelista and De Brito \(2010\)](#) ont étudié la durabilité d'un béton recyclé. 3 bétons sont conçus à affaissement constant avec des taux de remplacement du sable naturel par du sable recyclé égaux à 0 ($W_{eff}/C = 0,41$), 30 % ($W_{eff}/C = 0,45$) et 100 % ($W_{eff}/C = 0,48$). Les sables sont introduits à l'état initialement sec et leur absorption est compensée par

ajout d'eau dans le mortier. Les auteurs constatent que l'absorption d'eau par immersion et par capillarité ainsi que le coefficient d'infiltration de chlorures d'un béton recyclé augmentent linéairement avec le taux de remplacement des sables naturels par les sables recyclés, conférant au béton une moindre durabilité.

1.6. Conclusion

1.6.1. Bilan des travaux antérieurs

En résumé, les granulats de bétons recyclés (GBR) présentent un fort potentiel de valorisation à condition de maîtriser leur influence sur le comportement du béton. Ces granulats se caractérisent par la présence d'une phase de mortier adhérent qui augmente sensiblement leur porosité. La présence de pâte de ciment adhérente favorise les échanges d'eau avec la pâte de ciment fraîche pendant le malaxage du béton. Ces échanges modifient l'eau efficace du béton et doivent être quantifiés pour contrôler la maniabilité d'un béton recyclé et ses performances à l'état durci ainsi que sa durabilité.

La norme [NF EN 1097-6 \(2001\)](#) et la méthode [IFSTTAR N78 \(2011\)](#) proposent des protocoles expérimentaux pour quantifier l'absorption d'eau des GBR par immersion dans l'eau pendant 24 heures. Ces protocoles donnent une bonne mesure de l'absorption des gravillons. Néanmoins, il est difficile de mesurer avec précision l'absorption d'eau d'un sable recyclé par ces méthodes. La norme EN 1097-6 sous-estime l'absorption d'eau d'un sable recyclé tandis que la méthode IFSTTAR la sur-estime ([Le et al., 2016](#); [Yacoub et al., 2018](#)). En partant de ce constat, des travaux ont été dédiés à l'implémentation de méthodes de mesure du coefficient d'absorption d'eau par un sable recyclé. Parmi ces méthodes on trouve celles basées sur la proportionnalité entre l'absorption d'eau et la fraction de pâte de ciment adhérente ([Le et al., 2016](#); [Zhao et al., 2013](#)) ou sur l'évaporométrie ([Gentilini et al., 2015](#)). D'autres travaux se sont intéressés à la mise au point de protocoles de suivi de la cinétique d'absorption d'eau par les GBR immergés dans l'eau, ces protocoles permettent de suivre au cours du temps la quantité d'eau transférée vers la porosité des GBR ([Bendimerad et al., 2015](#)). Néanmoins, la difficulté d'éliminer correctement les bulles d'air et de mesurer le coefficient d'absorption de fraction sable freine leur utilisation pour étudier les sables recyclés.

Disposer de la cinétique d'absorption d'eau par les GBR immergés dans l'eau n'est pas suffisant pour contrôler la maniabilité du béton à l'état frais. Pendant la préparation d'un béton recyclé, les GBR sont immergés dans une pâte de ciment et pas dans de l'eau. La prise et la structuration de la pâte de ciment diminuent le piégeage d'eau par les GBR. Des

essais de suivi de maniabilité permettent de tirer des conclusions sur les transferts d'eau entre des GBR et une pâte de ciment fraîche, ainsi que sur leur influence sur la fluidité du béton. De manière générale, on trouve qu'un transfert d'eau de la pâte de ciment fraîche vers les GBR a lieu lorsque les granulats sont initialement non-saturés. Ce transfert est d'autant plus important que le rapport E/C de la pâte de ciment est grand. Par ailleurs, la quantité d'eau transférée vers la porosité des GBR augmente lorsque leur degré de saturation initial diminue. Inversement, un transfert d'eau a lieu des GBR vers la pâte de ciment fraîche lorsque les granulats recyclés sont sur-saturés (Bello et al., 2017). L'inconvénient de cette approche est que seules des conclusions qualitatives sur le sens et l'amplitude des échanges d'eau peuvent être tirées (Poon et al., 2004a; Zhao et al., 2015; Le et al., 2016). La résonance magnétique du proton permet un suivi quantitatif des échanges d'eau entre des granulats et une pâte de ciment fraîche (Fourmentin et al., 2017; Nael-Redolfi, 2016). Néanmoins, cette technique reste applicable à des échantillons de l'ordre de quelques centimètres cubes au repos. Ces conditions sont peu représentatives de celles rencontrées lors de la fabrication des bétons industriels, pour lesquelles le malaxage joue certainement un rôle sur le transfert d'eau entre des GBR et une pâte de ciment fraîche.

Dans la littérature, très peu d'études ont été dédiées au suivi quantitatif du transfert d'eau entre des GBR et une pâte de ciment fraîche à l'échelle d'un mortier. À notre connaissance, deux méthodes ont été proposées. La méthode de Bello et al. (2017), conçue pour suivre les échanges d'eau entre des granulats légers et une pâte de ciment, est applicable uniquement aux fractions gravillons pour lesquelles une séparation mécanique entre les granulats et la pâte de ciment fraîche est possible. Le protocole de Yacoub et al. (2018) est basé sur la pesée hydrostatique pour suivre le transfert d'eau entre des GBR et une pâte de filler inerte. Ce protocole semble avoir été appliqué avec succès sur un sable (1/4 mm) avec différents degrés de saturation initiaux. Néanmoins, les auteurs n'expliquent pas la méthode d'évacuation des bulles d'air. Par ailleurs, il paraît difficile d'assurer la stabilité de la pâte inerte pendant la durée de l'essai. La condition d'homogénéité est néanmoins importante pour garantir la pertinence de la pesée hydrostatique d'un échantillon de sable immergé dans une pâte. On constate la limitation des méthodes expérimentales de suivi du transfert d'eau entre un sable recyclé et une pâte de ciment fraîche à l'échelle du mortier. Ainsi, dans ce travail de recherche, nous nous intéressons à la quantification de ces transferts à partir d'études de maniabilité.

1.6.2. Objectifs et démarche de la thèse

Dans ces travaux de thèse, nous voulons, à travers une approche en grande partie expérimentale, atteindre les objectifs suivants :

- Mettre au point un protocole expérimental permettant de suivre le transfert d'eau entre une pâte de ciment fraîche et un sable recyclé non saturé,
- Appliquer ce protocole pour suivre les échanges d'eau entre une pâte fraîche et des sables possédant des porosités variables.

Pour atteindre ces objectifs, nous avons suivi les étapes suivantes :

1. Conception d'un protocole de suivi du transfert d'eau entre un sable recyclé et une pâte fraîche,
2. Conception, fabrication et caractérisation de sables recyclés modèles,
3. Application du protocole expérimental mis au point sur les sables recyclés modèles,
4. Validation des hypothèses du protocole expérimental établi.

Ainsi, dans un premier temps, un protocole expérimental basé sur le suivi de la maniabilité du mortier est proposé pour suivre le transfert d'eau entre un sable recyclé et une pâte de filler ou de ciment fraîche (1). Ensuite, un mode de préparation des sables recyclés modèles (63 μm /4 mm) est choisi. Les principales caractéristiques physico-chimiques des sables préparés sont mesurées. La porosité des sables recyclés est caractérisée par la norme EN 1097-6, la microscopie électronique à balayage et la porosimétrie par intrusion de mercure (2). Le protocole est testé sur les 3 sables modèles de granularités identiques et de porosités différentes afin de valider sa pertinence. La relation entre l'eau efficace et la maniabilité du mortier contenant le sable recyclé pré-saturé est étudiée, afin de l'utiliser *in fine* pour quantifier l'eau efficace d'un mortier fabriqué avec un sable initialement sec à partir de sa maniabilité (3). Enfin, les bases théoriques du protocole expérimental adopté, en particulier la relation entre le rayon d'étalement et l'eau efficace des mortiers préparés, sont enfin discutées par une approche expérimentale et numérique (4).

Protocoles et caractérisation des matériaux utilisés

Ce deuxième chapitre présente les matériaux utilisés dans nos expériences ainsi que leurs caractéristiques. Il décrit également les protocoles qui seront utilisés dans la suite du manuscrit.

Contents

2.1. Introduction	50
2.2. Protocole de suivi du transfert d'eau entre un sable recyclé modèle et une pâte fraîche	50
2.3. Matériaux utilisés	54
2.3.1. Filler	54
2.3.2. Ciments	54
2.3.3. Sables recyclés modèles	56
2.3.4. Sable naturel	60
2.4. Caractéristiques des sables modèles	60
2.4.1. Absorption d'eau selon la norme NF EN 1097-6	61
2.4.2. Microstructure par microscopie électronique à balayage	62
2.4.3. Porosité par intrusion de mercure	65
2.5. Compositions des mortiers et protocoles expérimentaux	68
2.5.1. Compositions et préparation des mortiers	68
2.5.2. Mode de pré-saturation des SPC	70
2.5.3. Protocole et programme expérimental de suivi de la maniabilité	72
2.6. Conclusion	73

2.1. Introduction

Les phénomènes de transfert d'eau entre une matrice cimentaire et la porosité interne des granulats de bétons recyclés rendent difficile la prédiction du rapport eau efficace/ciment d'un béton recyclé. Ceci a des conséquences négatives sur le comportement du béton recyclé à l'état frais (Poon et al., 2004a) et durci (Xiao et al., 2005). L'objectif de ce chapitre est de présenter une méthode de quantification du transfert d'eau entre des granulats recyclés modèles et une pâte fraîche. Un protocole est mis au point pour quantifier l'eau piégée par la porosité de granulats recyclés modèles initialement secs immergés dans une pâte de filler ou de ciment fraîche. Ce protocole s'applique à des mélanges de volume de l'ordre de 1 litre malaxés à différentes échéances. La mise en œuvre de cet essai va permettre de quantifier l'eau efficace de mortiers contenant les sables recyclés initialement secs.

La première partie est dédiée à la présentation du principe et des objectifs de la méthode proposée. La deuxième partie est consacrée à la présentation des matériaux utilisés. 3 sables recyclés modèles sont préparés à partir de pâtes de ciment avec différents E/C . Le protocole de fabrication des sables est présenté. Les résultats des caractérisations physiques des sables utilisés sont présentés. Les poudres de filler et de ciment utilisées pour préparer les mortiers sont également présentées. La dernière partie est dédiée à la présentation de la composition des mortiers et les protocoles utilisés pour suivre le transfert d'eau entre un sable de béton recyclé modèle et une pâte environnante.

2.2. Protocole de suivi du transfert d'eau entre un sable recyclé modèle et une pâte fraîche

L'objectif du protocole présenté ci-dessous est **d'étudier expérimentalement le transfert d'eau au cours du temps entre un sable de bétons recyclés et une pâte fraîche**. Pour répondre à cet objectif, nous avons choisi de suivre la variation temporelle de l'eau efficace d'un mortier contenant des sables recyclés modèles initialement secs. Les sables recyclés modèles utilisés consistent en trois sables de pâte de ciment à E/C égaux à 0,3, 0,5 ou 0,7, nommés respectivement SPC3, SPC5 et SPC7. Ces sables sont fabriqués au laboratoire selon le protocole présenté dans la partie 2.3.3. La relation entre eau efficace E_{eff} et eau piégée dans la porosité du sable recyclé s'écrit :

$$E_{eff}(t) = E_{tot} - E_{pertes}(t) - E_{piégée}(t). \quad (2.1)$$

Dans cette équation, E_{tot} est l'eau totale contenue dans le mortier à l'instant initial (imposée par l'opérateur). La quantité $E_{pertes}(t) = E_{\text{évap}}(t) + E_{\text{autres pertes}}(t)$ représente l'eau perdue au cours de la mise en place du mortier par évaporation ($E_{\text{évap}}(t)$) ou par contact avec le matériel utilisé à un instant donné ($E_{\text{autres pertes}}(t)$) (ces pertes d'eau sont des paramètres inconnus). Enfin, $E_{\text{piégée}}(t)$ est l'eau stockée par la porosité des granulats par absorption ou adsorption à un instant t .

Comme il est impossible de séparer mécaniquement le sable recyclé et la pâte fraîche après le début du malaxage, nous avons choisi de mesurer une grandeur physique du mortier que nous allons corrélér à l'eau efficace. Dans la littérature, il est bien connu que la fluidité d'un mortier augmente avec sa quantité d'eau efficace (Evangelista and De Brito, 2007) (Poon et al., 2004a). Nous avons donc quantifié la fluidité de nos mortiers par des mesures de diamètre d'étalement.

À cet effet, deux mortiers de SPC sont préparés. Le premier contient un échantillon de SPC à l'état sec (D) et le deuxième contient un échantillon similaire (en termes de volume et de granulométrie) de SPC à l'état saturé (S). Une même masse de ciment (ou de filler) est introduite dans les deux mortiers. L'eau efficace du mortier fabriqué avec sable sec s'écrit :

$$E_{eff}^D(t) = E_{tot}^D - E_{pertes}^D(t) - E_{\text{piégée}}^D(t). \quad (2.2)$$

Dans cette équation, $E_{\text{piégée}}^D(t)$ est l'eau piégée par la porosité du sable initialement sec à l'instant t . L'eau efficace du mortier contenant le sable initialement saturé s'écrit :

$$E_{eff}^S(t) = E_{tot}^S - E_{pertes}^S(t) - E_{\text{piégée}}^S(t). \quad (2.3)$$

La quantité $E_{\text{piégée}}^S(t)$ est l'eau de pré-saturation des granulats diminuée de l'eau éventuellement relarguée par les granulats dans la pâte de ciment ($E_{\text{relarguée}}^S(t)$) à un instant t . Dans cette étude, les granulats sont pré-saturés par une quantité d'eau égale à leur absorption mesurée par immersion dans l'eau pendant 24 heures selon la norme NF EN 1097-6. Ainsi :

$$E_{\text{piégée}}^S(t) = W A_{24h} m_{sec} - E_{\text{relarguée}}^S(t), \quad (2.4)$$

où $W A_{24h}$ et m_{sec} sont respectivement le coefficient d'absorption mesuré selon la norme NF EN 1097-6 et la masse sèche du sable. En combinant (2.3) et (2.4), l'eau efficace du mortier fabriqué avec sable saturé s'écrit :

$$E_{eff}^S(t) = E_{tot}^S - E_{pertes}^S(t) - W A_{24h} m_{sec} + E_{\text{relarguée}}^S(t). \quad (2.5)$$

Dans la suite, nous supposons que :

- Les pertes d'eau ($E_{pertes}(t)$) sont indépendantes des caractéristiques du sable testé et dépendent uniquement du protocole expérimental
- L'eau relarguée par le sable pré-saturé dans la pâte de ciment est négligeable ($E_{relarguée}^S(t) \simeq 0$)

Ces deux hypothèses seront examinées dans la suite. Sous ces hypothèses, les équations (2.2) et (2.5) donnent :

$$E_{eff}^D(t) - E_{eff}^S(t) = WA_{24h}m_{sec} - E_{piégée}^D(t) + E_{tot}^D - E_{tot}^S. \quad (2.6)$$

L'équation (2.6) comporte deux inconnues à identifier : l'eau efficace du mortier fabriqué avec sable sec $E_{eff}^D(t)$ et l'eau piégée par la porosité des SPC initialement secs $E_{piégée}^D(t)$. Afin de déterminer ces deux inconnues, on se base sur un critère rhéologique pour écrire une équation incluant uniquement l'un de ces deux paramètres. Supposons que les étalements des mortiers fabriqués avec sable sec (R^D) et sable saturé (R^S) sont égaux à la même échéance. Sachant que les deux mortiers sont soumis au même protocole de malaxage et contiennent la même quantité de poudre, si les étalements sont identiques, à squelettes granulaires identiques, les mortiers ont exactement le même volume de pâte et la même fluidité de la pâte. Ceci ne peut être obtenu que si l'eau efficace est identique dans les deux matériaux :

$$R^D = R^S \iff E_{eff}^S(t) = E_{eff}^D(t). \quad (2.7)$$

Dans ces conditions, le terme à gauche de l'équation (2.6) s'annule. On obtient l'expression de l'eau piégée par les granulats initialement secs :

$$E_{piégée}^D(t) = WA_{24h}m_{sec} + E_{tot}^D - E_{tot}^S. \quad (2.8)$$

Ainsi, le protocole expérimental consiste à ajuster E_{tot}^D et E_{tot}^S pour avoir $R^D = R^S$. On fixe E_{tot}^D et on fait varier E_{tot}^S de E_{tot}^D à $E_{tot}^D + 0,5WA_{24h}m_{sec}$ par pas de $0,1WA_{24h}m_{sec}$. Une illustration schématique de ce protocole est présentée sur la figure 2.1. Les mortiers (a) et (c) correspondent respectivement aux mortiers fabriqués avec un SPC initialement sec et pré-saturé. Au tout début du malaxage, l'eau efficace du mortier fabriqué avec le sable sec (a) inclut l'eau efficace théorique $E_{eff,th}$ et l'eau d'absorption $WA_{24h}m_{SPC}$. Pour le mortier fabriqué avec sable pré-saturé (c), l'eau d'absorption $WA_{24h}m_{SPC}$ est initialement piégée dans la porosité du sable et ne contribue pas à la fluidité de la pâte. L'eau efficace est égale à l'eau efficace théorique. Afin de donner aux mortiers (a) et (c) des étalements égaux, l'eau totale du mortier (c) est ajustée en rajoutant une quantité d'eau ΔE comprise entre

0 et $0,5WA_{24h}m_{sec}$, appelée eau de sur-saturation. Mesurer des étalements égaux pour les mortiers (b) et (d) indique que l'eau efficace du mortier fabriqué avec sable initialement sec est égale à $E_{eff,th} + \Delta E$. L'eau piégée par le sable peut être déduite de l'équation (2.8).

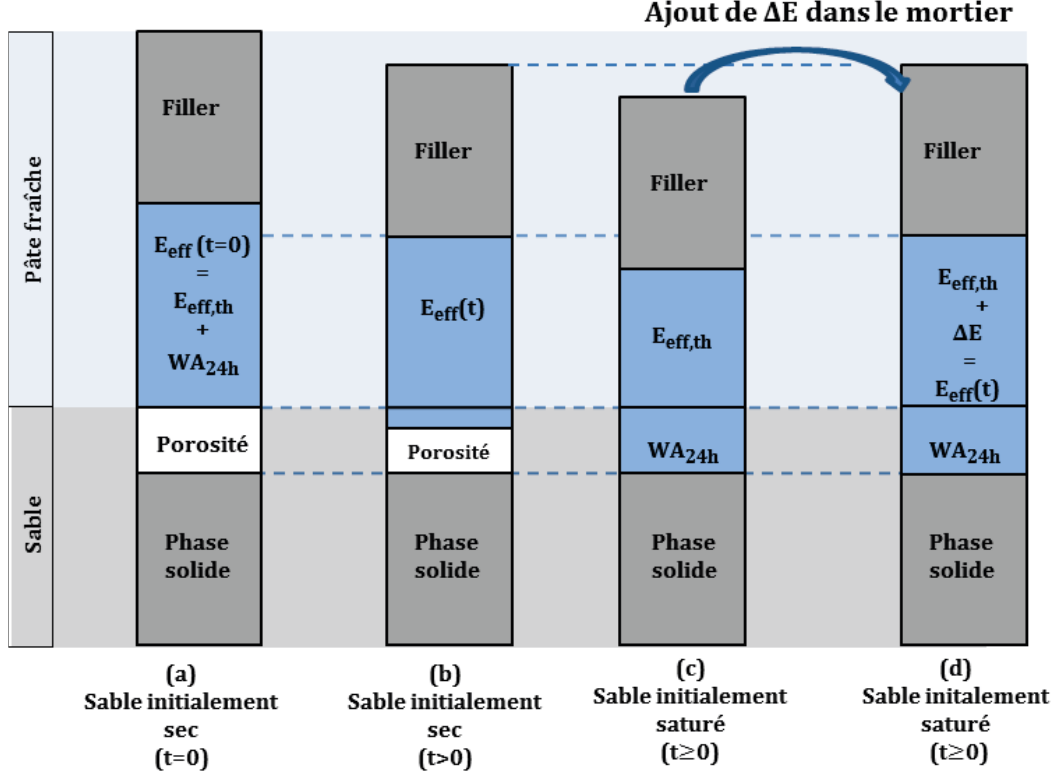


FIGURE 2.1. – Illustration schématique de la composition des mortiers préparés pour suivre le transfert d'eau d'une pâte de ciment ou de filler à l'état frais vers la porosité des granulats modèles initialement secs. Deux mortiers de compositions identiques sont préparés. Les sables sont introduits soit à l'état sec (a) soit à l'état saturé (c). Pour le mortier (a), l'eau efficace est composée initialement de l'eau efficace théorique et de l'eau d'absorption ($E_{eff,th} + WA_{24h}m_{sec}$). Pour le mortier (c), l'eau efficace comprend uniquement l'eau efficace théorique, l'eau d'absorption est initialement piégée dans la porosité du sable pré-saturé ($WA_{24h}m_{sec}$). Dès le premier contact du sable initialement sec avec la pâte fraîche, la quantité d'eau qui migre à un instant t de la pâte fraîche vers la porosité interne des granulats initialement sec est quantifiée en rajoutant la quantité d'eau de sur-saturation ΔE nécessaire pour donner aux mortiers (b) et (c) le même étalement à la même échéance de mesure.

Il est important de préciser que les sables sont considérés comme saturés en prenant comme état de référence leur absorption d'eau sous 24 h (WA_{24h}). Les mesures présentées sur la partie 2.5.2 montrent que le mode de pré-saturation permet de s'approcher d'un état de saturation proche de l'absorption d'eau sous 24 heures.

2.3. Matériaux utilisés

Dans cette partie, les matériaux utilisés sont présentés. Le protocole de préparation des sables de pâte de ciment (SPC) utilisés comme granulats recyclés modèles est décrit. Les résultats de caractérisation des matériaux utilisés sont présentés, en particulier, la masse volumique, coefficient d'absorption et porosité à l'eau et au mercure. La microstructure des sables de pâte de ciment est étudiée par microscopie électronique à balayage.

2.3.1. Filler

Un filler calcaire type Betocarb HP-OG fourni par OMYA est utilisé. Sa densité absolue mesurée par pycnomètre à hélium est égale à $2,72 \text{ g/cm}^3$. Sa granularité est déterminée par une mesure au granulomètre laser LS13320 de Beckman Coulter et présentée sur la figure 2.2. La taille des grains de filler s'étend entre $0,4 \text{ }\mu\text{m}$ et $40 \text{ }\mu\text{m}$ avec un diamètre moyen proche de $10 \text{ }\mu\text{m}$.

2.3.2. Ciments

Ciment blanc

Un ciment blanc type CEM I 52,5 N de la société Lafarge est utilisé. Le ciment blanc est choisi pour augmenter le contraste entre la pâte de ciment et le sable au cours de l'observation des interfaces entre ces deux composants au microscope électronique à balayage. Ce contraste est dû à une teneur en fer plus faible dans un ciment blanc que dans un ciment gris. La densité absolue du ciment mesurée par pycnomètre hélium est égale à $3,11 \text{ g/cm}^3$. La granularité du ciment blanc est proche de celle du filler. Celle-ci s'étend entre $0,4 \text{ }\mu\text{m}$ et $43 \text{ }\mu\text{m}$ avec un diamètre moyen proche de $12 \text{ }\mu\text{m}$ (figure 2.2).

Ciment gris

Un ciment gris type Durabat CEM I 52,5 N de Lafarge est utilisé pour fabriquer les granulats recyclés modèles. Sa composition minéralogique est déterminée par diffraction des rayons X (DRX) et quantifiée par analyse Rietveld. La diffraction des rayons X est réalisée à l'aide d'un diffractogramme BRUKER Advance D8 en utilisant une radiation $\text{CuK}\alpha$. Le diffractomètre est enregistré entre 10° et 80° avec le détecteur LynxEye. Les résultats de cette analyse sont présentés sur le tableau 2.1. La granulométrie de ce ciment est analysée par un granulomètre

laser (LS133320 de Beckman Coulter) (figure 2.3). La taille des particules varie entre 0,40 μm et 40 μm avec un diamètre moyen proche de 13 μm .

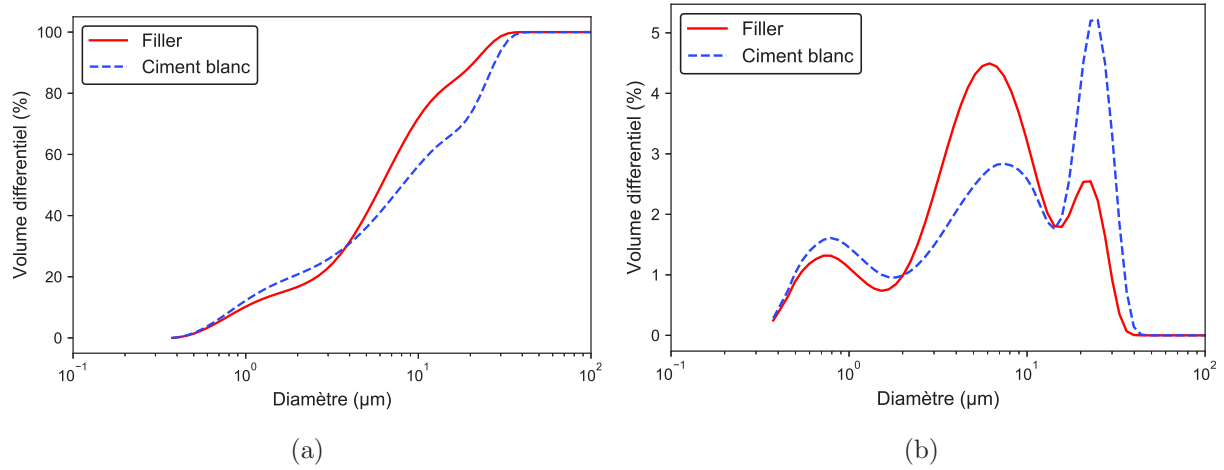


FIGURE 2.2. – Granulométrie laser du filler et ciment blanc en volumes cumulés (a) et volumes différentiels (b).

TABLE 2.1. – Pourcentages massiques des principales phases minéralogiques du ciment gris obtenus par analyse DRX/Rietveld.

Composant	Quantité [wt (%)]
C_3S	54,64
C_2S	36,80
C_3A	1,67
C_4AF	5,60
Gypse	1,30

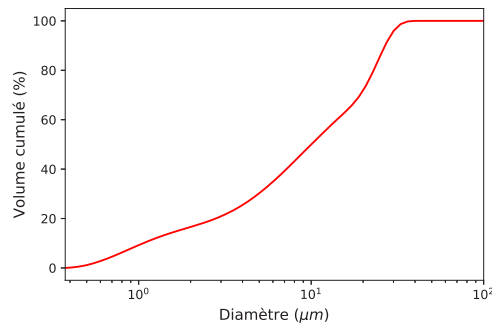


FIGURE 2.3. – Granulométrie laser du ciment gris.

2.3.3. Sables recyclés modèles

Pour la majorité des expériences présentées dans la suite de ce travail, trois sables sont utilisés. Ils sont issus du concassage de pâtes de ciment gris pures de rapports E/C 0,3, 0,5 et 0,7. L'objectif est de travailler avec des sables recyclés homogènes dont la porosité est connue. Une large variation du rapport E/C permet de représenter l'hétérogénéité des granulats de bétons recyclés industriels et d'observer *in fine* des cinétiques très différentes de transfert d'eau entre les granulats et la pâte environnante. Les protocoles de préparation et de caractérisation de ces sables issus du concassage de pâtes de ciment sont décrits.

Composition des pâtes de ciment pures

Le ciment et l'eau sont malaxés à l'aide d'un malaxeur pour préparer des pâtes de ciment. Les masses d'eau et de ciment sont choisies de manière à obtenir le rapport massique eau/ciment voulu. Un volume d'environ 5 litres est préparé à chaque gâchée. Un superplastifiant (MC-Powerflow 3140 MC-Bauchemie Müller GmbH & Co Company) (Annexe A) est incorporé dans la pâte la plus concentrée ($E/C=0,3$) pour augmenter son ouvrabilité. Pour cela, une masse de superplastifiant égale à 0,2 % de la masse du ciment anhydre est mise en solution dans l'eau. L'eau de gâchage est ensuite corrigée pour tenir compte de l'eau contenue dans le superplastifiant. La composition des pâtes de ciment préparées à chaque gâchée est présentée sur le tableau 2.2.

TABLE 2.2. – Composition massique des pâtes de ciment préparées. Les masses de ciment, d'eau et de superplastifiant dans chaque gâchée sont respectivement notées m_c , m_e et m_{SP} .

E/C	m_c (g)	m_e (g)	m_{SP} (g)
0,3	9000	2687	18
0,5	6700	3350	0
0,7	5000	3500	0

Protocole de préparation des pâtes de ciment

Les pâtes de ciment sont préparées selon le protocole suivant. Dans un premier temps, la quantité d'eau adéquate est introduite dans le bol du malaxeur. Pour la pâte de ciment à E/C égal à 0,3, le superplastifiant est introduit dans l'eau de gâchage avant l'introduction du ciment. Le malaxage se fait en deux temps. Une première phase de malaxage à 53 tours/-minute dure 5 minutes. Durant cette phase, la poudre de ciment est rajoutée graduellement dans l'eau afin de minimiser l'agglomération des grains de ciment. Ensuite, le malaxeur est

arrêté afin de racler le fond et le pourtour du bol. Le bol du malaxeur est pesé afin de corriger d'éventuelles pertes de ciment durant la première phase. Cette opération dure entre 8 et 10 minutes. Enfin, le mélange est remalaxé à 53 trs/minute durant 4 minutes. Une poudre de ciment a la particularité de présenter un grand nombre d'agglomérats qui se forment avant même l'introduction du ciment dans l'eau. Cela a d'ailleurs été observé lors de la préparation d'une première série de pâtes de ciment (figure 2.4 (a)). Des taches de couleur grise plus

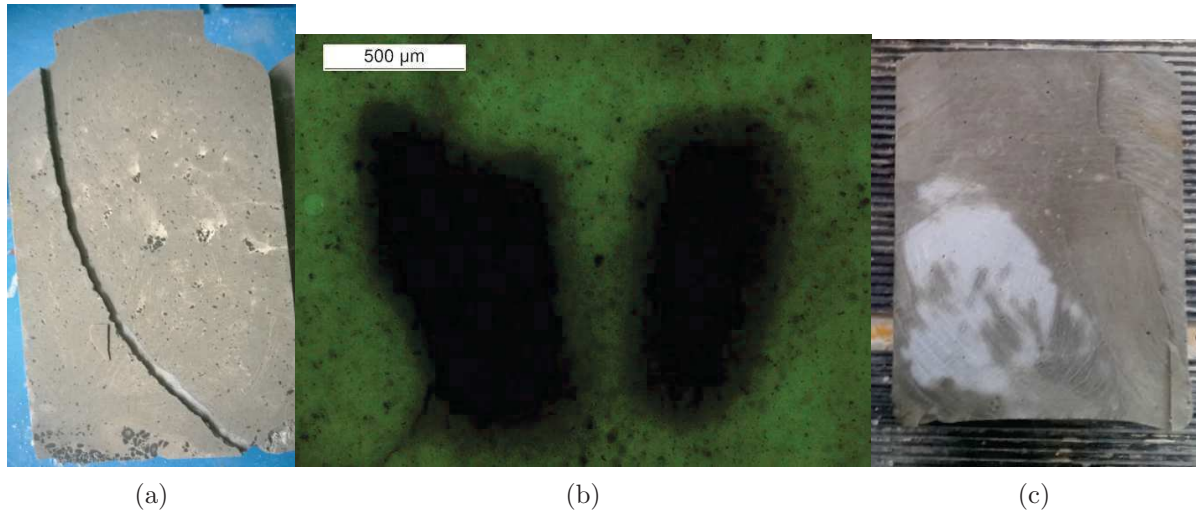


FIGURE 2.4. – (a) Apparition d'agglomérats de grains de ciment anhydres dans les pâtes de ciment préparées pendant la première série d'expériences. (b) Image d'une section polie d'une pâte de ciment préparée lors des essais préliminaires. Les agglomérats formés pendant le malaxage sont imperméables à la résine sous vide de par leur très faible porosité. (c) Image type d'une pâte de ciment hydratée obtenue en tamisant le ciment avant le malaxage, les agglomérats de ciment disparaissent.

foncée que celle du reste de la pâte de ciment apparaissent à l'intérieur de la pâte. Un échantillon des pâtes de ciment obtenues est prélevé, imprégné sous vide par une résine fluorescente et poli pour analyse au microscope électronique. La figure 2.4 (b) montre qu'il s'agit d'agglomérats de grains de ciment imperméables à la résine sous vide de par leur très faible porosité. Pour éviter la formation de ces agglomérats, nous procédons au tamisage de la poudre de ciment avant son utilisation au tamis de 250 μm . Cette opération permet de désagglomérer la poudre de ciment et d'obtenir des pâtes de ciment homogènes (figure 2.4 (c)).

Les pâtes obtenues sont versées dans des flacons en plastique hermétiques de 0,5 l. Les flacons contenant les pâtes de ciment à rapports E/C égaux à 0,3 ou 0,5 sont vibrés pendant 30 secondes à une fréquence de 50 Hz et une amplitude comprise entre 0,05 et 0,64 mm afin de limiter la présence de bulles d'air dans les pâtes de ciment. Les flacons à rapport E/C égal à

0,7 ne sont pas vibrés car une ségrégation importante de la pâte de ciment a été observée lors d'essais préliminaires. Les flacons sont ensuite mis en rotation pendant 1 jour afin d'éviter toute ségrégation ou ressuage des pâtes de ciment et d'homogénéiser le mélange en continu pendant la prise. Les pâtes de ciment obtenues sont conservées pendant 3 mois en flacons fermés dans une chambre climatique à 20 °C.

Vérification de l'homogénéité des pâtes de ciment

Une suspension de ciment anhydre dans l'eau peut ségréger à cause d'une différence importante de masse volumique entre ces deux constituants. Un malaxage inefficace ou une ségrégation de la pâte pendant la prise peuvent induire un gradient de concentration du ciment dans les flacons fermés. Afin de vérifier que les pâtes fabriquées au laboratoire sont homogènes, nous avons prélevé trois échantillons de pâte de ciment en haut, au milieu et en bas d'un flacon de pâte de ciment durcie pour chaque rapport E/C comme décrit sur la figure 2.5. Les échantillons prélevés sont de forme cubique d'environ 1 cm de côté. Ces échantillons sont ensuite analysés au porosimètre à intrusion de mercure. Les résultats de cette mesure de porosité sont présentés dans le tableau 2.3. Un faible écart-type entre les porosités mesurées est observé ($< 1,7\%$). Ceci montre l'homogénéité des pâtes de ciment préparées.

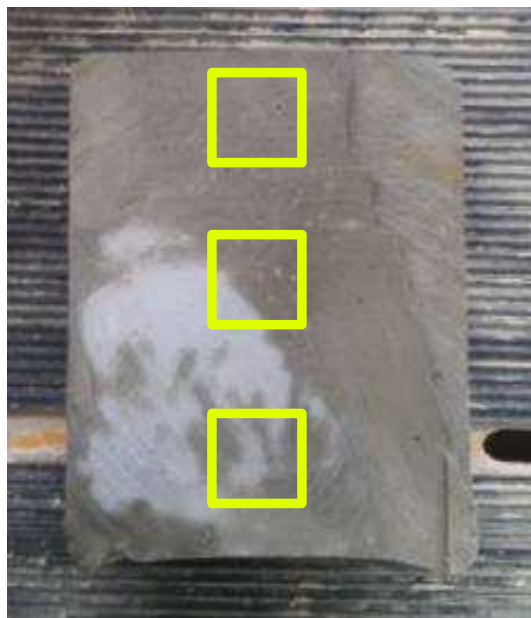


FIGURE 2.5. – Schéma illustrant le lieu de prélèvement des échantillons des pâtes de ciment durcies pour analyse au porosimètre à intrusion de mercure.

TABLE 2.3. – Mesures de porosité au mercure d'échantillons prélevés du haut, milieu et bas des flacons de pâte de ciment. L'écart-type est calculé sur la base des 3 mesures.

E/C	Haut (%)	Milieu (%)	Bas (%)	Écart-type (%)
0,3	13,39	13,44	12,70	0,42
0,5	24,58	24,73	21,75	1,68
0,7	33,10	34,60	34,29	0,80

Concassage et préparation des sables de pâte de ciment (SPC)

Les pâtes de ciment démoulées sont réduites en blocs à l'aide d'une scie hydraulique afin de faciliter le concassage (figure 2.6 (a)). Les blocs de pâte de ciment sont séchés à 60 °C et concassés à l'aide d'un concasseur à mâchoires. On procède à un concassage préliminaire avec une ouverture de 9 mm. À l'issue de cette étape, le refus au tamis de 4 mm est concassé pendant un deuxième concassage avec une ouverture des mâchoires de 4 mm. L'opération est renouvelée tant que le refus à 4 mm est supérieur à environ 1 % de la masse initiale. Le sable ainsi obtenu est immergé dans l'eau pendant 7 jours afin de compléter l'hydratation des phases anhydres rendues accessibles à l'eau après concassage (figure 2.6 (b)), puis il est tamisé sous eau au tamis de 63 μm . Enfin, le sable est séché à 60 °C avant chaque essai (figure 2.6 (c)). Cette température est choisie afin d'éviter la fissuration des pâtes de ciment et la déshydratation d'hydrates comme l'Ettringite (Nael-Redolfi, 2016).

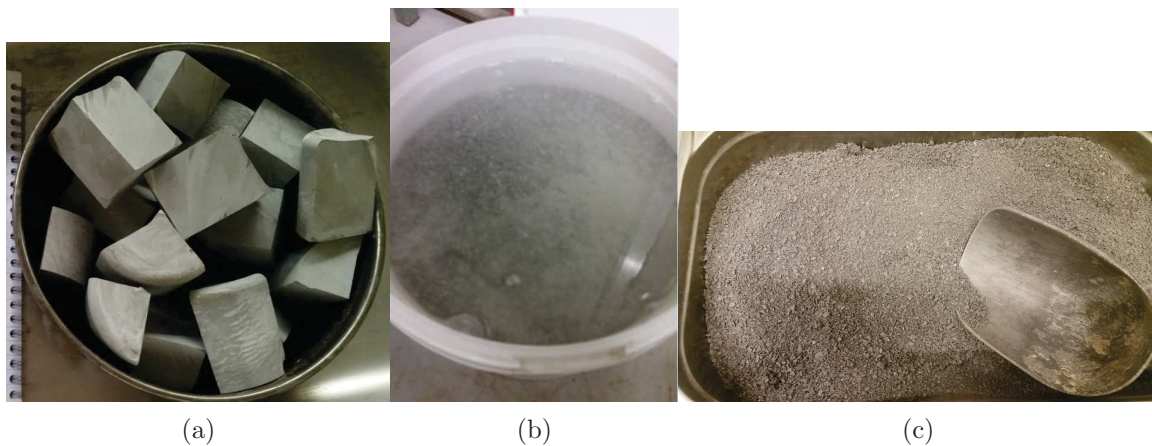


FIGURE 2.6. – Étapes de préparation du sable de pâte de ciment (SPC). (a) Les pâtes de ciment sont réduites en blocs par une scie hydraulique. (b) Le sable concassé est immergé dans l'eau pendant 7 jours afin de compléter son hydratation. (c) Sable concassé obtenu après séchage.

Le même protocole de concassage est adopté pour les 3 pâtes de ciment de rapports E/C

différents. La figure 2.7 montre les courbes granulométriques des SPC récupérés. Elles sont similaires et semblent dépendre principalement du protocole de concassage. La granulométrie des sables obtenus s'étend entre $63\ \mu\text{m}$ et $4\ \text{mm}$ avec un diamètre médian autour de $2\ \text{mm}$.

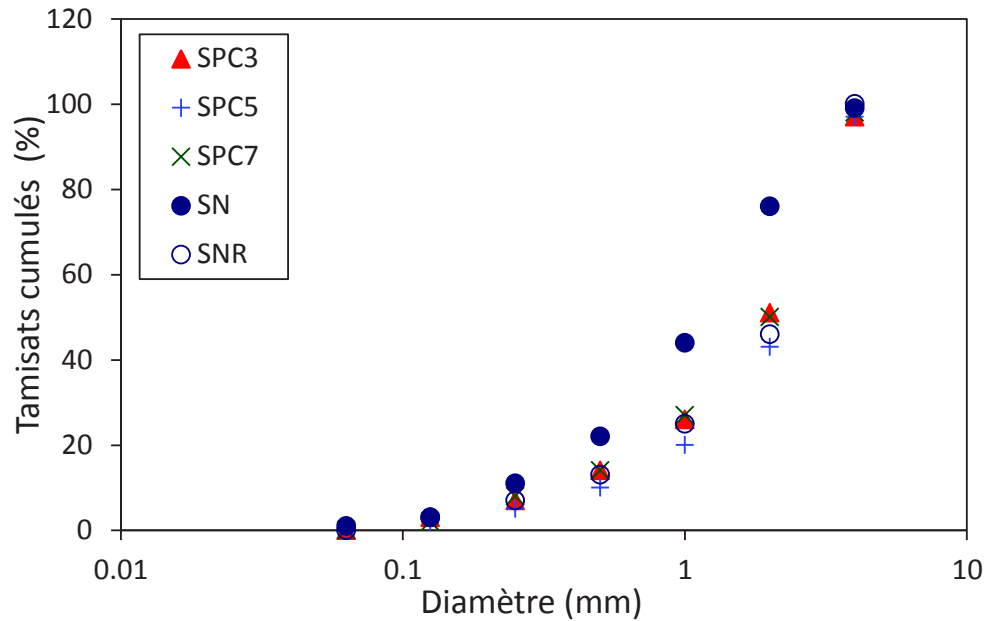


FIGURE 2.7. – Granulométrie des SPC obtenus à l'issue du concassage ainsi que celle du sable naturel et du sable naturel recomposé.

2.3.4. Sable naturel

Un sable calcaire concassé de Tournai est utilisé pour préparer des mortiers de sable “non-absorbant”. Son absorption d’après la fiche technique du producteur est égale à $1,02\ \%$ selon la norme NF EN 1097-6. Sa densité absolue est $2,56\ \text{g/cm}^3$ (selon NF EN 1097-6). La figure 2.7 présente la courbe granulométrique mesurée sur ce sable (courbe SN). Afin de comparer les mortiers de sable naturel et de sables recyclés modèles, le sable naturel est recomposé afin de lui donner la même courbe granulométrique que le sable recyclé modèle préparé au laboratoire (courbe SNR). Dans toutes les expériences menées avec sable naturel, on travaille avec le sable naturel recomposé.

2.4. Caractéristiques des sables modèles

Dans cette partie, la porosité des sables de pâte de ciment (SPC) utilisés est caractérisée. Les techniques de mesure utilisées pour chaque type de caractérisation sont décrites.

2.4.1. Absorption d'eau selon la norme NF EN 1097-6

Protocole de mesure d'absorption normalisée des gravillons

La masse volumique et le coefficient d'absorption d'eau des gravillons de pâte de ciment sont déterminés par l'essai décrit dans la norme NF EN 1097-6. En fait, la norme NF EN 1097-6 permet de mesurer avec précision l'absorption dans le cas des gravillons. Néanmoins, les incertitudes sur la mesure d'absorption augmentent lorsque la taille des particules diminue (Le et al., 2016). Ceci est dû à la formation d'agglomérats de grains de sable qui rendent difficile la détection de l'état saturé surface sèche. Le principe de cet essai est présenté dans la partie 1.3.1. Le coefficient d'absorption WA_{24h} , la masse volumique réelle ρ_{rd} et la porosité sont déterminés à l'aide des relations :

$$WA_{24h} = 100 \frac{m_1 - m_4}{m_4}, \quad (2.9)$$

$$\rho_{rd} = \rho_e \frac{m_4}{m_1 - (m_2 - m_3)}, \quad (2.10)$$

$$Porosité = \frac{\rho_{rd}}{\rho_w} \frac{m_1 - m_4}{m_4}, \quad (2.11)$$

avec ρ_e : masse volumique de l'eau à 20 °C ; m_1 : masse de la prise d'essai saturée-surface-sèche ; m_2 : masse d'un pycnomètre contenant les granulats immergés dans l'eau pendant 24 heures et l'eau ; m_3 : masse du pycnomètre rempli d'eau uniquement ; m_4 : masse de la prise d'essai séchée à l'étuve.

Mesure d'absorption des gravillons selon la norme NF EN 1097-6

Afin de mesurer l'absorption de nos SPC selon la norme NF EN 1097-6, un lot de gravillons de pâte de ciment est préparé. Pour cela, le protocole de concassage est adapté pour obtenir des gravillons de pâte de ciment de taille comprise entre 4 et 10 mm à partir des blocs de pâte de ciment. Nous supposons que l'absorption de la fraction sable (63 μm /4 mm) de chaque pâte de ciment est égale à celle de la fraction grossière (4/10 mm) avec un rapport E/C identique. Cette hypothèse se base sur les considérations suivantes. D'abord, les particules de taille supérieure à 100 μm sont représentatives de la porosité du matériau (Zhang et al., 2010) et la fraction de particules de taille inférieure à 100 μm est inférieure à 3 %. Par ailleurs, nous avons montré dans la partie 2.3.3 que les pâtes de ciment préparées sont homogènes.

Pour ces raisons, l'absorption d'eau de chaque SPC est prise égale à celle mesurée sur la fraction grossière. Le tableau 2.4 présente les résultats de mesure d'absorption, de porosité et de masse volumique réelle des gravillons de pâte de ciment.

TABLE 2.4. – Mesures d'absorption (WA_{24h}), de porosité et de masse volume réelle séchée à l'étuve (ρ_{rd}) des gravillons de pâte de ciment de rapports E/C égaux à 0,3, 0,5 et 0,7 selon la norme NF EN 1097-6. Les écarts types des moyennes de 3 mesures sur des échantillons de chaque rapport E/C sont présentés.

E/C	WA_{24h}	Porosité (%)	$\rho_{rd}(g/cm^3)$
0,3	$12,9 \pm 0,4$	$25,1 \pm 0,5$	$1,92 \pm 0,02$
0,5	$23,9 \pm 0,2$	$37,4 \pm 0,2$	$1,57 \pm 0,01$
0,7	$35,6 \pm 0,7$	$47,1 \pm 0,5$	$1,32 \pm 0,02$

2.4.2. Microstructure par microscopie électronique à balayage

Des échantillons de pâte de ciment avec différents rapports E/C sont analysés au microscope électronique à balayage (MEB) afin d'étudier leurs microstructures. Des échantillons de mortier sont également prélevés et analysés au MEB afin d'étudier la zone d'interface entre sable de pâte de ciment et nouvelle pâte de ciment, i.e. la région de la pâte de ciment autour des granulats perturbée par la présence des granulats (Scrivener et al., 2004). L'objectif des observations sur mortier est de relier les observations macroscopiques concernant le transfert d'eau entre des granulats recyclés modèles initialement secs et une pâte de ciment fraîche à la microstructure de la zone d'interface. Pour cela, le MEB HITACHI S-4300SE/N est utilisé.

Préparation des sections polies

Prélèvement des échantillons

Des échantillons cubiques des pâtes de ciment durcies d'environ 1 cm de côté sont prélevés à l'aide d'une scie hydraulique pour l'observation de la microstructure des sables de pâte de ciment.

