



HAL
open science

Influence du ressuage des pâtes cimentaires sur la microstructure du mortier durci

Mèhouènonmon Mimoune Joyce Abadassi

► To cite this version:

Mèhouènonmon Mimoune Joyce Abadassi. Influence du ressuage des pâtes cimentaires sur la microstructure du mortier durci. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. IMT - MINES ALES - IMT - Mines Alès Ecole Mines - Télécom, 2023. Français. NNT : 2023EMAL0012 . tel-04550903

HAL Id: tel-04550903

<https://theses.hal.science/tel-04550903>

Submitted on 18 Apr 2024

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.

**THÈSE POUR OBTENIR LE GRADE DE DOCTEUR
DE L'INSTITUT MINES-TELECOM (IMT) –
ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DES MINES D'ALÈS (IMT MINES ALÈS)**

En Mécanique, Génie Civil et Architecture

**École doctorale I2S – Information, Structures, Systèmes
Portée par l'Université de Montpellier**

**INFLUENCE DU RESSUAGE DES PATES CIMENAIRES
SUR LA MICROSTRUCTURE DU MORTIER DURCI**

Présentée par Mèhouènonmon Mimoune Joyce ABADASSI

Le 27 Novembre 2023

Sous la direction de : Eric GARCIA-DIAZ & Nathalie AZEMA

Devant le jury composé de :

Ahmed LOUKILI, Professeur, Ecole Centrale de Nantes
Arnaud PERROT, Professeur, Université de Bretagne-Sud
Sébastien REMOND, Professeur, Université d'Orléans
Emmanuel KEITA, IPEF-Chercheur, Université Gustave Eiffel
Eric GARCIA-DIAZ, Professeur, IMT Mines Alès
Nathalie AZEMA, Professeur, IMT Mines Alès
Youssef El BITOURI, Maître-Assistant, IMT Mines Alès

Rapporteur
Rapporteur
Président du jury, Examineur
Examineur
Directeur de Thèse
Co-Directrice de Thèse
Encadrant de Thèse



REMERCIEMENTS

« Quand on va au bout de la nuit, on rencontre une autre aurore », Georges Bernanos

Les quelques lignes ou paragraphes suivants ouvrent le document pour le lecteur mais constituent pour moi, l'auteur, le dernier souffle insufflé à cette belle aventure qu'aura constituée la thèse de doctorat dans mon parcours. Et puisque « la réussite ne s'accomplit jamais seul », j'aimerais ainsi remercier toutes les personnes ayant eu une influence sur mon parcours menant au doctorat.

Ce manuscrit retrace trois années d'activités de recherche effectuées au sein du Centre des Matériaux des Mines Alès (C2MA) de l'IMT Mines Alès en partenariat avec l'Unité Mixte de Recherche (UMR) Laboratoire de Mécanique et de Génie Civil (LMGC) de Montpellier et financées par l'Ecole Doctorale I2S avec la dotation de l'IMT Mines Alès.

C'est avec un grand plaisir que j'exprime mes sincères remerciements à mon directeur de thèse Eric Garcia-diaz et ma co-directrice de thèse Nathalie Azéma pour m'avoir fait confiance et m'avoir offert cette belle opportunité de réaliser ma thèse de doctorat sous leur direction. Merci pour toutes leurs expertises scientifiques dont j'ai bénéficié et pour leurs belles qualités humaines. Merci aussi pour leur disponibilité et leur soutien sans failles. J'en suis très reconnaissant.

A mon encadrant, Youssef EL Bitouri, je témoigne toute ma gratitude pour tout ce qu'il m'a apporté scientifiquement et humainement durant cette thèse. Son expertise scientifique, sa disponibilité, son suivi sans failles, la bonne ambiance et en même temps la rigueur scientifique, j'en ai bénéficié et j'en suis très reconnaissant.

Je tiens à remercier Messieurs Ahmed Loukili et Arnaud Perrot qui ont accepté rapporter ce travail de recherche et pour nos échanges intéressants lors de ma soutenance de thèse. Je remercie également Monsieur Sébastien Remond pour avoir examiné ce travail et avoir accepté présider mon Jury de thèse. Mes remerciements vont aussi à l'endroit de Monsieur Emmanuel Keita pour avoir participé à ma soutenance de thèse et pour tous nos échanges enrichissants en tant qu'examineur.

Je remercie Philippe Devillers pour avoir accepté être dans mon comité de suivi de thèse pour les trois années et pour ses précieux conseils.

REMERCIEMENTS

Je remercie tout le personnel de l'IMT Mines Alès en particulier les membres de C2MA, personnel technique, administratif et d'entretien. Je tiens à remercier José-Marie Lopez-Cuesta Stéphane Pagano pour leur accueil au sein des laboratoires C2MA et du LMGC. Un grand merci également à Patrick Ienny, responsable de l'équipe Durabilité des Eco-matériaux et de Structure (DMS/LMGC).

Mes remerciements vont aussi à l'endroit de Solange M. et Christelle P. qui ont toujours été disponibles pour faciliter beaucoup de démarches administratives.

Merci aux techniciens en particulier : Florian S. et Kévin R. pour m'avoir rendu autonome sur les appareils et pour nos séances de travail à chaque fois dans la joie et la bonne humeur ; Alain Diaz pour m'avoir formé aux sections polies des échantillons, je lui souhaite une bonne retraite ; Jean-Claude R. pour les observations aux MEB et tous ces créneaux sans rendez-vous ; Jérémie F. pour son aide dans la préparation des sections polies ; Damien pour son aide et la bonne ambiance sans oublier nos taquineries ; Gwenn Le Saout pour m'avoir rendu autonome sur les mesures de DRX et de la calorimétrie.

Je tiens à remercier Hamid Zahrouni, Eric Fleury et Olivier Perroud pour m'avoir permis de réaliser les observations microtomographiques aux rayons X au sein du Laboratoire des Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3) de l'Université de Lorraine à Metz.

C'est le moment de remercier aussi ceux que j'ai croisés dans le cadre de mes missions d'enseignement et d'encadrement. Je voudrais nommer entre autres Adrien, Samir, les groupes d'élèves ingénieurs dans le cadre des missions R&D et les promotions d'élèves Ingénieurs que j'ai eus en enseignement. Ce fut pour moi de très belles expériences.

Mes remerciements vont également à l'endroit de mes chers collègues doctorants ou déjà docteurs qui m'ont accueilli lors de mon arrivée au laboratoire. Je voudrais citer : Haithem, Youssef, Abdelwahab, Ahmed, Léa, Thibaut, Jamila, Mathieu ; celles de mon couloir : Gisèle et Rachel pour nos échanges intéressants, Angélique pour l'accueil et le beau bureau R140 qu'elle m'a laissé et pour m'avoir toujours éclairé au besoin. Je souhaite une bonne suite de thèse à Ahmad, Haidar, Fatima, Laetitia, Marie, Ali, Dyana, Hussein, Mathieu, Romain et Clément. Merci beaucoup à Haidar et Ahmad qui se sont proposés de bien organiser mon pot de thèse. A Joulia S., Eliane O. et Khouloud T., je vous dis merci pour cette belle aventure de thèse que nous avons partagée. Je remercie tous les membres d'ATHEMA en particulier Jihane Bou-slim, avec qui j'avais co-présidé l'association en 2020. Ce fut une très belle expérience.

REMERCIEMENTS

Du fond de cœur je remercie la Fondation Vallet portée par le mécène du savoir, Monsieur Odon Vallet pour m'avoir attribué la bourse d'excellence depuis ma classe de troisième jusqu'à mon diplôme d'Ingénieur. Cette bourse m'a été salvatrice et m'a plongé dans de meilleure condition pour mener à bien une grande partie de mes études. Je n'oublie pas le personnel du CAEB-Bénin pour leur forte implication dans ce programme.

Mes remerciements vont aussi à l'endroit de mes amis de longue date : Délas Agbohouto, Arnaud Azon pour l'esprit d'émulation que nous avons cultivé et pour les relectures de ce manuscrit. Je remercie El kaher et Geoffroy pour tous ces bons moments passés ensemble et surtout pour notre entraide depuis notre rencontre à Metz.

Je tiens à remercier aussi mes aînés docteurs Christian Adadja (sincère merci pour tout !), Clément Labintan, Joel Koti, Anicet Dansou, Mahmoud Hayek pour leur soutien et nos échanges toujours enrichissants. Merci beaucoup à Prince Sévi pour le soutien et pour avoir fait le déplacement le jour de ma soutenance. Je remercie infiniment mes marraines Angèle Klika et Dr. Agathe Houinou pour leur soutien indéfectible. Monsieur Bonaventure Nougbodohoue et Madame Valerie Mèhou, je ne saurai jamais les remercier pour leur soutien constant et tout ce qu'ils m'apportent depuis tout ce temps. Je remercie mon oncle Claude Abadassi et son épouse pour leur soutien et conseil depuis mon arrivée en France. Merci infiniment à Jean Claude & Anne Marie Hemeryck pour tout ce qu'ils m'ont apporté dans la Lorraine.

Et le meilleur pour la fin, je voudrais exprimer toute ma profonde reconnaissance à ma mère Justine Adjaho qui a tout sacrifié pour prendre soin de nous, ses enfants, dans nos différents projets. Qu'elle trouve ici le fruit de ses efforts consentis et reçoive toute ma profonde gratitude.

A mon feu père, Maurice Abadassi qui nous a laissés si tôt, mais avant, avait su m'inculquer l'amour, la rigueur et l'esprit de l'excellence. J'espère qu'il serait fier de moi pour notre rêve réalisé. Son slogan motivateur m'est toujours gravé en mémoire : « tous travaux cessants, rien que les études ». Je remercie mon frère Frédy Abadassi et ma sœur Elmire Abadassi pour avoir cru en moi et m'avoir toujours soutenu. Que ce travail de thèse soit pour vous une source de motivation.

Assita, merci infiniment de me combler de tant d'amour et de bonheur pendant toutes ces années. Merci pour cette épaule que tu es pour moi, pour ton soutien sans failles et sans limites en l'occurrence dans tous mes challenges quoi qu'en soit sa grandeur.

Pour finir, je remercie infiniment ma Réelle qui rend tout réel.