Des observations sur mortier sont également menées. À cet effet, des échantillons cylindriques ($D = 2,5$ cm, $H = 2$ cm) sont prélevés du mortier C3D, coulés dans des moules et conservés dans des sacs en plastique bien scellés à 20 °C. Ces échantillons sont testés à l'âge de 2 jours. Pour arrêter l'hydratation des échantillons et permettre l'observation à 2 jours, les

échantillons sont immergés dans 200 ml d'acetone pendant 7 jours $\pm$ 15 minutes dans des flacons fermés.

La préparation des sections polies passe par plusieurs étapes. Dans un premier temps, les échantillons bruts sont imprégnés. Ensuite, un polissage grossier suivi d'un polissage fin sont mis en place. Enfin les sections polies sont métallisées.

Imprégnation

Après un séchage à 60 °C, les échantillons sont imprégnés de résine H2020, Huntsman sous vide (pression entre 100 et 200 mbar) pour faciliter le polissage à venir. Une unité de volume de la résine injectée comprend 10 g de résine, 3 g de durcisseur et 0,0019 g de fluorescéine.

Polissage grossier

L'excès de résine durcie à la surface de l'échantillon est enlevé délicatement par polissage à l'aide d'un disque diamanté Grit 80 (Struers MD systems). L'échantillon est ensuite poli à l'aide de papiers abrasifs Grit 220/600 pendant une durée maximale de 30 secondes à 150 tours/minutes en appliquant une charge de 25 N. Puis, un polissage à une finesse de 1200 grits est mis en œuvre dans les mêmes conditions en prolongeant le polissage à 1 minute. L'échantillon est poli manuellement avec un mélange abrasif de poudre de carbure de Silicium et d'éthanol (800 grit) sur une plaque de verre dépolie. L'objectif de cette dernière étape est d'éliminer les rugosités de surface et d'obtenir une surface parfaitement plane qui soit prête pour le polissage fin.

Polissage fin

Cette étape vise à obtenir une microstructure sans rayures ni trous de polissage qui perturberaient la caractérisation au MEB. L'échantillon est poli à l'aide de disques abrasifs (MD Dacs) couverts de pâte diamantée en utilisant le protocole suivant : 30 à 45 minutes de polissage à 6 μm à 30 tours/minute, 30 minutes de polissage à 3 μm à 40 tours/minute et 30 minutes de polissage à 1 μm à une vitesse de 60 tours/minute. Entre chaque étape, du lubrifiant à base d'alcool (Struers DP Brown), des brosses et du coton sont utilisés pour nettoyer la surface du disque et de l'échantillon poli.

Mise en liaison conductrice et métallisation

Une liaison conductrice entre la surface de l'échantillon et la chambre du MEB est réalisée par dépôt d'une couche métallique à la surface de l'échantillon. L'objectif de cette opération est de rendre la surface de l'échantillon conductrice et capable d'évacuer les électrons en excès. Le risque de perturbation de l'image par accumulation des charges est ainsi évité. Dans nos travaux, du carbone est évaporé à partir d'un filament chauffé dans un vide poussé. Les

atomes de carbone ainsi déposés sur l'échantillon forment une couche conductrice de 10 à 30 nanomètres.

Observation de la microstructure des pâtes de ciment

La figure 2.8 montre une comparaison des microstructures des pâtes de ciment durcies obtenues par microscope électronique à balayage en mode électrons rétrodiffusés. Chaque image balaie une surface de $320 \times 240 \mu\text{m}^2$ avec une résolution optique de $0,25 \mu\text{m}^2$ par pixel. Sachant que l'intensité des niveaux de gris est proportionnelle au numéro atomique, les grains anhydres résiduels et les pores peuvent être identifiés sur les images comme indiqué sur la figure 2.8. Cette figure montre que lorsque le rapport E/C augmente, la proportion des grains anhydres diminue. Ceci est dû à une diminution de la concentration du ciment et à une augmentation de la fraction volumique d'eau entraînant une augmentation du degré d'hydratation de la pâte.

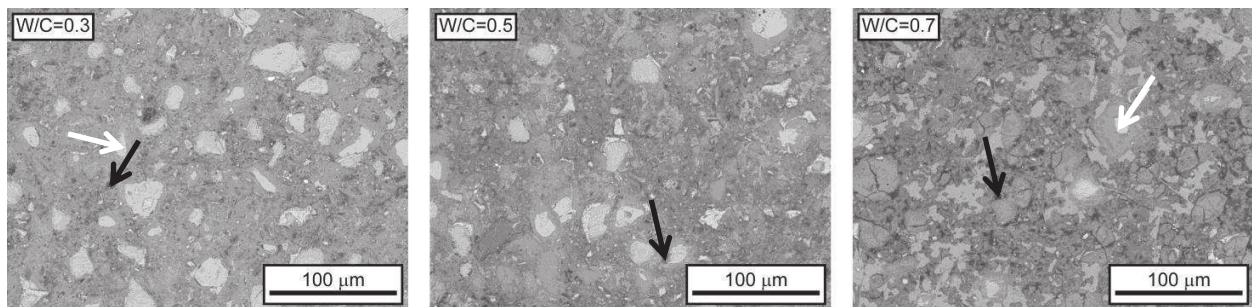


FIGURE 2.8. – Images MEB en mode BSE des pâtes de ciment à rapports E/C égaux à 0,3 (gauche), 0,5 (milieu) et 0,7 (droite). Les pointes des flèches blanches indiquent des grains anhydres résiduels (zones claires). Les pointes des flèches noires indiquent la porosité (zones foncées).

Parallèlement, on remarque que les images obtenues sont plus sombres lorsque le rapport E/C augmente. Ceci est la conséquence d'une augmentation de la porosité avec le rapport E/C . Des histogrammes de niveaux de gris typiques de chaque pâte de ciment sont présentés sur la figure 2.9. On distingue globalement 2 pics. Pour les 3 pâtes de ciment, un grand pic existe entre les niveaux de gris 100 et 150. Pour SPC3 et SPC5, un pic plus petit, centré sur 200 est observé. L'intensité de ce pic diminue lorsque le rapport E/C de la pâte augmente, ce qui traduit une diminution de la concentration en grains de ciment anhydres. Le deuxième pic à gauche, entre 100 et 150, représente les pores et les hydrates. Ce pic se déplace vers la gauche lorsque le rapport E/C de la pâte de ciment augmente. Ceci est cohérent avec une augmentation de la porosité avec le rapport E/C . Enfin, le MEB ne permet pas de distinguer de façon nette les pores et les hydrates.

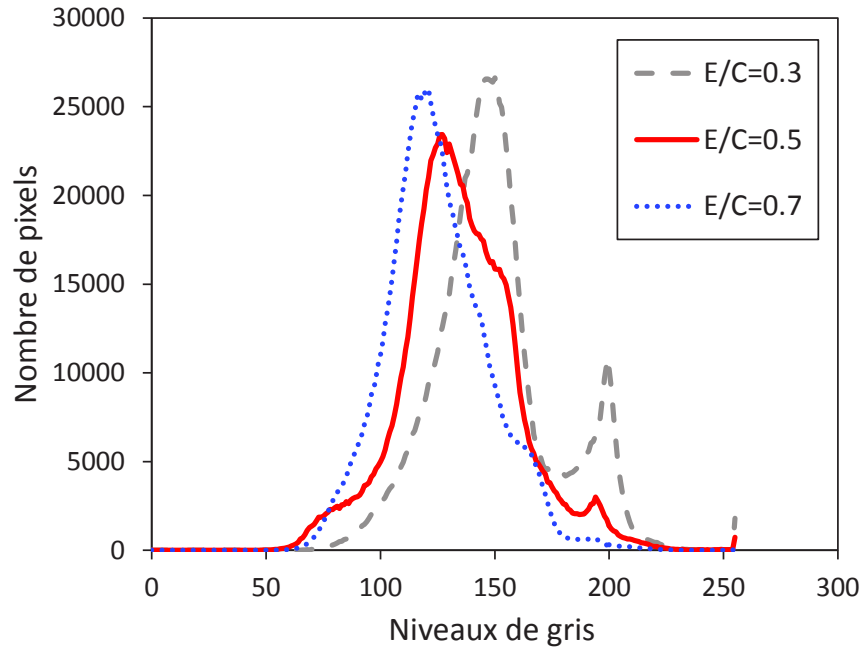


FIGURE 2.9. – Histogrammes de niveaux de gris des pâtes de ciment à rapports E/C égaux à 0,3, 0,5 et 0,7.

2.4.3. Porosité par intrusion de mercure

Principe

La porosimétrie par intrusion de mercure consiste à introduire du mercure liquide sous pression dans la porosité d'un échantillon. Comme le mercure est un fluide non mouillant, il est nécessaire d'appliquer une pression croissante afin de le faire pénétrer dans une porosité de plus en plus fine. Le résultat brut d'une expérience est la variation du volume de mercure injecté en fonction de la pression appliquée. En supposant que les pores ont une forme cylindrique de diamètre D , la relation entre pression d'injection et diamètre des pores est donnée par la loi de Laplace selon laquelle la pression requise pour introduire le mercure (P) est inversement proportionnelle au diamètre des pores (D) :

$$D = -4\gamma\cos\theta/P, \quad (2.12)$$

où γ est la tension superficielle du mercure dans le vide (0,485 N/m), θ l'angle de contact entre le mercure et l'échantillon pris égal à 130° . Une distribution de taille de pores de l'échantillon testé est finalement obtenue.

Mode opératoire

Un porosimètre type AutoPore IV 9500 (MICROMERITICS) est utilisé (figure 2.10 (a)). Des échantillons cubiques de pâte de ciment prélevés en haut, au milieu et au bas de flacons de chaque rapport E/C , comme décrit sur la figure 2.5, sont analysés. Chaque échantillon est pré-séché à 60 °C avant son introduction dans la cellule appelée pénétromètre. Le pénétromètre est scellé avec une graisse haute pression et placé dans le port basse pression, où l'échantillon est dégazé pour éliminer l'air et l'humidité. Le mercure est ensuite introduit dans la cellule à basse pression. La pression est augmentée progressivement pas à pas. À chaque pas de pression, le volume de mercure injecté est mesuré après stabilisation en suivant la position du ménisque dans la tige. Une représentation schématique du pénétromètre est présentée sur la figure 2.10 (b). La pression d'injection du mercure varie dans notre cas entre 0 et 228 MPa. Cet intervalle de variation de la pression permet d'explorer une gamme de diamètres de pores comprise entre 5 nm et 400 μm .

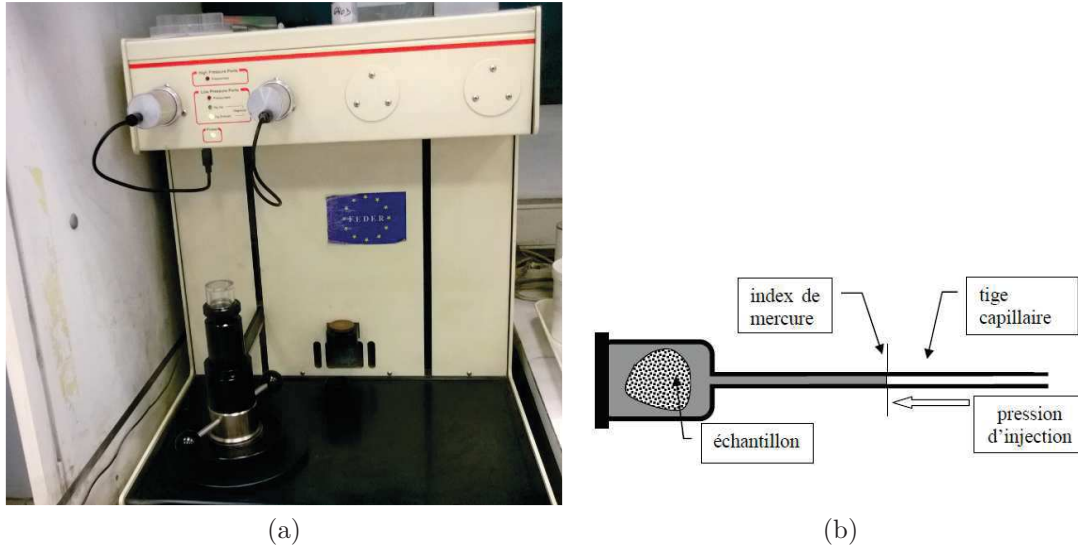


FIGURE 2.10. – (a) Porosimètre à intrusion de mercure utilisé. (b) Représentation schématique du pénétromètre.

Résultats des mesures sur les sables modèles

Le tableau 2.5 donne la porosité et la masse volumique réelle ρ_{HG} mesurées par porosimétrie à intrusion de mercure. Les échantillons testés sont présentés dans la partie 2.3.3. Comme prévu, la porosité des pâtes de ciment augmente avec le rapport E/C tandis que la masse volumique réelle diminue avec la porosité. Les courbes différentielles du volume de mercure injecté en fonction de la taille des pores des pâtes de ciment à différents rapports E/C sont présentées sur la figure 2.11.

Cette figure permet de comparer la distribution de taille de pores des différentes pâtes de ciment. L'aire sous chaque courbe reflète le volume de mercure injecté dans la porosité. Comme prévu, ce volume augmente avec le rapport E/C de la pâte. Ceci montre un accroissement de la porosité accessible au mercure avec le rapport E/C . Les résultats des mesures mettent également en évidence une distribution de taille de pores plus large pour les pâtes de ciment ayant un rapport E/C plus grand. On remarque par exemple que les proportions des pores de taille supérieure à $0,1\ \mu\text{m}$ sont égales à 4 %, 27 % et 37 % pour les pâtes de ciment de rapports E/C égaux à 0,3, 0,5 et 0,7 respectivement. Notons que le pic d'intrusion à $1\ \mu\text{m}$ apparaît seulement pour la pâte de ciment à rapport E/C égal à 0,7. Ce pic est attribué à l'intrusion de mercure dans des pores capillaires larges connectés à la surface de l'échantillon.

E/C	Porosité (%)	ρ_{HG} (g/cm ³)
0,3	$13,2 \pm 0,4$	$1,94 \pm 0,03$
0,5	$23,7 \pm 1,7$	$1,58 \pm 0,01$
0,7	$34,0 \pm 0,8$	$1,33 \pm 0,01$

TABLE 2.5. – Porosité et masse volumique réelle des pâtes de ciment à rapports E/C égaux à 0,3, 0,5 et 0,7, obtenues par porosimétrie à intrusion de mercure. Les écarts-type associés aux valeurs moyennes sont calculés sur la base de 3 échantillons analysés par rapport E/C , prélevés en haut, au milieu et au bas du flacon comme décrit sur la figure 2.5.

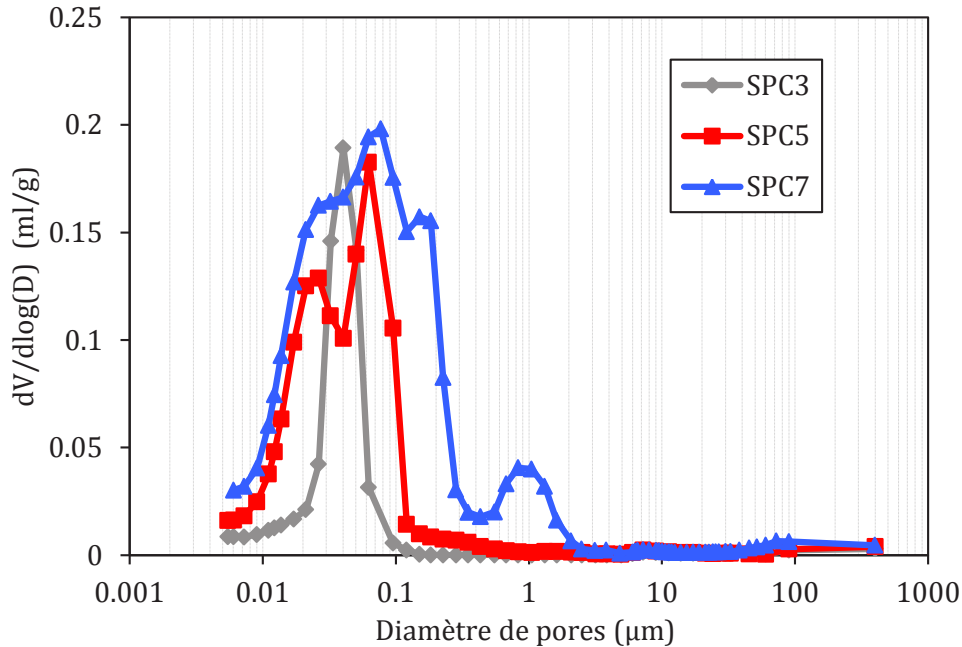


FIGURE 2.11. – Distributions de taille de pores des pâtes de ciment à rapports E/C égaux à 0,3, 0,5 et 0,7 mesurées par porosimétrie à intrusion de mercure.

2.5. Compositions des mortiers et protocoles expérimentaux

Dans cette partie, nous détaillons les formulations des mortiers préparés pour étudier le transfert d'eau vers les sables de pâte de ciment (SPC) à rapports E/C égaux à 0,3, 0,5 et 0,7 initialement secs, nommés respectivement SPC3, SPC5 et SPC7, immergés dans une pâte de filler ou de ciment. Deux mortiers de référence contenant du sable naturel initialement sec et une pâte de filler ou de ciment sont également préparés afin d'étudier la maniabilité de mortier de sable naturel non-absorbant. Les protocoles expérimentaux utilisés dans cette étude sont ensuite présentés.

2.5.1. Compositions et préparation des mortiers

Le tableau 2.6 présente les compositions des deux séries de mortiers préparées. La première série inclut les mortiers de filler et de sables de pâte de ciment ou de sable naturel non absorbant. La deuxième série est composée des mortiers de ciment et de sables de pâte de ciment ou sable naturel. L'appellation des mortiers fait référence à la nature de la pâte (filler ou ciment), au rapport E/C du sable de pâte de ciment, à l'état de saturation initial du sable et à la quantité d'eau efficace. Par exemple, F3D est un mortier de filler constitué de sable SPC3 à l'état sec ; CND correspond au mortier de ciment contenant le sable naturel recomposé à l'état initialement sec et C5S40 est un mortier de ciment constitué de sable SPC5 à l'état saturé et une quantité d'eau efficace égale à $(E_{eff,th} + 0,4WA_{24h}m_{sec})$.

La préparation des mortiers comporte plusieurs étapes. Les SPC issus du processus de concassage sont quartés pour obtenir des échantillons de sable de granulométries toutes similaires à celle du lot initial (figure 2.7). Dans chacune des deux séries, la masse de filler (ou ciment), le volume de sable et la quantité d'eau efficace théorique sont gardés constants dans tous les mortiers. Comme la porosité du sable de pâte de ciment augmente avec son rapport E/C , la masse de sable incorporée dans le mélange est réduite lorsque le rapport E/C du sable augmente de manière à garder le même volume réel de sable (solide+pores intragranulaires). Les masses de filler, ciment et eau efficace théorique sont fixées par des essais préliminaires de manière à ce que les mortiers ne montrent pas de ségrégation ni de ressuage durant la durée de l'essai et que le diamètre d'étalement mesuré à 6 minutes soit entre 20 et 30 cm. Pour chaque série, les masses de SPC sec (m_{sec}), de filler ou ciment (F/C) et d'eau de gâchage (E_{mix}) sont calculées comme suit :

TABLE 2.6. – Composition des mortiers des séries I et II préparées pour étudier le transfert d'eau entre SPC et pâte de filler ou de ciment. m_{sec} est la masse sèche du sable, F/C correspond à la masse du filler ou ciment, $E_{eff,th}$ correspond à l'eau efficace théorique, ΔE correspond à l'eau de sur-saturation, E_{mix} correspond à la masse d'eau introduite dans le mélange sous forme d'eau de gâchage et E_{SPC} à la teneur en eau des SPC à l'état initial. L'appellation des mortiers fait référence à la nature de la pâte (F pour filler et C pour ciment), le rapport E/C du SPC et la quantité d'eau de sursaturation ΔE . Par exemple, F3D correspond à un mortier de filler contenant SPC3 à l'état sec et C5S20 correspond à un mortier de ciment contenant SPC5 à l'état saturé et une quantité d'eau de sur-saturation égale à $\Delta W = 0,2WA_{24h}m_{sec}$.

		$m_{sec}(g)$	F/C	$E_{eff,th}(g)$	$\Delta E(g)$	$E_{mix}(g)$	$E_{SPC}(g)$
Série I	F3D	650	689	324	84	408	0
	F3S	650	689	324	0	324	84
	F3S10	650	689	324	8	332	84
	F3S20	650	689	324	16	340	84
	F3S30	650	689	324	25	349	84
	F3S40	650	689	324	33	357	84
	F3S50	650	689	324	42	366	84
	F5D	529	689	324	126	450	0
	F5S	529	689	324	0	324	126
	F5S10	529	689	324	12	336	126
	F5S20	529	689	324	25	349	126
	F5S30	529	689	324	38	362	126
	F5S40	529	689	324	50	374	126
	F5S50	529	689	324	63	387	126
	F7D	447	689	324	159	483	0
	F7S	447	689	324	0	324	159
	F7S10	447	689	324	16	340	159
	F7S20	447	689	324	32	356	159
	F7S30	447	689	324	47	371	159
	F7S40	447	689	324	63	387	159
	F7S50	447	689	324	79	403	159
Série II	FND	866	689	324	9	333	0
	C5D	529	647	369	126	495	0
	C5S	529	647	369	0	369	126
	C5S10	529	647	369	12	381	126
	C5S20	529	647	369	25	394	126
	C5S30	529	647	369	38	407	126
	C5S40	529	647	369	50	419	126
	C5S50	529	647	369	63	432	126
	C3D	650	647	369	84	453	0
	C3S	650	647	369	0	369	84
	C7D	447	647	369	159	527	0
	C7S	447	647	369	0	369	159
	CND	866	647	369	9	378	0

$$\frac{m_{sec}}{\rho_{rd}} = V_{SPC} = cste, \quad (2.13)$$

$$F/C = cste, \quad (2.14)$$

SPC pré-saturés :

$$E_{mix} = E_{eff,th} + \Delta E, \quad (2.15)$$

SPC initialement secs :

$$E_{mix} = E_{eff,th} + W A_{24h} m_{sec}, \quad (2.16)$$

où ρ_{rd} est la masse volumique réelle pré-séchée à l'étuve des SPC modèles mesurée selon la norme NF EN 1097-6 (Tableau 2.4), V_{SPC} est le volume réel de sable de pâte de ciment (solide+pores).

2.5.2. Mode de pré-saturation des SPC

Pré-saturation des SPC

L'objectif de la pré-saturation des granulats recyclés modèles est d'amener le matériau à un état de saturation proche de son absorption dans l'eau à 24 heures de sorte à pouvoir négliger le transfert d'eau vers sa porosité à 1 heure et demie dans une pâte. Cette durée (90 minutes) correspond à la durée de l'essai de suivi de maniabilité du mortier à l'état frais. Les SPC sont pré-saturés dans des flacons en plastique hermétiques avec une quantité d'eau égale à leur masse sèche multipliée par le coefficient d'absorption augmenté de 5 % ($m_{sec}(W A_{24h} + 5\%)$) pendant 7 jours. Cette procédure est résumée sur la figure 2.12. Chaque flacon est tourné 20 fois autour de son axe au moins une fois tous les 2 jours afin d'homogénéiser le mélange (Le et al., 2016).

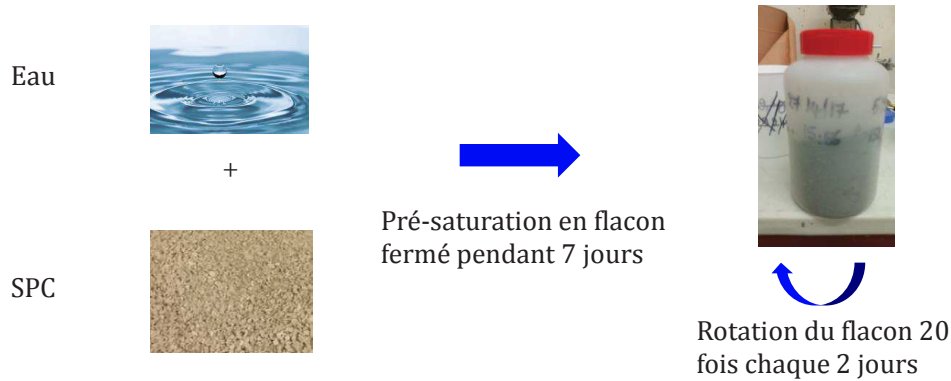


FIGURE 2.12. – Procédure de pré-saturation des sables de pâte de ciment (SPC).

Mesure de la quantité d'eau piégée par les sables pré-saturés.

À l'issue de la pré-saturation, des agrégats de SPC sont formés à cause des forces capillaires entre les grains de sable de la fraction fine (figure 2.13). La porosité intergranulaire de ces agrégats piège une partie de l'eau de pré-saturation dans les ponts capillaires. Afin de s'assurer que la quantité d'eau piégée dans la porosité des SPC à l'issue de la pré-saturation est proche de l'absorption normalisée $WA_{24h}m_{sec}$, une mesure d'absorption d'eau par les sables pré-saturés est effectuée.

Une prise d'essai de chaque SPC est préparée. Les sables SPC3 et SPC7 ont une courbe granulométrique identique à celle présentée sur la figure 2.7. La granulométrie initiale du sable SPC5 récupéré à l'issue du concassage est coupée à 2 mm pour garder uniquement la fraction (2/4 mm). Cet échantillon est prévu pour s'assurer que l'eau de pré-saturation parvienne à s'infiltrer dans la porosité des grains les plus grossiers. En plus, la mesure d'absorption sur des particules grossières (2/4 mm) est beaucoup plus précise que sur le sable complet (63 μ m/4 mm). La figure 2.13 montre les sables SPC3, SPC5 et SPC7 issus du protocole de pré-saturation. Un agrégat de taille importante s'est formé dans le fond du flacon contenant SPC3. La formation de cet agrégat peut être due à une homogénéisation insuffisante pour cet échantillon spécifique. Cette situation n'a pas été rencontrée lors de la pré-saturation des échantillons qui ont servis à la préparation des mortiers testés. Les agrégats formés au sein du SPC7 pré-saturé sont de volume moins important et bien répartis sur tout l'échantillon. Le sable SPC5 pré-saturé paraît homogène.

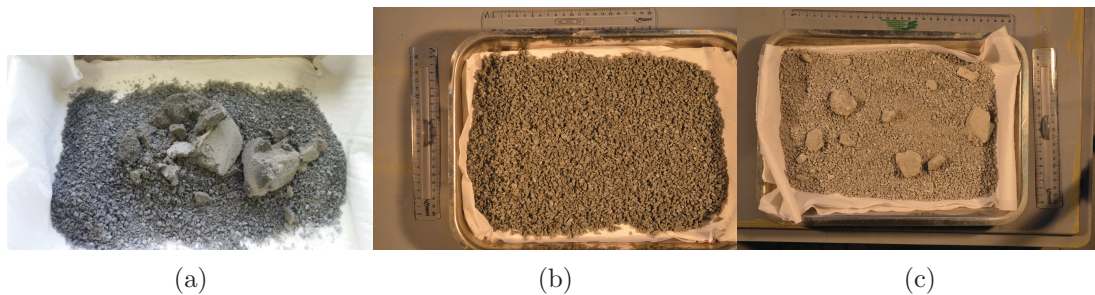


FIGURE 2.13. – Images des sable SPC3 (a), SPC5 (b) et SPC7 (c) issus directement du protocole de pré-saturation (avant séchage).

La quantité d'eau piégée par les sables SPC5 et SPC7 est mesurée avec la méthode IFST-TAR N°78 et selon la norme NF EN 1097-6 respectivement. Les résultats de ces mesures sont présentés sur le tableau 2.7. L'eau piégée par les SPC pré-saturés est très proche de l'absorption WA_{24h} . On déduit que le protocole de pré-saturation est fiable à condition que le mélange contenu dans le flacon fermé soit bien homogénéisé.

TABLE 2.7. – Comparaison de la quantité d'eau absorbée par les SPC pré-saturés à l'absorption normalisée.

Type de sable	$WA_{24h}(\%)$	$WA_{7jrs}(\%)$
SPC5 tamisé à 2 mm	23,9	23,7
SPC7	35,6	34,0

2.5.3. Protocole et programme expérimental de suivi de la maniabilité

Le cône décrit dans la méthode du mortier de béton équivalent est utilisé (cône MBE) (Schwartzentruber and Catherine, 2000) pour effectuer les mesures d'étalement ($D_{min} = 5$ cm, $D_{max} = 10$ cm, $H_0 = 15$ cm, voir figure 2.14 (a)). Ce moule est placé sur une plaque en plexiglass horizontale. La surface interne du moule et la surface de la plaque sont légèrement humidifiées avant chaque essai. Les mortiers sont suffisamment fluides pour être mis en place sans compactage. La surface du cône est arasée pour enlever tout surplus. Ensuite, à l'instant de mesure, le moule est soulevé verticalement et relativement lentement (environ 2 s) pour éviter les effets d'inertie sur l'arrêt d'écoulement (Roussel and Coussot, 2005). Une photo du mortier étalé est prise par une caméra placée à sa verticale et analysée avec le logiciel ImageJ pour mesurer l'étalement. La surface du mortier étalé S_{eq} est mesurée. Le rayon d'étalement est égal au rayon du disque équivalent $R_{eq} = (S_{eq}/\pi)^{0.5}$ (figure 2.14 (b)).

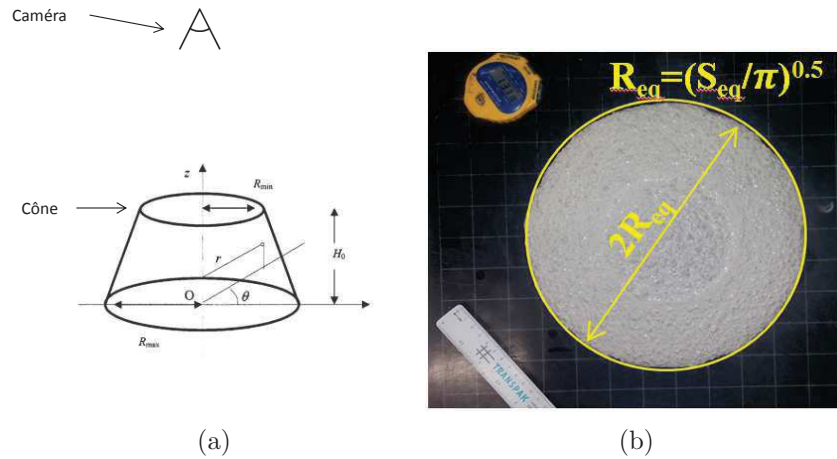


FIGURE 2.14. – (a) Géométrie du cône utilisé pour les mesures d'étalement et positionnement de la caméra. (b) La surface du mortier étalé est mesurée avec ImageJ et le diamètre correspondant est déduit.

Le diamètre d'étalement des mortiers est mesuré à 6, 15, 30, 45, 60, 75 et 90 minutes après le début du malaxage. Le temps de mise en place du mortier dans le cône est 1 minute

30 secondes. Une fois l'étalement mesuré, le mortier est soigneusement récupéré et reversé dans le bol du malaxeur puis couvert d'un film plastique jusqu'à la prochaine mesure pour minimiser les pertes d'eau par évaporation. Les mortiers sont mélangés pendant 4 minutes avant chaque mesure d'étalement. Une vitesse de malaxage lente est adoptée pendant toute la durée du malaxage (62 tours/minute) pour minimiser le risque d'abrasion des SPC. La procédure de malaxage est présentée sur la figure 2.15. Dans cette procédure, le sable est versé dans une pâte pré-mélangée (poudre+eau). L'essai d'étalement est répété 3 fois sur les

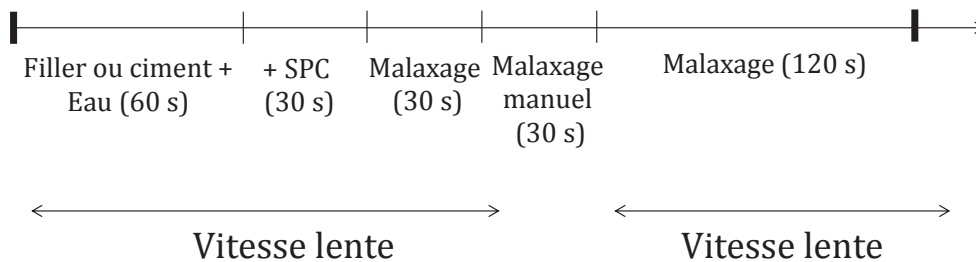


FIGURE 2.15. – Procédure de malaxage des mortiers

mortiers : F3D, F3S, F5D, F5S, F7D, F7S, C5D, C5S, FND, CND et une seule fois sur le reste des mortiers présentés sur le tableau 2.6. Tous les tests sont menés dans une chambre climatique à 20 °C. Les matériaux et outils utilisés pendant le test sont conservés dans la chambre climatique au moins un jour avant le test.

2.6. Conclusion

Dans ce chapitre, le protocole mis au point pour étudier le transfert d'eau entre un sable de béton recyclé modèle et une pâte de filler ou de ciment fraîche est présenté. Ce protocole est basé sur l'hypothèse que l'étalement d'un mortier contenant un sable recyclé (sec ou saturé) dépend uniquement de la quantité d'eau efficace lorsque le squelette granulaire ainsi que les conditions de malaxage et de vieillissement restent inchangés.

Ensuite, le protocole de préparation des sables recyclés modèles est détaillé. 3 sables de pâtes de ciment (SPC) sont préparés en concassant 3 pâtes de ciment de rapports E/C égaux à 0,3, 0,5 et 0,7. Ces sables sont nommés respectivement SPC3, SPC5 et SPC7. La

porosité de ces sables est caractérisée par mesure d'absorption selon la norme NF EN 1097-6, par porosimétrie par intrusion de mercure et par microscopie électronique à balayage. Globalement, on voit que la porosité des sables recyclés modèles augmente lorsque leur rapport E/C augmente alors que la masse volumique réelle des sables recyclés diminue lorsque le rapport E/C augmente. Par ailleurs, la porosité des pâtes de ciment devient plus fine lorsque le rapport E/C diminue.

Ces sables sont incorporés soit à l'état sec ou à l'état saturé dans des mortiers de filler ou de ciment. Les mortiers préparés sont utilisés afin d'étudier la cinétique de transfert d'eau vers la porosité des SPC initialement secs immergés dans une pâte de filler ou de ciment à l'aide du protocole expérimental établi. Les protocoles de préparation des échantillons de SPC secs ou pré-saturés sont détaillés. Les compositions des mortiers de SPC et pâte de filler ou de ciment sont présentées. Enfin, les protocoles de malaxage et de suivi de la maniabilité des mortiers préparés sont décrits.

Transfert d'eau entre sable recyclé modèle et pâte de filler ou de ciment fraîche

Les résultats du protocole établi pour suivre les transferts d'eau entre un sable de pâte de ciment et une pâte fraîche sont présentés. L'influence de l'eau efficace sur la mesure d'étalement est examinée. Ensuite, la méthode de calcul de la quantité d'eau transférée vers la porosité du sable initialement sec est présentée. Enfin, les résultats de suivi du transfert d'eau vers la porosité des SPC sont présentés et discutés à la lumière des caractéristiques de la porosité des sables recyclés et des observations microstructurales préliminaires de la zone de transition entre les SPC et la nouvelle pâte de ciment.

Contents

3.1. Influence de la morphologie des grains et de l'eau efficace sur l'étalement	77
3.1.1. Comparaison des étalements de mortiers contenant sable naturel (SN) et sable de pâte de ciment (SPC)	77
3.1.2. Influence de l'état de saturation et de la porosité des SPC sur l'étalement des mortiers de filler	78
3.1.3. Impact de la quantité d'eau efficace sur la mesure d'étalement des mortiers de filler fabriqués avec SPC saturés	80
3.2. Transfert d'eau entre SPC initialement secs et pâte de filler . .	82
3.2.1. Relation empirique entre eau efficace et diamètre d'étalement des mortiers de sable saturé	82

3.2.2. Calcul indirect de la quantité d'eau piégée par les SPC initialement secs immergés dans une pâte de filler	84
3.3. Suivi du transfert d'eau d'une pâte de ciment fraîche vers un SPC initialement sec	86
3.4. Observations préliminaires de la zone d'interface entre sable de pâte de ciment et nouvelle pâte de ciment	89
3.5. Vérification des hypothèses initiales	91
3.6. Conclusion du chapitre	94

3.1. Influence de la morphologie des grains et de l'eau efficace sur l'étalement

Dans cette partie, l'impact de la morphologie des grains et de l'eau efficace sur l'étalement sont étudiés. L'étalement du mortier de sable naturel est comparé aux étalements des mortiers de SPC saturés et une même quantité d'eau efficace. Ensuite, l'influence de l'eau efficace sur l'étalement est décrite par un modèle empirique.

3.1.1. Comparaison des étalements de mortiers contenant sable naturel (SN) et sable de pâte de ciment (SPC)

La figure 3.1 compare l'étalement de mortiers de filler (a) et de ciment (b) contenant du sable naturel recomposé initialement sec et des SPC à l'état saturé. On rappelle que les mortiers de filler (FND, F3S, F5S et F7S) ont des masses de filler, volumes et granularités de sable identiques. F3S, F5S et F7S ont une quantité d'eau efficace égale à 324 g, très proche de celle du mortier de sable naturel (333 g) en raison de la faible absorption du sable naturel (1,02 %). Pareillement, les mortiers de ciment (CND, C3S, C5S et C7S) ont des masses de ciment, volumes et granularités de sable identiques. La quantité d'eau efficace de C3S, C5S et C7S est égale à 369 g contre 378 g pour CND.

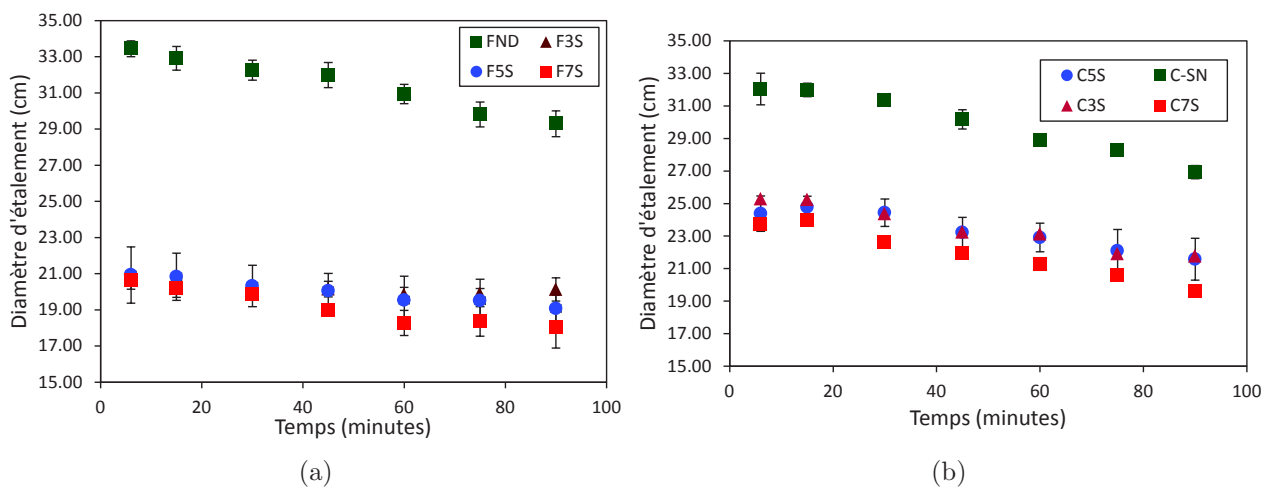


FIGURE 3.1. – Comparaison des étalements de mortiers de filler (a) et de ciment (b) fabriqués avec sables naturels et sables recyclés modèles à l'état saturé

Ainsi, les mortiers de chaque type (filler ou ciment) diffèrent principalement sur la forme et l'état de surface du sable incorporé. On remarque une différence considérable entre

l'étalement du mortier fabriqué avec sable naturel et l'étalement des mortiers fabriqués avec sables recyclés quelle que soit la nature de la pâte. La différence d'étalement est due à la différence de forme et de rugosité de surface entre le sable naturel et les sables de pâte de ciment. Les résultats indiquent une géométrie des grains plus anguleuse et un état de surface plus rugueux pour les sables recyclés que pour le sable naturel. La forme et l'aspect des grains de sable a un effet significatif sur le comportement à l'état frais. Par ailleurs, une faible différence entre les étalements des mortiers fabriqués avec SPC saturés indique que la rugosité de surface des SPC concassés ne dépend pas du rapport E/C de la pâte. Ceci est en accord avec les résultats de (Wang and Diamond, 2001).

3.1.2. Influence de l'état de saturation et de la porosité des SPC sur l'étalement des mortiers de filler

La figure 3.2 (gauche) montre la variation du diamètre d'étalement au cours du temps des mortiers de SPC de la série I conçus à eau totale constante. La référence de temps ($t=0$) correspond à l'instant du premier contact de l'eau avec la poudre de filler. Le graphe montre une diminution du diamètre d'étalement au cours du temps pour tous les mortiers. Comme la pâte de filler est inerte vis-à-vis de l'eau, on peut exclure tout rôle de la chimie sur la

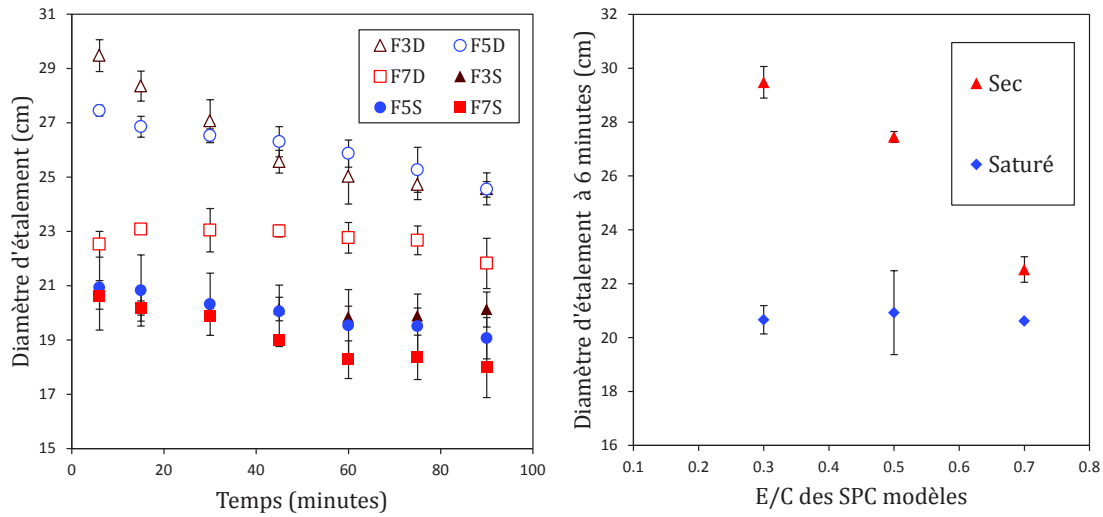


FIGURE 3.2. – Évolution temporelle du diamètre d'étalement des mortiers préparés avec SPC secs ou saturés et une quantité d'eau totale identique $E_{eff,th} + WA_{24h}m_{SPC}$ (gauche). Comparaison des diamètres d'étalement des mortiers préparés avec SPC secs et saturés à 6 minutes. Ici, les barres d'erreur correspondent aux écarts types calculés sur 3 répétitions (droite).

diminution de l'étalement. Par ailleurs, étant donné que les mortiers sont systématiquement re-malaxés pour une durée de 4 minutes avant chaque mesure d'étalement, on suppose également négligeable toute restructuration qui pourrait se produire pendant la phase de repos, puisque le malaxage doit ramener le mortier à son état "non structuré". Ainsi, selon ces considérations, l'étalement des mortiers de sables saturés devrait être constant au cours du temps. Sa diminution au cours du temps peut être attribuée aux pertes d'eau par évaporation ou aux manipulations du mortier au cours de l'essai.

La figure 3.2 (gauche) montre également que quel que soit le type de SPC, l'étalement du mortier contenant le sable modèle saturé est inférieur à l'étalement du mortier de même composition contenant le sable modèle à l'état sec. Sachant que les compositions des mortiers fabriqués avec SPC à l'état sec ou saturé ainsi que leurs histoires de malaxage et de vieillissement sont identiques, une différence de diamètre d'étalement entre ces deux mortiers à la même échéance de mesure peut être uniquement expliquée par une différence d'eau efficace. Dans le mortier contenant le SPC à l'état sec, l'eau efficace est composée initialement d'eau efficace théorique et d'eau d'absorption. Or, dans le mortier contenant les granulats saturés, l'eau efficace est égale à l'eau efficace théorique, l'eau d'absorption est piégée dans la porosité interne des SPC et ne contribue pas à la fluidité des mortiers. Dès le premier contact du SPC initialement sec avec la pâte de filler fraîche, l'eau d'absorption migre par capillarité de la pâte de filler vers la porosité interne des granulats. Ceci entraîne une diminution du volume et de la fluidité de la pâte des mortiers qui se traduit par une diminution du rayon d'étalement.

Le fait que le diamètre d'étalement des mortiers fabriqués avec SPC secs reste toujours supérieur à celui des mortiers de même composition fabriqués avec SPC pré-saturé nous permet de déduire que les SPC initialement secs n'atteignent pas la saturation même après 90 minutes d'immersion dans la pâte de filler et même pour SPC7 dont la porosité à l'eau est la plus élevée (47 %). Un résultat similaire a été mis en évidence dans (Le et al., 2016) où des mesures d'étalement à 5 minutes sont effectuées sur des mortiers contenant des granulats recyclés industriels ($WA_{24h} = 7,3\%$) à l'état sec ou à l'état saturé.

Supposons qu'un sable de pâte de ciment initialement sec devient saturé à un instant t donné. Le diamètre d'étalement du mortier fabriqué avec SPC initialement sec et celui du même mortier fabriqué avec SPC saturé devraient être égaux. La figure 3.2 (droite) montre qu'à 6 minutes les mortiers F3S, F5S et F7S ont à peu près le même diamètre d'étalement. En revanche, les diamètres d'étalement de F3D, F5D et F7D montrent une tendance à la baisse lorsque le rapport E/C du SPC augmente. En plus, on remarque que les diamètres d'étalement des mortiers fabriqués avec SPC7 initialement sec ou pré-saturé à 6 minutes sont déjà très proches. La différence entre les diamètres d'étalement des mortiers fabriqués avec

SPC secs ou saturés diminue lorsque le rapport E/C des SPC augmente, ce qui suggère une cinétique de transfert d'eau d'autant plus rapide que le rapport E/C des SPC est grand. Ceci peut être expliqué par deux effets. Premièrement, la porosité des SPC est d'autant plus connectée que le rapport E/C des SPC est grand (Bentz and Bentz, 2000). On peut imaginer que le transfert d'eau par capillarité vers la porosité des SPC devient plus facile lorsque la porosité est plus connectée. Une augmentation du degré de saturation à 6 minutes avec le rapport E/C peut être expliqué également par la loi de Washburn (équation (1.2)). Cette loi montre que la vitesse d'ascension capillaire augmente lorsque le diamètre du tube capillaire augmente. Or, d'après les distributions de tailles de pores obtenues par porosimétrie à intrusion de mercure (figure 2.11), la taille des pores des SPC augmente avec leur rapport E/C . Ainsi, on peut s'attendre à une cinétique d'absorption d'eau plus rapide pour les SPC ayant les rapports E/C les plus grands, en accord avec les comparaisons d'étalement de la figure 3.2 (droite).

3.1.3. Impact de la quantité d'eau efficace sur la mesure d'étalement des mortiers de filler fabriqués avec SPC saturés

La figure 3.3 montre l'évolution temporelle du diamètre d'étalement des mortiers de filler contenant les SPC pré-saturés et différentes quantités d'eau efficace. Il faut noter que tous les mortiers contiennent un même volume de SPC d'une même granularité et une même masse de filler. En outre, à chaque instant de mesure, les différents mortiers ont la même histoire de malaxage et de vieillissement. De cette manière, le seul paramètre variable à une échéance donnée est l'eau efficace. En supposant que les granulats pré-saturés échangent une quantité d'eau négligeable avec la pâte pendant le malaxage, le diamètre d'étalement devrait augmenter avec l'eau efficace. Prenons l'exemple des mortiers F5D, F5S10 et F5S30 à 6 minutes, le diamètre d'étalement de F5D (27,45 cm) est compris entre les diamètres d'étalement de F5S10 (25,47 cm) et F5S30 (28,75 cm). Sachant que le diamètre d'étalement augmente avec l'eau efficace, on déduit un encadrement de l'eau efficace du mortier F5D (inconnue) par l'eau efficace des mortiers F5S10 et F5S30 (connues). On peut écrire :

$$E_{eff}(F5S10) < E_{eff}(F5D) < E_{eff}(F5S30). \quad (3.1)$$

Connaissant la quantité d'eau efficace de F5S10 et F5S30, égales à $E_{eff,th} + 0,1WA_{24h}m_{sec}$ et $E_{eff,th} + 0,3WA_{24h}m_{sec}$ respectivement, nous déduisons un encadrement de l'eau efficace du mortier F5D :

3. Transfert d'eau entre sable recyclé modèle et pâte de filler ou de ciment fraîche

$$E_{eff,th} + 0,1W A_{24h} m_{sec} < E_{eff}(F5D) < E_{eff,th} + 0,3W A_{24h} m_{sec} . \quad (3.2)$$

On rappelle qu'on fait l'hypothèse que l'eau perdue par tous les mortiers est la même à une échéance fixée, en particulier celle des mortiers F5D, F5S10 et F5S30. On déduit l'encadrement suivant de l'eau piégée dans la porosité du sable SPC5 initialement sec contenu dans le mortier F5D connaissant son eau totale :

$$0,7W A_{24h} m_{sec} < E_{abs}(SPC5) < 0,9W A_{24h} m_{sec} . \quad (3.3)$$

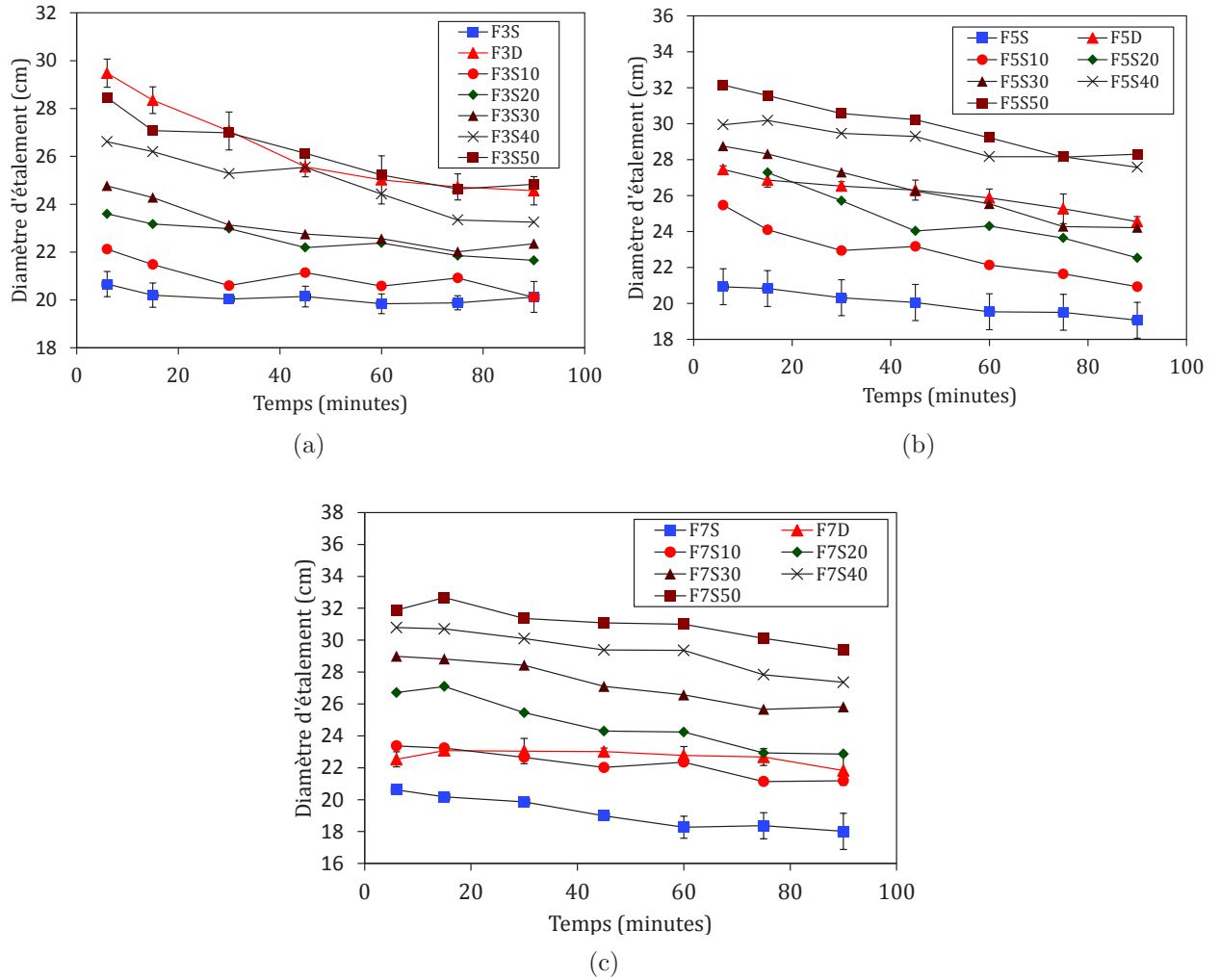


FIGURE 3.3. – Évolution temporelle du diamètre d'étalement des mortiers de filler contenant SPC3 (a), SPC5 (b) et SPC7 (c) pré-saturés et différentes quantités d'eau efficace

Le degré de saturation, *i.e.* ratio de la porosité remplie d'eau et la porosité totale mesurée selon la norme NF EN 1097-6, du sable SPC5 initialement sec est compris entre 70 % et 90

%. De même, le degré de saturation est inférieur à 50 % pour le sable SPC3 à 6 minutes alors qu'il est compris entre 90 % et 100 % pour le sable SPC7. Une augmentation du degré de saturation à 6 minutes avec la porosité du SPC se confirme.

3.2. Transfert d'eau entre SPC initialement secs et pâte de filler

3.2.1. Relation empirique entre eau efficace et diamètre d'étalement des mortiers de sable saturé

Dans la partie précédente 3.1.3, nous avons exploité les étalements des mortiers fabriqués avec SPC pré-saturés et différentes quantités d'eau efficace à 6 minutes afin de déduire un encadrement de l'eau efficace d'un mortier contenant un même échantillon de SPC à l'état initialement sec à la même échéance. Or, on rappelle qu'on s'intéresse à une estimation quantitative de la quantité d'eau piégée par les sables initialement secs. Celle-ci nécessite l'établissement d'une corrélation entre diamètre d'étalement et eau efficace des mortiers fabriqués avec les sables saturés. La figure 3.4 présente la variation du logarithme du diamètre d'étalement des mortiers fabriqués avec SPC pré-saturés en fonction de l'eau efficace à différentes échéances de mesure. Cette figure montre que le logarithme du diamètre d'étalement ($\ln(D)$) varie linéairement avec le rapport E_{eff}/F dans la gamme de rapports d'eau efficace/filler étudiés (R^2 compris entre 0,93 et 0,96). On peut donc écrire :

$$\ln(D) = a(E_{eff}/F) + b, \quad (3.4)$$

a et b sont les coefficients de la droite de régression linéaire donnés sur la figure 3.4. Il est à noter que le modèle exponentiel adopté ne décrit par la faible variation du diamètre d'étalement sur la gamme 0,57-0,59 correspondant aux rapports E_{eff}/F les plus élevés. Ceci a été observé par (González-Taboada et al., 2017) où les propriétés rhéologiques de bétons auto-plaçants ont été étudiées en fonction du rapport E_{eff}/C . Les résultats ont montré une variation plus lente des propriétés rhéologiques du béton pour des rapports E_{eff}/C élevés.

Par ailleurs, il est intéressant de souligner que les variations de $\ln(D)$ en fonction du rapport E_{eff}/F des différents sables de pâte de ciment (SPC) tombent sur la même courbe (figure 3.4). Le rapport E_{eff}/F est donc bien le seul paramètre qui contrôle la rhéologie des mortiers fabriqués avec sables pré-saturés et différentes quantités d'eau efficace à une échéance donnée.

3. Transfert d'eau entre sable recyclé modèle et pâte de filler ou de ciment fraîche

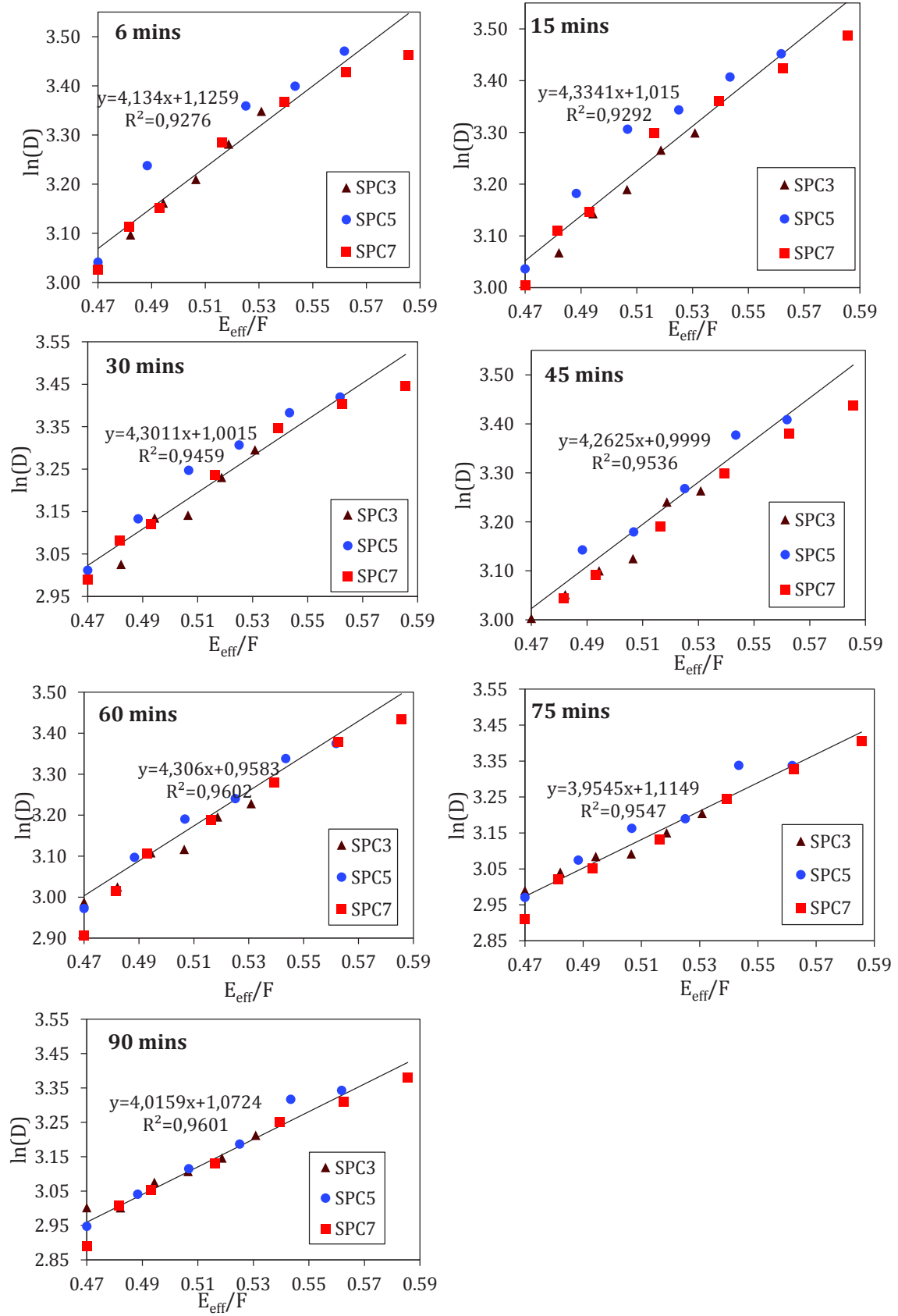


FIGURE 3.4. – Variation du logarithme du diamètre d'étalement en fonction de l'eau efficace pour des mortiers fabriqués avec SPC saturés.

Ceci peut être expliqué par le fait que les SPC sont incorporés dans les différents mortiers à l'état saturé avec les mêmes volumes et granularités. Ainsi, les mortiers “voient” les sables pré-saturés ayant différents rapports E/C comme un squelette granulaire identique. Rappelons que les différents SPC sont issus du même protocole de concassage. On peut déduire que celui-ci conditionne la forme et l'état de surface des grains de sable de pâte de ciment à différents rapports E/C .

3.2.2. Calcul indirect de la quantité d'eau piégée par les SPC initialement secs immergés dans une pâte de filler

La mesure d'étalement des mortiers préparés avec des échantillons identiques de sable pré-saturé et différentes quantités d'eau efficace permet d'établir une relation empirique entre diamètre d'étalement et eau efficace (équation (3.4)). Connaissant les paramètres a et b de cette équation et le diamètre d'étalement des mortiers fabriqués avec sables secs à chaque échéance de mesure, la quantité d'eau efficace des mortiers fabriqués avec SPC initialement secs peut être déduite. La teneur en eau piégée par la porosité du SPC initialement sec E_{SPC} s'écrit :

$$E_{SPC} = E_{tot} - E_{eff} = E_{tot} - \frac{F(\ln(D) - b)}{a}. \quad (3.5)$$

Le couple de paramètres (a, b) dépend du squelette granulaire et de l'échéance de mesure. Or, comme les courbes de variation “ $E_{eff}/F, \ln(D)$ ” se superposent, le couple (a, b) est identique pour les mortiers fabriqués avec différents SPC au même instant t . Par ailleurs, en calculant la moyenne des paramètres “ a ” à chaque échéance de mesure ainsi que la moyenne des paramètres “ b ”, on observe que les valeurs moyennes sont incluses dans l'intervalle de confiance de chaque couple (a, b) . On en déduit que les courbes de variation “Étalement - E_{eff}/S ” sont indépendantes du temps dans notre cas. Ceci confirme que le remalaxage des mortiers à chaque échéance permet d'éliminer la structuration du mortier pendant la phase de repos et le ramène dans un état qui ne dépend que de la quantité d'eau efficace.

La figure 3.5 (a) montre l'évolution temporelle de la teneur en eau piégée dans la porosité des SPC initialement secs. Comme prévu, la teneur en eau piégée par les SPC reste inférieure à l'absorption WA_{24h} . Ceci peut être expliqué par la faible perméabilité de la pâte de filler fraîche entourant les SPC. Une occlusion des pores des SPC par des grains de filler est également possible car la taille de pores des SPC varie entre 5 nm et 3 μm alors que la taille des grains de filler varie entre 0,4 et 40 μm . Les barres d'erreur représentent les intervalles de confiance à 95 %. L'analyse statistique des intervalles de confiance montre que les variations

3. Transfert d'eau entre sable recyclé modèle et pâte de filler ou de ciment fraîche

de la quantité d'eau piégée par les SPC n'est pas significative entre 6 et 90 minutes. Ainsi, le transfert d'eau vers la porosité des SPC est très rapide avant 6 minutes puis se reste stable au cours de toute la durée de l'essai.

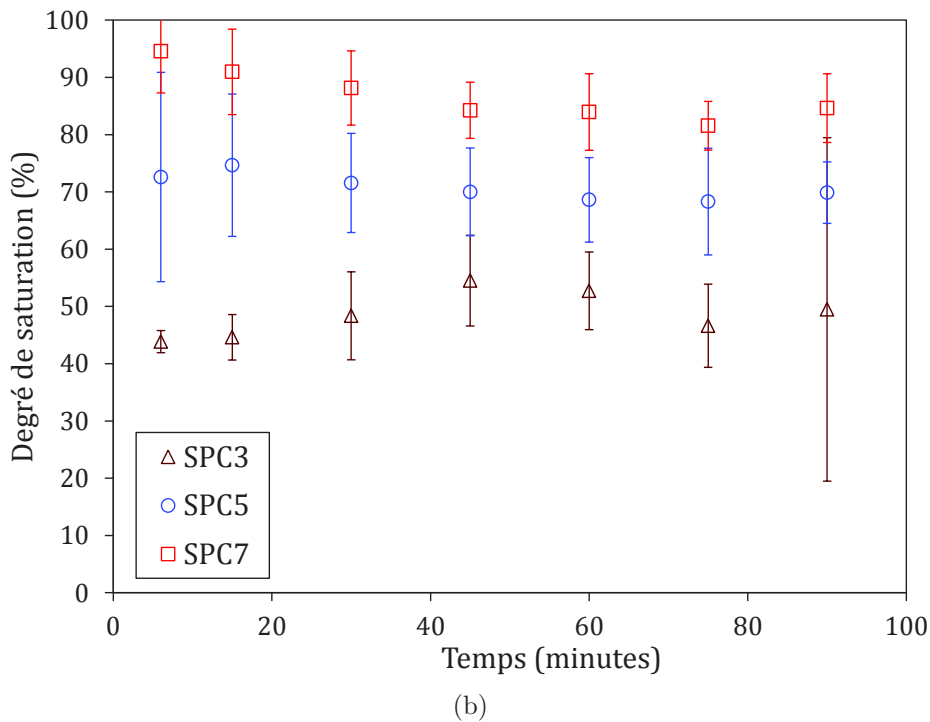
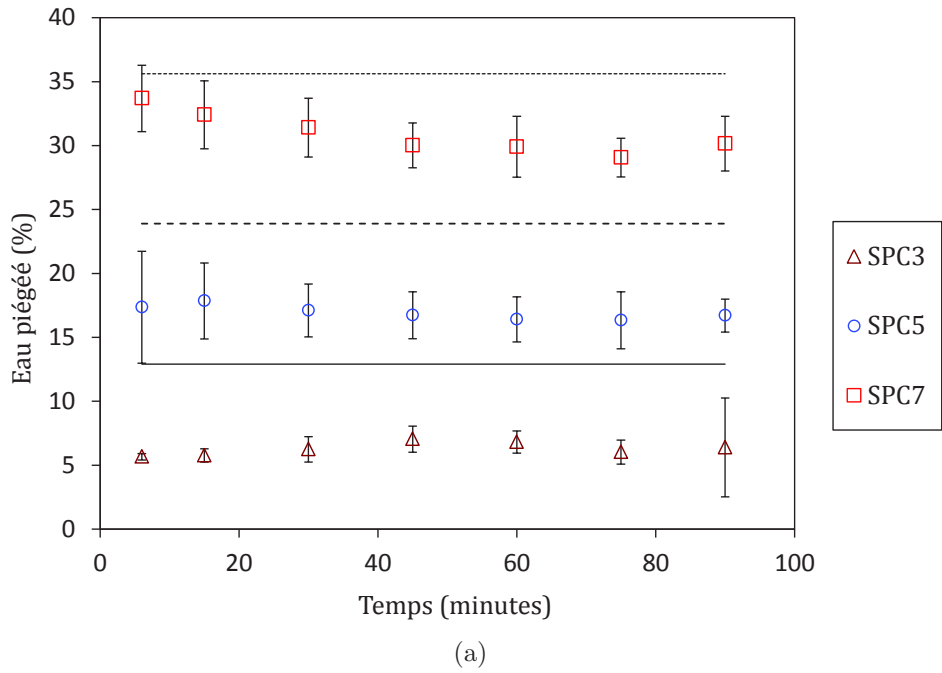


FIGURE 3.5. – (a) Évolution temporelle de la teneur en eau des SPC immergés dans une pâte de filler. (b) Évolution temporelle du degré de saturation des SPC immergés dans une pâte de filler.

La figure 3.5 (b) montre que le degré de saturation augmente lorsque le rapport E/C des SPC augmente. Ceci est en accord avec nos remarques préliminaires. Le degré de saturation reste inférieur à 100 % pour tous les SPC. Ainsi, on en déduit que la compensation de l'absorption d'eau par les GBR initialement secs par ajout d'une quantité d'eau égale à leur absorption normalisée entraîne un surplus d'eau dans la matrice cimentaire. Ce surplus est dû à la réduction de l'absorption d'eau par les SPC dans une pâte de filler par rapport à celle dans l'eau (WA_{24h}). Nos résultats montrent que cette réduction est d'autant plus grande que le rapport E/C des SPC est faible. En effet, les transferts d'eau entre granulats de béton recyclés industriels et pâte de ciment devraient être encore plus lents que les transferts d'eau dans nos matériaux modèles à cause de la porosité plus fine de la pâte adhérente aux granulats de béton recyclés industriels par rapport aux granulats modèles à rapport E/C égal à 0,7. Actuellement, les bâtiments en cours de démolition ont un rapport E/C de l'ordre de 0,5. Par ailleurs, la carbonatation participe à la densification des granulats recyclés par diminution de la taille des pores en surface des GBR. Ces phénomènes ralentissent davantage le transfert d'eau entre les granulats de béton recyclés et une pâte de ciment fraîche. Les degrés de saturation attendus pour les granulats industriels immergés dans une pâte de ciment devraient être inférieurs au degré de saturation atteint par le SPC7 dans la pâte de filler, c'est-à-dire 87 %.

3.3. Suivi du transfert d'eau d'une pâte de ciment fraîche vers un SPC initialement sec

La figure 3.6 montre l'évolution temporelle de l'étalement des mortiers de ciment conçus à eau totale constante. Comme pour les mortiers de filler, chaque type de SPC est utilisé soit à l'état sec soit à l'état saturé dans deux mortiers contenant une même quantité de ciment. On rappelle que tous les sables ont la même granularité et *a priori* la même morphologie. L'eau totale contenue dans les deux mortiers est identique. Pour le mortier fabriqué avec sable sec, l'eau efficace et l'eau d'absorption sont ajoutées dans le mélange à $t = 0$. Or, pour le mortier fabriqué avec sable saturé, la pâte contient initialement uniquement l'eau efficace. L'eau d'absorption est piégée initialement dans la porosité des SPC pré-saturés et ne contribue pas à la fluidité du mélange. On voit bien que, comme pour les mortiers de filler, l'étalement du mortier fabriqué avec sable sec est toujours supérieur à l'étalement du mortier fabriqué avec sable saturé. Par ailleurs, à $t = 6$ minutes, la différence entre l'étalement des mortiers fabriqués avec sables secs (C3D, C5D et C7D) et les mortiers fabriqués avec les mêmes sables à l'état saturé (C3S, C5S et C7S respectivement) augmente lorsque le rapport E/C du sable diminue. Cette différence est égale à 9,00 cm, 4,08 cm et 1,73 cm pour les

3. Transfert d'eau entre sable recyclé modèle et pâte de filler ou de ciment fraîche

mortiers C3D, C5D et C7D. Sachant que les diamètres d'étalement des mortiers fabriqués avec sables saturés sont très proches, on déduit que le taux de transfert d'eau vers la porosité des SPC augmente lorsque leur porosité augmente. Ceci est en accord avec les résultats de suivi d'absorption dans une pâte de filler.

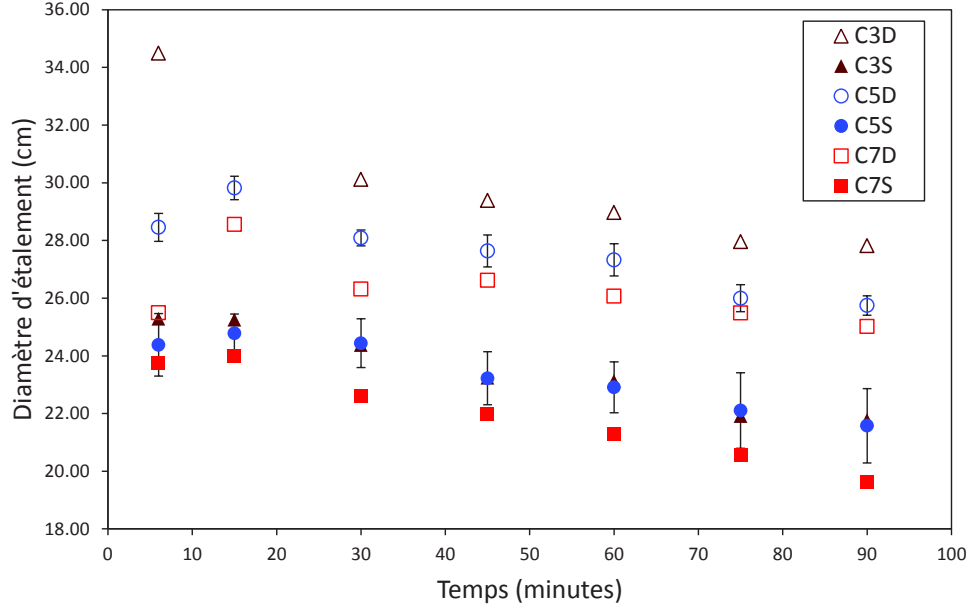


FIGURE 3.6. – Évolution temporelle du diamètre d'étalement des mortiers de ciment contenant SPC les secs ou saturés et une quantité d'eau totale identique $E_{eff,th} + WA_{24h}m_{sec}$.

La méthode suivie précédemment (partie 3.2.2) pour étudier le transfert d'eau entre des SPC et une pâte de filler est appliquée pour étudier le transfert d'eau entre le sable SPC5 et une pâte de ciment. Dans la figure 3.7 de gauche, nous représentons l'évolution temporelle du diamètre d'étalement des mortiers de SPC5 et de pâte de ciment. De même que pour les mortiers de filler, on constate que l'étalement diminue avec le temps pour tous les mortiers. La figure 3.7 (droite) montre la variation du diamètre d'étalement en fonction du rapport E_{eff}/C pour les mortiers fabriqués avec SPC5 pré-saturé. On voit que le logarithme du rayon d'étalement ($\ln(D)$) varie linéairement avec la quantité d'eau efficace E_{eff} sur la gamme de (E_{eff}/C) étudiés (R^2 entre 0,93 et 0,99) (figure 3.7 (droite)). Une analyse statistique montre que les coordonnées de la droite ajustant la variation de $\ln(D)$ en fonction du rapport E_{eff}/C ne dépendent pas du temps. Cette relation empirique linéaire " $\ln(D)$ - E_{eff}/C " peut être utilisée, comme précédemment, pour calculer la quantité d'eau transférée de la pâte de ciment vers la porosité interne du sable SPC5.

La figure 3.8 présente la cinétique de transfert d'eau vers le sable SPC5 initialement sec immergé dans une pâte de ciment. En comparant cette cinétique à celle mesurée pour une

pâte de filler, on remarque que les deux courbes ont des évolutions très similaires. À 6 minutes, la teneur en eau piégée par le sable SPC5 atteint 19 % puis reste constante sur toute la durée de l'essai. Les barres d'erreur représentent les intervalles de confiance à 95 %.

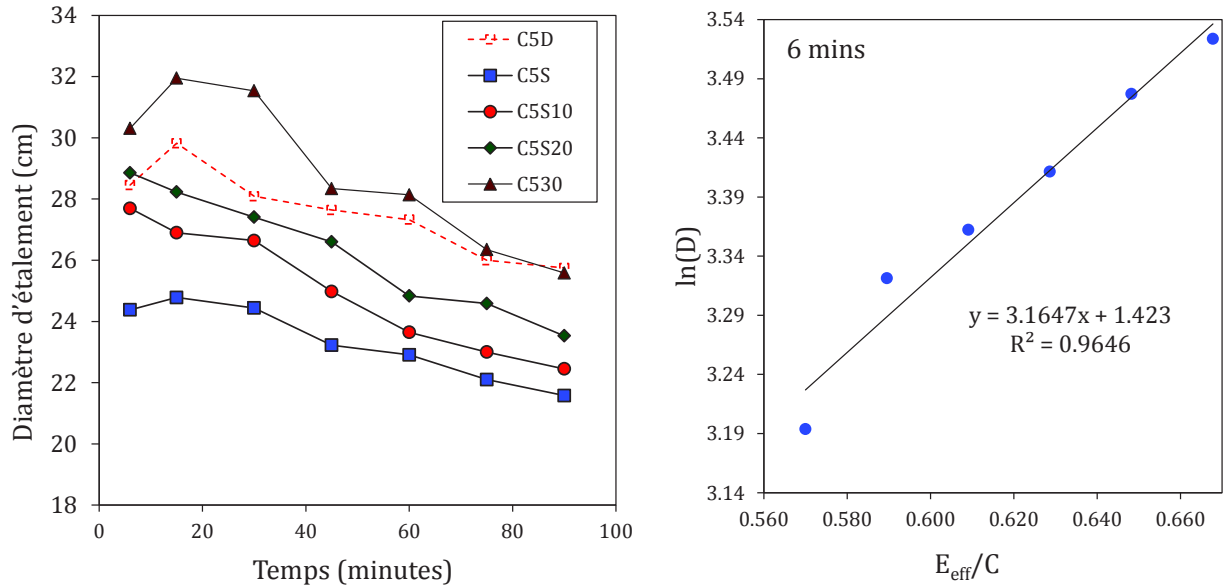


FIGURE 3.7. – À gauche : évolution temporelle du diamètre d'étalement pour les mortiers de la série II contenant le sable SPC5 et différentes quantités d'eau efficace. À droite : variation du diamètre d'étalement à 6 minutes en fonction du rapport E_{eff}/C des mortiers fabriqués avec sable SPC5 pré-saturé.

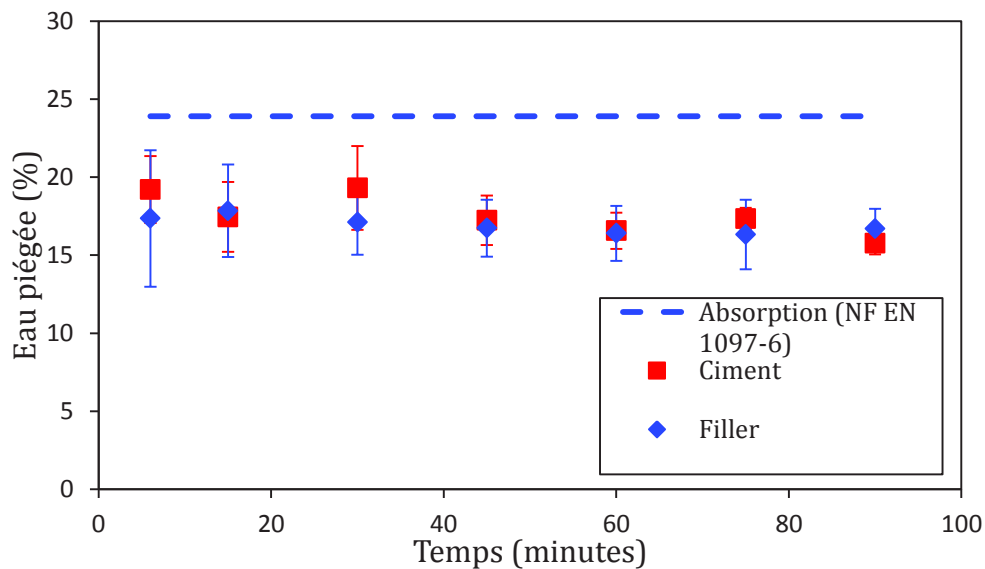


FIGURE 3.8. – Évolution temporelle de l'absorption d'eau par le sable SPC5 immergé dans une pâte de filler ou de ciment

Des résultats comparables ont été obtenus par [Nael-Redolfi \(2016\)](#) qui a étudié par résonance magnétique du proton l'absorption d'eau par un sable de pâte de ciment (4/5 mm) à rapport E/C égal à 0,5 ($WA_{24h} = 21,5\%$) immergé dans une pâte de filler ou une pâte de ciment. Les pâtes de filler et de ciment ont un rapport eau/solide initial égal à 0,5. Le suivi du transfert d'eau par RMN révèle que le sable atteint son degré de saturation maximal à 9 minutes à peu près. Le degré de saturation plateau est égal à 65% et 60% lorsque le sable est immergé dans une pâte de filler ou dans une pâte de ciment respectivement. Pour nos matériaux, les degrés de saturation atteints par le sable SPC5 sont égaux à 70% et 72% lorsque le sable est immergé dans une pâte de filler ou une pâte de ciment respectivement. On remarque que les degrés de saturation sont légèrement plus élevés dans notre cas. Ceci peut être expliqué par la granulométrie plus fine du sable SPC5 (63 μm / 4 mm) comparée à celle du sable de pâte de ciment à rapport E/C égal à 0,5 étudié par RMN.

3.4. Observations préliminaires de la zone d'interface entre sable de pâte de ciment et nouvelle pâte de ciment

La microstructure de la zone d'interface entre le sable SPC3 initialement sec et la nouvelle pâte de ciment est étudiée avec un microscope électronique à balayage en mode électrons rétrodiffusés équipé d'une sonde EDS. À partir des images des sections polies, on peut distinguer les anhydres, les hydrates et la porosité. Les images obtenues à la sonde EDS fournissent une cartographie des phases du ciment sur la même zone analysée par le MEB. La figure 3.9 montre la microstructure de la zone d'interface entre SPC3 initialement sec et la pâte de ciment (mortier C3D). Deux grains de sable de pâte de ciment peuvent être distingués (1 et 2). Les cartographies montrent la présence d'une région de Portlandite riche en Calcium et faible en Silicium sur les surface des granulats de SPC3. La cartographie du Silicium permet de calculer une épaisseur de Portlandite comprise entre 10 et 30 μm sur la surface des grains. Il faut garder à l'esprit que l'épaisseur de la couche de Portlandite mesurée sur les images 2D surestime l'épaisseur réelle de la couche de Portlandite mesurée perpendiculairement aux agrégats dans la microstructure 3D ([Scrivener et al., 2004](#)).

La précipitation de Portlandite dans cet espace produit une couche moins poreuse sur la surface externe des sables de pâte de ciment et peut être responsable de la réduction de l'absorption dans une pâte de ciment en comparaison avec celle dans l'eau. L'impact de la formation d'un film de Portlandite sur la périphérie des grains sur l'absorption a été étudié par ([Nael-Redolfi, 2016](#)) à des temps plus courts en utilisant la résonance magnétique du proton. Dans cette étude, l'absorption d'eau par un sable de pâte de ciment à rapport E/C

égal à 0,5 immergé dans une solution de $Ca(OH)_2$ a été étudié. Cette solution modélise la solution interstitielle de la pâte de ciment. Ils trouvent que lorsque la concentration d'hydroxyde de calcium est proche de sa solubilité dans l'eau (1,73 g/l à 20 °C), l'absorption des agrégats testés immergés dans la solution synthétique est proche de celle mesurée dans une pâte de ciment, confirmant ainsi le rôle de la précipitation de Portlandite dans la réduction de l'absorption dans une pâte de ciment par rapport à celle dans l'eau.

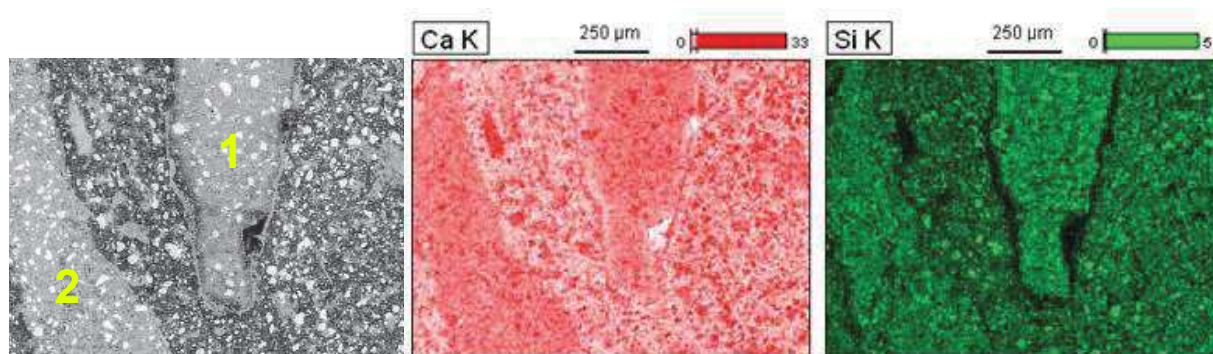


FIGURE 3.9. – Image au microscope électronique à balayage en mode électrons rétrodiffusés (gauche) et micro-analyse à la sonde EDS des éléments Calcium (milieu) et Silicium (droite) de la zone d'interface entre sable SPC3 et une nouvelle pâte de ciment. Deux grains de SPC3 appelés 1 et 2 peuvent être distingués. Les images ont la même échelle et couvrent une même zone.

Néanmoins, nos tests d'étalement ont également montré une diminution de l'absorption dans une pâte de filler par rapport à celle dans l'eau pure. Comme la pâte de filler est inerte, la réduction de l'absorption ne peut pas être expliquée par des effets chimiques comme précédemment. Dans ce cas, on peut s'attendre à ce que les grains de filler, entraînés par les forces capillaires induites par la porosité des SPC vers la périphérie des grains, diminuent la perméabilité de la pâte de filler autour des SPC et la quantité d'eau transférée vers la porosité par la suite. Comme il n'est pas possible d'effectuer des images MEB sur des échantillons de mortiers de pâte de filler, on vérifie cette hypothèse sur des mortiers de pâte de ciment vu que le filler et le ciment ont des granularités similaires.

La figure 3.10 montre une image MEB d'un échantillon du mortier C3D. Une région plus concentrée en grains de ciment anhydres est entourée en jaune. Des cristaux d'hydroxyde de Calcium encapsulent les grains anhydres de la nouvelle pâte de ciment près de la surface. Néanmoins, une telle concentration de grains n'est pas observée sur la surface de tous les grains de sable. Une analyse plus poussée est nécessaire pour quantifier l'effet de la taille des grains autour de la surface des granulats recyclés.

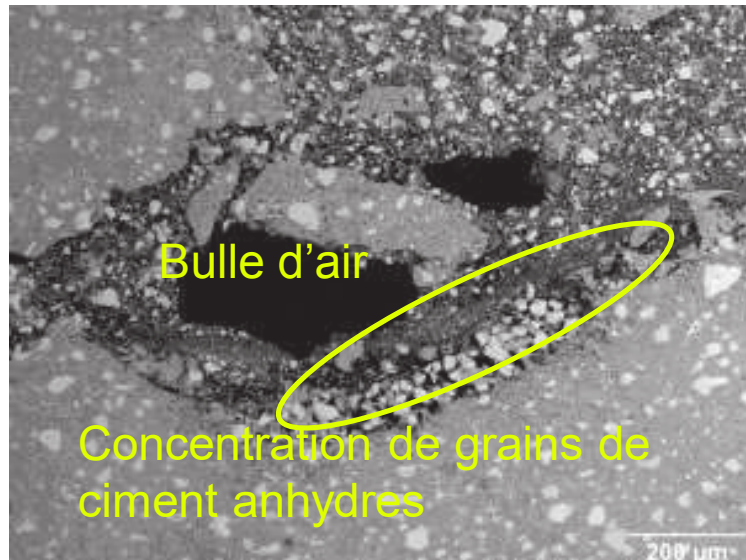


FIGURE 3.10. – Image au microscope électronique à balayage d'une section polie de mortier de sable SPC3 initialement sec immergé dans une pâte de ciment.

3.5. Vérification des hypothèses initiales

Nous vérifions les hypothèses émises dans la partie 2.2. Pour rappel, pour pouvoir calculer l'eau piégée par la porosité des SPC, on suppose que les SPC pré-saturés échangent une quantité d'eau négligeable avec la pâte de ciment ou de filler fraîche. On suppose également que les pertes d'eau à une échéance donnée sont identiques quel que soit le sable considéré et ne dépendent que du protocole expérimental choisi.

Pour vérifier que les sables saturés échangent une quantité d'eau négligeable avec la pâte environnante, on considère l'évolution temporelle de l'étalement du mortier de référence contenant le sable naturel non-absorbant. Ce sable échange une quantité d'eau négligeable avec la pâte de filler. La figure 3.11 (a) présente l'évolution temporelle du diamètre d'étalement normalisé par le diamètre d'étalement mesuré à 6 minutes des mortiers de filler fabriqués avec sable naturel (FND) et les sables pré-saturés SPC3 (F3S), SPC5 (F5S) et SPC7 (F7S). Les différences entre les étalements normalisés de ces mortiers sont de l'ordre de grandeur des erreurs sur la mesure d'étalement sauf pour le mortier F3S à partir 75 minutes. On peut déduire que le sable saturé échange une quantité d'eau négligeable avec la pâte de filler. Aussi, les pertes d'eau à une échéance donnée sont identiques quel que soit le type de sable. Toutefois, l'écart entre l'étalement normalisé du mortier F3S et l'étalement normalisé du mortier FND à partir de 75 minutes suggère un relargage d'eau du sable SPC3 pré-saturé vers la pâte de filler à cette échéance. Or, le sable SPC3 a la porosité la plus fine : l'eau piégée

dans sa porosité est retenue par des forces capillaires plus élevées que celles engendrées par la porosité des sables SPC5, SPC7. De ce fait, la possibilité de relargage d'eau du sable SPC3 pré-saturé à partir de 75 minutes est écartée. L'écart observé est peut être dû à un artefact expérimental.

La figure 3.11 (b) montre l'évolution temporelle du diamètre d'étalement adimensionné par le diamètre d'étalement à 6 minutes des mortiers de ciment : CND, C3S, C5S, C7S. On constate que les courbes de variation du diamètre adimensionné se superposent sur toute la durée de l'essai. Ceci confirme que les sables saturés se comportent comme des sables non-absorbants ayant les mêmes caractéristiques morphologiques que les sables recyclés étudiés. Par ailleurs, comme pour les mortiers de filler, les pertes d'eau sont similaires quel que soit le sable étudié.

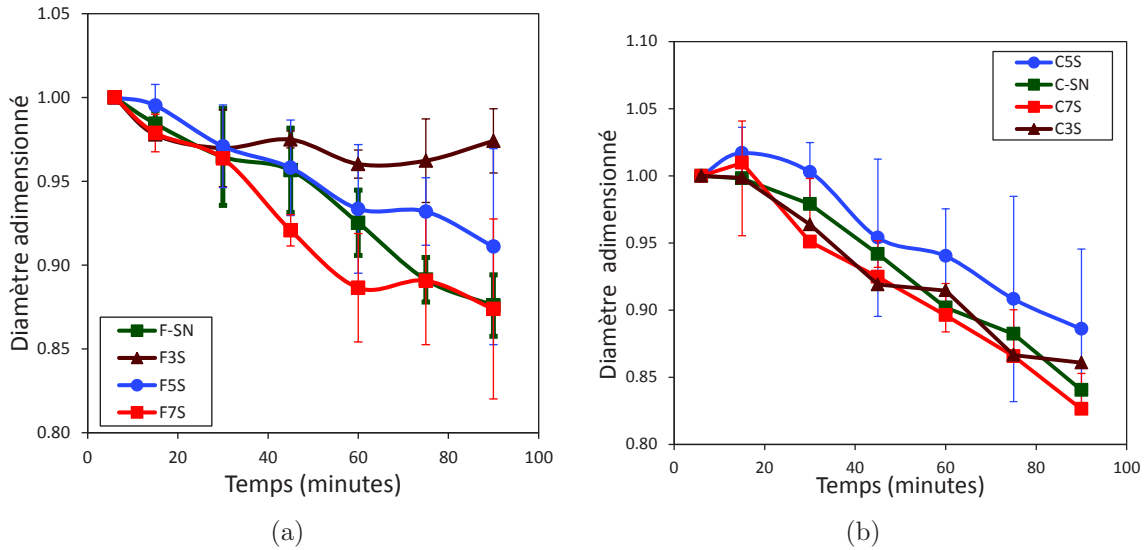


FIGURE 3.11. – (a) Évolution temporelle du diamètre d'étalement D adimensionné par l'étalement initial (D/D_i) des mortiers de filler fabriqués avec sable naturel (FND) et SPC pré-saturés avec une même quantité d'eau efficace (F3S, F5S, F7S). (b) Évolution temporelle de l'étalement adimensionné des mortiers C3S, C5S, C7S et CND.

Sachant que la diminution de l'étalement des mortiers fabriqués avec sable saturé est due uniquement aux pertes d'eau, quelles qu'en soit les origines (évaporation ou pertes entraînées par les manipulations du mortier), nous avons utilisé les courbes de diminution de l'étalement des mortiers de filler avec sables saturés (F3S, F5S, F7S) et la relation empirique entre étalement et eau efficace établie à 6 minutes empiriquement afin de quantifier les pertes d'eau au cours du temps. En effet, à 6 minutes, on peut raisonnablement supposer que les pertes d'eau sont négligeables. Ainsi, on calcule l'eau efficace des mortiers de sable saturé à chaque échéance selon la relation :

$$E_{eff} = F \frac{\ln(D) - b}{a} \quad (3.6)$$

L'équation 3.6 nous permet de calculer à chaque échéance la quantité d'eau efficace des mortiers F3S, F5S et F7S et déduire la perte d'eau. La figure 3.12 montre l'évolution temporelle de l'eau totale perdue par les mortiers F3S, F5S et F7S en pourcentage de l'eau efficace de chaque mortier. On remarque que les différences entre les quantités d'eau perdues à chaque échéance sont de l'ordre de grandeur des erreurs sur les mesures d'étalement. Ainsi, l'erreur commise sur l'estimation de la quantité d'eau transférée suite à une différence de perte d'eau dans les mortiers est du même ordre de grandeur des erreurs sur l'estimation de l'eau piégée.

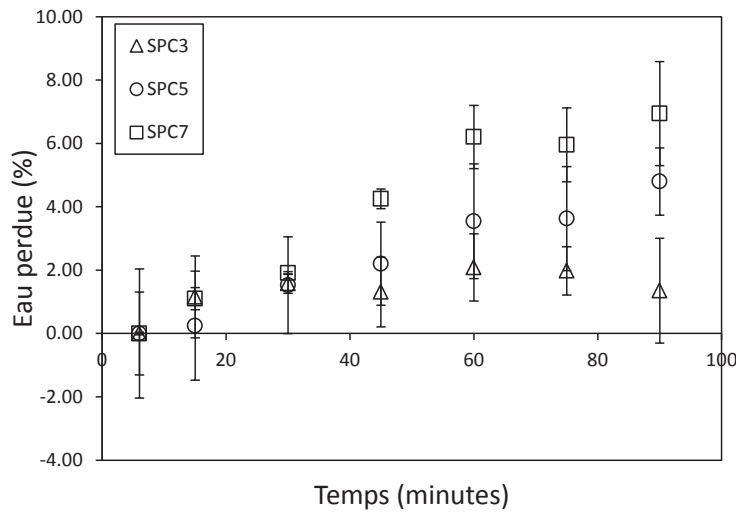


FIGURE 3.12. – Pertes d'eau totales au cours des expériences calculées sur la base de suivi d'étalement des mortiers de filler et sable saturé.