RESUME

Le ressuage des matériaux cimentaires est un phénomène se produisant à l'état frais. Il correspond à la remontée de l'eau vers la surface à la suite du tassement et à la réorganisation du squelette solide. Ce phénomène peut se manifester de façon externe à travers une épaisseur d'eau en surface, et interne par le piégeage d'une partie de l'eau devant remonter en surface par les particules de ciment et par les granulats. Même s'il permet d'assurer une cure humide au matériau et de limiter les effets du séchage, il peut dans certaines conditions entraîner des effets négatifs à l'état durci.

L'objectif de ce travail de thèse est d'examiner le phénomène de ressuage et ses conséquences à l'état durci, à l'échelle de la pâte de ciment et du mortier, avec un accent sur l'effet de l'adjuvantation. A l'échelle de la pâte de ciment, l'effet de la dispersion apportée par la variation du rapport E/C, la vibration et l'adjuvantation est étudié. Plusieurs méthodes de mesure du ressuage sont utilisées incluant des méthodes optiques et une méthode d'extraction d'eau de surface. Les résultats ont montré que l'augmentation du rapport Eau/Ciment (E/C) ou l'application d'une vibration augmentent la capacité et la vitesse de ressuage. Par ailleurs, l'action dispersive d'un adjuvant affecte significativement l'évolution du ressuage, notamment par un effet retard offrant plus de temps à l'évolution du ressuage avant la prise du ciment, et probablement par des effets de localisation modifiant la perméabilité du squelette solide. De plus, le ressuage causé par l'adjuvantation induit une hétérogénéité importante dans la pâte cimentaire affectant sa microstructure à l'état durci.

A l'échelle du mortier, l'évolution du ressuage peut être modifiée par la présence des granulats. En effet, la présence des inclusions de sable peut gêner la remontée d'eau vers la surface et engendrer un ressuage interne. Ce dernier est difficilement mesurable. Une méthode indirecte basée sur une différence entre le ressuage attendu et le ressuage mesuré a été proposée. Les résultats montrent que le ressuage interne augmente avec la proportion de sable dans le mortier. De plus, il apparaît que l'adjuvantation, qui permet de libérer l'eau piégée au sein des agglomérats, induit un ressuage interne plus important. Ce ressuage interne affecte la microstructure du mortier durci à travers une porosité accrue au niveau de la liaison pâte-sable et une diminution des propriétés mécaniques.

Mots Clés : Ressuage externe, ressuage interne, pâte de ciment, mortier, superplastifiant, microstructure.

ABSTRACT

The bleeding of cementitious materials occurs in the fresh state. It corresponds to the rise of water towards the surface following the settlement and the reorganization of the solid skeleton. The external bleeding corresponds to a thickness of water on the surface, and the internal bleeding could be due to a part of bleed water trapped by aggregates. Even if it ensures wet curing of the material and limits the effects of drying, it can cause negative effects in the hardened state.

This work aims to examine the bleeding and its consequences, at the scale of cement paste and mortar, especially in the presence of superplasticizer. At the cement paste scale, the effect of dispersion provided by variation in W/C ratio, vibration and admixture is studied. Several methods of bleeding measurement are performed, including optical methods and water extraction method. The results show that increasing W/C ratio or applying vibration increases both bleeding capacity and bleeding rate. Furthermore, the dispersive action of superplasticizer significantly affects the bleeding evolution, in particular by a retarding effect and probably by localization effects modifying the permeability of solid skeleton. Furthermore, it seems that bleeding in the presence of superplasticizer induces significant heterogeneity in the hardened cement paste affecting its microstructure.

At the mortar scale, the evolution of bleeding can be modified by the presence of aggregates. In fact, the presence of sand can hinder the rise of water towards the surface and cause internal bleeding. The latter is difficult to measure. An indirect method based on a difference between the expected bleeding and the measured bleeding was proposed. The results show that internal bleeding increases with the proportion of sand in the mortar. In addition, it appears that the presence of superplasticizer, which releases the water trapped within the agglomerates, increases the internal bleeding. This internal bleeding can affect the porosity at the paste-sand bond and the mechanical properties.

Keywords: External bleeding, internal bleeding, cement paste, mortar, superplasticizers, microstructure.

TABLE DES MATIERES

REMERCIEMENTS.....	II
RESUME.....	V
ABSTRACT	VI
TABLE DES MATIERES	VII
TABLE DES TABLEAUX	IX
TABLE DES FIGURES.....	X
LISTE DES SYMBOLES	XIV
INTRODUCTION GENERALE	2
1. CHAPITRE I : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	8
1.1 INTRODUCTION.....	8
1.2 OBSERVATIONS EXPERIMENTALES DU PHENOMENE DU RESSUAGE	8
1.2.1 Description du ressuage	8
1.2.2 Types de ressuage.....	11
1.2.3 Evolution du ressuage	13
1.2.4 Mécanismes du ressuage	15
1.2.5 Cas des mortiers et bétons	17
1.3 METHODES DE CARACTERISATION DU RESSUAGE DES MATERIAUX CIMENTAIRES	18
1.3.1 Méthodes directes.....	18
1.3.2 Méthodes indirectes.....	21
1.3.3 Autres méthodes	23
1.3.4 Cas du ressuage interne	27
1.4 EFFET DE LA DISPERSION SUR LE RESSUAGE DES MATERIAUX CIMENTAIRES.....	29
1.4.1 Variation du rapport E/C	29
1.4.2 Dispersion mécanique	31
1.4.3 Adjuvantation	33
1.5 CONSEQUENCES DU RESSUAGE SUR LES PROPRIETES A L'ETAT DURCI	37
1.5.1 Effet du ressuage sur la microstructure de la pâte de ciment	37
1.5.2 Effet du ressuage sur la microstructure des mortiers et bétons	40
1.6 CONCLUSION	41

2. CHAPITRE II : MATERIAUX ET METHODES.....	46
2.1 DEMARCHE ET METHODOLOGIE DE L'ETUDE	46
2.2 MATERIAUX	47
2.3 RESSUAGE A L'ECHELLE DES PATES CIMENTAIRES	49
2.3.1 Choix des dosage en superplastifiant	49
2.3.2 Composition et préparation des échantillons	51
2.3.3 Mesure du ressuage sur pâte par « turbidimétrie ».....	53
2.3.4 Déterminations de quelques grandeurs caractéristiques du ressuage.....	54
2.3.5 Caractérisation rhéologique.....	55
2.3.6 Suivi d'hydratation.....	57
2.3.7 Observations micro-tomographiques	58
2.4 EFFET DE L'INCLUSION DE SABLE SUR LE RESSUAGE	58
2.4.1 Composition et préparation des échantillons	58
2.4.2 Mesure du ressuage dans des colonnes transparentes	59
2.4.3 Comparaison des méthodes de mesure de ressuage.....	60
2.5 EFFET DU RESSUAGE SUR LA MICROSTRUCTURE ET LES PROPRIETES MECANIQUES	61
2.5.1 Composition des éprouvettes et mesure du ressuage	61
2.5.2 Mesure des résistances mécaniques	63
2.5.3 Observations de la microstructures	65
2.5.4 Caractérisation minéralogique sur pâtes de ciment.....	72
3. CHAPITRE III : RESSUAGE A L'ECHELLE DE LA PATE CIMENTAIRE ET EFFET SUR LA MICROSTRUCTURE.....	78
3.1 INTRODUCTION.....	78
3.2 EFFET DE LA DISPERSION SUR LE RESSUAGE DES SUSPENSIONS CIMENTAIRES.....	79
3.2.1 Effet du rapport E/C	79
3.2.2 Effet de la vibration.....	84
3.2.3 Effet de l'adjuvantation	86
3.3 DISCUSSION SUR LES MECANISMES DE RESSUAGE.....	93
3.3.1 Ressuage et seuil d'écoulement.....	94
3.3.2 Ressuage et perméabilité	98
3.3.3 Ressuage et hydratation.....	100
3.3.4 Ressuage et structuration.....	104
3.4 EFFET DU RESSUAGE SUR LES PROPRIETES DE LA PATE DE CIMENT DURCIE	106

3.4.1 Effet sur la microstructure 106

3.4.2 Effet sur les propriétés mécaniques 113

3.5 CONCLUSION 114

**4 CHAPITRE IV : EFFET DES INCLUSIONS DE SABLE SUR LE RESSUAGE ET
CONSEQUENCES SUR LA MICROSTRUCTURE 118**

4.1 INTRODUCTION 118

4.2 EFFET DES INCLUSIONS DE SABLE SUR LE RESSUAGE 120

4.2.1 Variation du rapport S/C 120

4.2.2 Estimation de l’eau bloquée par les inclusions 121

4.2.3 Effet du rapport s/c et du superplastifiant sur le ressuage interne 123

4.3 EFFET DU RESSUAGE SUR LES PROPRIETES DU MORTIER DURCI 126

4.3.1 Ressuage des mortiers 126

4.3.2 Estimation du ressuage interne 127

4.3.3 Effet du ressuage sur la microstructure du mortier 130

4.3.4 Effet du ressuage sur les propriétés mécaniques 134

4.4 CONCLUSION 138

CONCLUSIONS GENERALES 140

PERSPECTIVES 142

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 145

ANNEXES 159

TABLE DES TABLEAUX

Tableau 2-1 : Composition chimique du ciment déterminée par spectrométrie de Fluorescence X	48
Tableau 2-2 : Propriétés physiques du ciment	48
Tableau 2-3 : Distribution granulométrique du sable normalisé.....	49
Tableau 2-4 : Composition des pâtes de ciment.....	51
Tableau 2-5: Composition des échantillons	59
Tableau 2-6: Composition des pâtes de ciment.....	62
Tableau 2-7 : Récapitulatif des méthodes d'arrêt d'hydratation et leur classement.....	66
Tableau 2-8 : Décomposition des hydrates en fonction des températures classiques	74
Tableau 3-1 : Grandeurs caractéristiques de ressuage de pâtes ayant différents rapports E/C (sans vibration).....	80
Tableau 3-2 : Grandeurs caractéristiques de ressuage de pâtes ayant différents rapports E/C (avec et sans vibration).....	84
Tableau 3-3. Grandeurs caractéristiques de ressuage de pâtes ayant différents rapports E/C et dosages en SP	88
Tableau 4-1 : Grandeurs caractéristiques des volumes d'eau bloqués.....	124
Tableau 0-1 : Valeurs récapitulatives des résistances à la compression et de porosité à l'eau pour le mortier (E/C = 0.45, SP0%)	161
Tableau 0-2 : Valeurs récapitulatives des résistances à la compression et de porosité à l'eau pour le mortier (E/C = 0.45, SP0.2%)	161
Tableau 0-3 : Valeurs récapitulatives des résistances à la compression et de porosité à l'eau pour le mortier (E/C = 0.6, SP0%)	161
Tableau 0-4 : Valeurs récapitulatives des résistances à la traction par fendage et de porosité à l'eau pour la pâte de ciment (E/C = 0.45, SP0%)	162