Afin d'évaluer la part de l'évaporation dans l'évolution de l'eau efficace, nous avons mesuré la perte d'eau par évaporation au cours du temps du mortier C7D. Nous avons choisi ce mortier car il contient l'eau efficace la plus élevée et parce que la pâte de ciment favorise la perte d'eau par évaporation à cause des réactions d'hydratation.

Une image par caméra infra-rouge du mortier préparé met en évidence un gradient de température entre le mortier et l'air ambiant (figure 3.13 (a)). Ce gradient induit une perte d'eau par évaporation au cours du temps. Le mortier préparé est laissé à l'air libre dans une salle à température non-contrôlée. La perte d'eau par évaporation est estimée à 0,6 % de l'eau efficace, soit 0,8 % de la masse de sèche de sable. Or, l'absorption du sable SPC7 est égale à $35,6 \pm 0,7$ % (figure 3.13 (b)). On en déduit que l'eau évaporée est négligeable devant l'absorption d'eau par les SPC.

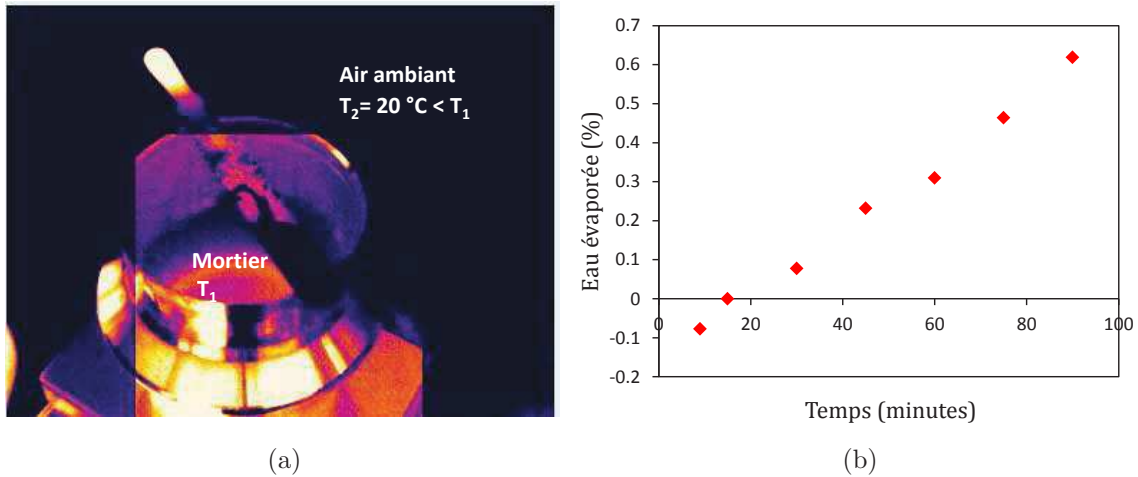


FIGURE 3.13. – (a) Image obtenue avec une caméra infrarouge du mortier C7D à l’intérieur du bol du malaxeur. (b) Évolution temporelle de la fraction d’eau évaporée du mortier C7D au cours de 90 minutes.

3.6. Conclusion du chapitre

Le transfert d’eau entre un sable de pâte de ciment (SPC) et une pâte de ciment ou de filler fraîche est étudié en se basant sur l’étude de maniabilité comme outil de mesure. Les conclusions suivantes peuvent être avancées :

- Un protocole expérimental original pour étudier le transfert d’eau entre des SPC initialement secs et une pâte de filler ou de ciment fraîche est mis au point. À squelette granulaire et conditions de malaxage ainsi que de vieillissement identique, l’étalement d’un mortier fabriqué avec un sable sec est comparé avec les étalements de mortiers fabriqués avec des sables saturés et différentes quantités d’eau efficace. Une relation empirique de forme exponentielle est mise en évidence entre le diamètre d’étalement et la quantité d’eau efficace pour les mortiers fabriqués avec des sables saturés. Cette relation est utilisée pour estimer la quantité d’eau efficace de mortiers contenant les sables initialement secs connaissant leurs étalements. La quantité d’eau transférée vers la porosité du sable est ensuite calculée connaissant l’eau totale.
- En appliquant cette méthode sur les sables modèles de pâte de ciment pure (SPC), on trouve que la quantité d’eau piégée par le sable de pâte de ciment atteint un maximum à 6 minutes puis se stabilise pendant la durée du test (90 minutes) quel que soit le rapport E/C du SPC et le type de la pâte (pâte de filler ou de ciment). Le degré de saturation des SPC, *i.e.* rapport entre la quantité d’eau piégée et l’absorption normalisée, augmente avec le rapport E/C du SPC et varie entre 49 % et 87 %. Cette augmentation

peut être expliquée par une augmentation de la perméabilité des SPC avec le rapport E/C facilitant la succion d'eau par le sable initialement sec et par une augmentation de la taille des pores du sable de pâte de ciment. La cinétique de transfert d'eau de la pâte vers la porosité interne du sable SPC5 est la même quelle que soit la nature de la pâte.

- Le protocole proposé est basé sur deux hypothèses. La première consiste à négliger le transfert d'eau entre les sables pré-saturés et la pâte de filler ou de ciment fraîche. Cette hypothèse est vérifiée en comparant l'étalement normalisé par l'étalement à 6 minutes des mortiers de sables saturés et sable naturel à composition identique. Les différences entre les étalements normalisés sont de l'ordre de grandeur des erreurs sur les mesures. Ce résultat nous permet de négliger le transfert d'eau entre le sable pré-saturé et la pâte environnante.
- Il est intéressant de noter que même pour le sable de pâte de ciment le plus poreux (SPC7 ayant un rapport E/C égal à 0,7) le sable reste non-saturé lorsqu'il est mélangé avec une pâte de filler (degré de saturation d'environ 87 %) à 90 minutes après le début du malaxage. Sachant que la pâte de ciment adhérente des GBR industriels a généralement un rapport E/C beaucoup plus faible (autour de 0,5), l'hypothèse faite dans l'industrie de formulation des bétons recyclés qui consiste à considérer que ces GBR seaturent en eau lorsqu'ils sont mélangés avec une pâte de ciment fraîche est loin de la réalité. Des degrés de saturation plus faibles de ces GBR sont attendus à cause de leur porosité plus fine et des réactions d'hydratation du ciment nouveau qui retardent les transferts d'eau de la pâte vers la porosité interne des GBR.

Modélisation du comportement rhéologique des mortiers de SPC et pâtes de filler ou de ciment

Dans ce chapitre, la relation entre le rapport eau efficace/solide (ciment ou filler) et rayon d'étalement des mortiers de SPC est étudiée par une approche théorique et expérimentale. Pour cela, le comportement rhéologique des mortiers de SPC est modélisé en considérant leurs seuils d'écoulement.

Contents

4.1. Introduction	99
4.2. Impact du rapport eau/solide sur le seuil d'écoulement des pâtes de filler et de ciment	100
4.2.1. Notions de rhéologie	102
4.2.2. Protocoles et mode de préparation	104
4.2.3. Résultats des mesures : pâtes de filler	106
4.2.4. Résultats des mesures : pâtes de ciment	109
4.3. Relation entre étalement et seuil d'écoulement d'un mortier : approche théorique	112
4.3.1. Étalement d'un fluide viscoplastique sur un plan horizontal : modèle théorique	112
4.3.2. Validation de la relation établie entre seuil d'écoulement et rayon d'étalement du modèle de Balmforth	132
4.4. Modélisation biphasique de la rhéologie des mortiers de SPC .	140
4.4.1. Travaux antérieurs sur matériaux biphasiques modèles	141

4.4.2. Modélisation de la rhéologie des mortiers par une approche bi-phasique : cas des mortiers de filler	147
4.4.3. Modélisation de la rhéologie des mortiers par une approche biphasique : cas des mortiers de ciment	152
4.4.4. Compacité d'un sable de pâte de ciment (SPC)	153
4.5. Conclusion	155

4.1. Introduction

L'étude expérimentale du transfert d'eau entre un sable de pâte de ciment (SPC) et une pâte de filler ou de ciment fraîche a nécessité l'exploitation de la corrélation entre l'eau efficace d'un mortier et sa fluidité mesurée par un essai d'étalement ([Schwartzentruber and Catherine, 2000](#)). Le protocole expérimental établi est basé sur l'hypothèse que l'étalement de nos mortiers préparés avec un SPC (sec ou saturé) dépend uniquement de la quantité d'eau efficace lorsque le squelette granulaire et les conditions de malaxage et de vieillissement restent inchangés. L'objectif de ce chapitre est d'analyser le fondement de cette hypothèse. Typiquement, nous allons nous intéresser, expérimentalement et par modélisation, à la relation entre rayon d'étalement d'un mortier et son rapport massique eau efficace/solide ($R = f(E_{eff}/S)$). Pour rappel, E_{eff} est la masse d'eau libre présente dans la pâte fraîche du mortier et qui contribue à sa fluidité. S est la masse du liant qui est soit du filler, de masse F , ou du ciment de masse C .

L'étude de la relation entre rayon d'étalement R et rapport E_{eff}/S sera réalisée par l'intermédiaire d'un paramètre physique intrinsèque caractérisant la rhéologie du matériau, appelé seuil d'écoulement. Il caractérise la capacité du matériau à résister au cisaillement qui lui est appliqué ([Coussot, 2012](#)). Pour mener cette étude, nous allons étudier la rhéologie des mortiers à deux échelles différentes. Dans un cas, ils seront considérés comme un milieu continu dont la rhéologie est représentée par un unique seuil d'écoulement (τ_c). Dans le deuxième, les mortiers seront traités dans le cadre des suspensions de particules (inclusions de SPC) dans un fluide à seuil (pâte de filler ou de ciment). Dans ce cas, on va distinguer le seuil d'écoulement du mortier τ_c du seuil d'écoulement de la pâte suspendante τ_0 .

Afin d'étudier la relation ($R = f(E_{eff}/S)$), nous adopterons la méthodologie suivante :

- Nous nous intéresserons d'abord à l'influence du rapport (E_{eff}/S) sur le seuil d'écoulement de la pâte de filler ou de ciment seule, sans inclusions de sable (τ_0). Ce seuil d'écoulement est accessible au rhéomètre. Les mesures rhéométriques permettront d'établir une relation empirique entre le seuil d'écoulement de la pâte et son rapport eau efficace/solide ($\tau_0 = f(E_{eff}/S)$).
- Deuxièmement, nous vérifierons l'existence d'une relation entre le seuil d'écoulement d'un mortier contenant des inclusions de SPC et son rayon d'étalement ($\tau_c = f(R)$) en se basant sur les études existantes de [Roussel and Coussot \(2005\)](#) et de [Balmforth et al. \(2006\)](#). Pour cela, l'étalement d'un fluide viscoplastique sous l'effet de son poids propre sur un plan horizontal sera étudié à partir des équations de Navier-Stokes. Sous l'hypothèse de faible épaisseur d'écoulement, les équations établies seront simplifiées pour aboutir à un modèle décrivant l'évolution de la surface libre du fluide au cours du temps. Comme la forme de

la surface libre à la fin de l'écoulement dépend du seuil d'écoulement, un calcul intégral du volume du fluide à partir de la forme de la surface libre doit permettre d'aboutir à une expression qui fait intervenir le volume du fluide, son rayon d'étalement et son seuil d'écoulement. En particulier, on s'intéressera à la relation entre le seuil d'écoulement (τ_c) et le rayon d'étalement (R) dans une large gamme de seuils d'écoulement. Le modèle établi, valable pour un fluide viscoplastique homogène, sera appliqué à nos pâtes de filler, pâtes de ciment et mortiers. La relation entre les différents paramètres du modèle (étalement, seuil d'écoulement et volume testé) sera étudiée afin d'explorer les limites du modèle.

- Troisièmement, nous vérifierons la relation entre le seuil d'écoulement d'un mortier (τ_c) et le rayon d'étalement (R) établie précédemment en exploitant le caractère biphasique des mortiers. Pour cela, les mortiers sont vus comme des suspensions de particules de SPC dans un fluide à seuil qui est la pâte de ciment ou de filler. Les travaux antérieurs sur les suspensions de particules dans un fluide à seuil seront utilisés (Chateau et al., 2008; Mahaut et al., 2008b; Hafid, 2012). En particulier, le modèle de Chateau-Ovarlez-Trung (COT) (Chateau et al., 2008), reliant le seuil d'écoulement d'une suspension (τ_c) au seuil d'écoulement du fluide suspendant (τ_0), à la fraction volumique de sable (ϕ) et aux caractéristiques du squelette granulaire du sable (compacité divergente ϕ_{div} et viscosité intrinsèque $[\mu]$), sera exploité.

Le modèle de COT fait intervenir la compacité divergente ϕ_{div} et la viscosité intrinsèque $[\mu]$ des inclusions. Ces deux paramètres, définis plus loin dans le manuscrit (section 4.4.1, page 142), seront déterminés en ajustant les seuils d'écoulement calculés par le modèle de COT aux seuils d'écoulement calculés à partir des diamètres d'étalement en utilisant les modèles de Roussel and Coussot (2005) et Balmforth et al. (2006), détaillés dans l'étape précédente. La pertinence des paramètres ajustés (ϕ_{div} , $[\mu]$) est étudiée en comparant les valeurs obtenues avec des mesures sur des sables similaires issues de la littérature (Krieger and Dougherty, 1959), (Hafid, 2012), (Douglas and Garboczi, 1995), (Zhou, 1995). Ceci nous permettrait, *in fine*, de relier le rayon d'étalement de nos mortiers de SPC recyclés à leurs quantités d'eau efficace par une combinaison des modèles de (Balmforth et al., 2006) et (Chateau et al., 2008) ($R = f(E_{eff}/S)$).

La figure 4.1 récapitule les 3 étapes de la démarche suivie.

4.2. Impact du rapport eau/solide sur le seuil d'écoulement des pâtes de filler et de ciment

Dans cette partie, nous étudions expérimentalement la relation entre le seuil d'écoulement d'une pâte de filler ou de ciment (τ_0), *i.e.* seuil de contrainte de cisaillement en dessous

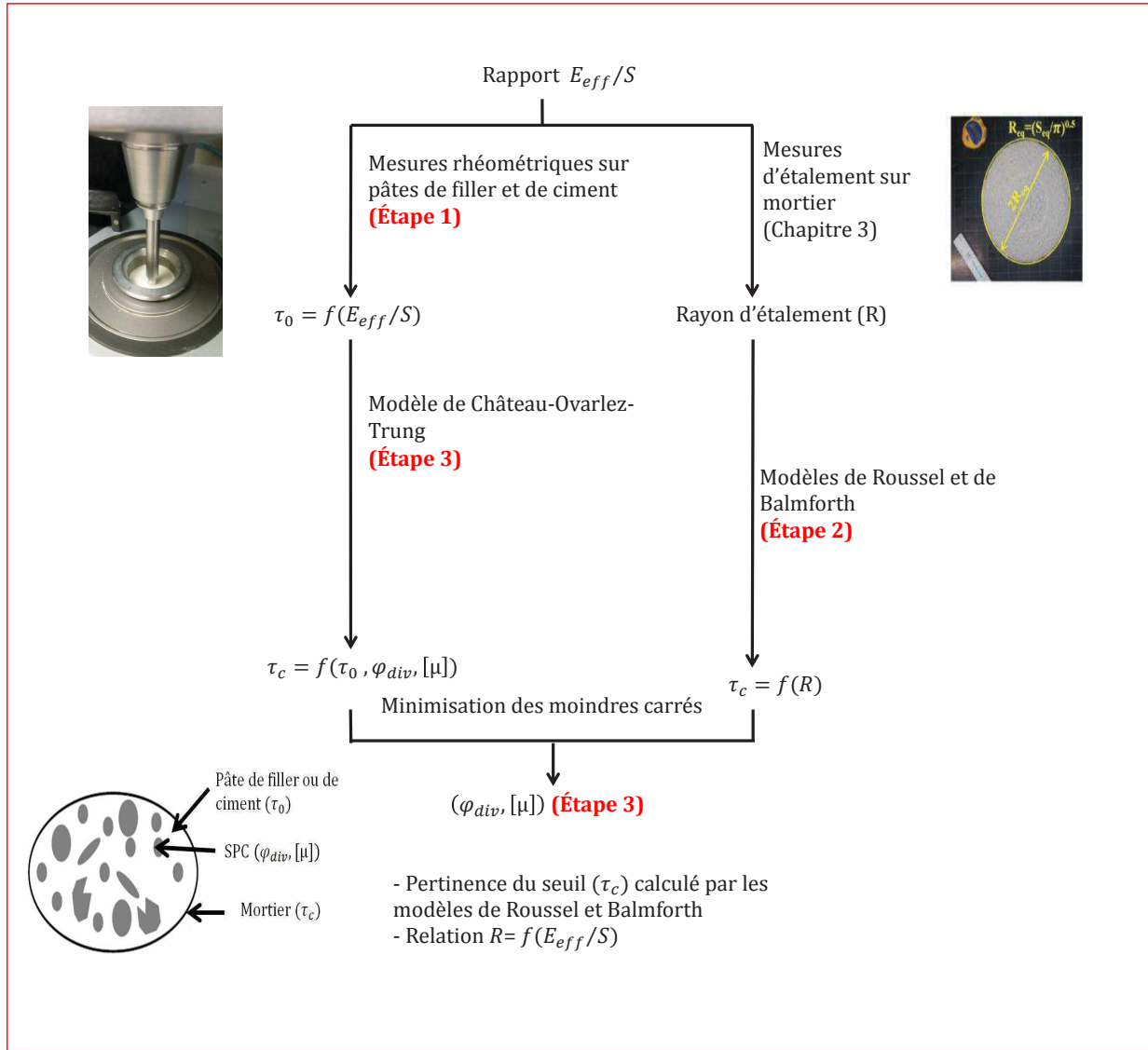


FIGURE 4.1. – Démarche adoptée pour relier le rayon d'étalement des mortiers de SPC et pâte de filler ou de ciment à leur rapport E_{eff}/S . Premièrement, la variation du seuil d'écoulement des pâtes de filler ou de ciment (τ_0) en fonction du rapport (E_{eff}/S) (étape 1) sera étudiée. Ensuite, la relation entre rayon d'étalement (R) et seuil d'écoulement des mortiers de SPC (τ_c) sera étudiée théoriquement et expérimentalement en se basant sur les modèles de Roussel and Coussot (2005) et Balmforth et al. (2006) (étape 2). Enfin, les seuils d'écoulement des mortiers (τ_c) seront calculés connaissant les seuils d'écoulement de la pâte interstitielle (τ_0) en utilisant le modèle de Chateau-Ovarlez-Trung (COT) (Chateau et al., 2008). Le modèle COT fait intervenir la viscosité intrinsèque ($[\mu]$) et la compacité divergente (ϕ_{div}) des inclusions de SPC, ces deux paramètres sont déterminés par minimisation des moindres carrés des seuils d'écoulement calculés par l'approche de Balmforth et al. (2006) et par l'approche biphasique de COT. Les paramètres d'ajustement ($[\mu]$, ϕ_{div}) sont comparés à ceux de la littérature afin de conclure sur la cohérence des modèles de Chateau et al. (2008) et de Balmforth et al. (2006) pour décrire la rhéologie de nos mortiers.

duquel le matériau ne s'écoule pas ou plus, et le rapport eau/solide. Toutes les mesures sont effectuées avec un rhéomètre de type Kinexus selon les protocoles décrits ci-après.

4.2.1. Notions de rhéologie

Avant de présenter les résultats expérimentaux des mesures rhéométriques sur les pâtes de filler et de ciment, nous allons rappeler quelques notions essentielles de rhéologie. La rhéologie consiste à étudier la relation entre les contraintes au sein d'un matériau et l'histoire des déformations qu'il subit. En effet, la majorité des pâtes utilisées dans le génie civil sont des fluides à seuil (Coussot, 2012). Au repos, ce type de fluides se comporte comme une structure solide que l'on ne peut briser qu'en appliquant une contrainte supérieure à une **contrainte seuil**. On parle ainsi de fluides à seuil. Lorsqu'on cesse d'appliquer la contrainte, le fluide se fige et garde la forme qui lui a été donnée. Certains fluides à seuil donnent l'impression de "se liquéfier" au delà de la contrainte seuil : il est possible de les maintenir en écoulement en appliquant une contrainte inférieure à celle qu'il a fallu appliquer pour initier l'écoulement. La structure de ces fluides, dits **thixotropes**, se reforme lorsque le fluide est laissé au repos. On distingue alors **seuil statique** qui est la contrainte au delà de laquelle l'écoulement commence et **seuil dynamique** qui est la contrainte en dessous de laquelle l'écoulement s'arrête (Roussel et al., 2012). Lorsque le seuil d'écoulement statique est égal au seuil d'écoulement dynamique, on parle de **fluide à seuil simple**.

Nous nous plaçons dans le cadre de la mécanique des milieux continus afin de décrire la réponse d'un fluide aux sollicitations qu'il subit. L'état de contraintes en tous points est défini par le tenseur de contraintes $\underline{\underline{\sigma}}$. Il se décompose en une partie sphérique isotrope, homogène à une pression, et une partie déviatorique qui tend à déformer le fluide selon la formule :

$$\underline{\underline{\sigma}} = -p\underline{\underline{I}} + \underline{\underline{\tau}}, \quad (4.1)$$

avec $p = \frac{1}{3}\text{tr}(\underline{\underline{\sigma}})$ la pression, $\underline{\underline{I}}$ l'identité et $\underline{\underline{\tau}}$ le tenseur déviateur de contraintes.

Une loi de comportement relie le déviateur des contraintes $\underline{\underline{\tau}}$ au tenseur des taux de déformations $\underline{\underline{D}}$ défini comme la partie symétrique du tenseur gradient du vecteur de vitesses $\underline{V}$ selon la formule :

$$\underline{\underline{D}} = \frac{1}{2}(\text{grad}(\underline{V}) + {}^t\text{grad}(\underline{V})). \quad (4.2)$$

Le comportement rhéologique des matériaux cimentaires est bien représenté par le modèle de Herschel-Bulkley (Ferraris and DeLarrard, 1998) (De Larrard et al., 1998). Ce modèle s'écrit :

$$\begin{cases} \tau > \tau_c, & \underline{\underline{\tau}} = (K\dot{\gamma}^{n-1} + \frac{\tau_c}{\dot{\gamma}})\underline{\underline{D}}, \\ \tau \leq \tau_c, & \underline{\underline{D}} = 0, \end{cases} \quad (4.3)$$

où τ_c , K , n sont les paramètres du modèle de Herschel-Bulkley. Ils représentent respectivement la contrainte seuil, la consistance et le coefficient de Herschel-Bulkley. $\dot{\gamma}$ et τ sont respectivement les seconds invariants du tenseur taux de cisaillement $\underline{\underline{D}}$ et du tenseur de contraintes de cisaillement ($\underline{\underline{\tau}}$). En cisaillement simple, le modèle de Herschel-Bulkley s'écrit :

$$\begin{cases} \tau > \tau_c, & \tau = \tau_c + K\dot{\gamma}^n \\ \tau \leq \tau_c, & \dot{\gamma} = 0 \end{cases} \quad (4.4)$$

La loi de comportement de ce modèle est décrite sur la figure 4.2 dans le cas d'un fluide rhéo-fluidifiant ($n < 1$) et d'un fluide rhéo-épaississant ($n > 1$). Pour $n = 1$, on parle de fluide de Bingham et pour $n = 1$ et $\tau_c = 0$, on retrouve la loi de comportement d'un fluide Newtonien.

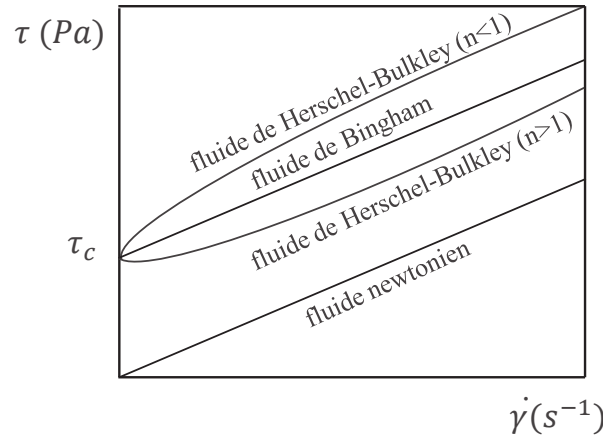


FIGURE 4.2. – Lois de comportement de fluides non-Newtoniens. Pour $\tau_c > 0$ et $n \neq 1$, on parle de fluide de Herschel-Bulkley. Le cas $n = 1$ correspond au modèle de Bingham. La loi de comportement d'un fluide Newtonien correspond au cas où $n = 1$ et $\tau_c = 0$.

4.2.2. Protocoles et mode de préparation

Dans cette partie, nous allons décrire les protocoles suivis afin de préparer et caractériser la rhéologie des pâtes de filler et de ciment de différents rapports eau efficace/solide (E_{eff}/S).

Description des instruments

Les mesures sont effectuées avec un Rhéomètre C-VOR de Bohlin dans une géométrie de Couette (figure 4.3 (a)). Les outils utilisés sont une cuve ($2R_2 = 37$ mm, $H = 66$ mm) et un cylindre ($2R_1 = 25$ mm) (figure 4.3 (b)). R_1 et R_2 sont respectivement la distance du centre à la paroi du cylindre intérieur et extérieur. Ces dimensions impliquent un entrefer égal à 6 mm qui est beaucoup plus large que la taille des particules de grains de filler ou ciment ($\simeq 10$ μ m). Les surfaces des parois cylindriques sont striées afin d'éviter le glissement du fluide contre les parois.

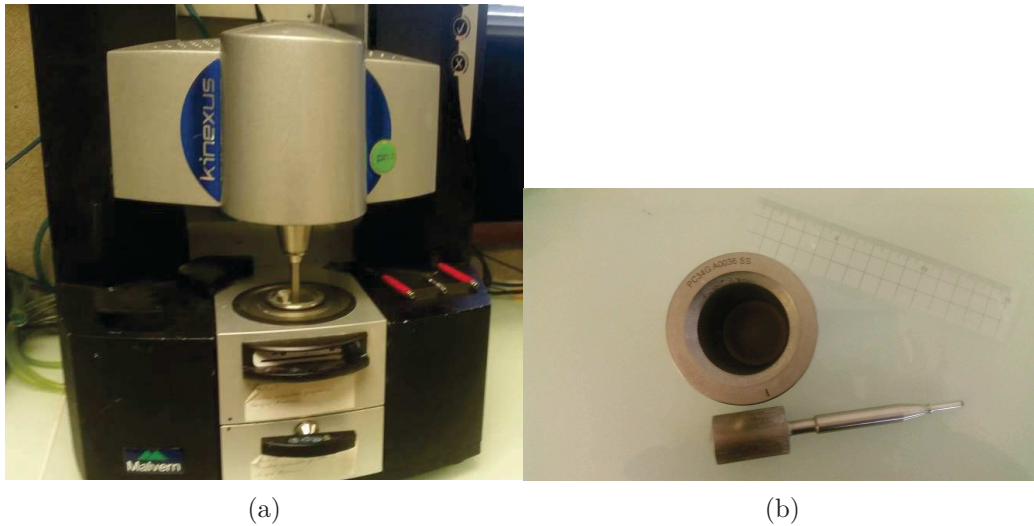


FIGURE 4.3. – (a) Image du Rhéomètre C-VOR de Bohlin. (b) Image de la géométrie de couette.

Préparation des mélanges

Les mélanges de pâtes de filler et de ciment sont malaxés pendant 4 minutes et 30 secondes. Les rapports massiques eau sur solide (E/S) sont fixés entre 0,35 et 0,6 pour une suspension de filler et entre 0,4 et 0,6 pour une suspension de ciment. Ceci induit une variation de la fraction volumique solide (ϕ_0) de la pâte comprise entre 0,38 et 0,51, et entre 0,35 et 0,48 pour les suspensions de filler et de ciment respectivement. La fraction volumique est calculée

selon la formule :

$$\phi_0 = \frac{V_S}{V_S + V_E} = \frac{\frac{1}{\rho_s}}{\frac{1}{\rho_s} + \frac{E/S}{\rho_e}}, \quad (4.5)$$

où V_S , V_E , ρ_s et ρ_e sont respectivement le volume de la phase solide, le volume d'eau, la masse volumique de la phase solide et la masse volumique de l'eau. La phase solide représente soit le filler de masse volumique (ρ_F) soit le ciment de masse volumique (ρ_C).

Un même protocole de malaxage est conservé pour chaque type de pâte afin d'assurer la même histoire de cisaillement aux mélanges de différents rapports eau/solide. Le malaxage dure 4 minutes et 30 secondes. L'eau est versée dans un récipient rempli de poudre de filler à partir de $t=0$, le malaxeur est lancé à l'instant de référence à une vitesse de 600 trs/min, le malaxage se poursuit pendant 2 minutes. Ensuite, le malaxeur est arrêté et le fond est raclé pour homogénéiser le mélange. À partir de 2 minutes 30 secondes, le malaxeur est relancé jusqu'à 4 minutes 30 secondes à une vitesse de 900 trs/min. Pendant la première série de préparations, le même protocole a été utilisé pour les pâtes de ciment. Or, ce protocole a donné des pâtes avec des agglomérats de grains de ciment. Les nouvelles pâtes de ciment ont été malaxées en continu avec l'eau pendant 4 minutes 30 secondes avec une vitesse de 900 trs/min. En outre, l'embout du malaxeur a été changé, celui utilisé pour les pâtes de ciment comporte 4 pics au lieu de 2 pour la pâte de filler. Les pâtes préparées avec ce nouveau protocole n'ont pas montré de signe d'agglomération. Le coulis est versé dans la cuve juste après sa préparation (à 6 minutes).

Protocole de mesure

Pour les pâtes de filler, une rampe logarithmique croissante pilotée en taux de cisaillement est appliquée ($0,01 - 100 \text{ s}^{-1}$) suivie d'une rampe décroissante ($100 - 0,01 \text{ s}^{-1}$) (figure 4.4 (a)). Afin d'améliorer la reproductibilité des mesures sur pâtes de ciment, ces mélanges sont pré-cisaillés pendant 1 minute (100 s^{-1}) puis laissés au repos pendant 1 minutes avant d'effectuer la mesure. Comme les pâtes de ciment sont thixotropes, l'application d'un pré-cisaillement permet de déstructurer complètement le matériau et d'assurer un état reproductible pour tous les mélanges au début de la séquence de montée. La séquence de taux de cisaillement appliquée aux pâtes de ciment est présentée sur la figure 4.4 (b). Le protocole choisi permet une excellente répétabilité de mesure de la contrainte de cisaillement pour un taux de cisaillement donné (autour de 3 %).

Dans l'hypothèse de faible entrefer ($R_2 - R_1 \ll R_1$), le programme implémenté dans le rhéomètre calcule le taux de cisaillement ($\dot{\gamma}$) à partir de la vitesse angulaire (Ω) et la

contrainte appliquée ($\tau(r)$) à partir du moment (M) selon les formules :

$$\tau(r) = \frac{M}{2\pi H r^2}, \quad (4.6)$$

et

$$\dot{\gamma} \approx \Gamma \frac{R_1}{R_2 - R_1}, \quad (4.7)$$

où M est le couple appliqué, H la hauteur du cylindre intérieur, Γ la vitesse angulaire et r la distance de l'axe des cylindres au point considéré pour le calcul de la contrainte.

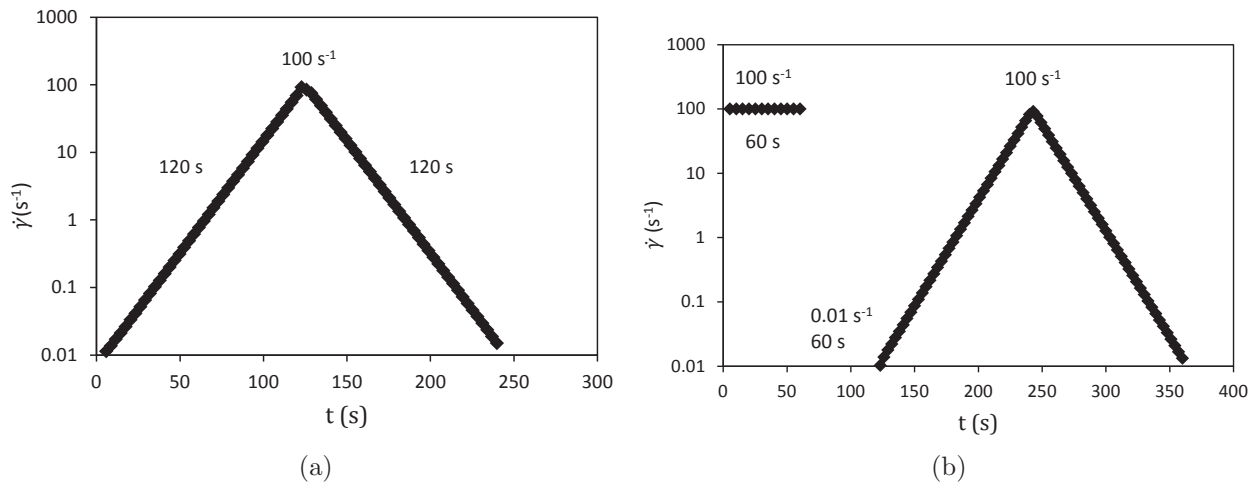


FIGURE 4.4. – Séquences de mesure utilisées pour les pâtes de filler (a) et pâtes de ciment (b).

4.2.3. Résultats des mesures : pâtes de filler

Description qualitative

La figure 4.5 présente l'allure typique de la courbe d'écoulement d'une suspension de pâte de filler. Cette variation présente plusieurs phases. Dans un premier temps, la contrainte augmente fortement avec le taux de cisaillement. Le matériau est dans le régime solide suite à la période de repos. Ensuite, une transition brutale apparaît au niveau de la contrainte statique. Cette transition est manifestée par un maximum local de contrainte qui marque le début de l'écoulement. La contrainte augmente ensuite avec le taux de cisaillement selon une loi de puissance. Lorsque le taux de cisaillement est abaissé, le matériau reste dans un premier temps dans le régime liquide, puis s'arrête à un certain niveau de contrainte appelé

seuil d'écoulement dynamique. La boucle d'hystérésis obtenue entre la courbe de montée et la courbe de descente est la signature du comportement des fluides thixotropes.

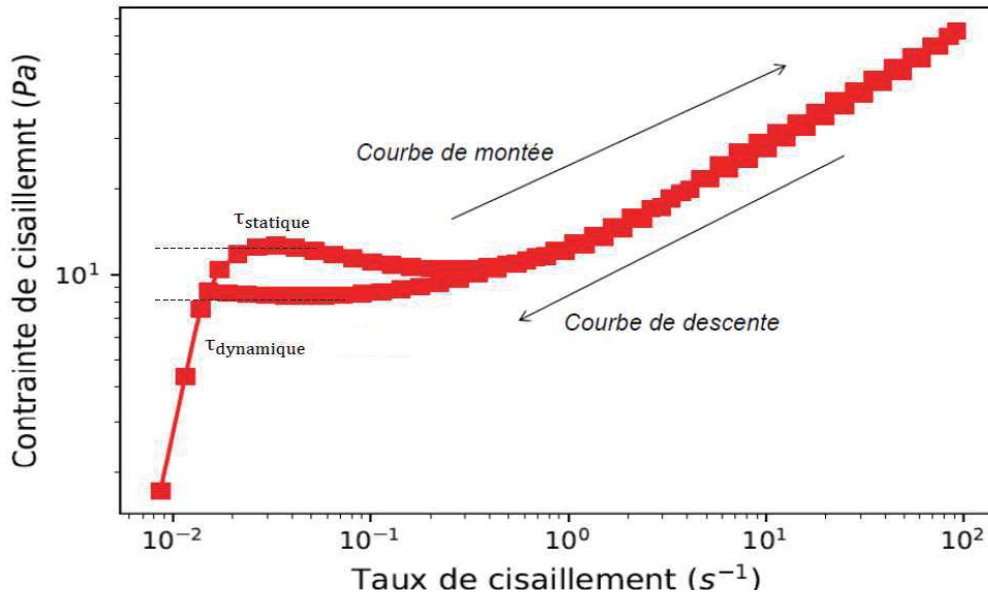


FIGURE 4.5. – Courbe d'écoulement d'une pâte de filler à $E/F = 0,4$ mesurée avec un mobile de type couette. Les flèches indiquent les rampes de taux de cisaillement croissante et décroissante. Les contraintes seuils statique et dynamique sont déterminés en ajustant les points expérimentaux au modèle de Herschel-Bulkley.

Effet de la concentration

Lorsque des particules de filler sont mises en suspension dans l'eau, un seuil d'écoulement apparaît à partir d'une certaine fraction volumique solide. Ensuite, le seuil du mélange augmente avec la quantité de filler ajoutée. Sur la figure 4.6 (a), on peut voir que le seuil d'écoulement augmente lorsque le rapport eau/filler diminue. Les paramètres du modèle de Herschel-Bulkley (τ_0, K, n) sont déterminés par ajustement d'une courbe de Herschel-Bulkley (équation (4.4)) sur la courbe de descente à l'aide de la méthode des moindres carrés :

$$\min \sum (\tau_{exp} - \tau_{num})^2 \quad \text{avec} \quad \tau_{num} = \tau_0 + K \dot{\gamma}^n. \quad (4.8)$$

Comme le modèle de Herschel-Bulkley représente de manière satisfaisante les points expérimentaux ($\dot{\gamma}, \tau$) sur l'intervalle complet ($0,01 - 100 \text{ s}^{-1}$) de taux de cisaillement de la courbe de descente, nous avons choisi cette gamme pour ajuster les paramètres de Herschel-Bulkley et déterminer le seuil de contraintes de cisaillement dynamique. Néanmoins, la courbe de montée ne peut pas être bien représentée par un modèle type Herschel-Bulkley à faible taux

de cisaillement (inférieurs à environ $0,1 \text{ s}^{-1}$). Ainsi, le seuil d'écoulement statique est repéré visuellement sur la courbe de montée comme expliqué sur la figure 4.5. La variation du seuil d'écoulement dynamique en fonction du rapport E/F est représentée sur la figure 4.6 (b). En insert de la figure 4.6 (b) est représentée la variation de seuil d'écoulement statique en fonction du seuil d'écoulement dynamique.

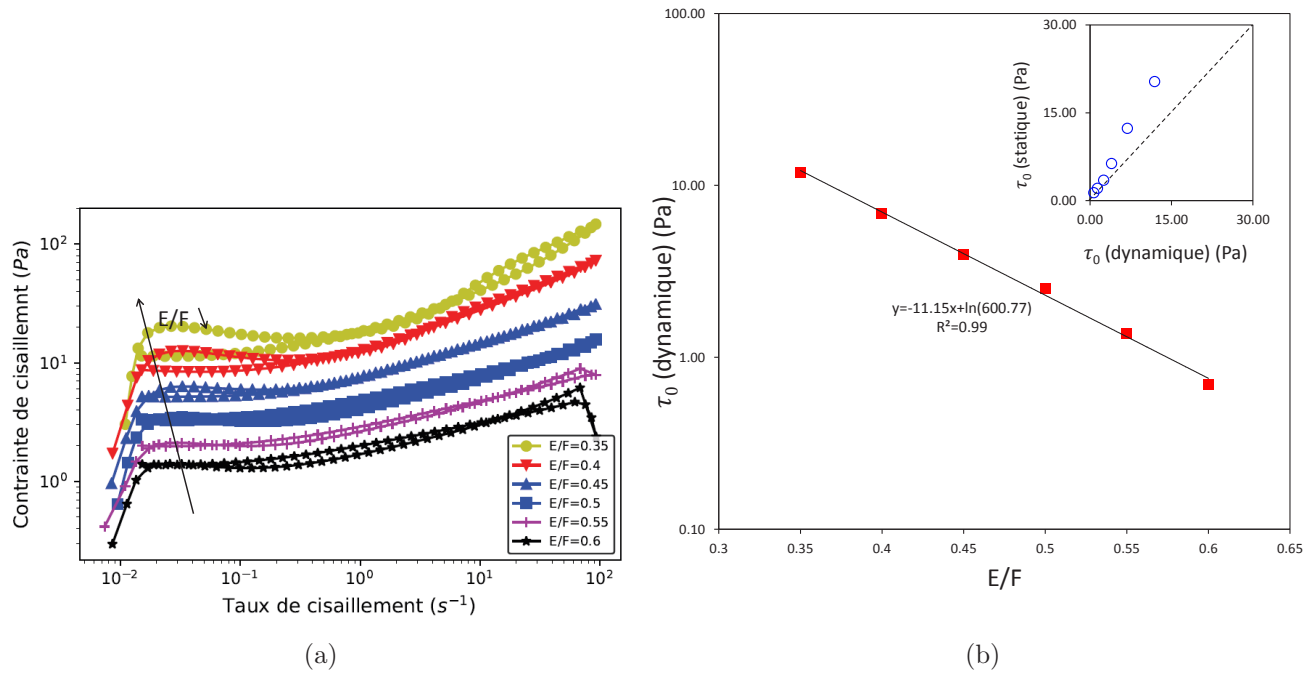


FIGURE 4.6. – (a) Courbes d'écoulement des pâtes de filler de différents rapport E/F . La contrainte nécessaire pour atteindre un taux de cisaillement donné augmente lorsque le rapport E/F diminue. (b) Variation du seuil d'écoulement dynamique en fonction du rapport E/F . En insert, variation du seuil d'écoulement statique en fonction du seuil d'écoulement dynamique.

Le seuil d'écoulement dynamique diminue clairement exponentiellement lorsque le rapport E/F augmente. Ceci peut être expliqué par le fait que l'augmentation de la fraction volumique solide diminue l'épaisseur moyenne de la pâte autour des grains. En effet, lorsque la fraction volumique augmente, les particules “se gênent” et il devient de plus en plus difficile d'occasionner un écoulement. Ainsi, il faut appliquer une contrainte plus grande pour atteindre une même déformation (Coussot, 2012). D'après les mesures expérimentales, la variation du seuil d'écoulement dynamique en fonction du rapport E/F s'écrit :

$$\tau_c = a \exp(-bE/F) \quad \text{avec} \quad a = 601 \text{ Pa}, \quad b = 11. \quad (4.9)$$

On voit que l'hystérésis entre la courbe de montée et la courbe de descente est faible et disparaît à partir d'un rapport eau/filler égal 0,45. L'écart entre le seuil statique et le seuil dynamique diminue lorsque le rapport eau/filler augmente (insert de la figure 4.6(b)). Cet écart devient inférieur à 1 Pa à partir d'un rapport E/F égal à 0,5 (tableau 4.1).

E/F	τ_0 (dynamique) (Pa)	τ_0 (statique) (Pa)
0,35	11,90	20,33
0,4	6,88	12,32
0,45	3,96	6,32
0,5	2,51	3,49
0,55	1,38	2,11
0,6	0,70	1,35

TABLE 4.1. – Seuils dynamiques et seuils statiques des pâtes de filler ayant différents rapports E/F .

4.2.4. Résultats des mesures : pâtes de ciment

Les suspensions de filler et de ciment sont différentes dans la mesure où le seuil d'écoulement d'une pâte de ciment augmente avec le temps de manière irréversible à cause des réactions d'hydratation. D'un point de vue chimique, au cours des premières minutes après le contact du ciment avec l'eau, les silicates et aluminates sont dissous et une première consolidation de la pâte a lieu suite à la formation d'hydrates sur la surface des grains. Ceci augmente le seuil d'écoulement d'une pâte de ciment. Néanmoins, [Jarny et al. \(2005\)](#) montrent moyennant des mesures à la vélocimétrie RMN qu'avant 30 minutes, la rhéologie d'une pâte de ciment est principalement régie par les phénomènes réversibles de floculation - dé-floculation (thixotropie). Sur des temps caractéristiques plus longs, l'hydratation de la pâte de ciment commence à l'emporter sur les phénomènes de thixotropie. Ainsi, à 6 minutes d'hydratation, une pâte de ciment présente qualitativement un comportement rhéologique similaire à celui d'une pâte de filler avec un seuil d'écoulement qui est peut être plus élevé à cause des réactions d'hydratation de la pâte de ciment et des forces interparticulaires entre les grains de ciment (type Van-Der-Waals, électrostatique, capillaires ...).

La figure 4.7 (a) présente les courbes d'écoulement des suspensions de pâte de ciment pour différents rapports E/C . Comme pour les pâtes de filler, le seuil d'écoulement augmente lorsque le rapport eau/ciment diminue. Pour déterminer le seuil d'écoulement dynamique, nous avons utilisé les points expérimentaux correspondants à un taux de cisaillement compris entre 1 s^{-1} et 100 s^{-1} sur la courbe de descente. Cet intervalle a été choisi afin de se placer

en régime permanent pour pouvoir décrire le comportement rhéologique avec un modèle type Herschel-Bulkley. En effet, pour une pâte de ciment, le régime permanent ne peut être atteint à faibles vitesses de cisaillement à cause des réactions d'hydratation. Pour des taux de cisaillement faibles, l'établissement des liaisons entre les particules suite aux réactions d'hydratation l'emporte sur la rupture des liaisons entre les particules cimentaires (Phan et al., 2006). Comme pour les pâtes de filler, le seuil d'écoulement statique est déterminé visuellement sur la courbe de montée. Celle-ci ne peut pas être ajustée par un modèle de Herschel-Bulkley aux faibles taux de déformation (inférieurs à 1 s^{-1}). On trouve que le seuil d'écoulement dynamique varie exponentiellement avec le rapport E/C (figure 4.7 (b)) :

$$\tau_c = a \exp(-bE/C) \quad \text{avec} \quad a = 233 \text{ Pa}, \quad b = 7. \quad (4.10)$$

La variation du seuil d'écoulement statique en fonction du seuil d'écoulement dynamique est représentée en insert de la figure 4.7 (b). Le tableau 4.2 récapitule les mesures de seuil statique et dynamique des pâtes de ciment à différents rapports E/C . On voit que le seuil statique est toujours supérieur au seuil dynamique. L'écart entre les deux seuils est plus important que pour les pâtes de filler et augmente lorsque le rapport E/C diminue.

Nos mesures rhéologiques sur pâte de ciment sont effectuées à 6 minutes. Comme le filler et le ciment ont des densités absolues différentes, $2,72 \text{ g/cm}^3$ pour le filler et $3,11 \text{ g/cm}^3$ pour le ciment, nous avons tracé les courbes de variation du seuil d'écoulement en fonction de la fraction volumique des pâtes afin de pouvoir comparer les résultats des mesures sur

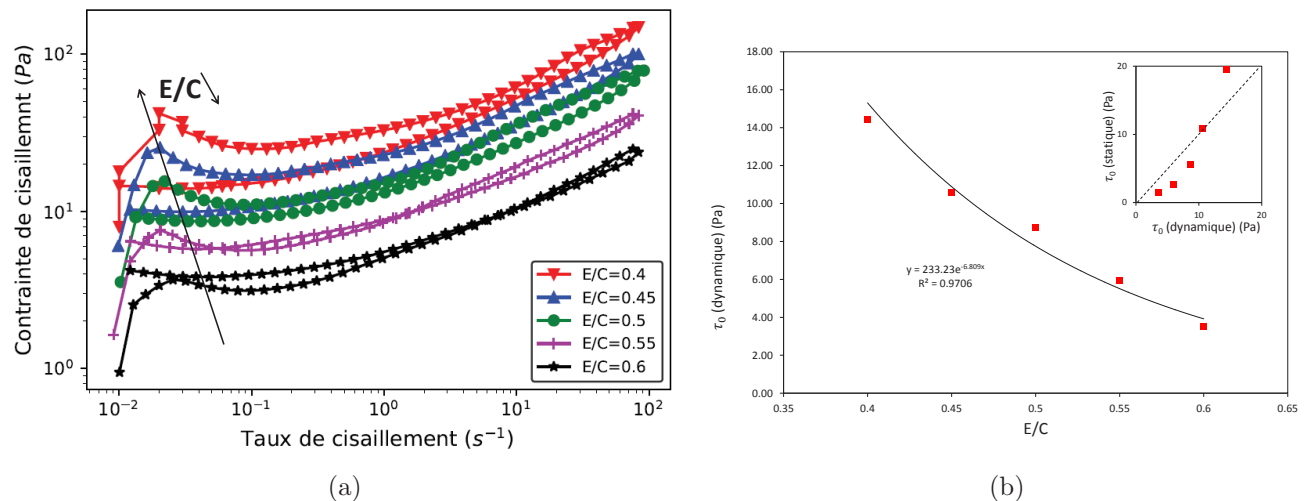


FIGURE 4.7. – (a) Courbes d'écoulement des pâtes de ciment de différents rapports E/C . (b) Variation du seuil d'écoulement dynamique en fonction du rapport E/C .

E/C	τ_0 (dynamique) (Pa)	τ_0 (statique) (Pa)
0,4	14,45	42,40
0,45	10,60	23,59
0,5	8,74	14,50
0,55	5,92	7,61
0,6	3,52	3,78

TABLE 4.2. – Seuils d’écoulement dynamiques et statiques des pâtes de ciment ayant différents rapports E/C . En insert, variation du seuil d’écoulement statique en fonction du seuil d’écoulement dynamique.

les deux pâtes. La figure 4.8 compare les seuils d’écoulement dynamiques en fonction de la fraction volumique solide des pâtes de filler et de ciment. Pour une même fraction volumique solide, le seuil d’écoulement de la pâte de ciment est plus élevé que celui de la pâte de filler. Ceci peut être expliqué par la formation d’hydrates aux points de contact entre les grains (Scrivener and Nonat, 2011) ou par des interactions interparticulaires favorisant une cohésion plus grande des pâtes de ciment. Les seuils d’écoulement de pâtes de ciment de la littérature (Fourmentin et al., 2016) sont présentés pour comparaison.

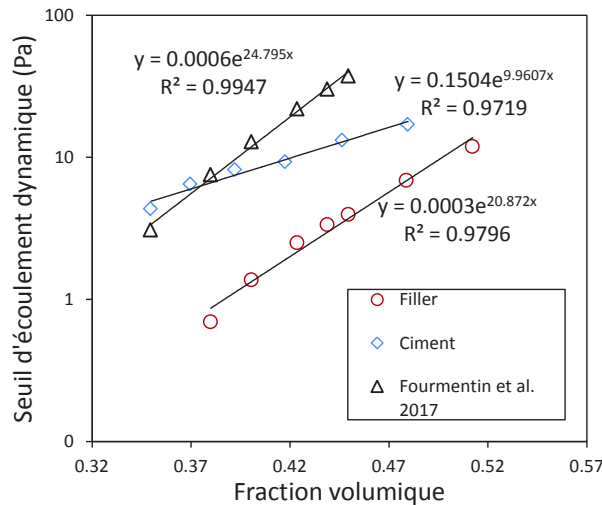


FIGURE 4.8. – Seuils d’écoulement de pâtes de filler et pâtes de ciment à 6 minutes en fonction de la concentration volumique. Les seuils d’écoulement des pâtes de ciment mesurés par Fourmentin et al. (2017) sur pâtes de ciment de rapport E/C compris entre 0,3 et 0,6 sont également présentés.

En conclusion, le seuil d’écoulement des pâtes de ciment et de filler diminue exponentiellement avec le rapport eau/solide, en accord avec les résultats de la littérature (Fourmentin et al., 2016; Nguyen et al., 2011). Pour une même fraction volumique, le seuil d’écoulement

d'une pâte de ciment est supérieur au seuil d'écoulement de la pâte de filler.

4.3. Relation entre étalement et seuil d'écoulement d'un mortier : approche théorique

Dans le chapitre 3, la rhéologie de nos mortiers a été suivie par des tests d'étalement à différentes échéances. Le suivi de l'étalement a permis, sous des conditions expérimentales contrôlées, de suivre l'évolution de la quantité d'eau efficace du mortier. Dans cette partie, nous examinons la relation entre les résultats d'un test d'étalement et une caractéristique physique intrinsèque de la rhéologie du mortier : sa contrainte seuil.

4.3.1. Étalement d'un fluide viscoplastique sur un plan horizontal : modèle théorique

Introduction

Cette partie a pour objectif spécifique de relier par une approche théorique l'étalement d'un fluide à seuil à sa contrainte seuil en suivant l'approche de [Balmforth et al. \(2000\)](#) et [Roussel and Coussot \(2005\)](#). Ainsi, la dynamique d'étalement d'un fluide viscoplastique sous l'effet de son poids propre et la forme finale de sa surface libre sont étudiées. Pour cela, nous présentons d'abord le système d'équations tri-dimensionnelles incompressibles de Navier-Stokes, écrites en coordonnées cylindriques. Nous décrivons les conditions aux limites appliquées au système précédent afin de modéliser l'écoulement à surface libre d'un fluide viscoplastique sous l'effet de son poids propre. La résolution de ce problème dans le cadre de la dynamique des fluides présente plusieurs complications : l'écoulement est tri-dimensionnel et le fluide présente un comportement non-newtonien. Ceci complexifie la résolution des équations de Navier-Stokes.

En guise de simplification, nous allons faire quelques hypothèses afin de pouvoir trouver une relation analytique entre la forme du fluide à l'état final et son seuil d'écoulement.

- Premièrement, nous considérons le **fluide incompressible et homogène** pendant son écoulement. Dans le cas des suspensions cimentaires comme les mortiers et les bétons, ceci implique que l'écoulement ne génère pas d'anisotropie ou de ségrégation de particules. Ce fluide s'écoule sur une plaque horizontale de sorte qu'aucune direction n'est privilégiée et on peut supposer une symétrie de révolution autour de l'axe vertical. Nous nous plaçons dans le cadre de la mécanique des milieux continus,

- Par ailleurs, nous supposons que le comportement rhéologique du fluide est bien décrit par une loi de type **Herschell-Bulkley**. En effet, il est connu que ce modèle représente bien le comportement rhéologique des suspensions cimentaires ([De Larrard et al., 1998](#); [Ferraris and DeLarrard, 1998](#)) ,
- Troisièmement, comme les mortiers préparés sont assez fluides, on se place en régime d'étalement pour lequel l'**approximation de lubrification** est valable. Celle-ci suppose que le rapport de l'épaisseur H du fluide à son rayon L est très inférieur à 1. Cette hypothèse permet une simplification notable du système d'équations de Navier-Stokes.
- Concernant les conditions aux limites, nous imposons une condition de non-glissement sur la paroi horizontale ([Roussel and Coussot, 2005](#)).
- On suppose également que les **effets d'inertie sont négligeables** et que le fluide s'écoule suffisamment lentement pour que sa forme finale dépende uniquement du seuil d'écoulement ([Roussel and Coussot, 2005](#)). En effet, une énergie cinétique élevée pourrait permettre au fluide de dépasser sa position d'arrêt théorique basée sur sa loi de comportement. Ceci revient à considérer qu'on travaille à faible nombre de Reynolds.
- Enfin, on suppose que le seuil d'écoulement du fluide est suffisamment élevé pour pouvoir **négliger les effets de tension superficielle** sur l'arrêt d'écoulement. Selon l'étude de [Roussel and Coussot \(2005\)](#), la contrainte seuil de cisaillement du fluide testé (τ_c) doit répondre à la condition :

$$\tau_c >> \frac{3(1 - \cos \theta)\gamma_{LG}}{R}, \quad (4.11)$$

où γ_{LG} est la tension interfaciale fluide/air, θ l'angle de contact entre le fluide et l'air et R le rayon d'étalement. En première approximation, on prend $\gamma_{LG} = 0.07$ Pa.m : valeur mesurée pour l'eau pure et $\theta = 81^\circ$ angle de contact entre l'eau et le plexyglass. Ainsi, la contrainte seuil de cisaillement du fluide testé doit être largement supérieure à 1,18 Pa, contrainte induite par les forces de tension superficielle. Cette contrainte est largement inférieure à celle mesurée sur des mortiers de diamètre d'étalement compris entre 20 et 30 cm.

Ainsi, dans un premier temps, les équations de conservation de la masse et de la quantité de mouvement, les conditions aux limites et la loi de comportement rhéologique du fluide sont établies. Ensuite, ces équations sont adimensionnées moyennant une longueur (L) et une hauteur (H) caractéristiques, selon l'approche proposée par [Balmforth et al. \(2006\)](#) afin d'utiliser l'approximation de lubrification. Une équation décrivant l'évolution temporelle de l'épaisseur locale du fluide est obtenue. Une description de la forme finale du fluide étalé en fonction de sa contrainte seuil est proposée. Enfin, des intégrations sur l'ensemble du volume permettent de relier le rayon d'étalement au volume du fluide et à sa contrainte seuil.

Formulation mathématique

On considère un fluide en écoulement libre à masse volumique constante régi par les équations de Navier-Stokes. L'écoulement est décrit dans le repère cylindrique (O, r, θ, z) (voir figure 4.9). Les composantes du vecteur de vitesse sont $(u(r, \theta, z, t), v(r, \theta, z, t), w(r, \theta, z, t))$ où u , v et w sont les dérivées par rapport au temps des coordonnées r , θ et z respectivement.

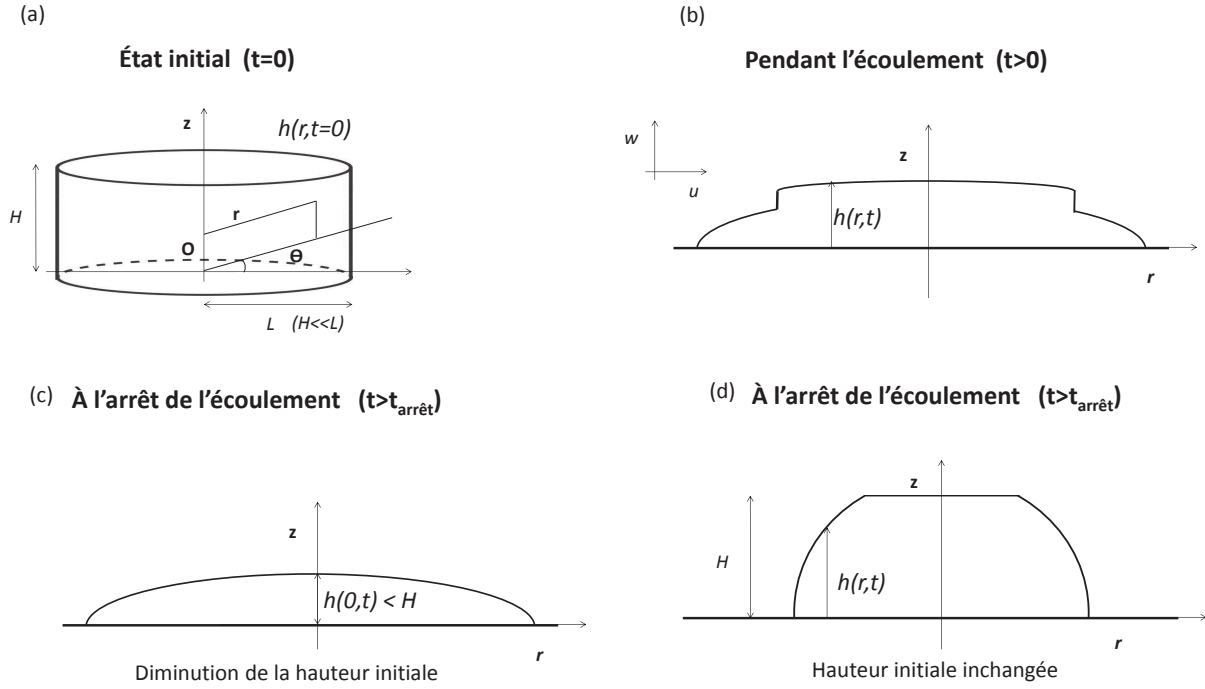


FIGURE 4.9. – Représentation schématique de la géométrie du fluide à $(t = 0)$ (a), pendant l'écoulement (b) et à l'arrêt ($t > t_{\text{arrêt}}$). À l'arrêt de l'écoulement, deux géométries du fluide sont attendues ((c) et (d)). Les coordonnées cylindriques (O, r, θ, z) sont représentées. H représente l'épaisseur initiale du fluide et L son rayon initial. La courbe $h(r, t)$ décrit la surface libre. u et w correspondent aux vitesses selon (O, r) et (O, z) respectivement.

On considère une couche de fluide incompressible, de densité homogène ρ et de pression $p(r, \theta, z, t)$, initialement confinée dans une géométrie cylindrique de rayon L et de hauteur H avec $H \ll L$. Le cylindre est posé sur un plan horizontal à $(z = 0)$. L'épaisseur locale du fluide varie seulement avec le rayon r considéré et le temps et est égale à $h(r, t)$. En effet, $h(r, t)$ décrit la forme de la surface libre. Initialement, le profil de la surface libre est décrit par l'équation (figure 4.9) :

$$h(r, t = 0) = \begin{cases} H, & r \leq L, \\ 0, & r > L. \end{cases} \quad (4.12)$$

i. Équations de Navier-Stokes

Compte tenu de la symétrie du problème par rapport à l'axe (O, z) , la vitesse selon θ et la dérivée de toutes les variables du problème par rapport à θ sont nulles. On peut écrire :

$$v = 0 \quad \text{et} \quad \frac{\partial}{\partial \theta} = 0. \quad (4.13)$$

Le fluide est incompressible. L'équation de conservation de la masse en coordonnées cylindriques s'écrit :

$$\frac{1}{r} \frac{\partial(ru)}{\partial r} + \frac{\partial w}{\partial z} = 0. \quad (4.14)$$

Comme précisé dans l'équation (4.1), le tenseur de contraintes $\underline{\underline{\sigma}}$ peut être décomposé en une composante de pression symétrique égale à $-p\underline{\underline{I}}$ et une composante déviatorique de contraintes de cisaillement égale à $\underline{\underline{\tau}}$. La projection de l'équation de conservation de la quantité de mouvement suivant les axes (O, r) et (O, z) s'écrit :

$$\rho \left(\frac{\partial u}{\partial t} + u \frac{\partial u}{\partial r} + \frac{v}{r} \frac{\partial u}{\partial \theta} - \frac{v^2}{r} + w \frac{\partial u}{\partial z} \right) = -\frac{\partial p}{\partial r} + \left(\frac{1}{r} \frac{\partial(r\tau_{rr})}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial(\tau_{r\theta})}{\partial \theta} - \frac{\tau_{\theta\theta}}{r} + \frac{\partial \tau_{rz}}{\partial z} \right), \quad (4.15)$$

$$\rho \left(\frac{\partial w}{\partial t} + u \frac{\partial w}{\partial r} + \frac{v}{r} \frac{\partial w}{\partial \theta} + w \frac{\partial w}{\partial z} \right) = -\frac{\partial p}{\partial z} + \left(\frac{1}{r} \frac{\partial(r\tau_{rz})}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial \tau_{\theta z}}{\partial \theta} + \frac{\partial \tau_{zz}}{\partial z} \right) - \rho g. \quad (4.16)$$

τ_{ij} est la contrainte de cisaillement appliquée selon la direction i sur la face de normale j , i et j appartiennent à $\{r, \theta, z\}$. En exploitant la symétrie par rapport à l'axe (O, z) , la combinaison des équations (4.13), (4.15), (4.16) donne la projection de l'équation de conservation de la quantité de mouvement sur les axes (O, r) et (O, z) respectivement :

$$\frac{\partial u}{\partial t} + u \frac{\partial u}{\partial r} + w \frac{\partial u}{\partial z} = -\frac{1}{\rho} \frac{\partial p}{\partial r} + \frac{1}{\rho} \left(\frac{\partial \tau_{rr}}{\partial r} + \frac{\partial \tau_{rz}}{\partial z} + \frac{1}{r} (\tau_{rr} - \tau_{\theta\theta}) \right), \quad (4.17)$$

$$\frac{\partial w}{\partial t} + u \frac{\partial w}{\partial r} + w \frac{\partial w}{\partial z} = -\frac{1}{\rho} \frac{\partial p}{\partial z} - g + \frac{1}{\rho} \left(\frac{\partial \tau_{rz}}{\partial r} + \frac{\partial \tau_{zz}}{\partial z} + \frac{\tau_{rz}}{r} \right). \quad (4.18)$$

Le tenseur de contraintes $\underline{\underline{\sigma}}$ s'écrit :

$$\underline{\underline{\sigma}} = -p\underline{\underline{I}} + \underline{\underline{\tau}} = \begin{bmatrix} \tau_{rr} - p & \tau_{r\theta} & \tau_{rz} \\ \tau_{r\theta} & \tau_{\theta\theta} - p & \tau_{\theta z} \\ \tau_{rz} & \tau_{\theta z} & \tau_{zz} - p \end{bmatrix}. \quad (4.19)$$

Loi de comportement

Comme précisé dans l'introduction, on considère que la loi de comportement du fluide suit un modèle de Herschel-Bulkley. L'écriture tensorielle du modèle est :

$$\begin{cases} \tau > \tau_c, & \underline{\underline{\tau}} = (K\dot{\gamma}^{n-1} + \frac{\tau_c}{\dot{\gamma}})\underline{\underline{D}}, \\ \tau \leq \tau_c, & \underline{\underline{D}} = 0, \end{cases} \quad (4.20)$$

τ_c , K et n sont les paramètres du modèle de Herschel-Bulkley. Il s'agit respectivement de la contrainte seuil de cisaillement, la consistance et le coefficient de Herschel-Bulkley. $\dot{\gamma}$ et τ sont respectivement le second invariant du tenseur de taux de cisaillement ($\underline{\underline{D}}$) et du tenseur de contraintes ($\underline{\underline{\tau}}$). En utilisant la convention de sommation d'Einstein, $\dot{\gamma}$ et τ s'écrivent :

$$\dot{\gamma} = \sqrt{\frac{1}{2}\dot{\gamma}_{ij}\dot{\gamma}_{ij}} \quad ; \quad \tau = \sqrt{\frac{1}{2}\tau_{ij}\tau_{ij}} \quad (4.21)$$

Le tenseur de taux de cisaillement ($\underline{\underline{D}}$) est défini comme la partie symétrique du tenseur de gradient de vitesse :

$$\underline{\underline{D}} = grad \begin{bmatrix} u \\ 0 \\ w \end{bmatrix} + {}^t grad \begin{bmatrix} u \\ 0 \\ w \end{bmatrix}. \quad (4.22)$$

En calculant le gradient de la vitesse en coordonnées cylindriques, on obtient la forme du tenseur de taux de cisaillement :

$$\underline{\underline{D}} = \begin{bmatrix} 2\frac{\partial u}{\partial r} & 0 & \frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial r} \\ 0 & 2\frac{u}{r} & 0 \\ \frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial r} & 0 & 2\frac{\partial w}{\partial z} \end{bmatrix}. \quad (4.23)$$

Enfin, pour l'écriture tensorielle complète de la loi de comportement, il ne reste qu'à remplacer dans le système (4.20) $\underline{\underline{\tau}}$ et $\underline{\underline{D}}$ par leurs expressions matricielles dans (4.19) et (4.23).

On obtient :

$$\left\{ \begin{array}{l} \tau > \tau_c, \\ \tau \leq \tau_c, \end{array} \right. \quad \begin{bmatrix} \tau_{rr} & 0 & \tau_{rz} \\ 0 & \tau_{\theta\theta} & 0 \\ \tau_{rz} & 0 & \tau_{zz} \end{bmatrix} = (K\dot{\gamma}^{n-1} + \frac{\tau_c}{\dot{\gamma}}) \begin{bmatrix} 2\frac{\partial u}{\partial r} & 0 & \frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial r} \\ 0 & 2\frac{u}{r} & 0 \\ \frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial r} & 0 & 2\frac{\partial w}{\partial z} \end{bmatrix}, \quad (4.24)$$

$$u = w = 0.$$

ii. Conditions aux limites

La définition des conditions aux limites est nécessaire pour pouvoir résoudre les équations de Navier-Stokes. Pour modéliser l'étalement d'un fluide viscoplastique sous l'effet de son poids propre uniquement, on impose une condition de contraintes nulles sur la surface libre à $z(t) = h(r, t)$ et une condition de non-glissement sur la surface horizontale ($z = 0$). La condition de surface libre implique que la projection du tenseur de contraintes sur le vecteur normal à la surface libre ($\underline{n}$) est nulle. Soit :

$$\underline{\underline{\sigma}} \cdot \underline{n} = \underline{0}. \quad (4.25)$$

$\underline{0}$ correspond au vecteur nul. Le vecteur normal à la surface libre $\underline{n}$ s'écrit :

$$\underline{n} = \begin{bmatrix} -\frac{\partial h}{\partial r} \\ 0 \\ 1 \end{bmatrix} \quad (4.26)$$

En remplaçant $\underline{\underline{\sigma}}$ et $\underline{n}$ par leurs expressions dans les équations (4.19) et (4.26), on obtient :

$$\begin{bmatrix} \tau_{rr} - p & 0 & \tau_{rz} \\ 0 & \tau_{\theta\theta} - p & 0 \\ \tau_{rz} & 0 & \tau_{zz} - p \end{bmatrix} \begin{bmatrix} -\frac{\partial h}{\partial r} \\ 0 \\ 1 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix}. \quad (4.27)$$

Donc :

$$\begin{cases} \tau_{rz} + p \frac{\partial h}{\partial r} = \frac{\partial h}{\partial r} \tau_{rr}, \\ p = \tau_{zz} - \frac{\partial h}{\partial r} \tau_{rz}. \end{cases} \quad (4.28)$$

Toujours au niveau de la surface libre, à $z(t) = h(r, t)$, la vitesse selon l'axe (O, z) peut être

décrite par une équation de transport :

$$w(r, z = h, t) = \frac{dh}{dt} = \frac{\partial h}{\partial r} u + \frac{\partial h}{\partial t} . \quad (4.29)$$

La condition de non glissement sur la surface de contact avec le plan horizontal ($z = 0$) s'écrit :

$$u(r, z = 0, t) = 0 . \quad (4.30)$$

Enfin, l'hypothèse d'effets d'inertie négligeables revient à écrire que la vitesse selon l'axe (O, z) est nulle à $t = 0$. Pratiquement, ceci revient à modéliser le fait que le moule contenant le fluide à l'état initial est soulevé lentement. Cette condition s'écrit :

$$w(r, z, t = 0) = 0 . \quad (4.31)$$

iii. Problème adimensionné

Les équations précédentes sont adimensionnées par une hauteur caractéristique prise selon l'axe (O, z) et une longueur caractéristique prise selon l'axe (O, r) . On prendra comme hauteur caractéristique l'épaisseur initiale du fluide H selon l'axe (O, z) et comme longueur caractéristique le rayon initial du cylindre L selon l'axe (O, r) . On définit le rapport d'aspect :

$$\epsilon = \frac{H}{L} . \quad (4.32)$$

Ce rapport est un paramètre clé du problème ($\epsilon \ll 1$) et permettra la simplification des équations établies. Dans la suite, la notation tilde désigne les variables du problème adimensionnel. Celles-ci s'écrivent :

$$\begin{aligned} r = L\tilde{r} \quad ; \quad z = H\tilde{z} \quad ; \quad u = V\tilde{u} \quad ; \quad w = \frac{VH}{L}\tilde{w} \quad ; \quad t = \frac{L}{V}\tilde{t} \quad ; \\ h = H\tilde{h} \quad ; \quad p = \rho g H \tilde{p} \quad ; \quad \tau_{ij} = \eta \frac{V}{H} \tilde{\tau}_{ij} \quad ; \quad \dot{\gamma} = \frac{V}{H} \tilde{\gamma} \quad , \{i, j\} \in \{r, \theta, z\} , \end{aligned} \quad (4.33)$$

avec η la viscosité plastique définie par :

$$\eta = \frac{KV^{n-1}}{H^{n-1}} . \quad (4.34)$$

V , la vitesse caractéristique qui s'écrit :

$$V = \frac{\rho g H^3}{\eta L}. \quad (4.35)$$

Initialement, à ($\tilde{t} = 0$), l'expression de la surface libre (4.12) s'écrit, après adimensionnement :

$$\tilde{h}(\tilde{r}, \tilde{t} = 0) = \begin{cases} 1, & \tilde{r} \leq 1 \\ 0, & \tilde{r} > 1 \end{cases}. \quad (4.36)$$

L'équation de conservation de la masse (4.14) en variables adimensionnelles s'écrit :

$$\frac{1}{L\tilde{r}} \frac{\partial(L\tilde{r}V\tilde{u})}{\partial(L\tilde{r})} + \frac{\partial(\frac{VH}{L}\tilde{w})}{\partial(H\tilde{z})} = 0. \quad (4.37)$$

Donc :

$$\frac{1}{\tilde{r}} \frac{\partial(\tilde{r}\tilde{u})}{\partial\tilde{r}} + \frac{\partial\tilde{w}}{\partial\tilde{z}} = 0. \quad (4.38)$$

De même, les équations de conservation de la quantité de mouvement (4.17) et (4.18) en variables adimensionnelles s'écrivent :

$$Re\epsilon^2 \left(\frac{\partial\tilde{u}}{\partial\tilde{t}} + \tilde{u} \frac{\partial\tilde{u}}{\partial\tilde{r}} + \tilde{w} \frac{\partial\tilde{u}}{\partial\tilde{z}} \right) = -\frac{\partial\tilde{p}}{\partial\tilde{r}} + \epsilon \frac{\partial\tilde{\tau}_{rr}}{\partial\tilde{r}} + \frac{\partial\tilde{\tau}_{rz}}{\partial\tilde{z}} + \frac{\epsilon}{\tilde{r}} (\tilde{\tau}_{rr} - \tilde{\tau}_{\theta\theta}), \quad (4.39)$$

$$Re\epsilon^4 \left(\frac{\partial\tilde{w}}{\partial\tilde{t}} + \tilde{u} \frac{\partial\tilde{w}}{\partial\tilde{r}} + \tilde{w} \frac{\partial\tilde{w}}{\partial\tilde{z}} \right) = -\frac{\partial\tilde{p}}{\partial\tilde{z}} - 1 + \epsilon^2 \frac{\partial\widetilde{\tau_{rz}}}{\partial\tilde{r}} + \epsilon \frac{\partial\widetilde{\tau_{zz}}}{\partial\tilde{z}} + \frac{\epsilon^2}{\tilde{r}} \widetilde{\tau_{rz}}. \quad (4.40)$$

où Re est le nombre de Reynolds. Ce nombre est sans dimension et représente le rapport entre les forces d'inertie et les forces visqueuses. Ce nombre s'écrit :

$$Re = \frac{\rho V L}{\eta} \quad (4.41)$$

En remplaçant V par son expression dans l'équation (4.35) et η par son expression (4.34) :

$$Re = \frac{V^2}{gH} \left(\frac{H^2}{L^2} \right)^{-1} = \frac{\rho^2 g H^3}{\eta^2}, \quad (4.42)$$

Le système d'équations (4.28) décrivant la condition de surface libre ($\underline{\underline{\sigma}} \cdot \underline{n} = \underline{0}$) à $z = h(r, t)$

en variables adimensionnelles s'écrit :

$$\begin{cases} \widetilde{\tau_{rz}}(\tilde{r}, \tilde{z} = \tilde{h}, \tilde{t}) + \tilde{p} \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} = \epsilon \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} \widetilde{\tau_{rr}}(\tilde{r}, \tilde{z} = \tilde{h}, \tilde{t}) \\ \tilde{p} = \epsilon (\widetilde{\tau_{zz}}(\tilde{r}, \tilde{z} = \tilde{h}, \tilde{t}) - \epsilon \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} \widetilde{\tau_{rz}}(\tilde{r}, \tilde{z} = \tilde{h}, \tilde{t})) \end{cases} . \quad (4.43)$$

La vitesse adimensionnelle selon l'axe (O, z) au niveau de la surface libre $(\tilde{z}(\tilde{t}) = \tilde{h}(\tilde{r}, \tilde{t}))$, issue de l'équation (4.29), s'écrit :

$$\tilde{w}(\tilde{r}, \tilde{z} = \tilde{h}, \tilde{t}) = \frac{d\tilde{h}}{d\tilde{t}} = \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} \tilde{u} + \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{t}} . \quad (4.44)$$

En variables adimensionnelles, la condition de non-glissement sur la surface de la paroi horizontale $(\tilde{z} = 0)$ (équation (4.30)) s'écrit :

$$\tilde{u}(\tilde{r}, \tilde{z} = 0, \tilde{t}) = 0 . \quad (4.45)$$

Enfin, la condition d'effets d'inertie négligeables (équation (4.31)) en variables adimensionnelles s'écrit :

$$\tilde{w}(\tilde{r}, \tilde{z}, \tilde{t} = 0) = 0 . \quad (4.46)$$

Loi de comportement

Lorsque le second invariant du tenseur de contrainte de cisaillement excède le seuil de cisaillement $(\tau > \tau_c)$, le tenseur de taux de cisaillement (4.23) s'écrit, après adimensionnement :

$$\underline{\underline{\tilde{D}}} = \begin{bmatrix} 2\epsilon \frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{r}} & 0 & \frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{z}} + \epsilon^2 \frac{\partial \tilde{w}}{\partial \tilde{r}} \\ 0 & \frac{2\epsilon \tilde{u}}{\tilde{r}} & 0 \\ \frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{z}} + \epsilon^2 \frac{\partial \tilde{w}}{\partial \tilde{r}} & 0 & 2\epsilon \frac{\partial \tilde{w}}{\partial \tilde{z}} \end{bmatrix} . \quad (4.47)$$

En utilisant la formule du second invariant d'un tenseur fournie dans l'équation (4.21), on calcule le taux de cisaillement adimensionné $\tilde{\gamma}$, second invariant du tenseur taux de

cisaillement $\underline{\underline{D}}$:

$$\begin{aligned} \tilde{\gamma} &= \sqrt{\frac{1}{2}\tilde{\gamma}_{ij}\tilde{\gamma}_{ij}} = \sqrt{\tilde{\gamma}_{rz}^2 + \frac{1}{2}(\tilde{\gamma}_{rr}^2 + \tilde{\gamma}_{\theta\theta}^2 + \tilde{\gamma}_{zz}^2)} = \\ &= \sqrt{\left(\frac{\partial\tilde{u}}{\partial\tilde{z}} + \epsilon^2\frac{\partial\tilde{w}}{\partial\tilde{r}}\right)^2 + \frac{1}{2}\left(4\epsilon^2\left(\frac{\partial\tilde{u}}{\partial\tilde{r}}\right)^2 + 4\epsilon^2\frac{\tilde{u}^2}{\tilde{r}^2} + 4\epsilon^2\left(\frac{\partial\tilde{w}}{\partial\tilde{z}}\right)^2\right)}. \end{aligned} \quad (4.48)$$

La composante τ_{rr} du tenseur de contraintes de cisaillement $\underline{\underline{\tau}}$ en variables physiques s'écrit (Équation (4.24)) :

$$\tau_{rr} = (K\dot{\gamma}^{n-1} + \frac{\tau_c}{\dot{\gamma}})2\frac{\partial u}{\partial r}. \quad (4.49)$$

Soit, après adimensionnement :

$$\widetilde{\tau_{rr}}\eta\frac{V}{H} = (K(\frac{V}{H})^{n-1}\tilde{\gamma}^{n-1} + \frac{\tau_c}{V}\frac{\tilde{\gamma}}{H})\tilde{\gamma}_{rr}\frac{V}{L}. \quad (4.50)$$

Nous introduisons le paramètre adimensionnel, B , appelé nombre de Bingham :

$$B = \frac{\tau_c H}{\eta V} = \frac{\tau_c L}{\rho g H^2}. \quad (4.51)$$

B est une mesure du seuil de cisaillement relatif au gradient de pression exercé sur l'épaisseur du fluide. En introduisant l'expression (4.51) du nombre de Bingham, dans l'équation (4.50) et en utilisant l'équation (4.34), on obtient l'expression adimensionnelle de la composante $\widetilde{\tau_{rr}}$ du tenseur de contraintes de cisaillement :

$$\widetilde{\tau_{rr}} = (\tilde{\gamma}^{n-1} + \frac{B}{\tilde{\gamma}})2\epsilon\frac{\partial\tilde{u}}{\partial\tilde{r}}. \quad (4.52)$$

De la même façon, on adimensionne les autres composantes du tenseur de contraintes de cisaillement ($\underline{\underline{\tau}}$). Ce tenseur adimensionné ($\underline{\underline{\tilde{\tau}}}$) s'écrit :

$$\underline{\underline{\tilde{\tau}}} = \begin{bmatrix} 2\epsilon\frac{\partial\tilde{u}}{\partial\tilde{r}}(\tilde{\gamma}^{n-1} + \frac{B}{\tilde{\gamma}}) & 0 & (\frac{\partial\tilde{u}}{\partial\tilde{z}} + \epsilon^2\frac{\partial\tilde{w}}{\partial\tilde{r}})(\tilde{\gamma}^{n-1} + \frac{B}{\tilde{\gamma}}) \\ 0 & 2\epsilon(\tilde{\gamma}^{n-1} + \frac{B}{\tilde{\gamma}})\frac{\tilde{u}}{\tilde{r}} & 0 \\ (\frac{\partial\tilde{u}}{\partial\tilde{z}} + \epsilon^2\frac{\partial\tilde{w}}{\partial\tilde{r}})(\tilde{\gamma}^{n-1} + \frac{B}{\tilde{\gamma}}) & 0 & 2\epsilon(\tilde{\gamma}^{n-1} + \frac{B}{\tilde{\gamma}})\frac{\partial\tilde{w}}{\partial\tilde{z}} \end{bmatrix}. \quad (4.53)$$

Le second invariant du tenseur de contraintes de cisaillement ($\tilde{\tau}$) s'écrit en fonction des termes du tenseur déviatorique (4.53) :

$$\tilde{\tau} = \sqrt{\frac{1}{2}\widetilde{\tau_{ij}\tau_{ij}}} = \sqrt{\widetilde{\tau_{rz}^2} + \frac{1}{2}(\widetilde{\tau_{rr}^2} + \widetilde{\tau_{\theta\theta}^2} + \widetilde{\tau_{zz}^2})} \quad (4.54)$$

iv. Analyse asymptotique

Le système d'équations suivant récapitule les équations de la masse et de la quantité de mouvement en variables adimensionnelles, soit les équations (4.38) (4.39) (4.40) :

$$\begin{cases} \frac{1}{\tilde{r}} \frac{\partial(\tilde{r}\tilde{u})}{\partial\tilde{r}} + \frac{\partial\tilde{w}}{\partial\tilde{z}} = 0, \end{cases} \quad (4.55)$$

$$\begin{cases} Re\epsilon^2 \left(\frac{\partial\tilde{u}}{\partial\tilde{t}} + \tilde{u} \frac{\partial\tilde{u}}{\partial\tilde{r}} + \tilde{w} \frac{\partial\tilde{u}}{\partial\tilde{z}} \right) = -\frac{\partial\tilde{p}}{\partial\tilde{r}} + \epsilon \frac{\partial\widetilde{\tau_{rr}}}{\partial\tilde{r}} + \frac{\partial\widetilde{\tau_{rz}}}{\partial\tilde{z}} + \frac{\epsilon}{\tilde{r}} (\widetilde{\tau_{rr}} - \widetilde{\tau_{\theta\theta}}), \end{cases} \quad (4.56)$$

$$\begin{cases} Re\epsilon^4 \left(\frac{\partial\tilde{w}}{\partial\tilde{t}} + \tilde{u} \frac{\partial\tilde{w}}{\partial\tilde{r}} + \tilde{w} \frac{\partial\tilde{w}}{\partial\tilde{z}} \right) = -\frac{\partial\tilde{p}}{\partial\tilde{z}} - 1 + \epsilon^2 \frac{\partial\widetilde{\tau_{rz}}}{\partial\tilde{r}} + \epsilon \frac{\partial\widetilde{\tau_{zz}}}{\partial\tilde{z}} + \frac{\epsilon^2}{\tilde{r}} \widetilde{\tau_{rz}}. \end{cases} \quad (4.57)$$

L'approximation de lubrification permet de négliger les termes en ϵ d'ordre supérieur ou égal à 1. Les équations (4.55), (4.56), (4.57) se simplifient :

$$\begin{cases} \frac{1}{\tilde{r}} \frac{\partial(\tilde{r}\tilde{u})}{\partial\tilde{r}} + \frac{\partial\tilde{w}}{\partial\tilde{z}} = 0, \end{cases} \quad (4.58)$$

$$\begin{cases} -\frac{\partial\tilde{p}}{\partial\tilde{r}} + \frac{\partial\widetilde{\tau_{rz}}}{\partial\tilde{z}} = 0, \end{cases} \quad (4.59)$$

$$\begin{cases} \frac{\partial\tilde{p}}{\partial\tilde{z}} = -1. \end{cases} \quad (4.60)$$

Les équations suivantes récapitulent les composantes du tenseur de contraintes de cisaillement en variables adimensionnelles (4.53) :

$$\begin{cases} \widetilde{\tau_{rr}} = (\tilde{\gamma}^{n-1} + \frac{B}{\tilde{\gamma}}) 2\epsilon \frac{\partial\tilde{u}}{\partial\tilde{r}}, \\ \widetilde{\tau_{\theta\theta}} = 2\epsilon (\tilde{\gamma}^{n-1} + \frac{B}{\tilde{\gamma}}) \frac{\tilde{u}}{\tilde{r}}, \\ \widetilde{\tau_{zz}} = 2\epsilon (\tilde{\gamma}^{n-1} + \frac{B}{\tilde{\gamma}}) \frac{\partial\tilde{w}}{\partial\tilde{z}}, \\ \widetilde{\tau_{rz}} = (\frac{\partial\tilde{u}}{\partial\tilde{z}} + \epsilon^2 \frac{\partial\tilde{w}}{\partial\tilde{r}}) (\tilde{\gamma}^{n-1} + \frac{B}{\tilde{\gamma}}). \end{cases} \quad (4.61)$$

En appliquant l'approximation de lubrification, on constate à partir de (4.61) que seule la composante τ_{rz} est non-négligeable. Celle-ci s'écrit :

$$\widetilde{\tau_{rz}} = (\tilde{\gamma}^{n-1} + \frac{B}{\tilde{\gamma}}) \frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{z}} \quad , \quad \tau > B \quad , \quad (4.62)$$

où $\tilde{\gamma}$ est le second invariant du tenseur taux de cisaillement adimensionné et $\tilde{\tau}$ le second invariant du tenseur de contraintes de cisaillement adimensionné. L'expression de $\tilde{\gamma}$ (4.48) sous l'approximation de lubrification se simplifie :

$$\tilde{\gamma} = \left| \frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{z}} \right| \quad \text{avec} \quad \tilde{u} = 0 \quad \text{à} \quad \tilde{z} = 0 \quad . \quad (4.63)$$

En remplaçant les composantes du tenseur de contraintes de cisaillement par leurs valeurs dans l'équation (4.54), on obtient :

$$\tilde{\tau} = |\widetilde{\tau_{rz}}| \quad (4.64)$$

À $(\tilde{z} = \tilde{h})$, la surface est libre de contraintes. Les conditions aux limites, décrites dans les équations (4.43) (4.44), s'écrivent :

$$\begin{cases} \widetilde{\tau_{rz}}(\tilde{r}, \tilde{z} = \tilde{h}, \tilde{t}) + \tilde{p} \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} = \epsilon \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} \widetilde{\tau_{rr}}(\tilde{r}, \tilde{z} = \tilde{h}, \tilde{t}) \\ \tilde{p} = \epsilon (\widetilde{\tau_{zz}}(\tilde{r}, \tilde{z} = \tilde{h}, \tilde{t}) - \epsilon \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} \widetilde{\tau_{rz}}(\tilde{r}, \tilde{z} = \tilde{h}, \tilde{t})) \\ \tilde{w}(\tilde{r}, \tilde{z} = \tilde{h}, \tilde{t}) = \frac{d\tilde{h}}{d\tilde{t}} = \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} \tilde{u} + \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{t}} \end{cases} \quad (4.65)$$

Sous l'approximation de lubrification, les conditions aux limites à $(\tilde{z} = \tilde{h})$ du système (4.65) deviennent :

$$\begin{cases} \widetilde{\tau_{rz}} = \tilde{p} = 0 \\ \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{t}} + \tilde{u} \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} = \tilde{w} \end{cases} \quad (4.66)$$

La condition de non-glissement à la surface horizontale (4.45) reste inchangée :

$$\tilde{u}(\tilde{r}, \tilde{z} = 0, \tilde{t}) = 0 \quad . \quad (4.67)$$

On rappelle que la surface libre du fluide à $\tilde{t} = 0$ est décrite par : $\tilde{h}(\tilde{r}, \tilde{t} = 0) = 1$ lorsque $\tilde{r} \leq 1$ et $\tilde{h}(\tilde{r}, \tilde{t}) = 0$ lorsque $\tilde{r} > 1$.

En intégrant l'équation (4.60) entre 0 et $\tilde{h}$ en prenant pour référence la pression atmosphérique $\tilde{p} = 0$ à $\tilde{z} = \tilde{h}$, on obtient la variation de la pression avec la hauteur :

$$\tilde{p} = \tilde{h}(\tilde{r}, \tilde{t}) - \tilde{z}. \quad (4.68)$$

Ensuite, en injectant (4.68) dans l'équation (4.59) et en observant que $\widetilde{\tau_{rz}} = 0$ en surface ($\tilde{z} = \tilde{h}(\tilde{r}, \tilde{t})$), on obtient la variation de la contrainte $\widetilde{\tau_{rz}}$ en fonction de la hauteur $\tilde{z}$ du point considéré et de l'épaisseur $\tilde{h}$:

$$\widetilde{\tau_{rz}} = (\tilde{z} - \tilde{h}) \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}}. \quad (4.69)$$

Ainsi, le second invariant du tenseur déviatorique $\tilde{\tau}$ s'écrit :

$$\tilde{\tau} = |\widetilde{\tau_{rz}}| = \left| \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} \right| (\tilde{h} - \tilde{z}) \quad (4.70)$$

Il en découle que la valeur maximale de la contrainte ($|\widetilde{\tau_{rz}}|$) est atteinte au fond ($\tilde{z} = 0$) et vaut : $\left| \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} \right| \tilde{h}$. Cette contrainte décroît avec la hauteur et s'annule au niveau de la surface libre ($\tilde{z} = \tilde{h}$). Lorsque le nombre de Bingham est faible, en fait inférieur à la contrainte de cisaillement à $\tilde{z} = 0$, le fluide s'écoule jusqu'à une certaine côte au dessus de laquelle $|\tilde{\tau}(\tilde{r}, \tilde{z}, \tilde{t})| < B$. On définit donc une zone inférieure cisailée pour laquelle la contrainte de cisaillement est supérieure à la contrainte seuil ($\tilde{\tau} \geq B$) et une zone supérieure non-cisailée pour laquelle la contrainte de cisaillement reste inférieure à la contrainte seuil ($|\tilde{\tau}| < B$).