TABLE DES FIGURES

Figure 0-1 : (a) Cassure du béton frais, (b) Effet du ressuage localisé sur le parement d'un béton armé [13] 3

Figure 1-1 : Différentes zones d'une colonne pâte de ciment sédimentée [27] 10

Figure 1-2 : Courbe de ressuage ; en haut : ressuage normal ; en bas : ressuage localisé [29] 11

Figure 1-3: Illustration du ressuage localisé dans un béton [30]..... 12

Figure 1-4 : Effet de paroi exercé par de gros grains dans un empilement de grains fins [4].. 13

Figure 1-5 : Exemple d'une courbe classique de ressuage d'une pâte de ciment [29]..... 13

Figure 1-6 : Eau ressuée en fonction du temps 1. Période d'induction 2. Régime d'accélération 3. Période de vitesse d'extraction constante d'eau 4. Régime de consolidation 5. Consolidation finale [9]..... 14

Figure 1-7: Relation entre le volume de pâte et la vitesse de ressuage selon le modèle de Powers et al. [19] et résultats de Dhir et al. [44]. 17

Figure 1-8 : Méthode ASTM C232 19

Figure 1-9 : Schéma de la méthode par tracé de sillon par double pesée [51]..... 20

Figure 1-10 : a) Un seul sachet de thé contenant la poudre de SAP b) Quatre sachets de thé disposés à la surface du béton [52]..... 21

Figure 1-11 : Méthode d'inclinaison (ASTM C232) vs méthode d'utilisation de SAP [52]... 21

Figure 1-12 : Dispositif de Powers [19] 22

Figure 1-13 : Appareillage pour la mesure du tassement du béton [56] 22

Figure 1-14 : Dispositif laser sans contact pour mesurer le tassement des squelettes solides [57] 23

Figure 1-15 : Méthode d'acquisition d'image numérique [58] 24

Figure 1-16 : Dispositif de la méthode de pression hydrostatique (HYPST : HYdroStatic Pressure Test) [14] 25

Figure 1-17 : Exemple d'une colonne de ressuage [43] 27

Figure 1-18 : Schéma de mesure de ressuage par test de consolidation [18]..... 28

Figure 1-19 : Test de ressuage sur consolidation : A) Schéma B) montage expérimental C) configuration de la méthode de détection [18]..... 28

Figure 1-20 : Effet de la fraction volumique (ou rapport E/C) sur la distance entre les particules de ciment [66] 29

Figure 1-21 : Épaisseur de l'eau de ressuage en fonction du rapport eau/ciment [35]..... 30

TABLE DES FIGURES

Figure 1-22 : Epaisseur de la couche d'eau ressuée en fonction du temps pour une pâte de ciment à différents [58]	30
Figure 1-23 : L'évolution du ressuage en fonction du rapport E/C (entre parenthèses : fraction volumique solide) [43]	31
Figure 1-24 : Ressuage final en fonction de la vitesse du malaxage : influence de la vitesse du malaxage [58].....	32
Figure 1-25 : Ressuage finale en fonction du temps de vibration [58]	32
Figure 1-26 : Illustration de la stabilisation stérique de suspensions de poudre par des polycarboxylates [78].....	33
Figure 1-27 : Evolution du ressuage en fonction du temps et du dosage en SP [43].....	34
Figure 1-28 : Structuration de la pâte de ciment pendant la phase dormante [82].....	35
Figure 1-29 : Evolution de la perméabilité de pâte de ciment en fonction du dosage massique (A/C) en polymère de type polycarboxylate pour plusieurs rapports E/C [15]	36
Figure 1-30 : Evolution du seuil d'écoulement et du ressuage en fonction de la fraction volumique [43]	37
Figure 1-31: Variation de la porosité et de la densité le long de la hauteur d'une colonne de pâte de ciment [90].....	38
Figure 1-32 : Analyse au DRX d'une pâte de ciment [88]	39
Figure 1-33: Observation au MEB d'une pâte de ciment hydratée et ressuante (avec 0,769%SP) [88]	39
Figure 1-34 : Variation de la porosité et de la densité le long de la hauteur d'une colonne de pâte de ciment [88].....	40
Figure 1-35 : Parement d'une pièce de béton armé ayant présenté une localisation du ressuage [13]	41
Figure 1-36 : Schéma global du déroulement de cette thèse.....	43
Figure 2-1 : Analyse granulométrique du ciment.....	47
Figure 2-2 : Dispositif de mesure du Carbone Organique Total (COT-mètre).....	50
Figure 2-3 : Calibration du COT	50
Figure 2-4: Evolution de la quantité de superplastifiant consommée (ou adsorbée) en fonction du dosage initial	51
Figure 2-5 : a) Agitateur planétaire b) Agitateur vortex	52
Figure 2-6 : Illustration de l'effet d'addition immédiat et d'addition différée du superplastifiant	53

TABLE DES FIGURES

Figure 2-7: a) Turbiscan Lab b) Cellule de mesure remplie de pâte de ciment avec SP	54
Figure 2-8 : Courbes classiques de ressuage des pâtes de ciment de rapports E/C 0.7 et 0.9.	55
Figure 2-9 : Rhéomètre AR2000Ex et géométrie utilisés	55
Figure 2-10 : Exemple de mesure de seuil d'écoulement (pâte de ciment avec E/C = 0,45 et 0% SP).....	56
Figure 2-11 : Détermination de la période dormante et le temps de prise d'une pâte de ciment suivant la norme de ASTM C1679-14	58
Figure 2-12 : Exemple de mesure de ressuage externe sur mortier.....	60
Figure 2-13 : Comparaison entre la capacité de ressuage déterminée par la méthode conventionnelle et la méthode de « turbidimétrie » (avec vibration).....	61
Figure 2-14 : Dispositif de mesure de ressuage sur une colonne non transparente	62
Figure 2-15 : Essai de résistance à la traction par fendage	63
Figure 2-16 : Tronçonnage d'éprouvette en haut et en bas.....	64
Figure 2-17: a) Dispositif d'essai de compression, b) les faciès de rupture	65
Figure 2-18: Echantillons prélevés pour des observations microscopiques.....	67
Figure 2-19 : Dispositif d'enrobage sous vide.....	68
Figure 2-20 : Polisseuse	69
Figure 2-21 : Illustration du piégeage de mercure dans les gros pores « bouteilles d'encre » ; D1, D2 et Dn le diamètre de l'orifice des pores et V_1^{ink} , V_2^{ink} , V_n^{ink} représentent le volume de la « bouteille d'encre »	70
Figure 2-22 : Dispositif de l'essai de porosité a) échantillons découpés, b) dispositif d'essai de la porosité à l'eau, c) système de pesée hydrostatique	72
Figure 2-23 : Dispositif de mesure d'ATG	73
Figure 2-24 : Courbe classique d'un ATG-DTG	73
Figure 2-25 : Méthodologie expérimentale de la thèse	75
Figure 3-1 : Schéma synthétique du déroulement de ce chapitre.....	79
Figure 3-2 : Evolution du ressuage en fonction du temps des pâtes ayant différents rapports E/C (sans vibration).....	80
Figure 3-3 : Effet du rapport E/C sur la vitesse de ressuage	81
Figure 3-4 : Effet du rapport E/C sur l'épaisseur de ressuage	82
Figure 3-5 : Canaux d'extraction d'eau observés dans une pâte de ciment avec E/C de 0.7... 83	83
Figure 3-6 : Evolution du ressuage en fonction du temps des pâtes de ciment ayant différents rapports E/C (avec vibration)	84

TABLE DES FIGURES

Figure 3-7 : Effet de vibration sur le temps d'induction du ressuage	85
Figure 3-8 : Effet de la vibration sur le ressuage des pâtes de ciment	86
Figure 3-9 : Evolution du ressuage en fonction du temps et du dosage en SP : (a) E/C = 0.45, (b) E/C = 0.5,.....	88
Figure 3-10 : Effet du superplastifiant sur la période d'induction	89
Figure 3-11 : Effet du superplastifiant sur la vitesse de ressuage	90
Figure 3-12 : Canaux d'extraction d'eau visibles dans la pâte avec E/C de 0.6 et 0.1%SP.....	91
Figure 3-13 : Effet du superplastifiant sur la capacité de ressuage des pâtes ayant différents rapports E/C.....	91
Figure 3-14 : Exemple des colonnes de sédimentation de pâtes de ciment ayant différents dosages en superplastifiant.....	92
Figure 3-15 : Effet de la vibration et de l'adjuvantation (0.1%SP) sur la vitesse de ressuage (a) et la capacité de ressuage (b)	93
Figure 3-16 : Ressuage et seuil d'écoulement en fonction du rapport E/C	96
Figure 3-17 : Action de désagglomération d'un superplastifiant	97
Figure 3-18 : Images tomographiques et reconstruction 3D d'une pâte de ciment a) E/C = 0.45, 0%SP, b) E/C = 0.45, 0.5%SP.....	98
Figure 3-19 : Effet du rapport E/C sur la perméabilité initiale	99
Figure 3-20 : Effet de l'adjuvantation sur la perméabilité initiale	100
Figure 3-21 : Suivi d'hydratation d'une pâte de ciment ayant différents dosages en SP	101
Figure 3-22 : Effet du rapport E/C et du dosage en SP sur le temps de prise (a) et la période dormante (b)	102
Figure 3-23 : Evolution du ressuage sur des suspensions de calcite (dans l'eau déionisée) : (a) rapport eau/calcite (E/C) de 0.4, (a) rapport eau/calcite (E/C) de 0.5	104
Figure 3-24 : Evolution du seuil d'écoulement statique en fonction du temps de repos et du rapport E/C	104
Figure 3-25 : Evolution du seuil d'écoulement statique en fonction du temps de repos et du dosage en SP.....	105
Figure 3-26 : Schéma illustratif du phénomène de structuration inspiré de celui proposé par Nonat [140]	106
Figure 3-27 : Capacité de ressuage des pâtes de ciment mesurée par prélèvement d'eau sur les éprouvettes destinées aux différents essais	107