On définit le profil ($\tilde{Y}(\tilde{r}, \tilde{t})$) comme la surface séparant la zone cisailée et la zone non cisailée. À ($\tilde{z} = \tilde{Y}(\tilde{r}, \tilde{t})$), la contrainte de cisaillement est égale à la contrainte seuil :

$$\tilde{\tau}(\tilde{Y}) = \left| \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} \right| (\tilde{h} - \tilde{Y}) = B \quad \text{soit} \quad \tilde{Y}(\tilde{r}, \tilde{t}) = \tilde{h} - \frac{B}{\left| \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} \right|}. \quad (4.71)$$

Pour $\tilde{z} > \tilde{Y}$, le fluide est rigide et on a $\tilde{\gamma} = \left| \frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{z}} \right| = 0$. En revanche, pour $\tilde{z} \leq \tilde{Y}$, le fluide s'écoule. En injectant dans ce cas l'expression de la contrainte $|\tilde{\tau_{rz}}|$ (4.69) et l'expression du second invariant du taux de cisaillement $\tilde{\gamma}$ (4.63) dans l'expression du modèle de Herschell-Bulkley (4.62), on obtient en zone cisailée ($\tilde{z} \leq \tilde{Y}$) l'équation suivante :

$$-\frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}}(\tilde{h} - \tilde{z}) = \left(\left| \frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{z}} \right|^{n-1} + \frac{B}{\left| \frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{z}} \right|} \right) \frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{z}} = \left(B + \left| \frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{z}} \right|^n \right) \operatorname{sgn}\left(\frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{z}}\right). \quad (4.72)$$

En remplaçant B par son expression (4.71), on obtient :

$$-\frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}}(\tilde{h} - \tilde{z}) = \operatorname{sgn}\left(-\frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}}\right) \left| \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} \right| (\tilde{h} - \tilde{z}) = \left(\left| \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} \right| (\tilde{h} - \tilde{Y}) + \left| \frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{z}} \right|^n \right) \operatorname{sgn}\left(\frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{z}}\right). \quad (4.73)$$

En observant que les termes en facteurs de $\operatorname{sgn}\left(-\frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}}\right)$ et $\operatorname{sgn}\left(\frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{z}}\right)$ sont positifs, il vient que $\operatorname{sgn}\left(-\frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}}\right) = \operatorname{sgn}\left(\frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{z}}\right)$. Ainsi (4.73) se réécrit :

$$\left| \frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{z}} \right|^n = \left| \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} \right| (\tilde{Y} - \tilde{z}) \quad \text{avec :} \quad \left| \frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{z}} \right| = \operatorname{sgn}\left(\frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{z}}\right) \frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{z}} = \operatorname{sgn}\left(-\frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}}\right) \frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{z}}. \quad (4.74)$$

Ainsi, d'après (4.74) on obtient :

$$\frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{z}} = \left(\left| \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} \right| (\tilde{Y} - \tilde{z}) \right)^{\frac{1}{n}} \operatorname{sgn}\left(-\frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}}\right). \quad (4.75)$$

On définit une vitesse moyenne adimensionnelle $\tilde{U}$ sur l'épaisseur du fluide $(\tilde{h}(\tilde{r}, \tilde{t}))$:

$$\tilde{U}(\tilde{r}, \tilde{t}) = \int_0^{\tilde{h}} \tilde{u}(\tilde{r}, \tilde{z}, \tilde{t}) d\tilde{z}, \quad (4.76)$$

La condition de non glissement sur la paroi horizontale (4.45) impose $\tilde{u}(\tilde{r}, \tilde{z} = 0, \tilde{t}) = 0$, une intégration par parties donne :

$$\tilde{U}(\tilde{r}, \tilde{t}) = - \left[(\tilde{h} - \tilde{z}) \tilde{u} \right]_0^{\tilde{h}} + \int_0^{\tilde{h}} (\tilde{h} - \tilde{z}) \frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{z}}(\tilde{r}, \tilde{z}, \tilde{t}) d\tilde{z} = \int_0^{\tilde{h}} (\tilde{h} - \tilde{z}) \frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{z}}(\tilde{r}, \tilde{z}, \tilde{t}) d\tilde{z}. \quad (4.77)$$

Nous injectons l'équation (4.75) dans l'équation précédente (4.77). En observant que le terme de cisaillement $\frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{z}}$ est nul entre $\tilde{Y}$ et $\tilde{h}$ par définition de $\tilde{Y}$, l'équation (4.77) se réécrit :

$$\tilde{U}(\tilde{r}, \tilde{t}) = \int_0^{\tilde{Y}} (\tilde{h} - \tilde{z}) \frac{\partial \tilde{u}}{\partial \tilde{z}}(\tilde{r}, \tilde{z}, \tilde{t}) d\tilde{z} = \int_0^{\tilde{Y}} (\tilde{h} - \tilde{z}) \left(\left| \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} \right| (\tilde{Y} - \tilde{z}) \right)^{\frac{1}{n}} \operatorname{sgn}\left(-\frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}}\right) d\tilde{z} \quad (4.78)$$

Soit :

$$\tilde{U}(\tilde{r}, \tilde{t}) = -\frac{n}{n+1} \left| \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} \right|^{\frac{1}{n}-1} \tilde{Y}^{1+\frac{1}{n}} \left(\tilde{h} - \frac{n\tilde{Y}}{2n+1} \right) \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} \vartheta(\tilde{Y}), \quad (4.79)$$

où ϑ est la fonction échelon. Celle-ci est égale à 1 lorsque $\tilde{Y} \geq 0$ et 0 sinon. L'introduction de cette fonction tient compte du fait que lorsque $\tilde{Y} < 0$, la contrainte appliquée au fluide n'est pas suffisante pour initier l'écoulement. En intégrant l'équation (4.58) de conservation de la masse entre 0 et $\tilde{h}$ et en tenant compte des conditions aux limites à $\tilde{z} = 0$ (4.46) et $\tilde{z} = \tilde{h}$ (4.66) tout en négligeant le terme d'advection, on obtient :

$$\int_0^{\tilde{h}} \left[\frac{1}{\tilde{r}} \frac{\partial(\tilde{r}\tilde{u})}{\partial \tilde{r}} + \frac{\partial \tilde{w}}{\partial \tilde{z}} \right] d\tilde{z} = \frac{1}{\tilde{r}} \frac{\partial}{\partial \tilde{r}} \tilde{r} \left(\int_0^{\tilde{h}} \tilde{u}(\tilde{r}, \tilde{z}, \tilde{t}) d\tilde{z} \right) + \int_0^{\tilde{h}} \frac{\partial \tilde{w}}{\partial \tilde{z}} d\tilde{z} \quad (4.80)$$

$$= \frac{1}{\tilde{r}} \frac{\partial(\tilde{r}\tilde{U})}{\partial \tilde{r}} + \tilde{w}(\tilde{h}, \tilde{t}) \quad (4.81)$$

$$= \frac{1}{\tilde{r}} \frac{\partial(\tilde{r}\tilde{U})}{\partial \tilde{r}} + \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{t}} + \tilde{u} \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} \quad (4.82)$$

$$\simeq \frac{1}{\tilde{r}} \frac{\partial(\tilde{r}\tilde{U})}{\partial \tilde{r}} + \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{t}} = 0 \quad (4.83)$$

Enfin, en remplaçant par l'expression de la vitesse moyenne $\tilde{U}$ (équation (4.79)), on obtient l'équation de l'évolution temporelle de la surface libre du fluide $\tilde{h}(\tilde{r}, \tilde{t})$:

$$\frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{t}} - \frac{1}{\tilde{r}} \frac{\partial}{\partial \tilde{r}} \left(\tilde{r} \frac{n}{n+1} \left| \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} \right|^{\frac{1}{n}-1} \tilde{Y}^{1+\frac{1}{n}} \left(\tilde{h} - \frac{n\tilde{Y}}{2n+1} \right) \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} \vartheta(\tilde{Y}) \right) = 0. \quad (4.84)$$

Cette équation n'admet de solution analytique simple que dans le cas où $B = 0$ et $B \rightarrow \infty$. Dans notre cas, nous n'allons pas chercher à résoudre cette équation d'évolution temporelle de la surface libre car nous nous intéressons uniquement à l'état final dans lequel l'écoulement est à l'arrêt.

v. Forme du fluide à l'arrêt d'écoulement

On cherche à déterminer la forme de la surface libre $\tilde{h}(\tilde{r}, \tilde{t})$ du matériau à l'arrêt de l'écoulement pour $\tilde{t} \geq \tilde{t}_{arrêt}$. Lorsque l'écoulement s'arrête ($\tilde{t} \geq \tilde{t}_{arrêt}$), il n'y a plus de zone cisailée donc $\tilde{Y}(\tilde{r}, \tilde{t}) = 0$. En remplaçant dans l'équation (4.71), sachant que $\tilde{h}$ est une fonction décroissante de $\tilde{r}$, on obtient :

$$B = \tilde{h} \left| \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} \right| = -\tilde{h} \frac{\partial \tilde{h}}{\partial \tilde{r}} = -\frac{1}{2} \frac{\partial \tilde{h}^2}{\partial \tilde{r}}. \quad (4.85)$$

Soit $\tilde{R}$ le rayon d'étalement maximal du fluide à l'arrêt de l'écoulement. L'intégration de l'équation (4.85) entre un rayon $\tilde{r}$ et $\tilde{R}$ permet d'obtenir l'expression de la hauteur $\tilde{h}$ en fonction du rayon $\tilde{r}$ et du nombre de Bingham B pour $\tilde{t} \geq \tilde{t}_{\text{arrêt}}$. La constante d'intégration est déterminée sachant que la hauteur du fluide $\tilde{r} = \tilde{R}$ est nulle ($\tilde{h}(\tilde{R}, \tilde{t}) = 0, \tilde{t} \geq \tilde{t}_{\text{arrêt}}$). On obtient l'expression du profil du fluide à l'arrêt :

$$\tilde{h}(\tilde{r}, \tilde{t}) = \sqrt{2B(\tilde{R} - \tilde{r})} \quad \text{pour} \quad \tilde{t} \geq \tilde{t}_{\text{arrêt}}. \quad (4.86)$$

La hauteur maximale du fluide à l'arrêt est observée à ($\tilde{r} = 0$). Celle-ci vaut :

$$\tilde{h}(\tilde{r} = 0, \tilde{t}) = \sqrt{2B\tilde{R}} \quad \text{pour} \quad \tilde{t} \geq \tilde{t}_{\text{arrêt}}. \quad (4.87)$$

La figure 4.10 présente les profils de la hauteur $\tilde{h}(\tilde{r}, \tilde{t})$ et de la surface seuil $\tilde{Y}(\tilde{r}, \tilde{t})$ à différentes échéances de temps adimensionnel pendant l'étalement d'un fluide de Bingham sous l'approximation de lubrification pour deux nombres de Bingham différents. Ces profils sont tirés de l'étude de Balmforth et al. (2006), dans laquelle l'équation (4.84) est résolue numériquement. On constate qu'aux temps courts, quel que soit le nombre de Bingham, la portion du fluide située autour de $\tilde{r} = 1$ commence par se déformer. On constate également que le profil du fluide à l'arrêt de l'écoulement peut prendre deux formes différentes selon que le nombre de Bingham soit supérieur ou inférieur à une valeur critique B_c qu'on va déterminer.

Pour $B = 0,15$ (figure 4.10 (a)), le nombre de Bingham est assez faible pour que le fluide s'étale complètement et sa hauteur initiale diminue.

Le volume du fluide en unités adimensionnelles est égal à π . En utilisant l'expression de la surface libre (4.86), le volume s'écrit :

$$\tilde{\Omega} = \int_0^{2\pi} \int_0^R \tilde{h}(\tilde{r}) \tilde{r} d\tilde{r} d\theta = \int_0^{2\pi} \int_0^R \sqrt{2B(\tilde{R} - \tilde{r})} \tilde{r} d\tilde{r} d\theta = \frac{8\pi}{15} \sqrt{2B} R^{\frac{5}{2}} = \pi \quad (4.88)$$

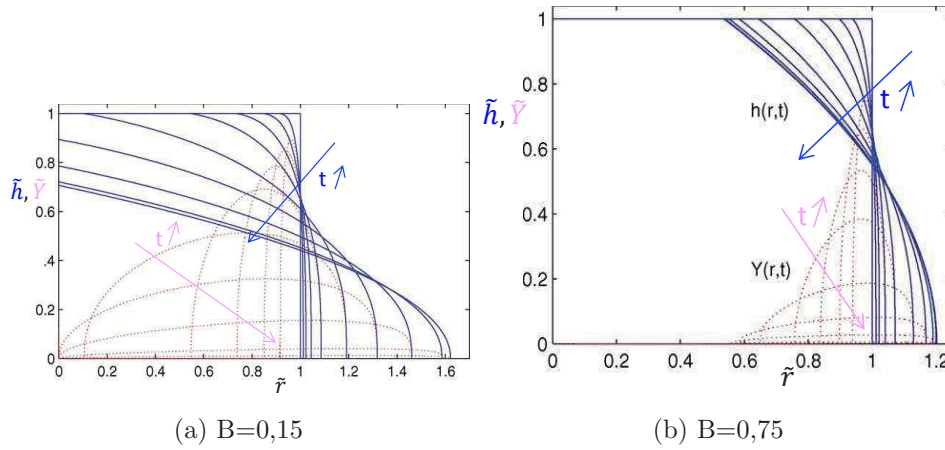


FIGURE 4.10. – Évolution temporelle des profils de la surface libre ($\tilde{h}$) (trait plein) et de la surface seuil ($\tilde{Y}$) (trait en pointillés) adimensionnelles d'un fluide à seuil au cours de son étalement sous l'effet de son poids propre (Balmforth et al., 2006). L'évolution de $\tilde{h}$ et de $\tilde{r}$ avec le temps est montrée par une flèche. Initialement, la hauteur du fluide $\tilde{h}$ décrit : $\tilde{h} = 1$ pour $\tilde{r} \leq 1$ et $\tilde{h} = 0$ ailleurs. La figure (a) présente le cas d'un fluide de nombre de Bingham assez faible pour que l'intégralité du fluide s'effondre. La hauteur maximale finale du fluide étalé est inférieure sa hauteur initiale. La figure (b) présente le cas d'un fluide de nombre de Bingham assez élevé pour qu'une colonne au milieu du fluide reste non déformée. La hauteur maximale du fluide reste égale à 1 à l'arrêt de l'écoulement. Ces courbes sont tirées de l'étude de Balmforth et al. (2006) où l'équation (4.84) est résolue numériquement.

On obtient :

$$\tilde{R} = \left(\frac{225}{128B} \right)^{\frac{1}{5}}. \quad (4.89)$$

En unités physiques, la relation entre seuil d'écoulement et diamètre d'étalement, compte tenu de l'expression du nombre de Bingham (4.51) et du rayon adimensionné (4.33), s'écrit :

$$\tau_c = \frac{225\rho g \Omega^2}{128\pi^2 R^5}. \quad (4.90)$$

On retrouve la relation entre seuil d'écoulement et rayon d'étalement proposée par Roussel and Coussot (2005).

Pour déterminer le nombre de Bingham critique B_c au delà duquel la hauteur initiale du fluide en ($\tilde{r}=0$) reste inchangée, nous allons exploiter le fait que pour le régime de cisaillement correspondant à $B < B_c$, la hauteur maximale du fluide diminue ($\tilde{h}(\tilde{r} = 0, t) < 1$ pour

$\tilde{t} \geq \tilde{t}_{\text{arrêt}}$). On écrit :

$$\tilde{h}(\tilde{r} = 0, \tilde{t}) = \sqrt{2B\left(\frac{225}{128B}\right)^{\frac{1}{5}}} < 1 \quad \text{soit :} \quad B < \left(\frac{2}{15}\right)^{\frac{1}{2}} \quad \text{pour} \quad \tilde{t} \geq \tilde{t}_{\text{arrêt}}. \quad (4.91)$$

Ainsi, $B_c = \left(\frac{2}{15}\right)^{\frac{1}{2}}$. Pour $B < B_c$, la forme du fluide à l'arrêt d'écoulement :

$$\tilde{h}(\tilde{r}, \tilde{t}) = \begin{cases} \sqrt{2B(\tilde{R} - \tilde{r})}, & 0 \leq \tilde{r} \leq \tilde{R}, \\ 0, & \tilde{r} > \tilde{R}. \end{cases} \quad \text{pour} \quad \tilde{t} \geq \tilde{t}_{\text{arrêt}}, \quad (4.92)$$

Pour $B = 0,75$ (figure 4.10 (b)), le nombre de Bingham est assez élevé pour qu'une colonne au milieu du fluide en écoulement ne se déforme pas. Cette colonne peut être définie par son rayon appelé rayon critique $\widetilde{R}_c$. Ce rayon vérifie l'équation :

$$\begin{cases} \tilde{h}(\tilde{r}, \tilde{t}) = 1 & , \quad \tilde{r} \leq \widetilde{R}_c, \\ \tilde{h}(\tilde{r}, \tilde{t}) < 1 & , \quad \widetilde{R}_c < \tilde{r} \leq \tilde{R}. \end{cases} \quad \text{pour} \quad \tilde{t} \geq \tilde{t}_{\text{arrêt}}, \quad (4.93)$$

En remplaçant par l'expression de la hauteur établie dans l'équation (4.86), on obtient :

$$\tilde{h}(\widetilde{R}_c, \tilde{t}) = \sqrt{2B(\tilde{R} - \widetilde{R}_c)} = 1. \quad (4.94)$$

Ainsi, l'expression de $\widetilde{R}_c$ en fonction du rayon d'étalement et du nombre de Bingham s'écrit :

$$\widetilde{R}_c = \tilde{R} - \frac{1}{2B}. \quad (4.95)$$

Pour trouver l'expression du rayon final $\tilde{R}$ en fonction du nombre de Bingham pour $B > B_c$, on calcule le volume du fluide à l'arrêt de l'écoulement. Ce volume s'écrit :

$$\tilde{\Omega} = \pi = \int_0^{2\pi} \int_0^{\tilde{R}} \tilde{h}(\tilde{r}) \tilde{r} d\tilde{r} d\theta = 2\pi \int_0^{\widetilde{R}_c} \tilde{h}(\tilde{r}) \tilde{r} d\tilde{r} + 2\pi \int_{\widetilde{R}_c}^{\tilde{R}} \tilde{h}(\tilde{r}) \tilde{r} d\tilde{r}. \quad (4.96)$$

Sachant que $\tilde{h}(\tilde{r}) = 1$ pour $\tilde{r}$ compris entre 0 et $\widetilde{R}_c$ (4.94) et en utilisant l'équation décrivant la surface libre du fluide à l'arrêt de l'écoulement (4.86), on obtient :

$$\tilde{\Omega} = 2\pi \int_0^{\widetilde{R}_c} \tilde{r} d\tilde{r} + 2\pi \int_{\widetilde{R}_c}^{\tilde{R}} \sqrt{2B(\tilde{R} - \tilde{r})} \tilde{r} d\tilde{r} \quad (4.97)$$

En calculant l'intégrale précédente, et en remplaçant $\widetilde{R}_c$ par son expression fournie dans (4.95), on obtient l'équation suivante incluant le rayon d'étalement R et le nombre de Bingham B :

$$R^2 - \frac{R}{3B} + \frac{1}{20B^2} - 1 = 0. \quad (4.98)$$

Soit :

$$\tilde{R} = \frac{1}{6B} + \frac{1}{B} \sqrt{B^2 - \frac{1}{45}} = \frac{1}{6B} + \frac{1}{B} (B^2 - B_c^2 + \frac{1}{9})^{\frac{1}{2}} \quad \text{avec} \quad B_c = (\frac{2}{15})^{\frac{1}{2}} \quad (4.99)$$

En résumé, selon la valeur du nombre de Bingham, le rayon d'étalement adimensionnel s'écrit :

$$\left\{ \begin{array}{l} \tilde{R} = \frac{1}{6B} + \frac{1}{B} (B^2 - B_c^2 + \frac{1}{9})^{\frac{1}{2}} \quad \text{pour} \quad B \geq B_c = (\frac{2}{15})^{\frac{1}{2}}, \\ \tilde{R} = (\frac{225}{128B})^{\frac{1}{5}} \quad \text{pour} \quad B < B_c, \\ \tilde{R} = \frac{R}{L} \quad \text{et} \quad B = \frac{\tau_y L}{\rho g H^2}. \end{array} \right. \quad (4.100)$$

La figure 4.11 présente la variation du rayon d'étalement final $\tilde{R}$ en fonction du nombre de Bingham (B). Le fluide décrit initialement le volume d'un cylindre avec un rayon et une hauteur adimensionnées égales à 1. Le rayon d'étalement $\tilde{R}$ diminue quand le nombre de Bingham augmente et tend vers l'unité lorsque B tend vers l'infini. Cette configuration limite correspond au cas où les contraintes générées par le poids propre à $z = 0$ sont très faibles devant le seuil d'écoulement du fluide. Il faut garder à l'esprit que le nombre de Bingham ne traduit pas uniquement le seuil interne du matériau mais aussi le rapport d'aspect de la géométrie initiale du fluide. Rappelons que : $B = \tau_y L / \rho g H^2$, lorsque le rapport H/L diminue, le nombre de Bingham augmente pour un même seuil d'écoulement. Dans ce cas, on peut imaginer que le matériau part d'un état suffisamment étalé pour que les contraintes générées par le poids de la colonne soient insuffisantes pour écouler le matériau davantage.

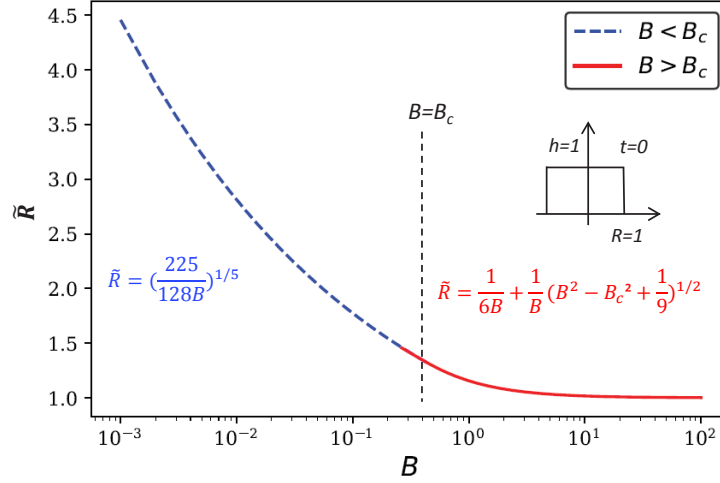


FIGURE 4.11. – Variation du rayon d'étalement adimensionnel $\tilde{R}$ en fonction du nombre de Bingham.

Application aux mortiers de SPC

Les équations du système (4.100) peuvent être inversées afin de calculer le nombre de Bingham à partir du rayon d'étalement adimensionnel $\tilde{R}$, on obtient le système suivant :

$$\begin{cases} B = \frac{\frac{\tilde{R}}{3} + \sqrt{\frac{1}{5} - \frac{4}{45}\tilde{R}^2}}{2(\tilde{R}^2 - 1)} & \text{pour } \tilde{R} < \tilde{R}(B_c) \simeq 1,37, \\ B = (\frac{225}{128\tilde{R}^5}) & \text{pour } \tilde{R} \geq \tilde{R}(B_c) \simeq 1,37 \end{cases} \quad (4.101)$$

La figure 4.12 montre la variation du nombre de Bingham (B) calculé à partir du rayon d'étalement adimensionné ($\tilde{R}$). Afin de représenter les points expérimentaux correspondants à nos mesures d'étalement de mortiers de SPC sur ce graphe, on prend une hauteur caractéristique $H \simeq 2$ cm et une longueur caractéristique L qui vérifie $\pi H L^2 = V_{MBE}$, V_{MBE} est le volume du cône MBE utilisé pour effectuer les mesures d'étalement. On trouve $L \simeq 10$ cm. Les points $(\tilde{R}, \tilde{B})$ correspondant aux mesures d'étalement sur nos mortiers de sable de pâte de ciment (SPC3, SPC5 et SPC7) sont présentés sur la figure 4.12.

Comme la hauteur des mortiers n'est pas négligeable devant leurs diamètre à l'état initial, nous faisons l'hypothèse de modéliser l'étalement du même matériau partant d'un état suffisamment étalé pour que l'épaisseur du fluide soit faible devant sa hauteur. Le modèle de Roussel and Coussot (2005) correspond à la plage de nombres de Bingham inférieurs à B_c (courbe rouge, figure 4.12). On remarque que ce modèle sous-estime les valeurs du seuil

d'écoulement pour la gamme de B supérieurs à B_c . Le nombre de Bingham critique, égal à $(\frac{2}{15})^{\frac{1}{2}}$, correspond à un rayon adimensionnel égal à 1,37.

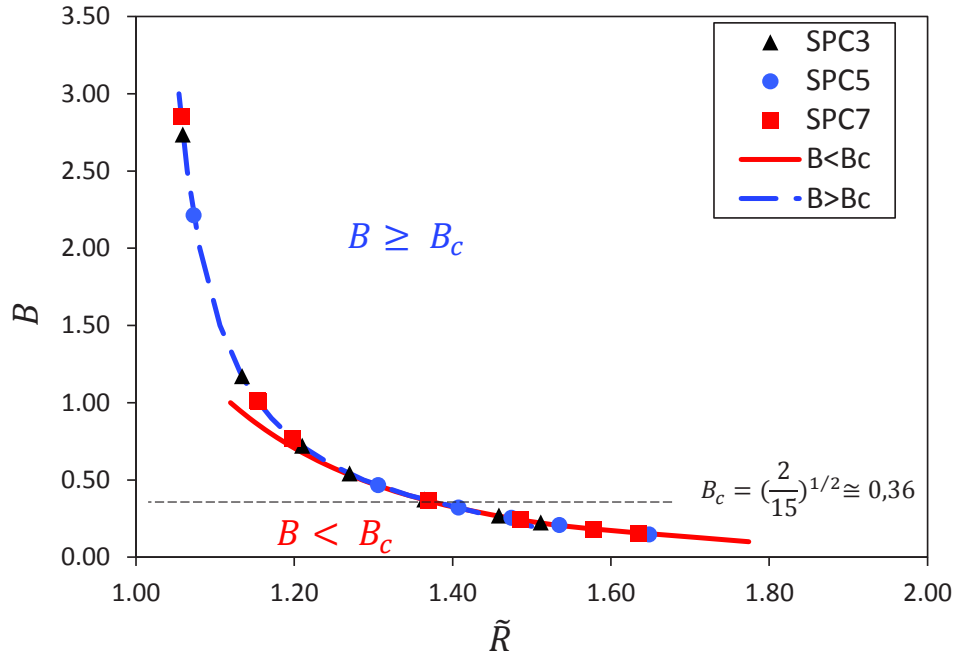


FIGURE 4.12. – Variation du nombre de Bingham B en fonction du rayon d'étalement adimensionné $\tilde{R}$ pour $B < B_c$ et $B \geq B_c$ (équations (4.101)). Les mesures expérimentales d'étalement de mortiers de SPC sont converties en unités adimensionnelles ($H \simeq 2$ cm, $L \simeq 10$ cm) et représentées sur la figure.

En résumé, le modèle de Roussel and Coussot (2005), (deuxième équation de (4.101)) valide pour $B \leq B_c$, permet de calculer le nombre de Bingham des mortiers les plus fluides. Le diamètre d'étalement de ces mortiers est supérieur à $1,37 \times 2 \times L \simeq 27,4$ cm. Pour ($B \geq B_c$), la première équation du système (4.101) est utilisée pour calculer les nombres de Bingham des mortiers les plus fermes ($D \leq 27$ cm). Dans la section suivante, nous allons nous intéresser à la pertinence du seuil d'écoulement calculé par cette approche (section 4.3.1).

4.3.2. Validation de la relation établie entre seuil d'écoulement et rayon d'étalement du modèle de Balmforth

Dans cette section, nous vérifions l'applicabilité à nos mortiers du modèle théorique de Balmforth et al. (2006) (Équations (4.100)), reliant le seuil d'écoulement d'un fluide viscoplastique considéré comme un milieu continu à son rayon d'étalement. Pour cela, nous avons procédé à des expériences de rhéométrie classique couplées à des mesures d'étalement sur des pâtes

de filler et de ciment, ainsi qu'à des expériences de mesure d'étalement sur des mortiers de sable naturel et pâte de ciment.

Relation entre seuil d'écoulement et rayon d'étalement pour des pâtes de filler et de ciment sans inclusions de sable selon le modèle de Roussel and Coussot (2005) et Balmforth et al. (2006)

Dans cette partie, nous comparons les seuils d'écoulement mesurés au rhéomètre aux seuils d'écoulement calculés par le modèle de Roussel-Balmforth.

Pâtes de filler

Des pâtes de filler de différentes fractions volumiques sont préparées selon le protocole présenté dans la partie 4.2.2. Une fois préparées, un échantillon est prélevé pour les mesures d'étalement avec un cylindre ($D_0 = 7,8$ cm, $H_0 = 5,0$ cm) de volume égal à 0,24 l. L'étalement est mesuré selon le protocole décrit dans la partie 2.5.3, adopté pour les mortiers. La figure 4.13 (a) montre une photo du filler étalé après un essai d'étalement. En prenant une hauteur caractéristique $H = 1$ cm, la longueur caractéristique L vaut 8,72 cm ($\pi HL^2 = 0,24$ l). Le nombre de Bingham est calculé à partir du rayon d'étalement adimensionné selon le

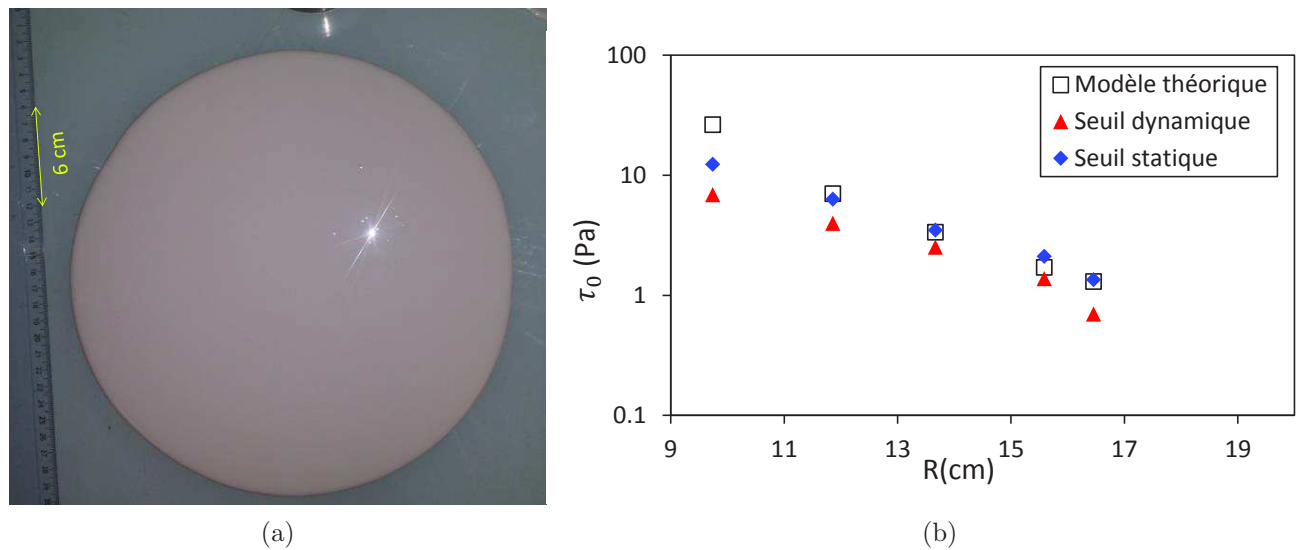


FIGURE 4.13. – (a) Photo de pâte de filler à $E/F = 0,5$ à l'issue d'un essai d'étalement (b) Comparaison des seuils d'écoulement mesurés au rhéomètre aux seuils d'écoulement estimés par des essais d'étalement.

système d'équations (4.101), enfin le seuil d'écoulement est déduit de l'équation (4.51). Avec ces grandeurs caractéristiques (H, L), le nombre de Bingham critique B_c correspond à un

seuil d'écoulement critique d'environ 6,7 Pa ($\rho \simeq 1600 \text{ kg/m}^3$). La figure 4.13 (b) compare les seuils statiques et dynamiques mesurés à l'aide du rhéomètre au seuil estimé par des mesures d'étalement. La variation du seuil d'écoulement en fonction du rayon d'étalement est représentée sur une échelle (log-lin). L'erreur sur le calcul du seuil d'écoulement à partir des mesures d'étalement est de l'ordre de 1 Pa. Celle-ci est estimée à partir de la répétition de l'essai d'étalement 3 fois sur les pâtes de filler à E/F égal à 0,4, 0,5 et 0,6. Les résultats montrent que le seuil calculé à partir des essais d'étalement est proche du seuil statique sauf pour la pâte de filler la plus concentrée pour laquelle le nombre de Bingham est supérieur à B_c ($B = 1,37$). Ces mesures confirment la pertinence de l'approche de Roussel and Coussot (2005) (Équation 4.90) pour estimer des seuils d'écoulement statiques de pâtes de filler avec des inclusions dont la taille est de l'ordre de quelques dizaines de microns (entre 1 et 40 μm) et dont le seuil est de l'ordre d'une dizaine de Pascals.

Pâtes de ciment

Une comparaison similaire a été menée sur des pâtes de ciment. Comme précédemment, le seuil d'écoulement est calculé à partir des mesures d'étalement pour chaque rapport E/C . Pour cela, on prend une hauteur caractéristique égale à 1 cm et une longueur caractéristique $L = \sqrt{\Omega/(IH)} = 8,72 \text{ cm}$ avec $\Omega = 0,24 \text{ l}$. Suite à des contraintes liées à l'accès au rhéomètre, deux échantillons ont été préparés séparément, un pour la mesure d'étalement et un pour la mesure au rhéomètre, selon le même protocole de malaxage et avec deux tiges de malaxeur différentes. Les mesures présentées correspondent à des pâtes de ciment à rapports E/C égaux à 0,5, 0,55 et 0,6.

Compte tenu des grandeurs caractéristiques et des rayons d'étalement mesurés, le nombre de Bingham est inférieur à B_c pour les 3 pâtes de ciment et varie entre 0,11 et 0,97. Bien que les écarts entre seuils mesurés et seuils calculés soient un peu plus grands que dans le cas du filler (figure 4.14), le modèle de Roussel and Coussot (2005) est assez bien respecté pour un rapport E/C supérieur à 0,55.

Mesures d'étalement de différents volumes d'un mortier

Les expériences présentées dans cette section ont pour objectif de tester la validité des relations (4.100) établies entre le nombre de Bingham B et le rayon d'étalement $\tilde{R}$ dans le cas de mortier de sable naturel et ciment. La deuxième équation de (4.100) relie B à $\tilde{R}$ pour $B < B_c$ ($B_c = (\frac{2}{15})^{\frac{1}{2}}$). Exprimée en grandeurs physiques, cette équation donne la relation suivante entre le seuil d'écoulement τ_c , le volume Ω , le rayon d'étalement R et la densité ρ :

$$\tau_c = \frac{225\rho g\Omega^2}{128\pi^2 R^5}, \quad (4.102)$$

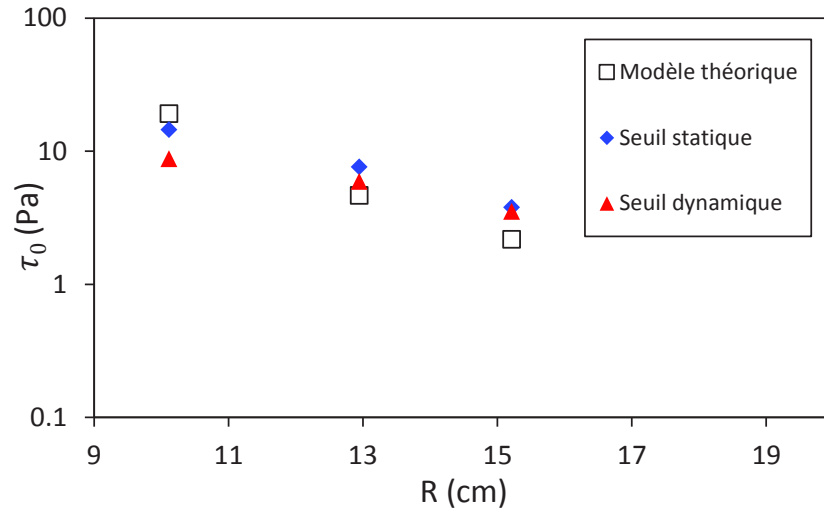


FIGURE 4.14. – Comparaison des seuils d'écoulement mesurés au rhéomètre sur des pâtes de ciment aux seuils d'écoulement estimés par essais d'étalement.

en accord avec le modèle de [Roussel and Coussot \(2005\)](#). Contrairement à la première équation du système (4.100) reliant $\tilde{R}$ à B sur la gamme de $B \geq B_c$, le modèle de [Roussel and Coussot \(2005\)](#) (4.102) présente l'avantage d'exprimer de manière simple le seuil d'écoulement en fonction du rayon d'étalement et du volume testé. D'ailleurs, ce modèle a été largement utilisé dans la littérature pour prédire le seuil d'écoulement de pâtes de ciment à partir de mesures d'étalement ([Flatt et al., 2006](#); [Nael-Redolfi, 2016](#)). Si cette équation est valide pour des mortiers, le fait de varier le volume du mortier et mesurer l'étalement doit permettre de tracer une courbe linéaire de pente égale à 2/5 entre le logarithme du rayon d'étalement et le logarithme du volume.

Ainsi, dans un premier temps, nous allons vérifier que l'étalement du mortier suit le modèle de [Roussel and Coussot \(2005\)](#). À cet effet, des gâchées de mortier de sable naturel rigoureusement identiques sont préparées. L'étalement de ces gâchées est mesuré à différents instants de la période dormante en utilisant des cônes de différents volumes.

Composition du mortier

Le mortier préparé est composé d'un sable très peu absorbant, le sable de Tournai (SN), et de ciment blanc CEMI 52,5 N de la société Lafarge. L'absorption d'eau par le sable de Tournai selon la norme NF EN 1097-6 est de 1,02 %. Le sable naturel est recomposé pour obtenir un sable de même granulométrie que le sable de pâte de ciment modèle SPC (figure 2.7). La composition du mortier préparé est présentée sur le tableau 4.3. Un volume de mortier fixe correspondant aux quantités présentées sur le tableau 4.3 est préparé pour chaque essai.

TABLE 4.3. – Composition du mortier préparé pour étudier la corrélation entre l'étalement et le seuil d'écoulement.

Sable	1017,69 g
Ciment	661,77 g
Eau	372,12 g

Protocole expérimental

L'étalement de chaque mortier est mesuré à 6, 30 et 60 minutes. Plusieurs volumes sont utilisés (voir tableau 4.4). Nous nous intéressons à la variation du diamètre d'étalement en fonction du volume du cône lorsque les autres paramètres sont inchangés. Le tableau 4.4 présente les dimensions des cônes utilisés. Des essais préliminaires ont été menés pour

TABLE 4.4. – Dimensions des cônes utilisés pour mesurer l'étalement du mortier à base de sable naturel. R_{min} , R_{max} , H_0 et Ω sont respectivement le rayon minimal du cône, son rayon maximal, sa hauteur et son volume.

Cônes	$R_{min}(\text{cm})$	$R_{max}(\text{cm})$	$H_0(\text{cm})$	$\Omega(\text{l})$
Cône 1	3,54	4,01	4,10	0,183
Cône 2	3,50	5,00	5,00	0,307
Cône 3	4,80	4,80	5,90	0,427
Cône 4	2,50	5,00	15,00	0,687
Cône 5	4,95	4,95	11,80	0,900

s'assurer que le mortier ne présente aucun signe de ségrégation ou de ressuage et que son étalement est mesurable. L'étalement est mesuré selon le protocole présenté dans la section 2.5.3. Nous rappelons que dans un essai d'étalement, un moule conique est rempli par le fluide testé. Ensuite, le moule est soulevé et le fluide s'écoule lorsque les contraintes de cisaillement dues au poids propre dépassent la valeur du seuil. Le protocole de malaxage du mortier est identique à celui présenté sur la figure 2.15. L'épaisseur finale du mortier étalé, notée $(h(0))$, est mesurée expérimentalement en plaçant verticalement une règle graduée au centre de la galette étalée.

Impact du volume d'échantillon et du temps d'attente sur la mesure d'étalement

Sachant qu'une même procédure de malaxage est utilisée pour fabriquer des gâchées identiques, les seuils d'écoulement mesurés par chaque cône à une échéance donnée devraient

être identiques. La figure 4.15 montre la variation du logarithme du rayon d'étalement $\ln(R)$ en fonction du logarithme du volume de l'échantillon testé $\ln(\Omega)$. En écriture logarithmique, l'équation (4.102) de Roussel and Coussot (2005) s'écrit :

$$\ln(R) = \frac{2}{5} \ln(\Omega) + \frac{1}{5} \ln\left(\frac{225\rho g}{128\pi^2\tau_c}\right). \quad (4.103)$$

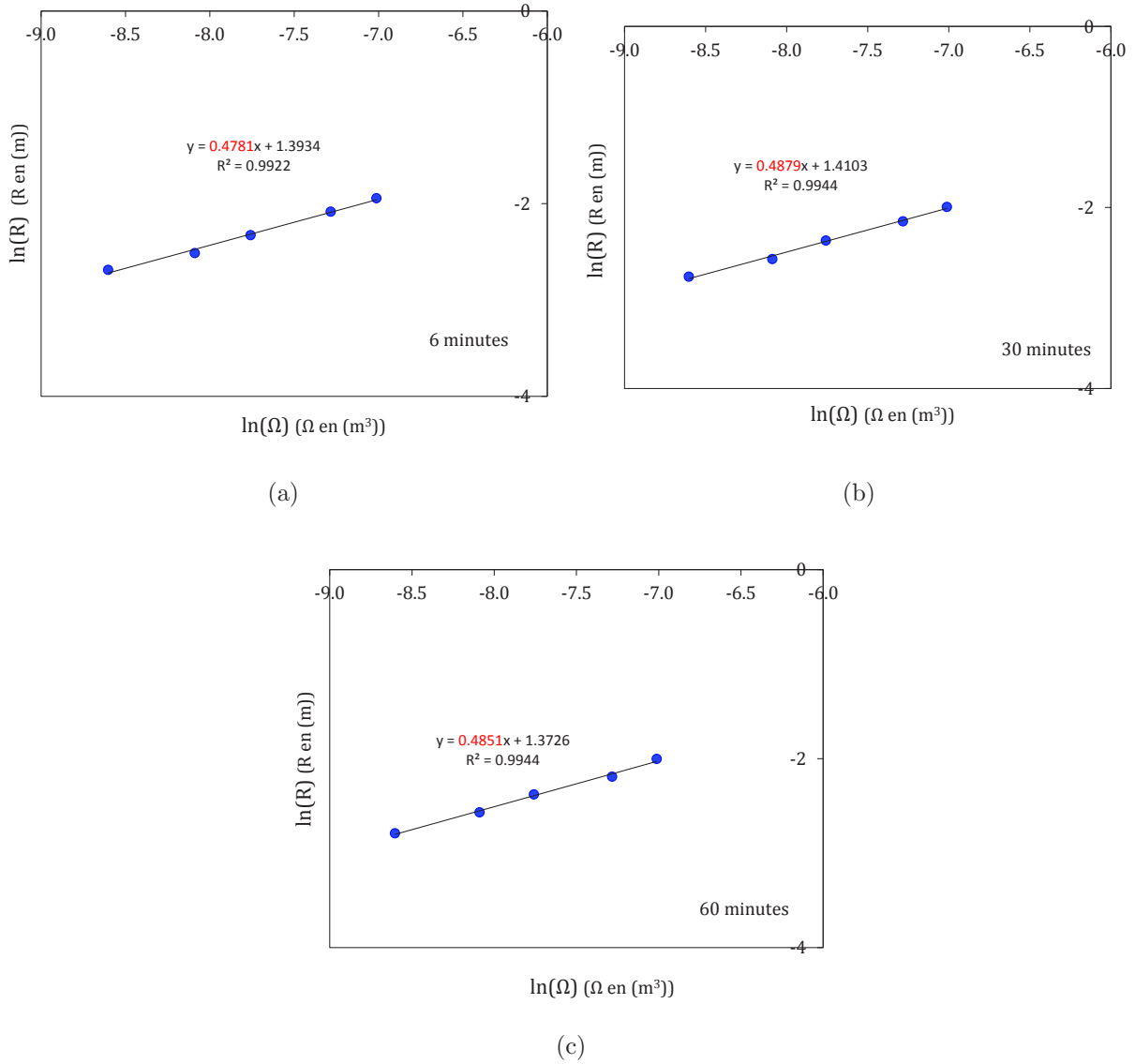


FIGURE 4.15. – Variation de $\ln(R)$ en fonction de $\ln(\Omega)$ pour le mortier de sable naturel testé à 6, 30 et 60 minutes. Les barres d'erreur ne sont pas représentées car confondues avec les points expérimentaux.

Les graphes de la figure 4.15 montrent que $\ln(R)$ varie linéairement avec $\ln(\Omega)$ ($R^2 = 0,99$)

dans la gamme de Ω compris entre 0,18 et 0,90 l. La pente de variation de $\ln(R)$ en fonction de $\ln(\Omega)$ est comprise entre 0,48 et 0,49. Or, selon le modèle de Roussel and Coussot (2005) (équation (4.102)), cette pente est égale à 0,4 (équation 4.103). Ainsi, les données expérimentales ne sont pas parfaitement en accord avec les résultats théoriques. Pour expliquer le décalage entre le modèle théorique et les résultats expérimentaux, nous avons calculé les nombres de Bingham correspondants aux mortiers testés par les cônes de différents volumes. Pour rappel, le nombre de Bingham dépend de la hauteur H et de la longueur caractéristique L selon la relation : $B = \frac{\tau_c L}{\rho g H^2}$. On prend comme hauteur caractéristique $H=2$ cm pour les cônes 1 et 2 et $H=2,5$ cm pour les autres cônes. La longueur caractéristique L vérifie : $L = \sqrt{\Omega/\pi H}$, et décroît ainsi lorsque le volume du cylindre utilisé diminue.

Le tableau 4.5 donne les valeurs de la hauteur caractéristique H , de la longueur caractéristique L et du nombre de Bingham B des cônes de différents volumes Ω . On remarque que les nombres de Bingham pour les différents volumes testés sont supérieurs au nombre de Bingham critique B_c .

TABLE 4.5. – Hauteur caractéristique H , longueur caractéristique L et nombre de Bingham des mortiers testés à 6 minutes par des cônes de différents volumes Ω .

Ω (l)	H (cm)	L (cm)	B
0,183	2,00	5,74	0,83
0,307	2,00	7,27	1,83
0,427	2,50	8,46	1,01
0,687	2,50	10,33	0,73
0,900	2,50	10,50	0,37

Ainsi, nous allons examiner l'accord entre nos mesures d'étalement pour différents volumes et la première équation du système (4.100), donnant R en fonction de B pour $B \geq B_c$. Pour rappel, cette équation s'écrit :

$$\tilde{R} = \frac{1}{6B} + \frac{1}{B}(B^2 - B_c^2 + \frac{1}{9})^{\frac{1}{2}} = \frac{1}{6B} + \frac{1}{B}\sqrt{B^2 - \frac{1}{45}} \quad \text{avec} \quad B \geq B_c = (\frac{2}{15})^{\frac{1}{2}} \quad (4.104)$$

En se plaçant dans l'intervalle de nombres de Bingham élevés, on peut négliger le terme $1/45$ devant B^2 sous la racine. L'équation (4.104) devient :

$$\tilde{R} = \frac{1}{6B} + 1 \quad \text{avec :} \quad \tilde{R} = \frac{R}{L} \quad ; \quad B = \frac{\tau_c L}{\rho g H^2} \quad (4.105)$$

Le passage en grandeurs physiques permet d'écrire la relation suivante :

$$\ln(R - L) = 2 \ln(\Omega) + \ln\left(\frac{\rho g}{6\tau_c \phi L^4}\right) \quad (4.106)$$

Ainsi, la pente de variation de $\ln(R - L)$ en fonction de $\ln(\Omega)$ doit être égale à 2. La figure 4.16 donne la variation de $\ln(R - L)$ en fonction de $\ln(\Omega)$. On voit que les données expérimentales s'écartent du modèle théorique. Si on écarte le point correspondant au volume le plus faible ($\Omega = 0,183$ l), les points présentés suivent une tendance linéaire avec une pente de 1,34. Cette pente est sensiblement différente de la pente prévue par le modèle, égale à 2 (4.106).

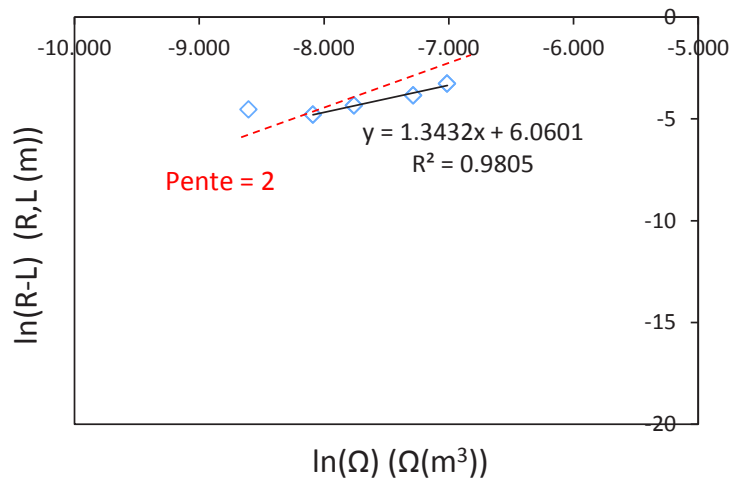


FIGURE 4.16. $-\ln(R - L)$ en fonction de $\ln(\Omega)$ pour les différents volumes testés.

Afin d'expliquer cela, nous avons examiné la variation du rapport de l'épaisseur du mortier étalé ($h(0)$) sur le rayon d'étalement (R) pour les différents volumes. Le tableau 4.6 donne la variation de ce rapport ($h(0)/R$) mesuré à 6 minutes en fonction du volume. On remarque qu'il est compris entre 0,26 et 0,18. Il diminue lorsque le volume de l'échantillon testé augmente. Ceci est dû à une augmentation du rayon d'étalement lorsque le volume de l'échantillon testé augmente. Or, pour se situer dans l'approximation de lubrification selon Roussel and Coussot (2005), il faut que le rapport $h(0)/R$ soit inférieur à 0,2. Cette condition n'est vérifiée que pour les cônes de volume supérieur à 0,427.

Une autre explication du décalage avec le modèle reliant $\tilde{R}$ à B sous l'approximation de lubrification peut découler du rapport peu élevé entre l'épaisseur d'arrêt du mortier étalé et le diamètre du plus gros grain de sable (4 mm). En effet, pour que l'hypothèse de milieu continu soit valide, il faut que l'hypothèse de volume élémentaire représentatif soit respectée en tout point de l'éprouvette. Or, l'épaisseur des mortiers étalés est à peine supérieure à 5

fois la taille du plus gros grain (tableau 4.6). Ce qui nous éloigne des conditions de validité du modèle (4.100) dans nos expériences.

TABLE 4.6. – Épaisseur d'arrêt $h(0)$, rayon d'étalement R et rapport $h(0)/R$ du mortier testé à 6 minutes pour différents volumes testés Ω .

Ω (l)	$h(0)$ (cm)	R (cm)	$h(0)/R$
0,183	1,78	6,80	0,26
0,307	1,85	8,20	0,23
0,427	1,90	9,76	0,19
0,687	2,30	12,46	0,16
0,900	2,60	14,31	0,18

Ainsi, on constate qu'on commet une erreur de 20 % sur la pente de la relation entre $\ln(R)$ et $\ln(\Omega)$, valable pour $B < B_c$, et une erreur de 35 % sur la pente de la relation entre $\ln(R - L)$ et $\ln(\Omega)$, valable pour $B \geq B_c$ dans la gamme de volumes compris entre 0,183 l et 0,9 l. Les résultats expérimentaux semblent donc plus proches du modèle de Roussel en dépit des valeurs de B supérieures à B_c . Pour tenter de comprendre ce paradoxe, on peut observer que $\tilde{R}$ varie inversement avec B (4.100). De plus, $\tilde{R}$ augmente avec le volume de fluide Ω (tableau 4.6). Par conséquent, quand on augmente le volume de fluide, le nombre de Bingham diminue et on peut constater qu'il atteint le nombre de Bingham critique (B_c) pour $\Omega = 0,9$ l (tableau 4.5). En utilisant des volumes plus grands, le nombre de Bingham aurait donc été inférieur à B_c . Dans ce cas, les résultats expérimentaux seraient d'autant mieux représentés par le modèle de Roussel et l'hypothèse de milieu continu serait mieux vérifiée. En effet, l'épaisseur d'arrêt ($h(0)$) augmente avec le volume (tableau 4.6) de sorte que le rapport entre l'épaisseur d'arrêt et la taille du plus gros grains augmente également. En conclusion, le seuil de cisaillement des mortiers testés est mieux représenté par le modèle de Roussel, l'écart pouvant être expliqué par des volumes insuffisants par rapport au volume élémentaire représentatif pour respecter parfaitement l'hypothèse de continuité.

4.4. Modélisation biphasique de la rhéologie des mortiers de SPC

Dans la section précédente, nous avons calculé les seuils d'écoulement de nos mortiers en les considérant comme un milieu continu dont la rhéologie est bien représentée par un modèle de Herschel-Bulkley. La modélisation théorique de l'étalement sous l'hypothèse de lubrification

permet de calculer le seuil d'écoulement des mortiers à partir du diamètre d'étalement dans le cas d'un nombre de Bingham faible ($B < (2/15)^{1/2}$) et d'un nombre de Bingham élevé ($B > (2/15)^{1/2}$) (figure 4.11). La pertinence des seuils d'écoulement calculés à partir des résultats des essais d'étalement en utilisant le modèle théorique de Balmforth a été examinée dans le cas de pâtes de filler, pâtes de ciment et mortier de ciment et sable naturel. Les modèles de Roussel and Coussot (2005) et Balmforth et al. (2006) reproduisent bien les seuils d'écoulement statiques de pâtes de filler dont les rapports E/F est compris entre 0,45 et 0,6 et dont le seuil d'écoulement statique varie entre 1 et 7 Pascals (erreur inférieure à 20 %). L'accord est moins satisfaisant pour les pâtes de ciment. Ces pâtes ont un rapport E/C compris entre 0,4 et 0,6 et leur seuil d'écoulement statique varie entre 4 et 42 Pa. Par ailleurs, l'étude des variations du rayon d'étalement en fonction du volume (entre 0,18 l et 0,9 l) d'un mortier de diamètre d'étalement égal à 25 cm au cône MBE (0,687 l) a montré que les données expérimentales, en particulier la pente de variation de $(\ln(R))$ en fonction de $(\ln(\Omega))$ sont mieux représentées par la loi de Roussel (4.90) bien qu'elles s'en écartent légèrement du fait de volumes insuffisants pour respecter parfaitement l'hypothèse de continuité.

Afin de confirmer la pertinence des seuils d'écoulement prédits par l'approche théorique de Balmforth et al. (2006); Roussel and Coussot (2005), nous allons considérer dans cette section le caractère biphasique des mortiers de SPC. En effet, en se plaçant à l'échelle des grains de SPC, les mortiers peuvent être vus comme des suspensions de particules de SPC dans un fluide à seuil qui est la pâte de filler ou de ciment. Dans ce sens, plusieurs études ont été menées pour étudier les caractéristiques rhéologiques d'une suspension granulaire en fonction des caractéristiques rhéologiques du fluide suspendant et des caractéristiques des particules (fraction volumique, forme, morphologie ...) (Chateau et al., 2008) (Mahaut et al., 2008b) (Ovarlez et al., 2015). Dans un premier temps, nous allons présenter un état de l'art des modèles disponibles pour étudier la rhéologie des suspensions de particules non-colloïdales dans un fluide à seuil. Ensuite, nous allons essayer d'ajuster ces modèles à nos mortiers de SPC pour estimer certaines de leurs caractéristiques. Ces caractéristiques des SPC sont enfin comparées à des résultats de mesures de la littérature pour voir si la rhéologie de nos matériaux peut être décrite par les modèles présentés.

4.4.1. Travaux antérieurs sur matériaux biphasiques modèles

D'un point de vue rhéologique, une description biphasique des mortiers et bétons peut être utilisée. Cette approche suggère que les mortiers sont composés d'une phase continue représentant le fluide suspendant (une pâte supposée homogène) et d'une phase dispersée en suspension (inclusions telles que les grains de sable). Dans le cas des mortiers, le sable constitue les inclusions en suspension dans la pâte de ciment considérée comme fluide sus-

pendant.

Modèle de Krieger-Dougherty

Le modèle de Krieger-Dougherty ([Krieger and Dougherty, 1959](#)) permet d'exprimer la viscosité d'un mortier selon la relation :

$$\frac{\eta(\phi)}{\eta(0)} = \left(1 - \frac{\phi}{\phi_{div}}\right)^{-[\mu]\phi_{div}}, \quad (4.107)$$

où $\eta(\phi)$ est la viscosité du mortier, $\eta(0)$ la viscosité de la pâte, ϕ la fraction volumique d'inclusions, ϕ_{div} la compacité divergente. La compacité divergente représente la fraction volumique d'inclusions pour laquelle la viscosité du mortier diverge. Cette compacité induit la percolation du réseau de contacts dans tout le fluide. Enfin, $[\mu]$ est la viscosité intrinsèque, qui est une mesure de l'augmentation de la viscosité de la pâte chargée par les inclusions en question. Dans le cas d'inclusions sphériques dans une suspension diluée, $[\mu] = 2,5$ en accord avec les travaux de [Einstein \(1905\)](#). En effet, l'ajout de particules perturbe l'écoulement de la suspension vu que les lignes de courant ne peuvent pas traverser les particules rigides. La perturbation des lignes de courant dépend *a priori* de la forme des grains, cette perturbation est capturée par la viscosité intrinsèque.

Modèle de Chateau-Ovarlez-Trung

Le modèle théorique développé par [Chateau et al. \(2008\)](#) permet de prédire **le seuil d'écoulement statique** de suspensions de particules dans un fluide à seuil. Sous l'hypothèse d'inclusions rigides non-colloïdales et de comportement élastoplastique parfait de la suspension, des approches d'homogénéisation ([Chateau et al., 2008](#)) ([Mahaut et al., 2008b](#)) ([Ovarlez et al., 2015](#)) permettent d'exprimer le seuil d'écoulement statique de la suspension (τ_c) en fonction du seuil d'écoulement statique du fluide suspendant (τ_0), de la fraction volumique d'inclusions rigides (ϕ) et du rapport des modules élastiques de la suspension chargée et du fluide suspendant $\frac{G'(\phi)}{G'(0)}$ ([Chateau et al., 2008](#)) :

$$\frac{\tau_c(\phi)}{\tau_0} = \sqrt{(1 - \phi) \frac{G'(\phi)}{G'(0)}}. \quad (4.108)$$

L'hypothèse principale de ce modèle consiste à considérer que la déformation locale du fluide interstitiel en tout point peut être représentée par un scalaire unique, sa déformation de

cisaillement moyenne. Cette hypothèse semble naturellement valide uniquement dans le cas parfait d'une suspension isotrope d'inclusions sphériques, non-colloïdales et monodisperses dans un fluide à seuil homogène. En effet, il est nécessaire de s'assurer qu'il existe une séparation d'échelle entre les inclusions et le fluide suspendant. De cette manière, les particules "voient" le fluide suspendant comme un milieu continu. Par exemple, dans notre cas, cela revient à s'assurer que la taille des inclusions de sable ($63 \mu\text{m}/4 \text{ mm}$) est grande devant la taille des grains de filler (diamètre moyen de $10 \mu\text{m}$) ou de ciment (diamètre moyen de $12 \mu\text{m}$). On considère que les grains de SPC répondent à ce critère vu que 97 % (en masse) ont une taille supérieure à $100 \mu\text{m}$ (figure 2.7). Enfin, il est nécessaire que les particules n'aient aucune interaction physico-chimique avec le fluide suspendant : la contribution des inclusions au seuil de la suspension doit être purement mécanique.

Pour une suspension modèle isotrope de sphères monodisperses dans un fluide à seuil modèle, Mahaut et al. (2008a) et Chateau et al. (2008) montrent expérimentalement que le module élastique relatif $G'(\phi)/G'(0)$ est bien représenté par une loi de type Krieger-Dougherty qui s'écrit :

$$G'(\phi) = G'(0) \frac{1}{\left(1 - \frac{\phi}{\phi_{div}}\right)^{2,5\phi_{div}}} \quad \text{avec : } \phi_{div} = 0,56. \quad (4.109)$$

Dans la littérature, il existe une borne inférieure du module élastique adimensionné $G'(\phi)/G'(0)$ appelée borne de Hashin-Shtrikman (Hashin and Shtrikman, 1963) :

$$\frac{G'(\phi)}{G'(0)} > \frac{2 + 3\phi}{2 - 2\phi}. \quad (4.110)$$

Cette borne est valide quelle que soit la forme des inclusions rigides en suspension isotrope (Mahaut et al., 2008a) dans un fluide à seuil continu. Il est nécessaire que la contribution des inclusions soit purement mécanique. La combinaison des équations (4.108) et (4.109) donne le modèle de Chateau-Ovarlez-Trung pour le cas des sphères :

$$\frac{\tau_c(\phi)}{\tau_c(0)} = \sqrt{(1 - \phi) \frac{1}{\left(1 - \frac{\phi}{\phi_{div}}\right)^{2,5\phi_{div}}}}. \quad (4.111)$$

Ainsi, la variation du seuil d'écoulement adimensionné en fonction de la fraction volumique (ϕ) est bien ajustée par une loi type Krieger-Dougherty (Krieger and Dougherty, 1959) dans le cas d'une suspension isotrope de particules sphériques rigides au sein d'un fluide à seuil simple ou thixotrope (figure 4.17, (Mahaut et al., 2008b)). Les auteurs (Mahaut et al., 2008b) mettent en exergue la nécessité de mesurer les seuils d'écoulement en partant de la

suspension statique afin de remplir le critère d'isotropie. En effet, dès qu'une suspension est mise en écoulement, les particules migrent vers les zones les plus faiblement cisailées. Ceci induit une anisotropie au niveau de la suspension. Ainsi, il devient nécessaire d'étudier les suspensions localement en tenant compte de l'effet de la migration sur la variation spatiale de la fraction volumique. Pour cela, il est nécessaire de coupler les mesures rhéométriques à des mesures IRM.

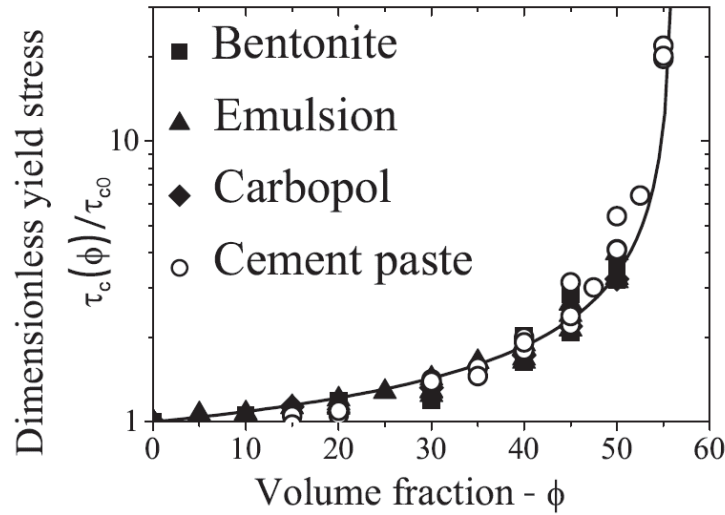


FIGURE 4.17. – Variation de la contrainte seuil adimensionnée en fonction de la fraction volumique de suspensions de billes de polystyrène de tailles $80 \mu\text{m}$, $140 \mu\text{m}$ et $315 \mu\text{m}$ et de billes de verre de tailles égales à $140 \mu\text{m}$, $330 \mu\text{m}$ et 2 mm immergées dans divers fluides à seuil (suspension de bentonite, gel de carbopol et émulsion) et de billes de verre de 2 mm immergées dans une pâte de ciment. La ligne en trait plein correspond au modèle de COT (4.108) sans paramètre d'ajustement ($\phi_{div} = 0,56$).

La validité du modèle de [Chateau et al. \(2008\)](#) a ensuite été examinée dans le cas d'inclusions non sphériques. Dans ce cas, la viscosité intrinsèque de particules égale à 2,5 est remplacée dans le modèle de COT par la viscosité intrinsèque des particules en question mesurée expérimentalement par [Hafid \(2012\)](#). Le modèle de Chateau-Ovarlez-Trung ainsi modifié s'écrit :

$$\frac{\tau_c(\phi)}{\tau_c(0)} = \sqrt{(1 - \phi) \frac{1}{(1 - \phi_{div})[\mu]\phi_{div}}} . \quad (4.112)$$

[Hafid \(2012\)](#) ont étudié la rhéologie de mortiers de sables roulés (10 % de polydispersité) et concassés dans des fluides à seuil modèles. Ils trouvent que la rhéologie de ces suspensions suit bien le modèle de Chateau-Ovarlez-Trung (équation (4.108), (4.109)) avec une compacité divergente ϕ_{div} et une viscosité intrinsèque $[\mu]$ dépendant de la morphologie des particules. Dans ce travail, la viscosité intrinsèque est déterminée expérimentalement en me-

surant la viscosité d'une suspension diluée du sable testé dans un fluide Newtonien et celle du fluide Newtonien seul. Ensuite, la formule de [Krieger and Dougherty \(1959\)](#) (4.107) à faibles fractions volumiques permet de calculer la viscosité intrinsèque. Contrairement au cas de grains sphériques, la compacité divergente est dans ce cas inférieure à la compacité lâche aléatoire. On rappelle que la compacité lâche aléatoire correspond à l'état le plus lâche possible et mécaniquement stable des grains de sable ([Hafid, 2012](#)). La compacité divergente est d'autant plus faible que le rapport d'aspect des grains est grand (figure 4.18). Ceci peut être expliqué par une plus grande facilité à créer un réseau de contacts percolants entre les grains lorsque leur rapport d'aspect augmente. Le tableau 4.7 présente quelques mesures de la viscosité intrinsèque et de la compacité divergente issues de la littérature. On voit bien que ces deux paramètres dépendent de la forme des particules. Pour les ellipsoïdes, la viscosité intrinsèque varie selon le rapport d'aspect. Elle est égale à 2,9 pour un ellipsoïde allongé avec un rapport d'aspect de 2 et 5,806 pour un ellipsoïde de rapport d'aspect égal à 5. Par ailleurs, la compacité divergente d'un sable roulé est supérieure à celle d'un sable concassé ([Hafid, 2012](#)). Celle-ci diminue lorsque la rugosité et le rapport d'aspect des grains diminuent.

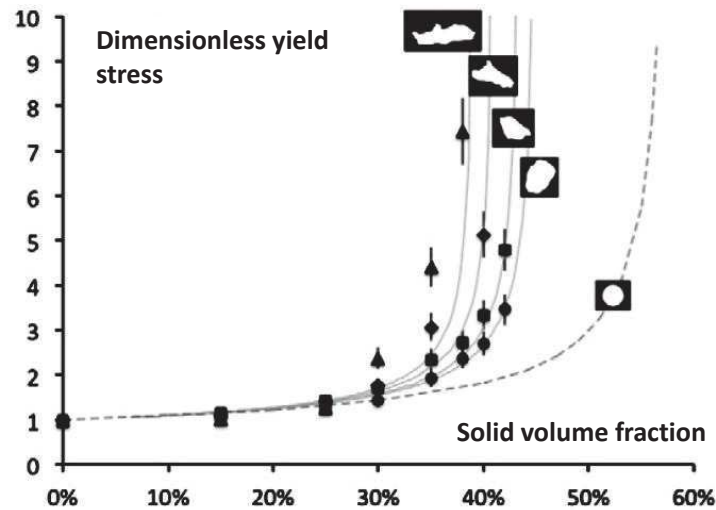


FIGURE 4.18. – Seuil d'écoulement adimensionné en fonction de la concentration volumique en inclusions pour différentes morphologies de sable. La ligne en pointillés représente le modèle de [Chateau et al. \(2008\)](#).

[Vu et al. \(2010\)](#) ont examiné la validité du modèle de Chateau-Ovarlez-Trung dans le cas de billes sphériques bi-disperses. La validité du modèle est testée sur des billes de polystyrène ou des billes de verre immergées dans un fluide à seuil modèle. Chaque type de billes est caractérisé par deux tailles d_1 et d_2 , $d_2 > d_1$ avec $\lambda = d_2/d_1$, et par la fraction volumique relative des petites particules $\xi = \phi_1/\phi_2$. [Vu et al. \(2010\)](#) montrent que la relation (4.108) est toujours applicable dans le cas d'inclusions bidisperses. Cependant, la compacité divergente

TABLE 4.7. – Mesures de la viscosité intrinsèque et de la compacité divergente de différents types d’inclusions issues de la littérature.

Référence	Type d’inclusions	$[\mu]$	ϕ_{div}
Krieger and Dougherty (1959)	Inclusions sphériques	2,5	56 %
Douglas and Garboczi (1995)	Ellipsoïde allongé (rapport d’aspect égal à 2)	2,908	-
Douglas and Garboczi (1995)	Ellipsoïde allongé (rapport d’aspect égal à 5)	5,806	-
Hafid (2012)	Sable roulé	3,27	50 %
Hafid (2012)	Sable concassé	3,71	40 %
Zhou (1995)	Cylindre allongé (rapport d’aspect égal à 4)	5,27	-

est dans ce cas calculée à l’aide du modèle d’empilement compressible de [De Larrard and Ferraris \(1998\)](#) dans lequel la compacité divergente des sphères monodisperses remplace la compacité maximale aléatoire ($\phi = 0,56$ au lieu de 0,64). Le seuil d’écoulement adimensionné varie selon la relation :

$$\frac{\tau_c(\phi, \lambda, \xi)}{\tau_c(0)} = \sqrt{\frac{1 - \phi}{(1 - \phi/\phi_{div}(\lambda, \xi))^{1.43}}}. \quad (4.113)$$

En résumé, la valeur de ϕ_{div} dépend de la forme des inclusions ([Hafid, 2012](#)) et de leur polydispersité ([Vu et al., 2010](#)). Par ailleurs, la viscosité intrinsèque du modèle de [Chateau et al. \(2008\)](#) dépend de la morphologie des particules.

L’application d’un cisaillement provoque de l’anisotropie dans la répartition spatiale des particules au sein d’une suspension. La validité de l’équation (4.108) à l’origine du modèle de Chateau-Ovarlez-Trung a été ensuite étudiée dans le cas d’une suspension anisotrope par [Ovarlez et al. \(2015\)](#). Pour cela, la validité de l’hypothèse que la déformation locale peut être représentée par un scalaire unique égal à la déformation moyenne du fluide suspendant est vérifiée pour une suspension soumise à un cisaillement simple. Dans une cellule couette à cylindres coaxiaux, les particules migrent du cylindre intérieur vers le cylindre extérieur. L’écoulement est étudié en utilisant un rhéomètre inséré dans un IRM permettant de mesurer les profils de vitesse et de fraction volumique, et de prendre en compte ainsi la migration de particules dans la détermination des paramètres rhéologiques. Les résultats montrent que le modèle de [Chateau et al. \(2008\)](#) reste applicable dans le cas des suspensions anisotropes de particules sphériques soumises à un cisaillement simple. Le modèle proposé suit une loi de type Krieger-Dougherty avec une compacité divergente différente :

$$\frac{\tau_c(\phi)}{\tau_c(0)} = \sqrt{\frac{1 - \phi}{(1 - \phi/\phi_{div})^{2.5\phi_{div}}}} \quad \text{avec : } \phi_{div} = 0,605. \quad (4.114)$$

Ce modèle est uniquement applicable dans le cas où le fluide interstitiel est isotrope avec une dissipation négligeable de l'énergie par contact direct entre les particules.

4.4.2. Modélisation de la rhéologie des mortiers par une approche bi-phasique : cas des mortiers de filler

Nous allons représenter la variation du seuil d'écoulement des mortiers adimensionné par le seuil d'écoulement de la pâte de filler (τ_c/τ_0) à l'aide du modèle COT modifié (équation (4.112)). La figure 4.19 résume les étapes de calcul des seuils d'écoulement à partir de l'approche d'homogénéisation de Chateau et al. (2008), et à partir des mesures d'étalement en utilisant les équations de Balmforth établies dans la partie 4.3.1.

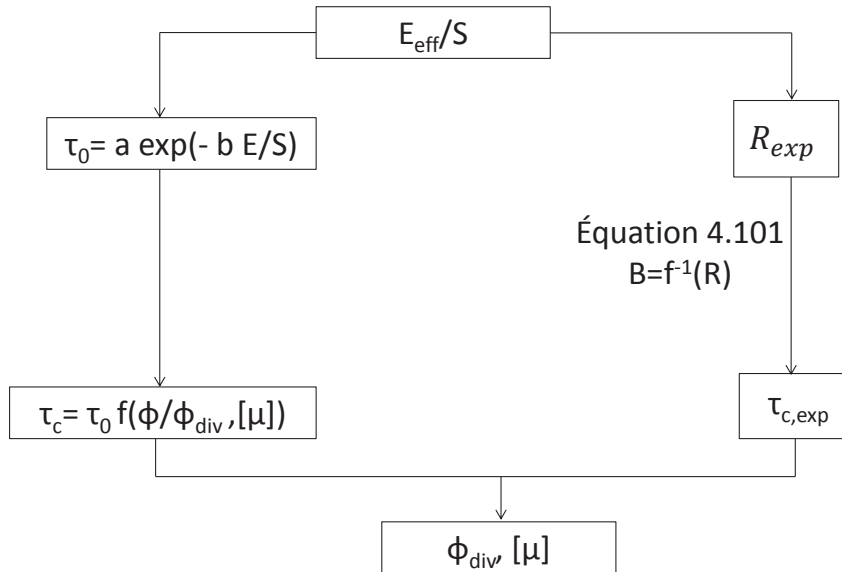


FIGURE 4.19. – Connaissant le rapport eau efficace/solide (E_{eff}/S), le seuil d'écoulement est déterminé à partir du rayon d'étalement en utilisant les équations (4.101). Par ailleurs, le rapport (E_{eff}/S) permet de prédire le seuil d'écoulement de la pâte interstitielle à partir des mesures expérimentales de seuil d'écoulement. Ensuite, le seuil d'écoulement du mortier est calculé en utilisant l'approche de Chateau et al. (2008) en gardant la compacité divergente ϕ_{div} et la viscosité intrinsèque $[\mu]$ comme paramètres d'ajustement. Ces paramètres sont déterminés par application de la méthode des moindres carrés sur les seuils d'écoulement calculés par l'approche continue ($\tau_{c,exp}$) et ceux calculés par l'approche biphasique (τ_c).

En effet, connaissant le rapport eau efficace/solide des mortiers, nous avons calculé les seuils d'écoulement dynamiques des pâtes de filler interstitielles en utilisant les résultats de nos mesures rhéométriques (figure 4.6 (b)). Rappelons que les seuils statiques et dynamiques sont proches pour un rapport $E/F > 0,45$. Ensuite, nous avons calculé les seuils d'écoulement des mortiers en utilisant les modèles de [Balmforth et al. \(2006\)](#) et de ([Roussel and Coussot, 2005](#)). Nous avons alors interpolé les résultats de variation des seuils des mortiers en fonction de la fraction volumique de SPC par un modèle de type COT ([Chateau et al., 2008](#)) en ajustant la viscosité intrinsèque ($[\mu]$) et la fraction volumique divergente (ϕ_{div}). Enfin, nous nous sommes assurés que la viscosité intrinsèque et la fraction volumique divergente résultant de l'ajustement qui précède sont cohérents avec ceux de la littérature pour des sables similaires.

Fraction volumique des inclusions de sable dans les mortiers testés

Dans cette étude, le volume de sable et la masse de filler sont maintenus constants. Le seul paramètre variable est l'eau efficace présente dans la pâte. Ainsi, la fraction volumique d'inclusions de SPC saturées ou initialement sèches varie en fonction du rapport E_{eff}/F selon la relation :

$$\phi(E_{eff}/F) = \frac{V_{sable}}{F \left(\frac{V_{sable}}{F} + \frac{1}{\rho_F} + \frac{E_{eff}/F}{\rho_e} \right)}, \quad (4.115)$$

où V_{sable} , ρ_F , F et ρ_e sont respectivement le volume de sable, la masse volumique du filler, la masse du filler et la masse volumique de l'eau. La figure 4.20 présente la fraction volumique

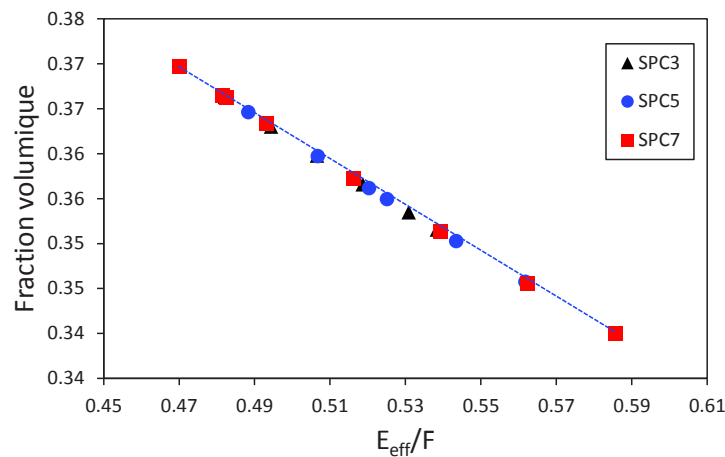


FIGURE 4.20. – Variation de la fraction volumique d'inclusions de SPC en fonction du rapport eau efficace/filler.

d'inclusions de SPC (ϕ) en fonction du rapport E_{eff}/F des mortiers de filler testés pour l'étalement. Le rapport E_{eff}/F varie dans la gamme de valeurs $[0,47; 0,59]$ tandis que la fraction volumique d'inclusions de SPC varie dans la gamme de valeurs $[0,34; 0,37]$.

Influence des propriétés rhéologiques du fluide interstitiel sur l'évolution du seuil

La figure 4.21 présente les variations du seuil d'écoulement des mortiers de SPC3 calculé à partir du diamètre d'étalement et adimensionné par le seuil d'écoulement de la pâte interstitielle en fonction de la fraction volumique solide ($\tau_c/\tau_0 = f(\phi)$). On remarque que le modèle COT pour $[\mu] = 2,5$ s'écarte considérablement des données expérimentales. En prenant la viscosité intrinsèque et la compacité divergente ϕ_{div} comme paramètres ajustables, le modèle décrit les données expérimentales de manière plus satisfaisante qu'en adoptant la viscosité intrinsèque de 2,5 valable pour des sphères. Nous remarquons également que les données (τ_c/τ_0) se trouvent au dessus de la borne théorique inférieure de Hashin and Shtrikman (1963).

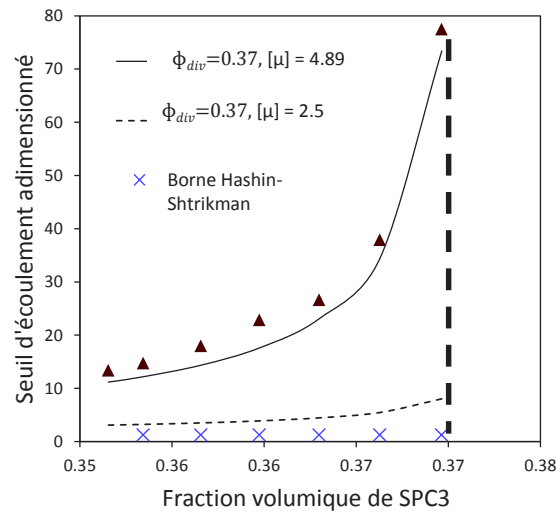


FIGURE 4.21. – Seuil d'écoulement du mortier adimensionné par le seuil d'écoulement de la pâte interstitielle en fonction de la fraction volumique solide pour des suspensions de SPC3 dans des pâtes de filler. Les résultats expérimentaux sont bien ajustés par le modèle de [Chateau et al. \(2008\)](#) pour $(\phi_{div}, [\mu]) = (0,37; 4,89)$. Les croix correspondent à la borne inférieure de Hashin-Shtrikman.

Sachant que les sables de pâte de ciment utilisés ont la même courbe granulométrique, et sont issus du même protocole de concassage, donc ont *a priori* la même morphologie, nous essayerons d'ajuster la variation des seuils d'écoulement normalisés de tous les mortiers de

filler par le modèle de COT en gardant un même couple de paramètres (compacité divergente, viscosité intrinsèque) quels que soient le sable et le fluide suspendant. La figure 4.22 (a) montre la variation du seuil d'écoulement adimensionné en fonction de la fraction volumique d'inclusions pour les mortiers de filler. On constate que l'ensemble des mesures suit

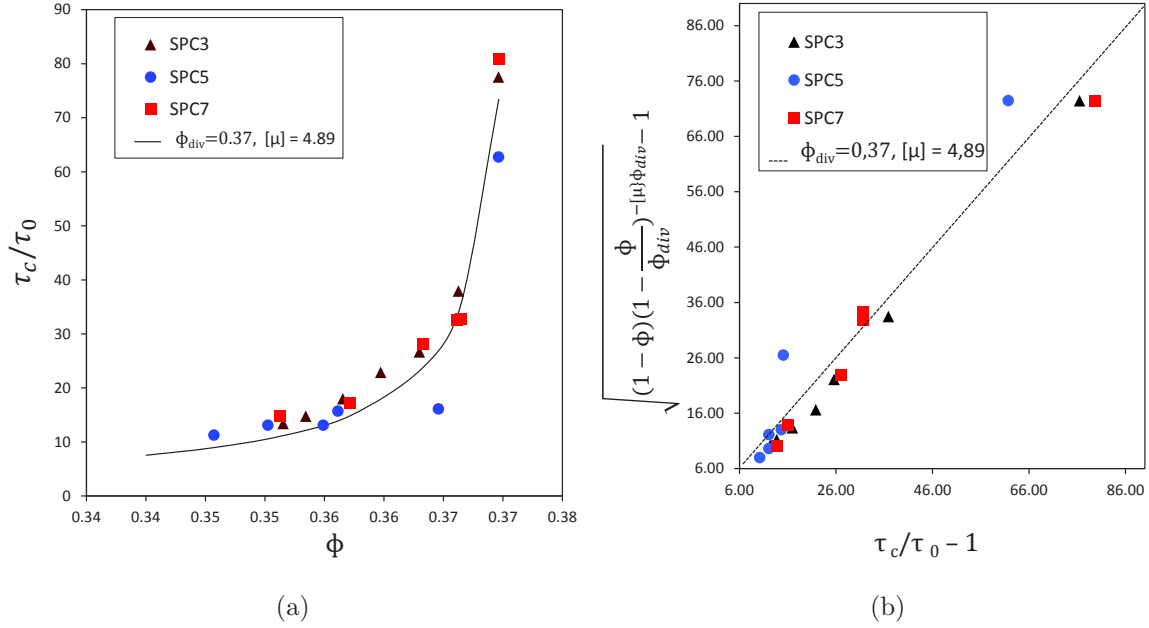


FIGURE 4.22. – (a) Seuil d'écoulement des mortiers de filler à 6 minutes calculé à partir du modèle de Balmforth et al. (2006). Les triangles correspondent aux mortiers de SPC3, les disques aux mortiers de SPC5 et les carrés aux mortiers de SPC7. La ligne en trait plein correspond au modèle de COT avec $\phi_{div} = 0.37$ et $[\mu] = 4.89$. (b) $\sqrt{(1 - \phi/\phi_{div})^{-[\mu]\phi_{div}}}$ en fonction du seuil d'écoulement adimensionné τ_c/τ_0 pour tous les mortiers de SPC et pâte de filler. La ligne en trait plein correspond au modèle de Chateau et al. (2008).

globalement une courbe maîtresse sur la plage des fractions volumique testées (0,34 - 0,37). Le modèle théorique représenté par une ligne noire en trait plein correspond au modèle de Chateau et al. (2008) avec $\phi_{div} = 0,37$ et $[\mu] = 4,9$. Un accord satisfaisant est constaté entre les données expérimentales et le modèle théorique (figure 4.22 (b)). On remarque que le seuil d'écoulement semble diverger à une fraction volumique relativement faible (37 %). Ceci est expliqué par la forme rugueuse et anguleuse des granulats recyclés concassés au laboratoire. Pratiquement, ceci implique qu'à squelettes granulaires identiques, les mortiers de sables concassés nécessitent l'ajout de quantités d'eau plus grandes par rapport aux sables roulés pour atteindre le même seuil d'écoulement.

La viscosité intrinsèque des sables de pâte de ciment estimée à partir des mesures d'étalement

est égale à 4,89. Celle-ci est comprise entre la viscosité intrinsèque d'un sable naturel concassé 3,71, mesurée expérimentalement par [Hafid \(2012\)](#) et celle d'un cylindre allongé (rapport d'aspect égal à 4) égale à 5,27 ([Zhou, 1995](#)). Par ailleurs, la compacité divergente estimée semble très faible devant celle prédite pour des sphères. Dans les études de [Hafid \(2012\)](#), une compacité divergente très proche (40 %) est estimée pour un sable naturel concassé de forme anguleuse (160 - 200 μm) par des mesures au rhéomètre à mortier. On en déduit que dans le cas de nos mortiers de filler, l'approche continue de calcul du seuil d'écoulement de [Balmforth et al. \(2006\)](#) et l'approche biphasique de [Chateau et al. \(2008\)](#) donnent des résultats cohérents. Bien que ce ne soit pas une preuve formelle, ceci indique la pertinence des seuils d'écoulement de nos mortiers.

Conséquences sur la relation entre étalement et rapport eau efficace/filler

Supposons que deux mortiers contenant des échantillons de sable recyclé identiques, l'un à l'état sec (D) et l'autre à l'état saturé (S), et la même masse de filler présentent des étalements R^D et R^S , respectivement, identiques à la même échéance. Les équations de Balmforth donnant la variation du seuil d'écoulement en fonction de l'étalement (équation (4.100)) permettent d'écrire :

$$R^D = R^S \iff \tau_c^D = \tau_c^S. \quad (4.116)$$

τ_c^D et τ_c^S sont les seuils d'écoulement des mortiers de sable sec et saturé respectivement. Soient ϕ_{div} et μ la compacité divergente et la viscosité intrinsèque des deux sables. Sachant que les seuils d'écoulement des deux mortiers (D) et (S) sont égaux, le modèle de [Chateau et al. \(2008\)](#), utilisé pour décrire la rhéologie de nos mortiers, permet d'écrire le seuil d'écoulement de chaque mortier sous la forme :

$$\begin{cases} \tau_c^D = \tau_0^D \sqrt{(1 - \phi^D) \left(1 - \frac{\phi^D}{\phi_{div}}\right)^{-[\mu]\phi_{div}}}, \\ \tau_c^S = \tau_0^S \sqrt{(1 - \phi^S) \left(1 - \frac{\phi^S}{\phi_{div}}\right)^{-[\mu]\phi_{div}}}. \end{cases} \quad (4.117)$$

où ϕ^D et ϕ^S sont les fractions volumiques des inclusions de SPC dans les mortiers D et S respectivement. Or, le seuil d'écoulement varie exponentiellement avec le rapport (E_{eff}/F) (Équations (4.9), (4.10)). En injectant l'équation (4.9) dans l'équation précédente, on trouve :

$$\begin{cases} \tau_c^D = a \exp(-b(E_{eff}/F)^D) \sqrt{(1-\phi)(1-\frac{\phi}{\phi_{div}})^{-[\mu]\phi_{div}}}, \\ \tau_c^S = a \exp(-b(E_{eff}/F)^S) \sqrt{(1-\phi)(1-\frac{\phi}{\phi_{div}})^{-[\mu]\phi_{div}}}. \end{cases} \quad (4.118)$$

Enfin, sachant que dans nos formulations, la fraction volumique varie uniquement en fonction du rapport E_{eff}/F selon la relation dans l'équation (4.115), les équations (4.115), (4.116) et (4.118) permettent d'écrire :

$$R^D = R^S \iff E_{eff}/F^D = E_{eff}/F^S. \quad (4.119)$$

Sachant que les mortiers (D) et (S) ont la même quantité de filler, on conclut que la mesure de diamètres d'étalement égaux dans notre cas signifie des quantités d'eau efficace égales. En d'autres termes, l'étalement de nos mortiers varie uniquement en fonction de la quantité d'eau efficace lorsque les caractéristiques du squelette granulaire $(\phi_{div}, [\mu])$ restent inchangés et lorsque les mortiers sont soumis aux mêmes conditions de malaxage et de vieillissement. Néanmoins, le seuil d'écoulement calculé à partir de nos mesures d'étalement est *a priori* un seuil dynamique (seuil d'arrêt de l'écoulement). Or, le modèle de COT est valide uniquement pour les seuils d'écoulement statiques, mesurés à partir de la mise en écoulement d'un matériau à l'arrêt. Ainsi, l'approche utilisée pour calculer les paramètres $(\phi_{div}, [\mu])$ et valider les seuils d'écoulement calculés à partir du diamètre d'étalement par l'approche de Balmforth reste tributaire de la pertinence du modèle de COT pour décrire la seuil d'écoulement de mortiers à partir d'essais d'étalement. En effet, dans la gamme de rapports E_{eff}/F de nos mortiers de filler (0,47 ; 0,58), les résultats des mesures rhéologiques montrent que la pâte de filler peut être considérée comme un fluide à seuil simple dans la mesure où de faibles écarts existent entre le seuil statique et le seuil dynamique. Ainsi, on pourrait penser que dans notre cas, le seuil statique des mortiers de filler peut être proche du seuil d'écoulement dynamique. Ce qui justifierait l'applicabilité du modèle de [Chateau et al. \(2008\)](#) sur nos mortiers de filler.

4.4.3. Modélisation de la rhéologie des mortiers par une approche biphasique : cas des mortiers de ciment

Comme précédemment, à partir des mesures rhéologiques sur la pâte de ciment seule, nous avons calculé le seuil d'écoulement des pâtes interstitielles de nos mortiers de ciment à 6 minutes. Le modèle COT ajusté avec la pâte de filler est maintenant appliqué aux mortiers du sable SPC5 et de la pâte de ciment fraîche. En effet, les paramètres ϕ_{div} et $[\mu]$ précédemment

déterminés ne doivent en théorie pas dépendre du fluide suspendant.

La figure 4.23 présente les variations du seuil d'écoulement adimensionné en fonction de la fraction volumique solide. On constate que les points expérimentaux ne s'alignent pas sur la courbe COT ajustée dans le cas des mortiers de filler. Ce constat a déjà été effectué par Mahaut et al. (2008b) qui le justifient par les propriétés particulières de la pâte de ciment (thixotropie en particulier, qui se traduit par un décalage entre les seuils d'écoulement statique et dynamique, voir figure 4.7 (b)). Ceci ne remet pas en cause la capacité du modèle de COT à s'ajuster à nos résultats expérimentaux dans le cas d'une pâte de ciment. En effet, en ajustant le modèle de COT avec la même compacité divergente 37 % mais une viscosité intrinsèque de 3,4, donc plus faible, on observe un ajustement satisfaisant des résultats expérimentaux.

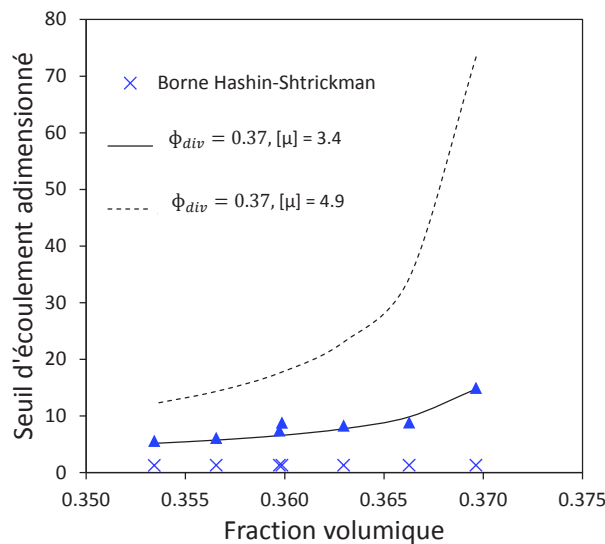


FIGURE 4.23. – Seuil d'écoulement adimensionné en fonction de la fraction volumique solide pour des suspensions de SPC5 dans des pâtes de ciment. Les résultats expérimentaux suivent bien le modèle de Chateau et al. (2008) pour $\phi_{div} = 0,37$ et $[\mu] = 3,39$. Le modèle de Chateau utilisé pour décrire la rhéologie des mortiers de filler s'écarte des données expérimentales des mortiers de ciment. Les croix correspondent à la borne inférieure de Hashin-Shtrikman (Hashin and Shtrikman, 1963).

4.4.4. Compacité d'un sable de pâte de ciment (SPC)

Afin de situer l'estimation de la compacité divergente (37 %) par rapport à la compacité lâche aléatoire, nous avons effectué une mesure de compacité du sable SPC5 selon le protocole décrit ci-dessous. La compacité lâche aléatoire est très difficile à mesurer expérimentalement à cause de la difficulté d'éviter la compaction des grains sous l'effet de leur énergie cinétique

pendant leur placement. [Hafid \(2012\)](#) ont étudié la rhéologie de suspensions de sables réels naturels et concassés dans divers fluides à seuil modèles. Par des mesures rhéométriques, ils trouvent que la variation du seuil d'écoulement adimensionné est bien représentée par le modèle de COT avec une compacité divergente et une viscosité intrinsèque qui dépendent de la morphologie des grains. De plus, la compacité divergente (ϕ_{div}) semble proportionnelle à la compacité lâche aléatoire (ϕ_{RLP}) selon la formule empirique : ($\phi_{div} = 0,88\phi_{RLP}$).

Protocole expérimental

La compacité est égale au rapport du volume réel de sable (volume solide plus volume des pores intragranulaires) au volume apparent total incluant les vides intergranulaires ([Lecomte and Mechling, 1999](#)). La compacité dépend fortement du mode d'arrangement des grains. Ici, nous proposons un protocole expérimental pour la mesurer. Un échantillon de SPC5 de masse égale à 1500 g pré-séché à 60 °C est préparé. Sa courbe granulométrique est similaire à celle sur la figure 2.7. L'échantillon est homogénéisé en le malaxant doucement dans un sac plastique bien scellé. La figure 4.24 (a) décrit le dispositif expérimental utilisé pour

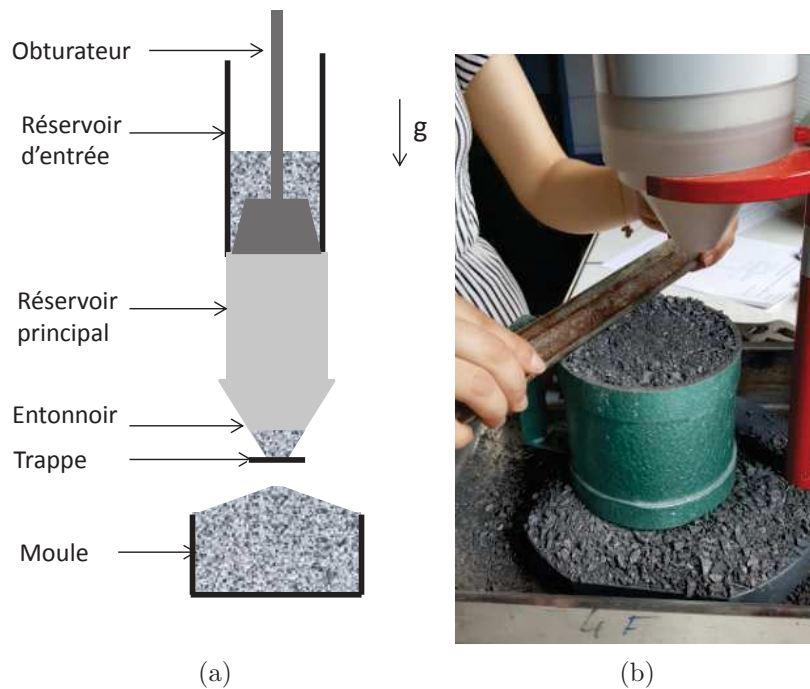


FIGURE 4.24. – (a) Dispositif de mesure de la compacité. (b) Moule arasé.

mesurer la compacité. Ce dispositif est composé d'un réservoir d'entrée et d'un réservoir principal débouchant sur un entonnoir. L'axe des deux réservoirs est centré sur un moule de volume connu, utilisé pour recevoir les grains de sable. L'entonnoir est initialement obstrué

par une trappe. Puis, l'échantillon est versé dans le réservoir d'entrée à l'aide d'une spatule. Un obturateur est placé initialement à l'intérieur du réservoir d'entrée. Cet obturateur est relevé doucement pour permettre à l'échantillon de s'écouler. L'usage de l'obturateur permet un compactage de grains répétable et indépendant de l'expérimentateur lorsque ceux-ci s'écoulent dans le réservoir principal.

La trappe est enlevée lorsque la totalité du sable est versé dans le réservoir d'entrée. Le sable rempli alors le moule en s'écoulant depuis le réservoir. Ce dernier est rapproché manuellement pour limiter au maximum la hauteur de chute du sable. Un tas conique de sable est formé au dessus du niveau supérieur du moule. Ce sable est arasé (figure 4.24 (b)) en veillant à ne pas perturber la compacité des grains. L'arasement est réalisé à l'aide d'une règle utilisée pour retirer, par un mouvement de translation parallèle au plan de la partie supérieure du moule, le matériau excédentaire.

Résultat de mesure de compacité

La compacité est égale au rapport du volume de sable contenu dans le moule arasé au volume du moule ($V=1$ l) (Équation 4.120). Le volume du sable est calculé à partir de la masse du sable et de sa masse volumique réelle présentée sur le tableau 2.4. La compacité est mesurée à travers 10 essais successifs sur un même échantillon. Celle-ci est égale à $54 \% \pm 0,17 \%$. L'erreur sur cette mesure correspond à l'intervalle de confiance à 95 %.

$$\Phi = \frac{m_s / \rho_e}{V_{\text{moule}}} \quad (4.120)$$

Malgré le soin apporté pour ne pas compacter le sable, l'énergie cinétique emmagasinée par les grains au cours de leur chute accroît sans doute leur compactage. Il est donc important de garder à l'esprit que la compacité mesurée est supérieure à la compacité lâche aléatoire, compacité minimale à laquelle un réseau de contacts entre les grains percole. La compacité lâche aléatoire peut être mesurée en sédimentant les particules étudiées dans un fluide visqueux Newtonien. Dans notre cas, l'angularité de notre sable et sa porosité provoquent la formation de bulles d'air et rendent impossible ce type de mesure. Toutefois, on constate que la compacité mesurée est supérieure à la compacité divergente (37 %).