TABLE DES FIGURES

Figure 3-28 : Teneur en portlandite (a) et calcite (b) dans la partie haute et basse de la pâte de ciment	109
Figure 3-29 : Diffractogramme des pâtes cimentaires : (a) E/C=0.45 ; (b) E/C=0.45-0.2%SP ; (c) E/C=0.6	111
Figure 3-30 : Porosité à l'eau mesurée sur la partie basse et haute de l'éprouvette de pâte de ciment	112
Figure 3-31 : Faciès d'une éprouvette de pâte ayant ressue sous l'effet du SP (E/C = 0.45 et 0.2%SP) rompue en fendage	112
Figure 3-32 : Résistance à la traction indirecte (par fendage) (a) et à la compression des pâtes de ciment	114
Figure 4-1 : Méthodologie expérimentale de l'effet des inclusions sur le ressuage	119
Figure 4-2 : Effet du ressuage interne sur microstructure et les propriétés mécaniques.....	119
Figure 4-3 : Influence du rapport S/C sur le ressuage.....	120
Figure 4-4 : Influence du dosage en SP et du rapport S/C sur le ressuage.....	121
Figure 4-5 : Estimation de l'eau bloquée	122
Figure 4-6 : Effet du rapport S/C sur le volume d'eau bloqué	123
Figure 4-7 : Illustration du ressuage localisé dans un béton [30].....	124
Figure 4-8 : Effet du superplastifiant sur le volume d'eau bloqué par le sable (E/C = 0.45 et S/C = 2.4)	125
Figure 4-9 : Capacité de ressuage externe (% volume de pâte de ciment) de différents mortiers	127
Figure 4-10 : Estimation de l'eau bloquée par le sable	128
Figure 4-11 : Volume d'eau bloqué par le sable de différents mortiers (E/C = 0.45, 0 et 0.2%SP et E/C = 0.6)	129
Figure 4-12 : Capacité de ressuage (% volume de pâte de ciment) des différents mortiers (E/C = 0.45, 0 et 0.2%SP et E/C = 0.6)	129
Figure 4-13 : La porosité à l'eau des mortiers (E/C = 0.45, 0 et 0.2%SP et E/C = 0.6)	130
Figure 4-14 : Distribution de la taille des pores des parties haute et basse du mortier E/C 0.45, 0%SP	131
Figure 4-15 : Distribution de la taille des pores des parties haute et basse du mortier E/C 0.45, 0.2%SP	131
Figure 4-16 : Distribution de la taille des pores des parties haute et basse du mortier E/C 0.6, 0%SP	132

TABLE DES FIGURES

Figure 4-17 : Images de microstructure du mortier ($E/C = 0.45$ et $0.0\%SP$) a) partie haute b) partie basse	133
Figure 4-18 : Images de microstructure du mortier ($E/C = 0.45$ et $0.2\%SP$) a) partie haute b) partie basse	134
Figure 4-19 : Résistance en compression des différents mortiers ($E/C = 0.45, 0$ et $0.2\%SP$ et $E/C = 0.6$)	135
Figure 4-20 : Résistance à la traction indirecte (par fendage) de différents mortiers	136
Figure 4-21 : Faciès d'une éprouvette de mortier ayant ressulé sous l'effet du SP ($E/C=0.45$ et $0.2\%SP$) rompue en traction par fendage	137
Figure 0-1 : Schéma synthétique des perspectives de cette thèse	143
Figure 0-1 : Illustration schématique des zones de sédimentation et de consolidation avec leurs frontières inférieure et supérieure [146].	159
Figure 0-2 : Courbe d'ATG-DTG d'une pâte de ciment de rapport $E/C = 0.45, 0.2\%SP$	160

LISTE DES SYMBOLES

SYMBOLE	SIGNIFICATION	UNITE
$K(\phi_0)$	Coefficient de perméabilité initiale	m/s
ϕ_0	Compacité initiale du mélange	%
ds	Densité du ciment anhydre	g/cm ³
Pa	Pression hydrostatiques	Pa
ρ_1	Densité du liquide	kg/m ³
ρ_s	Densité du solide	g/cm ³
h_b	Hauteur d'eau ressuée	m
h	Hauteur moyenne	mm
ϕ_0	Fraction volumique solide initiale	%
$H_e(t)$	Epaisseur d'eau ressuée à un instant t donné	mm
H_i	Hauteur initiale de l'échantillon	cm
d_V	Volume total d'eau ressuée	cm ³
V_p	Volume initial de pâte de ciment.	cm ³
σ_{tfmax}	Résistance à la traction par fendage	MPa
P	Force de rupture	N
D	Diamètre de l'éprouvette	mm
L	Longueur de l'éprouvette	mm
F	Force de rupture	N
R_c	Résistance à la compression	MPa
r	Rayon de l'échantillon	mm
γ	Tension superficielle du liquide	mN/m

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

La maîtrise de l'état frais des matériaux cimentaires est indispensable pour assurer une mise en œuvre et une mise en place convenables et garantir une durabilité optimale du béton. Cette maîtrise a permis de développer des bétons modernes tels que : les bétons haute-performances (BHP) [1] qui sont des bétons à consistance fluide mais pauvres en eau et des bétons autoplaçants (BAP) [2,3] à consistance fluide mais stables après leur mise en place.

De façon générale, les exigences requises pour un béton à l'état frais concernent essentiellement un écoulement optimal et une bonne stabilité vis-à-vis de la ségrégation et du ressuage. Ces deux propriétés font intervenir les mêmes mécanismes et sont étroitement liées. Ainsi, un béton très fluide est susceptible de ressuier et de ségréger plus facilement qu'un béton compact. La formulation d'un béton répondant à ces critères implique une optimisation du squelette granulaire (distribution granulaire, taille des inclusions, fraction volumique solide...) [4,5] et une addition d'adjuvant (plastifiant, agent de viscosité) [6].

Par ailleurs, les matériaux cimentaires sont des matériaux évolutifs qui passent d'un état de suspension granulaire sans cohésion, à un état durci où le squelette solide est très cohésif. Cette évolution est due aux phénomènes d'hydratation qui induisent des changements microstructuraux conduisant à un matériau poreux durci. La durabilité de ces matériaux cimentaires peut être affectée par les phénomènes se produisant à l'état frais. Par exemple, les variations dimensionnelles liées au retrait débutent à l'état frais (retrait plastique) et se poursuivent à l'état durci (retrait endogène et de dessiccation). Cependant, si ces variations n'ont pas d'effets significatifs à l'état frais, elles peuvent induire une fissuration à l'état durci. De plus, le potentiel de retrait à l'état durci est directement relié à celui qui s'est produit à l'état frais. C'est pourquoi le lien entre l'état durci et l'état frais apparaît incontournable pour comprendre le comportement des matériaux cimentaires.

Parmi les phénomènes d'instabilité se produisant à l'état frais, on retrouve l'excès de ressuage. Ce dernier se manifeste par la remontée d'une pellicule d'eau claire à la surface du matériau [7,8]. En effet, compte-tenu de la différence de densité entre l'eau et les grains solides, ces derniers sédimentent en forçant l'eau à percoler vers le haut. Ce phénomène peut s'apparenter au tassement des sols et être décrit par la théorie de la consolidation homogène [8]. Cependant, le ressuage peut avoir un caractère hétérogène dû à des phénomènes de localisation et de formation de canaux d'extraction d'eau se manifestant par la remontée d'une laitance [9].

Introduction générale

Le ressuage peut avoir des effets bénéfiques. Lorsqu'il n'est pas excessif, il peut assurer une cure humide et permettre de limiter les effets du séchage. Le ressuage est même volontairement amplifié pour certains bétons dits « essorables » comme les bétons de remblayage pour lesquels une portance à court terme est favorisée par le ressuage. Cependant, un ressuage excessif pourrait poser des problèmes tant à l'état frais, qu'à l'état durci. En effet, un ressuage excessif peut causer des désordres tels qu'une réduction de la hauteur finale d'un ouvrage [7], une grande difficulté pour le pompage [10], une baisse de la qualité de parement (Figure 0-1-b) [10], etc... Lorsque la remontée d'eau est bloquée par des obstacles (armatures, granulats...), les interfaces constituées par ces obstacles et la matrice peuvent également être fragilisées [11,12]. Dans ce cas, on parle de micro-ressuage ou de ressuage interne.

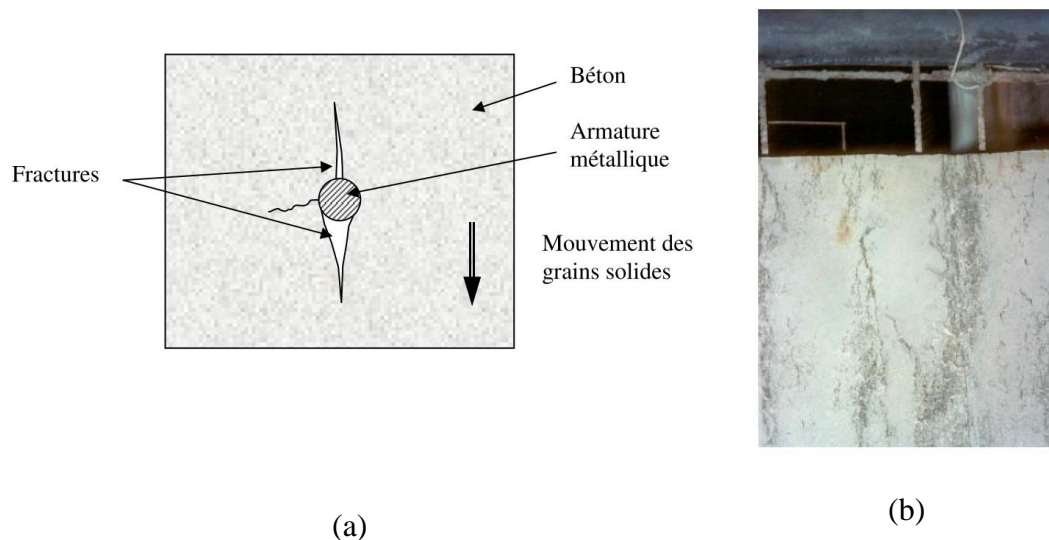


Figure 0-1 : (a) Cassure du béton frais, (b) Effet du ressuage localisé sur le parement d'un béton armé [13]

Les exigences vis-à-vis du ressuage diffèrent en fonction des applications ; s'il est recherché pour les bétons de remblayage, le ressuage doit être rigoureusement limité pour les coulis d'injection des câbles de précontrainte. En effet, le ressuage de ces coulis doit être suffisamment faible pour empêcher la ségrégation excessive et la sédimentation qui pourrait entraîner de l'air et menacer la fonction protectrice du coulis. C'est pour cela que la norme NF EN 447 limite le ressuage de ces coulis à 0.3 % du volume initial après 3 h au repos. D'autres coulis d'injection comme ceux utilisés pour la consolidation des sols (jet-grouting) doivent avoir un ressuage ne dépassant pas 3 à 5% du volume initial. Ces limitations de ressuage posent généralement le défi du compromis entre des propriétés de mise en place (fluidité) et de stabilité. En effet, le matériau cimentaire (coulis, mortier ou béton) doit être suffisamment fluide

Introduction générale

pour assurer une mise en place convenable et suffisamment consistant pour éviter des instabilités et inhomogénéités. Cette balance entre la stabilité et la fluidité fait intervenir, au moins en partie, la dispersion et la désagglomération des particules de ciment.

Dans la littérature scientifique, plusieurs travaux se sont intéressés à l'étude du ressuage des matériaux cimentaires. Longtemps décrit par un processus de consolidation homogène [8], il a été récemment montré que le ressuage peut manifester un caractère hétérogène dû à des phénomènes de localisation qui augmentent localement la perméabilité du milieu [9]. Ceci serait probablement le cas lorsque le milieu est adjuvanté. En effet, l'adjuvantation peut modifier significativement l'évolution du ressuage par une action dispersive conduisant à la libération d'eau piégée au sein des particules du ciment agglomérées et par un effet retard offrant plus de temps au matériau de ressuer avant la prise du ciment. L'effet de l'adjuvantation sur la période de consolidation est bien documenté. Plusieurs travaux ont montré que la capacité de ressuage augmente avec le dosage en superplastifiant [14–16]. Cependant, peu de travaux se sont intéressés à l'effet du superplastifiant sur la vitesse du ressuage (période transitoire). Perrot et al. [15] avaient déjà montré que la vitesse de ressuage diminue avec le dosage en superplastifiant. Ils ont attribué cette diminution à la meilleure dispersion des particules de ciment conduisant à une diminution de la perméabilité du milieu. Il faut noter que les auteurs ont utilisé un essai de ressuage « forcé » (essai œdométrique) qui pourrait éventuellement masquer des phénomènes de localisation. Il semble donc que l'effet de l'adjuvantation soit beaucoup plus complexe et le manque de données dans la littérature scientifique a motivé cette étude.

D'autre part, à l'échelle du mortier (ou du béton), une partie de l'eau du ressuage peut être bloquée à l'intérieur du matériau. Ce ressuage, qualifié d'interne [11], est souvent associé à la fragilisation des interfaces [1,12,13]. De plus, il est difficilement quantifiable et aucune méthode directe de caractérisation n'a été proposée. Des méthodes indirectes comme celle proposée par Yim et al. [17,18] permettent de l'estimer. Ainsi, l'une des motivations principales de cette étude est de proposer une méthodologie simple et rapide pour estimer le ressuage interne et ses conséquences sur la microstructure du matériau, notamment en présence de superplastifiant.

Dans cette perspective, l'objectif principal de ce travail de thèse est de contribuer à une meilleure compréhension du phénomène de ressuage à l'échelle de la pâte de ciment et du mortier et à ses effets sur les propriétés à l'état durci avec un focus sur l'influence du superplastifiant.

Introduction générale

Le premier chapitre de ce mémoire est consacré à une revue bibliographique sur le phénomène de ressuage des matériaux cimentaires, et ses éventuels effets sur les propriétés à l'état durci.

Le deuxième chapitre est dévolu à la présentation des matériaux et des essais réalisés dans le cadre de ce travail.

Le troisième chapitre est consacré à l'étude du phénomène de ressuage à l'échelle de la pâte de ciment et aux effets sur la microstructure et les propriétés de la pâte durcie. Il consistera à étudier l'effet de la dispersion amenée par le rapport E/C, la vibration et l'adjuvantation sur le ressuage tout en mettant un accent particulier sur l'origine des mécanismes liés à l'effet d'adjuvantation. Ensuite, l'influence d'adjuvantation sur le maintien de l'homogénéité du matériau cimentaire est abordée.

Le dernier chapitre est dédié à l'étude de l'influence des inclusions de sable sur le ressuage. Il s'agira d'étudier l'effet des inclusions sur le ressuage (externe et interne) tout en proposant une méthode d'estimation du ressuage interne. L'effet du superplastifiant sur le ressuage interne et les conséquences sur la microstructure et les propriétés du mortier durci sont étudiés également.

CHAPITRE I

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

1.1	INTRODUCTION.....	8
1.2	OBSERVATIONS EXPERIMENTALES DU PHENOMENE DU RESSUAGE	8
1.2.1	Description du ressuage	8
1.2.2	Types de ressuage.....	11
1.2.3	Evolution du ressuage	13
1.2.4	Mécanismes du ressuage	15
1.2.5	Cas des mortiers et bétons	17
1.3	METHODES DE CARACTERISATION DU RESSUAGE DES MATERIAUX CIMENTAIRES	18
1.3.1	Méthodes directes.....	18
a)	Méthode ASTM C232.....	19
b)	Méthode par tracé de sillon	19
c)	Méthode de polymères super-absorbants (SAP)	20
1.3.2	Méthodes indirectes.....	21
a)	Méthode visuelle de Powers.....	22
b)	Méthode du flotteur	22
c)	Méthode de profilage de surface	23
1.3.3	Autres méthodes	23
a)	Méthode d'acquisition d'image numérique.....	23
b)	Méthode de pression hydrostatique (HYPST)	24
c)	Méthode basée sur la turbidimétrie	25
1.3.4	Cas du ressuage interne	27
1.4	EFFET DE LA DISPERSION SUR LE RESSUAGE DES MATERIAUX CIMENTAIRES.....	29
1.4.1	Variation du rapport E/C	29
1.4.2	Dispersion mécanique	31
1.4.3	Adjuvantation	33
1.5	CONSEQUENCES DU RESSUAGE SUR LES PROPRIETES A L'ETAT DURCI.....	37
1.5.1	Effet du ressuage sur la microstructure de la pâte de ciment	37
1.5.2	Effet du ressuage sur la microstructure des mortiers et bétons	40
1.6	CONCLUSION	41

CHAPITRE I : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

1.1 INTRODUCTION

Le ressuage des matériaux cimentaires est une conséquence de la différence de densité entre les particules solides et l'eau, qui, pendant la période dormante de l'hydratation du ciment, peut induire une séparation de phases. Cette séparation de phase se manifeste sous forme d'une pellicule d'eau claire (ou turbide) qui apparaît à la surface. Parfois, la séparation de phases peut être gênée par la présence d'inclusions. Dans ce cas, l'eau reste bloquée notamment aux interfaces pouvant affecter la microstructure du matériau cimentaire à l'état durci.

L'objectif de ce chapitre est de dresser un état de l'art sur le phénomène de ressuage des matériaux cimentaires, et ses éventuels effets sur les propriétés à l'état durci. La première partie de ce chapitre est dédiée à une description phénoménologique du ressuage dans les matériaux cimentaires. Les types de ressuage sont présentés, ainsi que les différentes étapes d'évolution. On s'intéresse également, dans cette partie, aux mécanismes qui régissent le phénomène et à l'effet des inclusions dans le cas des mortiers et bétons.

La deuxième partie de ce chapitre est consacrée à la présentation des différentes approches et méthodes de caractérisation expérimentale du ressuage. Les possibilités de caractérisation du ressuage interne sont étudiées.

La troisième partie est dédiée à l'effet de la dispersion sur le ressuage. L'effet du rapport E/C, de la vibration et de l'adjuvantation est examiné.

Dans la dernière partie, l'impact du ressuage sur les propriétés des matériaux cimentaires à l'état durci est étudié. Les conclusions de cette synthèse bibliographique permettront de fixer les objectifs de ce travail.

1.2 OBSERVATIONS EXPERIMENTALES DU PHENOMENE DU RESSUAGE

1.2.1 DESCRIPTION DU RESSUAGE

Le ressuage des matériaux cimentaires est un phénomène qui se manifeste à l'état frais. Il se produit lorsque les particules solides en suspension (particules de ciment, sable et gravillons) ont un mouvement d'ensemble vers le bas au sein du matériau, accompagné d'une pellicule d'eau qui remonte à la surface [19]. A l'échelle de la pâte de ciment, le ressuage est dû à la différence entre la densité du ciment (environ 2.7 à 3.12 g/cm³) et celle de l'eau (1 g/cm³) qui provoque progressivement une séparation des phases.

Chapitre I : Revue bibliographique

La description du ressuage peut parfois prêter à confusion. D'ailleurs, la définition même du ressuage a évolué dans le temps. En effet, certains chercheurs considèrent le ressuage comme un phénomène de sédimentation et d'autres comme une consolidation. D'ailleurs, une classification de la sédimentation en fonction de la fraction volumique par le biais des indices des vides (e) est proposée dans la littérature scientifique. Dans une suspension à faible concentration volumique solide [20], les grains solides sédimentent librement. En effet, les grains en suspension sont en faible quantité et donc bien isolés les uns des autres. Cet état de dispersion favorise une chute libre des grains sans aucune perturbation, mais avec différentes vitesses de chute dépendantes de la taille des grains. La loi de Stokes [21] permet de mieux décrire ce phénomène. Dans une suspension de concentration moyenne (parfois le cas des coulis cimentaires), dont les indices des vides sont compris entre 6 et 19 [22] [23], voire 100 [20], on parle plutôt de sédimentation gênée caractérisée par une perturbation due aux frottements intergranulaires ou aux effets des interactions entre les grains. La vitesse de chute est plus faible par rapport à celle de la sédimentation libre. Par contre, après sédimentation, il a été constaté un profil de densité constant en fonction de la hauteur [24,25]. Toutefois, ces dernières observations ne sont pas confirmées par certains auteurs [11,25,26]. Enfin, dans une suspension à forte concentration, telle que les pâtes cimentaires, les grains solides forment un squelette granulaire, plus ou moins cohésif, dans lequel l'eau remonte à la surface par percolation à travers la porosité. Le squelette solide tasse donc sous son propre poids et l'eau est drainée vers la surface pour équilibrer la différence de pression interstitielle. Lorsque toute la pression interstitielle est équilibrée, le squelette solide se consolide. La percolation d'eau vers la surface est gouvernée par la perméabilité du squelette solide. Ce phénomène de consolidation est bien décrit dans le domaine de la mécanique des sols.