4.5. Conclusion

Notre objectif était d'étudier la relation entre le rapport eau efficace/solide (ciment ou filler) et le diamètre d'étalement. Pour cela, nous avons étudié la relation, d'une part, entre eau efficace/solide et seuil de cisaillement et, d'autre part, entre seuil de cisaillement et rayon

d'étalement. La pertinence des modèles théoriques de Roussel and Coussot (2005) et de Balmforth et al. (2006) pour calculer le seuil d'écoulement de nos mortiers de SPC à partir des mesures du diamètre d'étalement a été discutée. Ensuite, la description biphasique de la rhéologie des mortiers issue du modèle de Chateau et al. (2008) a été testée sur nos mortiers de SPC dans une pâte de filler ou de ciment. Les conclusions suivantes peuvent être tirées :

- Le seuil d'écoulement des pâtes de filler et de ciment diminue exponentiellement dans la gamme de rapports E/F compris entre 0,35 et 0,6 et de rapports E/C compris entre 0,4 et 0,6. Ce résultat, cohérent avec les travaux de Fourmentin et al. (2016), peut être expliqué par le fait qu'une augmentation de la fraction volumique d'inclusions de filler ou de ciment diminue l'épaisseur moyenne de pâte autour des grains et gêne ainsi l'écoulement.
- Le modèle proposé, détaillé par Balmforth et al. (2006), permet de décrire la dynamique d'étalement d'un fluide viscoplastique sous l'effet de son poids propre sur un plan horizontal sous l'hypothèse de faible épaisseur d'écoulement. Dans le problème adimensionné, le fluide est caractérisé par un nombre de Bingham (B) qui représente le seuil d'écoulement adimensionné. Deux régimes de cisaillement donnent lieu à deux formes différentes de la surface libre à l'arrêt : soit le fluide s'étale complètement en diminuant sa hauteur initiale (domaine de validité du modèle de Roussel and Coussot (2005)), dans ce cas, le fluide est cisailé en tout point, soit le fluide s'étale partiellement par un cisaillement localisé sur les côtés en gardant sa hauteur initiale à l'axe de révolution du matériau. Les deux régimes de cisaillement sont séparés par un nombre de Bingham critique (B_c). Dans chaque régime, une relation théorique entre le seuil d'écoulement et le rayon d'étalement est établie pour ($B \geq B_c$) et ($B < B_c$). Pour $B < B_c$, le rayon d'étalement adimensionné ($\tilde{R}$) s'écrit en fonction du nombre de Bingham : $\tilde{R} = (225/128B)^{(1/5)}$, on retrouve le modèle de Roussel and Coussot (2005) dans la limite de fort étalement. Pour $B \geq B_c$, le rayon d'étalement adimensionné s'écrit : $\tilde{R} = \frac{1}{6B} + \frac{1}{B}(B^2 - B_c^2 + \frac{1}{9})^{\frac{1}{2}}$.

Ce modèle a été utilisé sur nos mortiers pour relier les étalements mesurés aux seuils de contraintes de cisaillement. On constate que le modèle de Roussel and Coussot (2005) sous-estime la valeur du seuil d'écoulement pour les mortiers les plus fermes, de diamètre d'étalement inférieur à 27,4 cm, ce qui correspond à un seuil d'écoulement de 36 Pa.

- Une étude de la variation du diamètre d'étalement des mortiers en fonction du volume testé en gardant les autres paramètres inchangés a montré que nos résultats expérimentaux sont assez bien représentés par le modèle de Roussel and Coussot (2005). L'écart peut être imputé aux faibles volumes de mortier, insuffisants par rapport au volume élémentaire représentatif pour respecter parfaitement l'hypothèse de continuité

compte tenu de la taille des inclusions.

- Le modèle de [Roussel and Coussot \(2005\)](#) est capable de prédire les seuils d'écoulement statiques des pâtes de filler. Ces pâtes sont composées de grains de filler de taille de l'ordre de quelques dizaines de microns en suspension dans l'eau. Leur seuil statique est compris entre 1 et 7 Pa.
- Une description bi-phasique selon le modèle de COT [Chateau et al. \(2008\)](#) de la rhéologie des mortiers de sables recyclés modèles dans une pâte de filler ou de ciment est effectuée. Cette description permet de relier le rayon d'étalement à la quantité d'eau efficace à travers le seuil d'écoulement. Le modèle de COT permet de calculer le seuil d'écoulement du mortier à partir du seuil d'écoulement de la pâte et des caractéristiques du squelette granulaire : viscosité intrinsèque et compacité divergente. La viscosité intrinsèque et la compacité divergente du sable sont déterminés en minimisant l'écart, par une méthode des moindres carrés, entre le seuil d'écoulement calculé par l'approche biphasique de modèle de COT et le seuil d'écoulement calculé à partir des mesures d'étalement sur mortier en utilisant le modèle de [Balmforth et al. \(2006\)](#). Pour les 3 SPC immergés dans une pâte de filler, on trouve une compacité divergente de 37 % et une viscosité intrinsèque de 4,89. La viscosité intrinsèque et la compacité divergente se comparent favorablement avec des données de la littérature ([Hafid, 2012](#); [Zhou, 1995](#)). Ainsi, le modèle de [Chateau et al. \(2008\)](#) semble cohérent avec le modèle de [Balmforth et al. \(2006\)](#) en matière de prédiction du seuil d'écoulement de nos mortiers. La combinaison des deux modèles permet de relier la quantité d'eau efficace d'un mortier à son seuil d'écoulement. Ceci est cohérent avec l'hypothèse selon laquelle l'étalement de nos mortiers préparés avec un SPC (sec ou saturé) dépend uniquement de la quantité d'eau efficace lorsque le squelette granulaire et les conditions de malaxage sont identiques.
- La modélisation biphasique des mortiers de SPC5 dans une pâte de ciment permet de calculer, comme précédemment, une compacité divergente et une viscosité intrinsèque du sable SPC5. Dans ce cas, la compacité divergente vaut 37 % mais la viscosité intrinsèque est sensiblement différente de celle calculée en exploitant les résultats des mortiers de filler. Celle-ci est égale à 3,39 avec les mesures sur mortier de ciment et 4,89 par exploitation des mesures sur mortiers de filler. Or, la viscosité intrinsèque d'un sable ne devrait pas dépendre du fluide à seuil utilisé. Ce décalage peut être expliqué par une thixotropie plus grande des mortiers de ciment par rapport aux mortiers de filler. En effet, le seuil d'écoulement mesuré par les essais d'étalement est un seuil dynamique, or le modèle de COT est applicable sur les seuils statiques. Il est possible que le modèle de COT ne soit pas applicable pour les seuils mesurés à partir d'essais d'étalement sur des mortiers de ciment.

Conclusions

Conclusions

L'intérêt accru pour le recyclage du béton est né d'une volonté d'inscrire le BTP dans une logique de développement durable. Les granulats de bétons recyclés (GBR) présentent la particularité d'être fortement poreux en comparaison avec les granulats naturels. L'incorporation des GBR dans un nouveau béton provoque une modification de sa quantité d'eau efficace. Ceci a pour cause les transferts d'eau qui ont lieu entre la porosité des GBR et la pâte de ciment fraîche. Une mauvaise prédiction de la quantité d'eau efficace du béton a des conséquences négatives sur sa maniabilité et sur son comportement à l'état durci. Plusieurs études se sont intéressées à la mesure du transfert d'eau vers des gravillons de béton recyclé immergés dans l'eau ([Poon et al., 2004a](#); [Khoury et al., 2018](#); [Bendimerad et al., 2015](#)) mais peu d'études se sont intéressées à la mesure du transfert d'eau vers la fraction sable ([Zhao et al., 2015](#); [Le et al., 2016](#)) en raison de difficultés d'ordre expérimental. Par ailleurs, le suivi quantitatif des transferts d'eau entre des GBR et une pâte de ciment fraîche a été peu traité ([Fourmentin et al., 2016](#); [Bello et al., 2017](#)). Aussi notre étude s'est-elle fixée comme objectif de quantifier expérimentalement les transferts d'eau entre un sable recyclé et une pâte de ciment fraîche au cours du malaxage du béton et leur impact sur la maniabilité du mélange.

L'hétérogénéité des granulats de béton recyclés industriels nous a conduit à travailler sur des sables recyclés modèles homogènes afin de comprendre l'incidence de la porosité du sable sur les échanges d'eau avec une pâte de ciment fraîche. Du filler calcaire inerte a été utilisé dans une série de mortiers au lieu du ciment afin d'exclure l'effet des réactions d'hydratation de la pâte de ciment sur les transferts d'eau étudiés et sur la maniabilité du mélange de sable avec la pâte.

Dans le chapitre 2, nous avons présenté le protocole expérimental mis au point pour quantifier le transfert d'eau entre un sable recyclé et une pâte de filler ou de ciment fraîche. Ce protocole est basé sur l'hypothèse que l'étalement d'un mortier contenant un sable recyclé (sec ou saturé) dépend uniquement de la quantité d'eau efficace lorsque le squelette granulaire ainsi que les conditions de malaxage et de vieillissement restent inchangés. Nos granulats recyclés modèles consistent en 3 sables de pâte de ciment (SPC) préparés avec des rapports eau/ciment (E/C) égaux à 0,3 (SPC3), 0,5 (SPC5) ou 0,7 (SPC7). Ces sables ont une même granularité qui s'étale entre $63\ \mu\text{m}$ et $4\ \text{mm}$. Nous avons montré par des mesures au porosimètre à intrusion de mercure (MIP) que les pâtes de ciment préparées sont homogènes. Sachant que les grains de taille supérieure à $100\ \mu\text{m}$ sont représentatifs de la porosité de la pâte de ciment durcie (Zhang et al., 2010), l'absorption d'eau sous 24 heures (WA_{24h}) de ces sables a été mesurée selon la norme NF EN 1097-6 sur la fraction gravillons des pâtes ayant le même E/C . Comme prévu, l'absorption augmente avec le rapport E/C et varie entre 12,9 % et 35,6 %. La porosité à l'eau augmente également avec le rapport E/C et varie entre 25,1 % et 47,1 %. Cette augmentation est confirmée par des mesures au MIP et des observations de sections polies au microscope électronique à balayage (MEB). Les résultats des mesures au MIP montrent aussi que la distribution de taille des pores est d'autant plus large que le rapport E/C des pâtes de ciment est grand. Un traitement d'images des sections polies montre une augmentation de la fraction d'anhydres lorsque le rapport E/C des pâtes de ciment diminue. Nous nous sommes intéressés également à la pré-saturation des SPC dans des flacons hermétiques selon le protocole décrit par Le et al. (2016). Les sables sont pré-saturés avec une teneur en eau égale à leur absorption normalisée (WA_{24h}) augmentée de 5 % de leur masse sèche. Les mélanges étant bien homogénéisés au cours de la période de pré-saturation, les SPC ont pu atteindre leur absorption d'eau. Des agrégats de sable se forment à l'intérieur des flacons fermés et piègent une partie de l'eau de pré-saturation dans les ponts capillaires. Toutefois, la mesure de la quantité d'eau piégée par la porosité des sables pré-saturés a montré que la quantité d'eau contenue dans les ponts capillaires était inférieure à 5 % de la masse sèche, ce qui confirme l'efficacité du mode de pré-saturation de Le et al. (2016).

Dans le chapitre 3, le protocole de suivi du transfert d'eau entre des granulats recyclés et une pâte de ciment fraîche, décrit dans le chapitre 2, est utilisé pour suivre les transferts d'eau entre les SPC initialement secs et une pâte de filler ou de ciment. À squelette granulaire ainsi qu'à histoire de malaxage et de vieillissement identiques, nous avons comparé l'étalement d'un mortier fabriqué avec un SPC initialement sec à ceux de mortiers fabriqués avec le SPC pré-saturé et différentes quantités d'eau efficace. L'étalement de tous les mortiers est suivi entre 6 et 90 minutes. Les conclusions suivantes ont pu être tirées :

- Une relation empirique de forme exponentielle existe entre le diamètre d'étalement et

le rapport eau efficace/filler ou eau efficace/ciment des mortiers fabriqués avec sables saturés. Cette relation, établie à chaque échéance de mesure, a ensuite été utilisée pour calculer l'évolution de la quantité d'eau efficace du mortier fabriqué avec sable sec à partir de l'évolution de son diamètre d'étalement. La quantité d'eau transférée vers la porosité des SPC initialement secs est déduite par différence connaissant l'eau totale.

- La quantité d'eau piégée par la porosité des SPC atteint son maximum courant 6 minutes puis reste stable au cours de toute la durée de l'essai (90 minutes) quel que soit le rapport E/C du SPC et le type de pâte. Le degré de saturation, défini comme le rapport de la quantité d'eau piégée à celle mesurée selon la norme NF EN 1097-6, augmente avec le rapport E/C des SPC immergés dans une pâte de filler et varie entre 49 % et 87 %. Nous avons expliqué cette augmentation par un accroissement de la perméabilité des SPC lorsque leur rapport E/C augmente, ce qui facilite le transfert d'eau vers la porosité initialement sèche des SPC. Le degré de saturation atteint par tous les SPC reste inférieur à 100 %, même pour le SPC7 qui est le plus poreux.
- Les cinétiques de transfert d'eau vers la porosité du sable SPC5 initialement sèche immergé dans une pâte de filler ou de ciment sont similaires. Ce sable atteint un degré de saturation de 70 % lorsqu'il est immergé dans une pâte de filler de fraction volumique égale à 36 % contre un degré de saturation de 72 % lorsque le sable est immergé dans une pâte de ciment de fraction volumique égale à 30 %.
- Des observations préliminaires de sections polies d'un échantillon de mortier de SPC3 initialement sec et de pâte de ciment à 2 jours d'hydratation ont été effectuées. Ces observations ont montré que la réduction du transfert d'eau vers la porosité des SPC peut être due à la formation d'une couche de Portlandite autour des grains de SPC pendant le malaxage, en accord avec les résultats de [Nael-Redolfi \(2016\)](#). La formation de cette couche peu poreuse pourrait freiner le transfert d'eau vers la porosité des SPC. Une concentration plus grande des grains anhydres du nouveau ciment à la périphérie des SPC a aussi été observée. Cette concentration de grains pourrait retarder le transfert d'eau vers la porosité des SPC en diminuant la perméabilité de la pâte fraîche autour du sable recyclé modèle ou en bouchant mécaniquement les entrées des pores des SPC. Sachant que la pâte de ciment adhérente aux GBR industriels a un rapport E/C voisin de 0,5, l'hypothèse couramment admise dans l'industrie qui consiste à considérer que l'absorption des granulats de béton recyclés dans une pâte de ciment au cours du malaxage du béton est égale à leur absorption mesurée selon la norme NF EN 1097-6 est fautive. Comme ces GBR ont un rapport E/C plus faible que celui du SPC7, des degrés de saturation inférieurs à 87 % sont attendus lorsque des GBR industriels sont mélangés avec une pâte de ciment.

-
- L'une des hypothèses fondamentales de notre protocole expérimental a consisté à considérer que les SPC pré-saturés échangent une quantité d'eau négligeable avec la pâte environnante. Cette hypothèse a été examinée en comparant l'étalement normalisé par l'étalement initial de mortiers fabriqués, d'une part avec un SPC pré-saturé, et d'autre part avec un sable naturel non-absorbant. Les mortiers sont conçus à compositions volumiques similaires. La différence entre l'évolution temporelle des étalements normalisés des mortiers avec SPC pré-saturés et sable naturel sont de l'ordre de grandeur des erreurs sur nos mesures. Comme le sable naturel est non-absorbant, ceci nous indique que les sables pré-saturés échangent une quantité d'eau négligeable avec la pâte de filler ou de ciment.

Dans le chapitre 4, nous avons examiné le fondement de l'hypothèse qui consiste à considérer que l'étalement d'un mortier varie uniquement en fonction de la quantité d'eau efficace lorsque le squelette granulaire, d'une part, et les conditions de malaxage et de vieillissement, d'autre part, sont inchangées. L'étude de la relation entre l'étalement et la quantité d'eau efficace de nos mortiers s'est déroulée en 3 étapes qui ont permis de tirer les conclusions suivantes :

- La première étape de l'étude menée au chapitre 4 est axée sur la rhéologie des pâtes de filler et de ciment seules à différents rapports eau/solide. Les mesures rhéométriques ont montré que le seuil d'écoulement de ces pâtes augmente exponentiellement lorsque le rapport eau/solide diminue. Le rapport E/F varie entre 0,35 et 0,6 tandis que le rapport E/C varie entre 0,4 et 0,6. Une explication possible réside dans le fait qu'une augmentation de la fraction volumique diminue l'épaisseur moyenne de pâte autour des grains et gêne ainsi l'écoulement.
- La deuxième étape de l'étude a consisté à revisiter les relations théoriques entre le seuil d'écoulement et le rayon d'étalement en suivant les travaux de Roussel and Coussot (2005) et Balmforth et al. (2006). L'application du modèle établi sur les résultats de mesures d'étalement sur des pâtes de filler permet de retrouver les seuils d'écoulement statiques mesurés au rhéomètre. Ces pâtes sont composées de grains inertes de l'ordre de quelques dizaines de microns et leurs seuils statiques sont compris entre 1 et 7 Pa. L'écart constaté entre le seuil statique estimé à partir des mesures d'étalement et mesuré par un rhéomètre est plus conséquent.
- Afin d'étudier les limites du modèle de Roussel and Coussot (2005), nous avons mesuré l'étalement d'un mortier de sable naturel et pâte de ciment par des cônes de différents volumes. Les résultats expérimentaux de variation du rayon d'étalement en fonction du volume suivent assez bien le modèle de Roussel and Coussot (2005). L'écart peut être expliqué par les faibles volumes de mortier, insuffisants par rapport au volume élémentaire représentatif pour bien respecter l'hypothèse de continuité vue la taille des

inclusions de sable ($63\ \mu\text{m}/4\ \text{mm}$)

- Les relations théoriques établies nous ont permis de calculer le seuil d'écoulement de nos mortiers à partir des mesures d'étalement. Nous avons constaté que le modèle de [Roussel and Coussot \(2005\)](#) sous-estime la valeur du seuil d'écoulement pour les mortiers les plus fermes, dont le diamètre d'étalement est inférieur à 27 cm.
- La troisième étape de l'étude est axée sur une description bi-phasique selon le modèle de [Chateau et al. \(2008\)](#) de la rhéologie des mortiers de sables recyclés. Ce modèle permet de calculer le seuil d'écoulement du mortier connaissant celui de la pâte, la viscosité intrinsèque et la compacité divergente des SPC. En minimisant l'écart entre le seuil d'écoulement calculé par l'approche continue de [Balmforth et al. \(2006\)](#) et le seuil d'écoulement calculé par l'approche bi-phasique de [Chateau et al. \(2008\)](#), on trouve une viscosité intrinsèque de 4,89 et une compacité divergente de 37 % pour les 3 SPC immergés dans une pâte de filler. La compacité divergente est sensiblement inférieure à celle mesurée sur des billes sphériques (56 %). Nous avons expliqué cela par l'aspect plus allongé et aplati des SPC issus du concasseur à mâchoires. Cette compacité s'est avérée très proche de celle mesurée par [Hafid \(2012\)](#) sur du sable naturel concassé ($160/200\ \mu\text{m}$). Par ailleurs, la viscosité intrinsèque des SPC est comprise entre celle mesurée par [Hafid \(2012\)](#) sur un sable naturel concassé ($160/200\ \mu\text{m}$) et celle d'un cylindre allongé (rapport d'aspect égal à 4) égale à 5,27. Ainsi, la viscosité intrinsèque mesurée suit bien une tendance à l'augmentation lorsque la morphologie des grains devient plus allongée, en accord avec les résultats de [Hafid \(2012\)](#). La même démarche appliquée sur les mortiers de ciment a montré que le sable SPC5 a une compacité divergente de 37 % et une viscosité intrinsèque de 3,39. Or, cette viscosité intrinsèque devrait dépendre uniquement du sable et pas des caractéristiques du fluide dans lequel il est immergé. La différence avec la viscosité intrinsèque mesurée en exploitant les résultats des mortiers de filler (4,89) peut être expliquée par le caractère thixotrope des pâtes de ciment. Dans le cas des mortiers de ciment, une différence importante peut exister entre le seuil d'écoulement statique et le seuil dynamique. Or, le seuil d'écoulement mesuré par un essai d'étalement est un seuil dynamique et le modèle de [Chateau et al. \(2008\)](#) est valide pour un seuil statique. Il se peut que dans le cas des mortiers de ciment, on s'éloigne fortement du domaine de validité du modèle de [Chateau et al. \(2008\)](#).
- Enfin, la comparaison favorable de la viscosité intrinsèque et de la compacité divergente de nos SPC avec les données de la littérature dans le cas des mortiers de filler est une indication de la cohérence des modèles de [Balmforth et al. \(2006\)](#) et de [Chateau et al. \(2008\)](#) pour décrire la rhéologie de nos mortiers de filler. La combinaison de ces deux modèles et l'utilisation des résultats de variation du seuil d'écoulement de la pâte interstitielle avec son rapport eau/solide permet de relier enfin le rayon d'étalement

au rapport eau efficace/solide. Ceci indique la validité de l'hypothèse selon laquelle le rayon d'étalement dépend uniquement de la quantité d'eau efficace lorsque le reste des paramètres du mélange sont inchangés.

La mise au point et la validation du protocole expérimental permettant de suivre le transfert d'eau vers la porosité de sables recyclés initialement secs en se basant sur des mesures d'étalement constituent l'apport phare de ce travail pour l'étude de l'absorption d'eau de GBR immergés dans une pâte de ciment.

Perspectives

Au vu des résultats obtenus, quelques perspectives pour ce travail peuvent être envisagées :

- Nous avons montré que l'absorption du sable de pâte de ciment ($63 \mu\text{m}/4 \text{ mm}$) est égale à celle mesurée sur la fraction gravillons ($4/10 \text{ mm}$) ayant le même rapport E/C . À cet effet, le protocole développé par [Bello et al. \(2017\)](#) pour étudier le transfert d'eau entre des gravillons légers et une pâte de ciment fraîche pourrait être utilisé sur nos gravillons de pâte de ciment. Dans ce protocole, les granulats testés sont mélangés avec la pâte de ciment puis séparés mécaniquement à différentes échéances à l'aide d'un tamis. Des pesées à différentes échéances de temps des gravillons couverts de pâte de ciment et de la pâte de ciment interstitielle sont effectuées. L'exploitation de ces pesées permet de suivre la cinétique de transfert d'eau entre gravillons et pâte de ciment. Le but serait de retrouver les cinétiques d'absorption d'eau calculées à partir des mesures d'étalement.
- Au cours des tests d'étalement sur nos mortiers de filler et de ciment, il est probable qu'une anisotropie de particules se développe au cours de l'écoulement. En effet, un gradient de taux de cisaillement a tendance à causer un flux de particules vers les zones les plus faiblement cisailées ([Ovarlez et al., 2015](#)). Ainsi, l'étalement pourrait provoquer la migration des particules vers le centre de la géométrie où le taux de cisaillement est le plus faible. Le développement d'hétérogénéités est d'autant plus rapide que l'on s'approche de la compacité divergente (ϕ_{div}). Dans ce cas, les propriétés rhéologiques mesurées ne tiennent pas compte de la variation de la fraction volumique de particules et sont affectées par l'anisotropie. Ainsi, l'applicabilité des approches de [Balmforth et al. \(2006\)](#) et [Chateau et al. \(2008\)](#) pour calculer le seuil d'écoulement du mortier peut être remise en cause. Une solution serait de concevoir les mortiers de manière à mesurer un affaissement plutôt qu'un étalement. Pour un affaissement, les déformations sont assez faibles et l'écoulement est assez lent pour pouvoir considérer que la distribution des particules reste homogène et isotrope.

- La mesure du seuil d'écoulement des mortiers par un rhéomètre à mortier serait d'une grande utilité pour comparer le seuil d'écoulement d'un mortier à celui de sa pâte interstitielle. Cette mesure pourrait permettre de comparer les seuils d'écoulement statique et dynamique du mortier à celui calculé par l'approche de [Balmforth et al. \(2006\)](#) à partir des mesures d'étalement.
- Enfin, l'une des pistes à explorer pour étudier systématiquement le transfert d'eau entre un SPC et une pâte de ciment fraîche consiste à effectuer des mesures de spectrométrie RMN. Ces mesures permettent de cartographier quantitativement l'eau présente dans la porosité de la nouvelle pâte de ciment et de l'ancienne pâte des SPC. Ces mesures effectuées sur des échantillons de volume de l'ordre de quelques centimètres cubes peuvent être utilisées ensuite pour expliquer l'évolution de la maniabilité des mortiers à une plus grande échelle.

Appendix A



MC-PowerFlow 3140

Conforme NF EN
934.1/2

Superplastifiant/haut réducteur d'eau très performant reposant sur la dernière technologie polymérique

Propriétés du produit

- Réduction d'eau importante.
- Faible dosage.
- Très bon maintien de la rhéologie.
- Dispersion rapide dans le béton.
- Faible cohésion.
- Bonne stabilité des bétons autoplacants et autonivelants.
- Bonne compatibilité avec les entraîneurs d'air.
- Ne contient pas de chlorures.

Domaines d'application

- Béton prêt à l'emploi.
- Adapté pour l'association avec les ciments composites.
- Bétons très fluides.
- Béton autoplacant (BAP)

Indications de mise en œuvre

Consignes d'utilisation

MC-PowerFlow 3140 est un superplastifiant synthétique qui repose sur la dernière technologie MC des polycarboxylatether (PCE).

Le mécanisme actif particulier permet la fabrication de bétons à faible teneur en eau avec des qualités de mise en œuvre excellentes. Les caractéristiques visées du béton frais sont généralement obtenues avec de faibles dosages.

MC-PowerFlow 3140 se mélange rapidement et de manière homogène dans le béton et développe son effet fluidifiant. Ainsi, les cadences de productions rapides sont assurées.

MC-PowerFlow 3140 est conçu pour obtenir de longs maintiens de rhéologie. Les pertes de consistance souvent constatées avec les superplastifiants conventionnels peuvent être

réduites de manière considérable dans la plupart des cas. Une correction ultérieure de la consistance par un ajout de fluidifiant sur le chantier n'est plus nécessaire dans la majorité des cas.

Généralement, même si le maintien de la rhéologie est important, les temps de prise et de développement des résistances mécaniques sont normaux. Dans les cas isolés, un léger effet retardateur peut se produire en fonction du dosage et de la température.

La combinaison particulière des matières actives permet la fabrication de bétons stables sans risque de ségrégation sur toute la plage de consistance.



MC-Powerflow 3140 peut être combiné dans le béton avec beaucoup d'autres adjuvants MC. Pour les cas particuliers, veuillez contacter nos conseillers spécialisés dans la technologie du béton.

L'ajout de MC-PowerFlow 3140 au béton est effectué pendant le mélange. La meilleure efficacité est obtenue lors du dosage après l'ajout d'eau. Cependant le dosage dans l'eau de gâchage est également possible. Nous recommandons de choisir

la durée du mélange de manière à ce que l'adjuvant puisse pleinement produire son effet fluidifiant pendant l'opération de mélange.

Dans le cas d'un dosage sur le chantier en citerne, il convient de respecter la norme en vigueur.

Veuillez respecter les "Consignes générales d'application d'adjuvants pour béton".

Propriétés techniques du MC-Powerflow 3140

Paramètres	Unité	Valeur	Observation
Densité	Kg/L	env. 1,05	valeur moyenne
Plage de dosage recommandée	%	0,2 à 3,0	du poids de ciment
Teneur max. en chlorure	% de masse	≤ 0,10	
Teneur max. en alcalins	% de masse	≤ à 1,5	
Extrait sec.	%	29,8-31,8	(méthode infrarouge)
pH		4,5-6,5	

Caractéristiques produit du MC-Powerflow 3140

Type d'adjuvant	Superplastifiant/nerul réducteur d'eau: EN 934-2 T3, 1/3.2
Désignation (appellation) de l'adjuvant	MC-Powerflow 3140
Couleur	Marion
Forme	Liquide
Certificat de conformité	DIN EN ISO 9001 / DIN EN 934-1/2/6 0754-CPD-02-10 65.2
Organisme homologué	MPA, Karlsruhe
Contrôle de la production en usine selon DIN EN ISO 9001 / DIN EN 934-1/2/6	
Forme de la livraison	Fûts de 200 Kg Container de 1000 Kg

Annotation : Les informations données dans la présente fiche technique sont basées sur notre expérience en toute bonne foi, mais sans engagement. Elles sont à adapter aux ouvrages respectifs, aux objectifs d'utilisation et aux exigences locales spécifiques. Dans ces conditions, nous garantissons l'excellence de ces informations dans le cadre de nos conditions de vente et de livraison. Toute recommandation faite par nos collaborateurs et s'appuyant des informations contenues dans nos fiches techniques sera valable uniquement à condition d'avoir été confirmée par écrit. De manière générale, les règles de l'art officiellement reconnues sont applicables.

Edition 06/08. Le présent imprimé a été révisé sur le plan technique. Les versions précédentes antérieurement ne sont plus valables et ne doivent plus être utilisées. Toute nouvelle révision technique annule et remplace la précédente version.

Bibliographie

- Balmforth, N. J., Burbidge, A., Craster, R., Salzig, J., and Shen, A. (2000). Visco-plastic models of isothermal lava domes. *Journal of Fluid Mechanics*, 403 :37–65. (cite p. 112)
- Balmforth, N. J., Craster, R. V., Rust, A. C., and Sassi, R. (2006). Viscoplastic flow over an inclined surface. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 139(1-2) :103–127. (cite p. 11, 12, 14, 99, 100, 101, 113, 127, 128, 132, 133, 141, 148, 150, 151, 156, 157, 162, 163, 164 et 165)
- Bello, L., Garcia-Diaz, E., and Rougeau, P. (2017). An original test method to assess water absorption/desorption of lightweight aggregates in presence of cement paste. *Construction and Building Materials*, 154 :752–762. (cite p. 38, 46, 159 et 164)
- Bendimerad, A., Roziere, E., and Loukili, A. (2015). Combined experimental methods to assess absorption rate of natural and recycled aggregates. *Materials and Structures*, 48(11) :3557–3569. (cite p. 8, 30, 35, 36, 45 et 159)
- Bentz, D. P. and Bentz, D. P. (2000). *CEMHYD3D : A three-dimensional cement hydration and microstructure development modelling package. Version 2.0*. US Department of Commerce, National Institute of Standards and Technology. (cite p. 80)
- Chateau, X., Ovarlez, G., and Trung, K. L. (2008). Homogenization approach to the behavior of suspensions of noncolloidal particles in yield stress fluids. *Journal of Rheology*, 52(2) :489–506. (cite p. 11, 13, 14, 100, 101, 141, 142, 143, 144, 145, 146, 147, 148, 149, 150, 151, 152, 153, 156, 157, 163 et 164)
- Commission, E. (2011). http://ec.europa.eu/environment/waste/pdf/2011_CDW_Report.pdf. (cite p. 23)
- Coussot, P. (2012). *Rhéophysique la matière dans tous ses Etats*. EDP sciences. (cite p. 99, 102 et 108)

- De Juan, M. S. and Gutiérrez, P. A. (2009). Study on the influence of attached mortar content on the properties of recycled concrete aggregate. *Construction and building materials*, 23(2) :872–877. (cite p. 32)
- De Larrard, F., Ferraris, C., and Sedran, T. (1998). Fresh concrete : a herschel-bulkley material. *Materials and structures*, 31(7) :494–498. (cite p. 103 et 113)
- De Larrard, F. and Ferraris, C. F. (1998). Rhéologie du béton frais remanié. *Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées*, 214 :69–79. (cite p. 146)
- Douglas, J. F. and Garboczi, E. J. (1995). Intrinsic viscosity and the polarizability of particles having a wide range of shapes. *Advances in chemical physics*, 91 :85–154. (cite p. 100 et 146)
- Einstein, A. (1905). On the motion of small particles suspended in liquids at rest required by the molecular-kinetic theory of heat. *Annalen der physik*, 17 :549–560. (cite p. 142)
- Evangelista, L. and De Brito, J. (2007). Mechanical behaviour of concrete made with fine recycled concrete aggregates. *Cement and concrete composites*, 29(5) :397–401. (cite p. 40 et 51)
- Evangelista, L. and De Brito, J. (2010). Durability performance of concrete made with fine recycled concrete aggregates. *Cement and Concrete Composites*, 32(1) :9–14. (cite p. 40 et 44)
- Ferraris, C. F. and DeLarrard, F. (1998). Testing and modeling of fresh concrete rheology. Technical report. (cite p. 103 et 113)
- Flatt, R. J., Larosa, D., and Roussel, N. (2006). Linking yield stress measurements : Spread test versus viskomat. *Cement and Concrete Research*, 36(1) :99–109. (cite p. 135)
- Fourmentin, M., Faure, P., Pelupessy, P., Sarou-Kanian, V., Peter, U., Lesueur, D., Rodts, S., Daviller, D., and Coussot, P. (2016). Nmr and mri observation of water absorption/uptake in hemp shives used for hemp concrete. *Construction and Building Materials*, 124 :405–413. (cite p. 37, 111, 156 et 159)
- Fourmentin, M., Faure, P., Rodts, S., Peter, U., Lesueur, D., Daviller, D., and Coussot, P. (2017). Nmr observation of water transfer between a cement paste and a porous medium. *Cement and Concrete Research*, 95 :56–64. (cite p. 8, 12, 37, 46 et 111)
- Gentilini, P., Yazoghli-Marzouk, O., Delmotte, V., and Descantes, Y. (2015). Determination of the water content of fillerised fine aggregates in the saturated surface dry state. *Construction and Building Materials*, 98 :662–670. (cite p. 33, 34 et 45)

- Gómez-Soberón, J. M. (2002). Porosity of recycled concrete with substitution of recycled concrete aggregate : an experimental study. *Cement and concrete research*, 32(8) :1301–1311. (cite p. 7 et 25)
- González-Taboada, I., González-Fontebo, B., Martínez-Abella, F., and Seara-Paz, S. (2017). Analysis of rheological behaviour of self-compacting concrete made with recycled aggregates. *Construction and Building Materials*, 157 :18–25. (cite p. 7, 24, 30, 34, 35, 40 et 82)
- Hafid, H. (2012). *Influence des paramètres morphologiques des granulats sur le comportement rhéologique des bétons frais : étude sur systèmes modèles*. PhD thesis, Université Paris-Est. (cite p. 100, 144, 145, 146, 151, 154, 157 et 163)
- Hashin, Z. and Shtrikman, S. (1963). A variational approach to the theory of the elastic behaviour of multiphase materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 11(2) :127–140. (cite p. 14, 143, 149 et 153)
- IFSTTAR N78 (2011). Méthode essai 78 - Essai sur granulats pour béton. Mesure de l’absorption totale d’eau par un sable concassé . Technical report. (cite p. 31 et 45)
- Ignjatović, I. S., Marinković, S. B., Mišković, Z. M., and Savić, A. R. (2013). Flexural behavior of reinforced recycled aggregate concrete beams under short-term loading. *Materials and structures*, 46(6) :1045–1059. (cite p. 36)
- Jarny, S., Roussel, N., Rodts, S., Bertrand, F., Le Roy, R., and Coussot, P. (2005). Rheological behavior of cement pastes from mri velocimetry. *Cement and Concrete Research*, 35(10) :1873–1881. (cite p. 109)
- Khoury, E., Ambrós, W., Cazacliu, B., Sampaio, C. H., and Remond, S. (2018). Heterogeneity of recycled concrete aggregates, an intrinsic variability. *Construction and Building Materials*, 175 :705–713. (cite p. 159)
- Kou, S. and Poon, C. (2009). Properties of self-compacting concrete prepared with coarse and fine recycled concrete aggregates. *Cement and Concrete composites*, 31(9) :622–627. (cite p. 8, 30, 40, 41 et 42)
- Krieger, I. M. and Dougherty, T. J. (1959). A mechanism for non-newtonian flow in suspensions of rigid spheres. *Transactions of the Society of Rheology*, 3(1) :137–152. (cite p. 100, 142, 143, 145 et 146)
- Lago, M. and Araujo, M. (2001). Capillary rise in porous media. *Physica A : Statistical Mechanics and its Applications*, 289(1-2) :1–17. (cite p. 27)

- Le, T., Le Saout, G., Garcia-Diaz, E., Betrancourt, D., and Rémond, S. (2017). Hardened behavior of mortar based on recycled aggregate : Influence of saturation state at macro- and microscopic scales. *Construction and Building Materials*, 141 :479–490. (cite p. 7, 24, 25, 26 et 44)
- Le, T., Rémond, S., Le Saout, G., and Garcia-Diaz, E. (2016). Fresh behavior of mortar based on recycled sand–influence of moisture condition. *Construction and Building Materials*, 106 :35–42. (cite p. 7, 8, 18, 24, 31, 32, 33, 40, 42, 43, 45, 46, 61, 70, 79, 159 et 160)
- Lecomte, A. and Mechling, J.-M. (1999). Compacité des mélanges et propriétés des grains. *BULLETIN-LABORATOIRES DES PONTS ET CHAUSSEES*, pages 21–34. (cite p. 154)
- legifrance (2018). Code de l’environnement livre v titre i chapitre v, <https://www.legifrance.gouv.fr/affichcode.do?cidtexte=legitext000006074220>. (cite p. 22)
- Mahaut, F., Chateau, X., Coussot, P., and Ovarlez, G. (2008a). Yield stress and elastic modulus of suspensions of noncolloidal particles in yield stress fluids. *Journal of Rheology*, 52(1) :287–313. (cite p. 143)
- Mahaut, F., Mokeddem, S., Chateau, X., Roussel, N., and Ovarlez, G. (2008b). Effect of coarse particle volume fraction on the yield stress and thixotropy of cementitious materials. *Cement and concrete research*, 38(11) :1276–1285. (cite p. 100, 141, 142, 143 et 153)
- Mongear, L. and Veschambre, V. (2014). Éléments pour une histoire de la déconstruction : évolutions en matière de démolition de l’habitat social (agglomération lyonnaise : 1978-2013). In *Deuxième congrès francophone d’histoire de la construction*. (cite p. 23)
- Nael-Redolfi, J. (2016). *Absorption d’eau des granulats poreux : mesure et conséquences sur la formulation des mortiers et des bétons*. PhD thesis, Université Paris-Est. (cite p. 8, 34, 36, 37, 38, 46, 59, 89, 135 et 161)
- NF EN 1097-6 (2001). Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats. Partie 6 : détermination de la masse volumique réelle et du coefficient d’absorption d’eau . Technical report. (cite p. 28, 29, 30 et 45)
- Nguyen, V.-H., Remond, S., and Gallias, J.-L. (2011). Influence of cement grouts composition on the rheological behaviour. *Cement and Concrete Research*, 41(3) :292–300. (cite p. 111)
- Ovarlez, G., Mahaut, F., Deboeuf, S., Lenoir, N., Hormozi, S., and Chateau, X. (2015). Flows of suspensions of particles in yield stress fluids. *Journal of rheology*, 59(6) :1449–1486. (cite p. 141, 142, 146 et 164)

- Padmini, A., Ramamurthy, K., and Mathews, M. (2009). Influence of parent concrete on the properties of recycled aggregate concrete. *Construction and Building Materials*, 23(2) :829–836. (cite p. 30 et 33)
- Paranavithana, S. and Mohajerani, A. (2006). Effects of recycled concrete aggregates on properties of asphalt concrete. *Resources, Conservation and Recycling*, 48(1) :1–12. (cite p. 24)
- Phan, T. H., Chaouche, M., and Moranville, M. (2006). Influence of organic admixtures on the rheological behaviour of cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 36(10) :1807–1813. (cite p. 110)
- Poon, C., Shui, Z., Lam, L., Fok, H., and Kou, S. (2004a). Influence of moisture states of natural and recycled aggregates on the slump and compressive strength of concrete. *Cement and concrete research*, 34(1) :31–36. (cite p. 8, 18, 40, 41, 46, 50, 51 et 159)
- Poon, C. S., Shui, Z., and Lam, L. (2004b). Effect of microstructure of itz on compressive strength of concrete prepared with recycled aggregates. *Construction and Building Materials*, 18(6) :461–468. (cite p. 30 et 40)
- Recybeton (2018). Projet national recybeton, [http ://www.pnrecybeton.fr/](http://www.pnrecybeton.fr/). (cite p. 24 et 33)
- Roussel, N. and Coussot, P. (2005). “fifty-cent rheometer” for yield stress measurements : from slump to spreading flow. *Journal of rheology*, 49(3) :705–718. (cite p. 11, 72, 99, 100, 101, 112, 113, 128, 131, 132, 133, 134, 135, 137, 138, 139, 141, 148, 156, 157, 162 et 163)
- Roussel, N., Ovarlez, G., Garrault, S., and Brumaud, C. (2012). The origins of thixotropy of fresh cement pastes. *Cement and Concrete Research*, 42(1) :148–157. (cite p. 102)
- Schwartzentruber, A. and Catherine, C. (2000). La méthode du mortier de béton équivalent (mbe)—un nouvel outil d’aide à la formulation des bétons adjuvantés. *Materials and structures*, 33(8) :475–482. (cite p. 72 et 99)
- Scrivener, K. L., Crumbie, A. K., and Laugesen, P. (2004). The interfacial transition zone (itz) between cement paste and aggregate in concrete. *Interface science*, 12(4) :411–421. (cite p. 62 et 89)
- Scrivener, K. L. and Nonat, A. (2011). Hydration of cementitious materials, present and future. *Cement and concrete research*, 41(7) :651–665. (cite p. 111)

- Tam, V. W., Gao, X., Tam, C. M., and Chan, C. (2008). New approach in measuring water absorption of recycled aggregates. *Construction and building materials*, 22(3) :364–369. (cite p. 34 et 35)
- Tegguer, A. D. (2012). Determining the water absorption of recycled aggregates utilizing hydrostatic weighing approach. *Construction and Building Materials*, 27(1) :112–116. (cite p. 34, 35 et 39)
- Topcu, I. B. and Şengel, S. (2004). Properties of concretes produced with waste concrete aggregate. *Cement and concrete research*, 34(8) :1307–1312. (cite p. 43)
- UNICEM (2016). <http://www.unicem.fr/wp-content/uploads/unpg-livre-blanc-oct16-vdef-reduit.pdf>. (cite p. 7 et 23)
- UNPG (2016). <http://unpg.fr/2018/01/29/granulats-les-chiffres-cles-2016/>. (cite p. 7, 17 et 22)
- Vu, T.-S., Ovarlez, G., and Chateau, X. (2010). Macroscopic behavior of bidisperse suspensions of noncolloidal particles in yield stress fluids. *Journal of Rheology*, 54(4) :815–833. (cite p. 145 et 146)
- Wang, Y. and Diamond, S. (2001). A fractal study of the fracture surfaces of cement pastes and mortars using a stereoscopic sem method. *Cement and Concrete Research*, 31(10) :1385–1392. (cite p. 78)
- Washburn, E. W. (1921). The dynamics of capillary flow. *Physical review*, 17(3) :273. (cite p. 27)
- Xiao, J., Li, J., and Zhang, C. (2005). Mechanical properties of recycled aggregate concrete under uniaxial loading. *Cement and concrete research*, 35(6) :1187–1194. (cite p. 8, 43, 44 et 50)
- Yacoub, A., Djerbi, A., and Fen-Chong, T. (2018). Water absorption in recycled sand : New experimental methods to estimate the water saturation degree and kinetic filling during mortar mixing. *Construction and Building Materials*, 158 :464–471. (cite p. 8, 33, 39, 40, 45 et 46)
- Zhang, M., Ye, G., and Van Breugel, K. (2010). A numerical-statistical approach to determining the representative elementary volume (rev) of cement paste for measuring diffusivity. *Materiales de Construcción*, 60(300) :7–20. (cite p. 61 et 160)

- Zhao, Z., Remond, S., Damidot, D., and Xu, W. (2013). Influence of hardened cement paste content on the water absorption of fine recycled concrete aggregates. *Journal of Sustainable Cement-Based Materials*, 2(3-4) :186–203. (cite p. 7, 30, 32, 33, 40 et 45)
- Zhao, Z., Remond, S., Damidot, D., and Xu, W. (2015). Influence of fine recycled concrete aggregates on the properties of mortars. *Construction and Building Materials*, 81 :179–186. (cite p. 30, 32, 33, 46 et 159)
- Zhou, H.-X. (1995). Calculation of translational friction and intrinsic viscosity. i. general formulation for arbitrarily shaped particles. *Biophysical journal*, 69(6) :2286–2297. (cite p. 100, 146, 151 et 157)

Titre : Transfert d'eau dans les milieux poreux – application au recyclage des granulats de bétons recyclés dans le béton

Mots clés : Granulats de bétons recyclés, Absorption d'eau, Étalement, Rhéologie, Théorie de lubrification

Résumé : L'intérêt pour le recyclage du béton est né d'une volonté d'inscrire le secteur du BTP dans une logique de développement durable. Les granulats de bétons recyclés (GBR) sont constitués de granulats naturels et de pâte de ciment adhérente durcie. La porosité élevée des GBR est à l'origine d'une modification de l'eau efficace du béton au détriment de ses performances aux états frais et durci. Un protocole expérimental basé sur des mesures d'étalement de mortier est proposé pour suivre quantitativement le transfert d'eau entre des sables de GBR et une pâte de ciment fraîche. Ce protocole est testé sur des sables de pâte de ciment (SPC) de rapport eau/ciment (E/C) égal à 0,3, 0,5 et 0,7. Les résultats montrent que le degré de saturation des SPC atteint un maximum avant 6 minutes d'immersion dans une pâte de filler puis reste quasi-constant. Le degré de saturation augmente avec le rapport E/C des SPC mais reste inférieur à 1. De plus, les cinétiques de transfert d'eau vers la porosité des SPC initialement secs immergés dans une pâte de filler ou de ciment sont similaires. Le protocole établi repose sur l'hypothèse d'une corrélation entre le rayon d'étalement et la quantité d'eau efficace du mortier. Afin d'étudier cette corrélation, d'une part, sous l'approximation de lubrification, les seuils d'écoulement des mortiers sont calculés à partir du rayon d'étalement. D'autre part, ces seuils sont calculés avec une approche bi-phasique des mortiers assimilés à des suspensions non-colloïdales dans des fluides à seuil. La cohérence entre les deux approches est examinée.

Title : Water transfer through porous media – application to the recycling of concrete aggregates back into a new concrete

Keywords : Recycled concrete aggregates, Water absorption, Spread, Rheology, Lubrication theory

Abstract : The increased interest in concrete recycling results from a willingness to reconcile the construction industry with sustainability. Recycled concrete aggregates (RCA) consist of a mix of natural aggregates and attached cement. The high porosity of RCA modifies the effective water content of a recycled concrete at the expense of its fresh and hardened performances. A testing method based on spread measurements is suggested to follow quantitatively water transfers between RCA sand and a fresh cement paste. This protocol is tested on cement paste sands (CPS) having 0.3, 0.5 and 0.7 water/cement ratios (W/C). Results show that the saturation degree of CPS embedded in a filler paste reaches a maximum no later than 6 minutes then remains quasi-constant. The saturation degree increases with the W/C of CPS ratios but remains less than 1. Moreover, similar water transfer kinetics are found whether initially dry CPS are immersed in a filler or a cement paste. The established protocol assumes a correlation between spread and effective water content of a mortar. In order to study this correlation, on the one hand, under the lubrication approximation, the yield stress of mortars is calculated from their spread radius. On the other hand, yield stress of mortars is calculated using a biphasic modelling of mortars viewed as non-colloidal suspensions in a yield stress fluid. Consistency between the two approaches is examined.