A l'échelle de la pâte de ciment, Powers [7] fut l'un des premiers auteurs ayant abordé le sujet du ressuage. Il a décrit le ressuage comme un cas particulier de la sédimentation ; il s'agit en effet d'un phénomène provoqué par la sédimentation des particules isolées ou agglomérées. Plus tard, l'auteur a précisé que sous certaines conditions, le ressuage d'une pâte de ciment peut être considéré à la fois comme une sédimentation empêchée (ou gênée) et une consolidation. C'est le cas d'une pâte de ciment ayant un rapport eau/ciment (E/C) de 0.51 ; tandis que pour une pâte de ciment de rapport E/C de 0.44, le ressuage résulte uniquement du phénomène de consolidation.

Les travaux de Josserand et al. [8] ont apporté une description plus fine du phénomène de ressuage accompagnée d'une modélisation numérique se basant sur la théorie de la

consolidation. En effet, les auteurs considèrent que le ressuage peut être décrit comme un phénomène de consolidation vu que les fractions volumiques solides ordinaires dans les pâtes cimentaires (correspondant aux rapports E/C classiques) font que les particules solides interagissent entre elles via des forces inter-particulaires (forces colloïdales...) et forment un squelette solide qui se tasse et se consolide sous son propre poids. Ce phénomène est comparable au tassement et à la consolidation des sols fins en mécanique des sols.

Plus récemment, les travaux de Massoussi et al. [9] ont montré que le ressuage ne peut être décrit comme un simple processus de consolidation homogène, mais plutôt qu'il est de nature hétérogène conduisant à la formation de canaux préférentiels d'extraction d'eau dans la pâte de ciment. En effet, les auteurs ont montré l'existence d'une période d'induction pendant laquelle une réorganisation du système se produit, initiée par la force de traînée visqueuse. Cette période d'induction est suivie d'une période d'accélération pendant laquelle des canaux d'extraction peuvent se former conduisant à une augmentation locale de la perméabilité et donc à une accélération du ressuage. Ils suggèrent que ces canaux d'extraction peuvent être la conséquence de défauts dans le système (par exemple des bulles d'air) ou d'utilisation excessive de dispersant.

Afin de décrire les différentes zones pouvant apparaître dans une colonne de ressuage, Peng et al. [27], ont réalisé différentes caractérisations du ressuage sur des pâtes de ciment avec et sans dispersant (lignosulphonates) en utilisant plusieurs méthodes expérimentales. Les auteurs proposent la répartition suivante des zones dans une colonne de ressuage (Figure 1-1) : zone de ressuage, zone homogène, zone à concentration variable de particules et zone du sédiment.

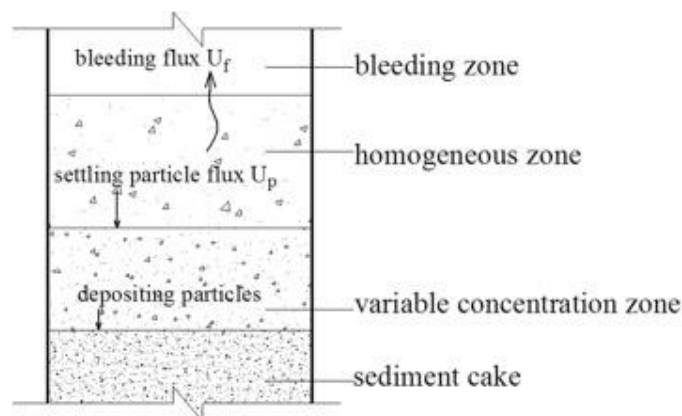


Figure 1-1 : Différentes zones d'une colonne pâte de ciment sédimentée [27]

1.2.2 TYPES DE RESSUAGE

D'une façon générale, le ressuage peut se manifester sous plusieurs formes dont le ressuage homogène et le ressuage localisé [28]. Le ressuage homogène est abordé comme une consolidation uniforme d'une suspension. Il s'agit d'un processus lors duquel la vitesse de ressuage est uniforme en tout point du plan horizontal de la suspension.

Quant au ressuage localisé, l'eau remonte à la surface en empruntant différents chemins. Il est caractérisé par l'apparition des canaux d'extraction qui favorisent le déplacement de l'eau vers la surface [9,28]. Ceci peut induire une forte accélération de la vitesse de ressuage comme le montre la Figure 1-2.

Par ailleurs, Josserand et al. [13] ont déterminé un seuil de vitesse initiale à partir de laquelle le ressuage pourrait se localiser. Cette vitesse initiale de ressuage est d'environ $0.06 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$ (ou 10^{-6} m/s). Il faut souligner que le ressuage homogène est généralement peu préjudiciable contrairement au ressuage localisé qui peut avoir des effets délétères.

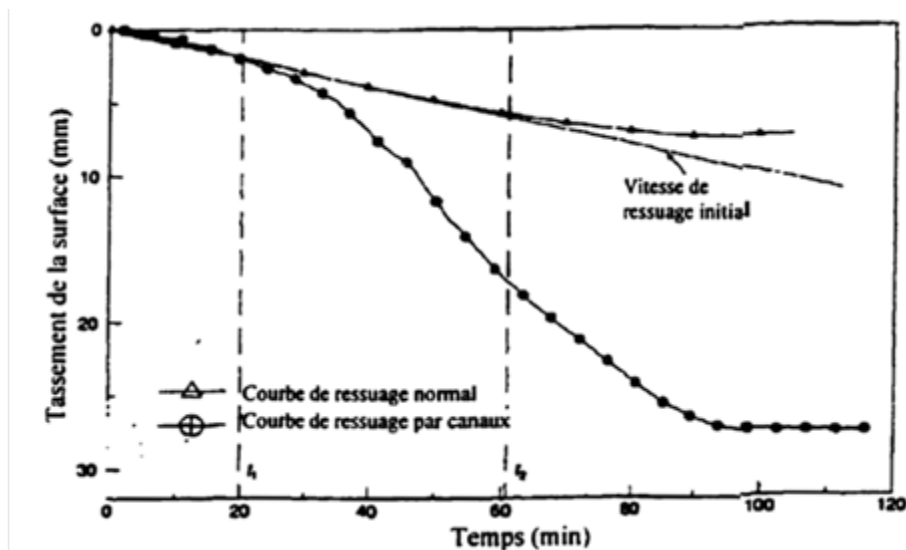


Figure 1-2 : Courbe de ressuage ; en haut : ressuage normal ; en bas : ressuage localisé [29]

Qu'il soit homogène ou localisé, une partie de l'eau remontant à la surface est appelé « ressuage externe ou visible », tandis qu'une partie devant remonter à la surface reste piégée sous les granulats ou sous les barres d'armature. Cette dernière est appelée « ressuage interne » ou « micro-ressuage » (Figure 1-3) [17,18,30]. Ce dernier est associé à l'effet de paroi pour expliquer l'effet des granulats sur la formation de l'auréole de transition ou l'ITZ (Interfacial Transition Zone) [12,31]. Il faut également noter qu'une partie de l'eau pourrait rester piégée entre les agglomérats (ou floccs) des particules de ciment. L'emploi d'un dispersant (ou parfois

la vibration suffirait) permet une défloculation et donc une libération de cette eau piégée conduisant à une augmentation du ressuage externe.

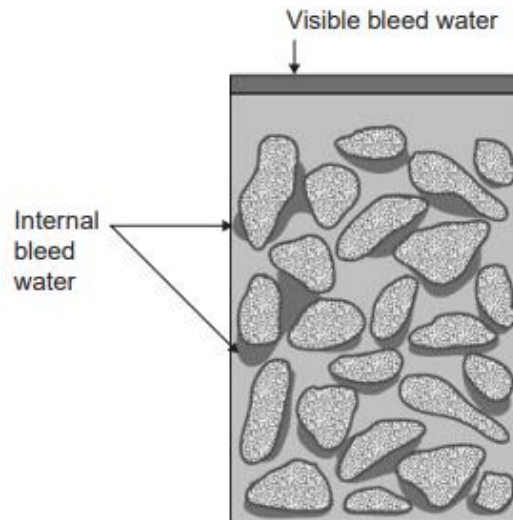


Figure 1-3: Illustration du ressuage localisé dans un béton [30]

Concernant l'effet de paroi, souvent associé au ressuage interne, il conduit généralement à une augmentation des vides autour des granulats qui pourraient être occupés par l'eau. En effet, dans un mélange binaire avec une interaction partielle, si les gros grains sont immergés dans les petits grains, lesquels sont dominants ; alors il y a localement un « effet de paroi » à la périphérie des gros grains. Ce qui conduit à une augmentation de la quantité des vides dans les petits grains [4] (Figure 1-4). L'effet de paroi a été d'ailleurs utilisé par Farran [31] pour mettre en évidence l'existence autour des granulats d'une auréole de transition entre la pâte de ciment et les granulats. Cet « effet de paroi » induit un rapport E/C plus élevé au niveau de l'auréole de transition qu'au niveau du cœur de la pâte de ciment [32,33], ce qui induit une zone hétérogène de la pâte de ciment autour des granulats [34].

Il apparaît donc que le ressuage des matériaux cimentaires peut être composé d'une partie visible appelée ressuage externe, « facile » à caractériser, et d'une partie invisible qui reste piégée dans le squelette solide, n'ayant pas percolé à la surface à cause d'éventuels obstacles (granulats, armatures), et qui est difficile à quantifier. Cette eau de ressuage interne pourrait avoir des conséquences sur les propriétés du matériau durci et est souvent associée à la fragilisation des interfaces.

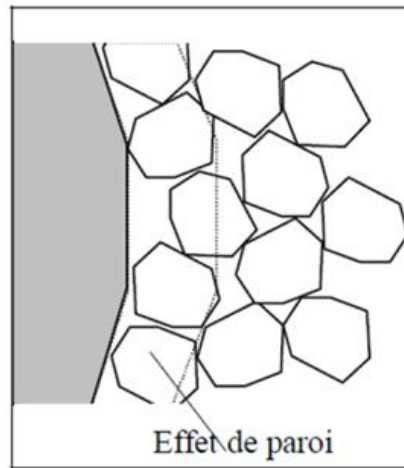


Figure 1-4 : Effet de paroi exercé par de gros grains dans un empilement de grains fins [4]

1.2.3 EVOLUTION DU RESSUAGE

Les premiers travaux sur le ressuage ont montré que l'évolution du ressuage se déroule en deux étapes, comme le montre la Figure 1-5 [7,13,27]. Une première étape marquée par une augmentation rapide du ressuage à vitesse constante (régime transitoire). La vitesse initiale de ressuage représente la pente de la partie linéaire de la courbe de ressuage. La deuxième étape est caractérisée par une stabilisation du ressuage marquée par une décroissance de la vitesse du ressuage en fonction du temps. Le ressuage n'évolue plus de façon significative et finit par atteindre une valeur finale stabilisée avant la prise. Cette valeur constitue la capacité de ressuage (phase de consolidation).

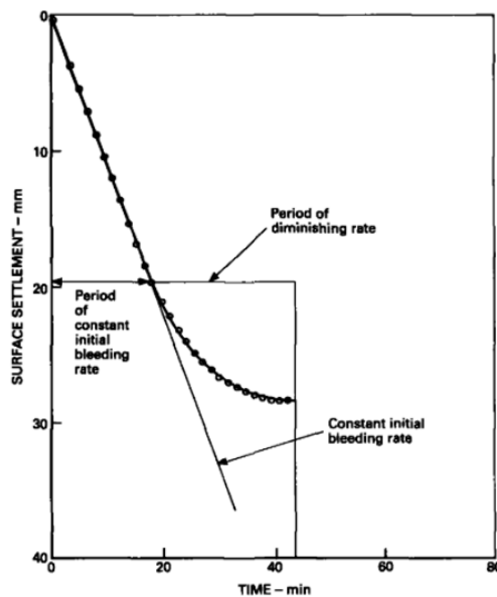


Figure 1-5 : Exemple d'une courbe classique de ressuage d'une pâte de ciment [29]

Massoussi et al. [9] ont montré que l'évolution du ressuage ne se limite pas à ces deux étapes mais se fait suivant plusieurs étapes marquées par une variation de la vitesse de ressuage (Figure 1-6) :

1. période d'induction est marquée par de faible épaisseur de ressuage et ne dépend pas de la hauteur de l'échantillon. Elle pourrait être due aux effets de malaxage et de la mise en place de l'échantillon. Durant cette période, des forces de traînées visqueuses pourraient induire une réorganisation locale progressive du système conduisant à la formation des canaux d'extraction d'eau ;
2. période d'accélération durant laquelle le ressuage s'accélère et la vitesse d'extraction d'eau augmente jusqu'à atteindre une vitesse constante. Cette augmentation serait liée à la percolation des canaux d'extraction d'eau induisant une augmentation de la perméabilité ;
3. période de vitesse d'extraction constante observée à une heure après le remplissage de la cellule de mesure ; elle se manifeste par une vitesse d'extraction d'eau constante et ne dépend pas de la hauteur initiale de l'échantillon. Durant cette période, le diamètre et la longueur des canaux n'augmentent plus ;
4. période de consolidation où la vitesse de ressuage décroît de façon significative pour tendre vers une valeur nulle ;
5. période de consolidation finale : cette période est marquée par un ressuage stabilisé. C'est à cette étape que la capacité de ressuage est mesurée. La force de gravité n'est plus capable de consolider davantage le squelette solide et d'en extraire plus d'eau.

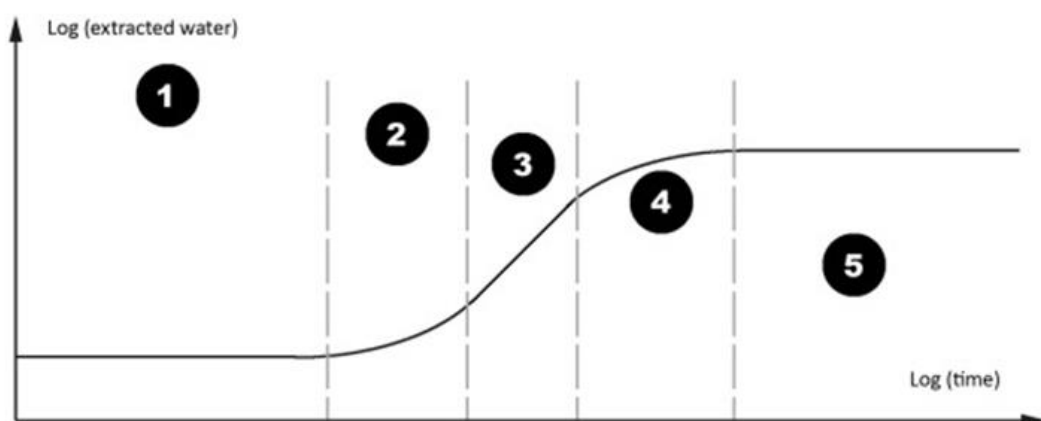


Figure 1-6 : Eau ressuee en fonction du temps 1. Période d'induction 2. Régime d'accélération 3. Période de vitesse d'extraction constante d'eau 4. Régime de consolidation 5. Consolidation finale [9]

Chapitre I : Revue bibliographique

La vitesse de ressuage définit le volume d'eau ressuée par unité de surface supérieure et par seconde. Cette vitesse peut être supposée constante et suivre des lois d'écoulement de type Darcy ou Poiseuille [3], conduisant à l'équation de Kozeny-Carman [19]. Cependant, selon Powers [19], cette dernière équation paraît être mieux adaptée pour des suspensions de particules sphériques non floclées. Les travaux de Massoussi et al. [9] ont également montré que cette vitesse pourrait varier au cours du temps, pas seulement à cause de la réactivité, mais aussi à cause des phénomènes de localisation conduisant à la formation des canaux d'extraction. Physiquement, la vitesse de ressuage est conditionnée par la perméabilité du milieu. Cependant, la perméabilité d'un matériau cimentaire à l'état frais n'est pas constante. Powers [19] a proposé un modèle pour évaluer la perméabilité initiale des matériaux cimentaires à l'état frais. Ce modèle relie la vitesse initiale de ressuage au coefficient de perméabilité par la fraction volumique solide (équation (1-1)).

$$V_{IR} = K(\emptyset)\emptyset_0(d_s - 1) \quad (1-1)$$

Avec :

V_{IR} : vitesse initiale du ressuage (m/s) ;

$K(\emptyset_0)$: coefficient de perméabilité initiale en (m/s) ;

\emptyset_0 : compacité initiale du mélange ;

d_s : densité du ciment anhydre.

Cette équation a été également reprise et validée par Josserand et al. [8]. Elle permet d'estimer la perméabilité de la pâte de ciment en connaissant la vitesse de ressuage ou d'estimer la vitesse de ressuage en connaissant la perméabilité initiale.

Par ailleurs, la capacité de ressuage représente la quantité finale ou épaisseur d'eau ressuée mesurée à l'état stabilisé. Elle peut être également exprimée sous forme d'une mesure relative, c'est-à-dire le rapport entre l'épaisseur finale d'eau ressuée et la hauteur initiale de l'échantillon. Parfois, elle est exprimée en volume d'eau ressuée par rapport au volume initial.

1.2.4 MECANISMES DU RESSUAGE

A l'échelle de la suspension cimentaire, le ressuage résulte d'une compétition entre les forces de gravité qui tendent à favoriser le tassement et la sédimentation des particules (forces déstabilisatrices) et les forces inter-particulaires qui s'opposent, sous certaines conditions, à la

Chapitre I : Revue bibliographique

sédimentation (forces stabilisatrices) [35,36]. De plus, des forces hydrodynamiques représentant le mouvement des particules dans le fluide porteur, ainsi que les mouvements browniens résultant de l'agitation aléatoire des particules les plus fines pourraient également jouer un rôle [9].

En effet, plusieurs types d'interactions et forces entrent en jeu dans une pâte de ciment sans adjuvant à cause de la polydispersité des particules de ciment [37]. De plus, en fonction de la taille, de la nature chimique des particules, de la fraction volumique et des forces extérieures, une ou plusieurs de ces interactions peuvent dominer [38]. Dans une suspension cimentaire, lorsque la distance entre les grains de ciment est courte, notamment à partir d'une certaine fraction volumique, des forces colloïdales attractives de type Van der Waals dominant et peuvent structurer la suspension [25,37–40]. Certaines particules, notamment les plus fines, peuvent être soumises à des mouvements browniens [37]. De plus, pour des fractions volumiques plus élevées, des contacts directs entre les particules apparaissent et conduisent à un squelette solide plus compact [37].

L'équilibre des forces stabilisatrices et déstabilisatrices apparaît donc comme le mécanisme moteur dans la manifestation du ressuage, qu'il soit homogène ou localisé. Ainsi, le paramètre « clé » qui pourrait gouverner cet équilibre est la dispersion des particules. Cette dispersion pourrait être reliée à la distance inter-particulaire qui régit non seulement les interactions et les forces entre les particules, conduisant à la formation d'un squelette solide plus ou moins compact, mais également les forces de gravité à travers l'agglomération et l'augmentation du diamètre moyen des particules. Bien évidemment, cette distance est conditionnée par la fraction volumique solide.

En effet, selon Roussel et al. [37], il existe une fraction volumique solide minimale appelée fraction de percolation en-dessous de laquelle il n'y a pas de contacts directs, ni d'interactions entre les particules. Ces dernières sont relativement éloignées pour que des interactions colloïdales soient capables d'empêcher leur sédimentation. En-dessus de cette fraction volumique, les forces inter-particulaires apparaissent [37,41] et sont capables de structurer un réseau de particules capable de « résister » aux effets de la gravité. Ce réseau de particules tasse sous son propre poids. Dans la littérature, les valeurs de la fraction volumique solide de percolation varient environ de 0.2 à 0.4 [35,42,43].

Par ailleurs, à partir d'une certaine fraction volumique (de l'ordre de 80% de la compacité maximale), des contacts directs apparaissent entre les particules [37] et le

comportement de la suspensions devient frictionnel [15]. Le ressuage est alors négligeable voire inexistant [43]. Il est également à noter que ces fractions volumiques caractéristiques dépendent de l'incorporation de dispersant [43].

1.2.5 CAS DES MORTIERS ET BETONS

A l'échelle du mortier et du béton, le ressuage dépend essentiellement du volume de la pâte de ciment. Powers a proposé une relation entre le ressuage de la pâte de ciment et celui du béton faisant intervenir le volume de pâte [19]. A travers cette relation, l'auteur a montré qu'un volume de pâte de ciment important peut entraîner une augmentation de la capacité de ressuage. Dhir et al. [44] ont utilisé ce modèle de Powers pour prédire la vitesse de ressuage du béton. La Figure 1-7 montre une bonne concordance entre le modèle de Powers et les résultats obtenus par Dhir et al. [44]. Toutefois, l'application de ce modèle est limitée à la première période de ressuage jusqu'à 30 minutes, tandis que le ressuage issu des travaux de Dhir et al. [44] est obtenu 2 heures après la mise en place du matériau. Le modèle de Powers semble sous-estimer le ressuage, ce qui pourrait expliquer parfois la légère augmentation de la vitesse de ressuage au niveau des résultats de Dhir et al. [44].

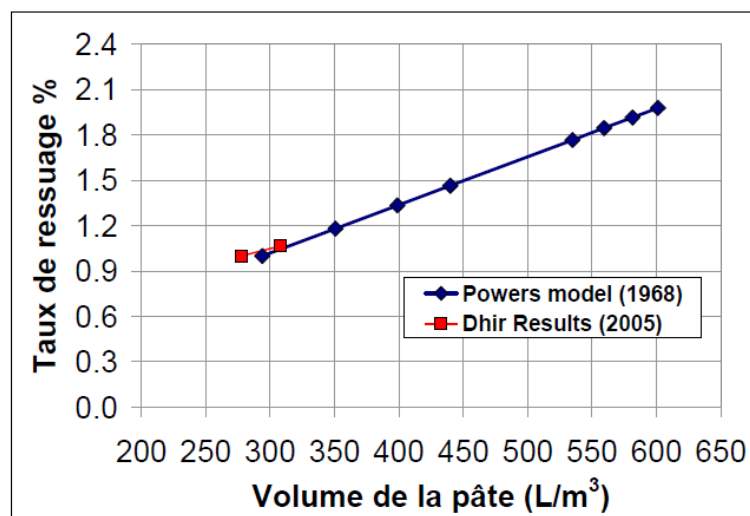


Figure 1-7: Relation entre le volume de pâte et la vitesse de ressuage selon le modèle de Powers et al. [19] et résultats de Dhir et al. [44].

Par ailleurs, le ressuage est affecté par la présence des granulats. L'état de surface de ces granulats, leur nature chimique, leur porosité, et leur capacité d'absorption peuvent influencer le ressuage. Leur présence dans la pâte de ciment peut induire un effet de paroi et/ou un effet de desserrement associé au micro-ressuage (ou ressuage interne). En effet, des films d'eau sont observés autour des grains de sable [45] et des agrégats [46] où la portlandite se

forme massivement [47]. Certaines caractéristiques du granulat telles que la capacité d'absorption, le type de granulats (légers, recyclés etc...) peuvent impacter cet excès d'eau autour des granulats. Selon Elsharief et al. [48], les granulats ayant de forte capacité d'absorption ont tendance à réduire le ressuage interne en limitant le film d'eau en excès par rapport aux granulats de faibles capacités d'absorption. Hemavibool [49] avait recommandé que l'utilisation des granulats légers secs absorbent plus l'eau au voisinage des grains par rapport aux granulats légers humides. Quant aux granulats recyclés, ils sont dotés d'une grande capacité d'adsorption d'eau pouvant diminuer le ressuage dans le béton [50].

1.3 METHODES DE CARACTERISATION DU RESSUAGE DES MATERIAUX CIMENTAIRES

Cette section présente les différentes méthodes qui permettent de mesurer le ressuage des matériaux cimentaires notamment à l'échelle de la pâte de ciment, du mortier et du béton. En effet, Josserand [13] a réalisé une synthèse de ces méthodes de mesure de ressuage dans ses travaux de thèse. Depuis, de nouvelles méthodes ou de procédure de mesure ont été développées. Il est donc nécessaire de faire une analyse critique de ces nouvelles méthodes de mesure de ressuage.

On peut distinguer deux grandes catégories de méthodes à savoir : les méthodes directes et les méthodes indirectes. Il faut noter qu'en plus de ces deux catégories de méthodes, il y en a d'autres développées qui ne s'inscrivent dans aucune de ces deux catégories. Ces derniers types de méthodes sont classés dans « autres méthodes ». A noter que chacune de ces méthodes est adaptée à un matériau spécifique. Il faut souligner qu'en dehors de la méthode de turbidimétrie qui est adaptée uniquement à la pâte de ciment, toutes les autres méthodes détaillées ci-dessous peuvent être utilisées pour la pâte de ciment, le mortier et le béton.

1.3.1 METHODES DIRECTES

Les méthodes directes consistent à prélever l'eau ressuée et à la quantifier. On peut citer des méthodes directes telles que la méthode ASTM C232, la méthode de la norme suédoise, la méthode volumétrique [13]. La méthode ASTM C232 fut l'une des premières méthodes de mesure de ressuage normalisées. Il est important de faire un rappel sur cette méthode avant d'aborder l'analyse critique des autres méthodes développées récemment.

Chapitre I : Revue bibliographique

a) Méthode ASTM C232

Il s'agit d'une méthode de mesure de ressuage classique et normalisée adaptée à tous les matériaux cimentaires (pâte, mortier et béton). Elle consiste à utiliser une pipette ou une seringue pour prélever l'eau ressuée en inclinant légèrement le moule. Ce prélèvement est fait suivant un intervalle de temps défini. Par exemple, un prélèvement se fait toutes les 10 minutes pendant les 30 premières minutes et à intervalle de 30 minutes jusqu'à l'état stabilisé du ressuage. Le moule est couvert pour minimiser l'évaporation de l'eau de ressuage. Cette méthode nécessite beaucoup de doigté et l'inclinaison du moule et les prélèvements peuvent perturber chaque fois l'évolution du ressuage. Cette perturbation peut engendrer de la vibration du système à chaque mesure, ainsi le ressuage peut être surestimé ou sous-estimé. La Figure 1-8 présente le dispositif de la méthode ASTM C232.

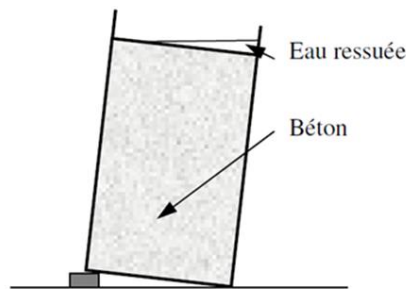


Figure 1-8 : Méthode ASTM C232

b) Méthode par tracé de sillon

La méthode par tracé de sillon est une méthode directe de mesure de ressuage proposée par Josserand et al. [51] (Figure 1-9). C'est une version adaptée de la méthode normalisée ASTM C232. Pour la mettre en œuvre, aussitôt qu'on coule le matériau, des sillons sont tracés sur les surfaces supérieures. L'eau ressuée est drainée dans les sillons, et est recueillie à l'aide d'une pipette ou d'une seringue de façon périodique, puis pesée. Le principe de la double pesée est utilisé dans cette méthode et a permis de tenir compte de l'évaporation d'eau. La méthode par tracé de sillon est pratique puisque le moule n'est pas touché durant le test. Elle permet de savoir si le ressuage est localisé ou pas et est assez reproductible. Toutefois, les difficultés de cette méthode sont liées à sa mise en œuvre. En effet, il est non seulement compliqué de tracer des sillons dans le cas des matériaux à gros grains mais aussi ces sillons se referment pour des matériaux peu fluides (à partir d'un certain seuil d'écoulement).

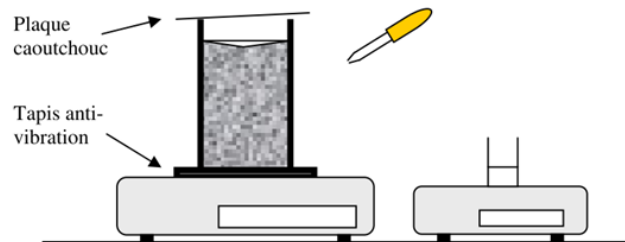
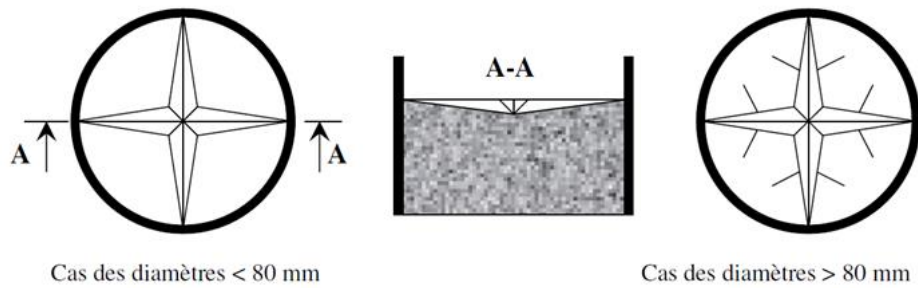


Figure 1-9 : Schéma de la méthode par tracé de sillon par double pesée [51]

c) Méthode de polymères super-absorbants (SAP)

La méthode de SAP consiste à utiliser des polymères super-absorbants (SAP) pour collecter l'eau ressuée à la surface du béton. Cette méthode peut être utilisable pour tous les matériaux cimentaires. Elle a été proposée par Combrinck et al. [52]. En effet, les polymères super-absorbants ont une grande capacité d'absorption de liquide par rapport à leur taille [53], [54]. Pour la mettre en œuvre, on utilise des sachets de thé de dimensions 70 x 60 mm qui sont remplis de poudre de polymères super-absorbants d'environ 2 g. Ensuite, ils sont agrafés et disposés de façon espacée sur la surface supérieure du béton dans le moule. L'ensemble « poudre de polymère super-absorbant et sachet de thé » est utilisé une seule fois et est changé suivant un intervalle de temps bien défini. L'ensemble est pesé avant et à chaque changement jusqu'à l'état stabilisé du ressuage. Cette méthode nécessite peu de doigté de l'opérateur et permet d'éviter la réabsorption de l'eau ressuée. Toutefois, le sachet de thé rempli du polymère peut exercer une pression sur les pores par capillarité. Ce qui pourrait induire légèrement un ressuage forcé. Par conséquent, on aura un ressuage plus élevé comparativement aux autres méthodes. Avec cette méthode, on ne pourra pas déterminer la cinétique du ressuage avec précision, et donc elle est limitée à la détermination de la capacité de ressuage. Le dispositif de cette méthode est montré dans la Figure 1-10.

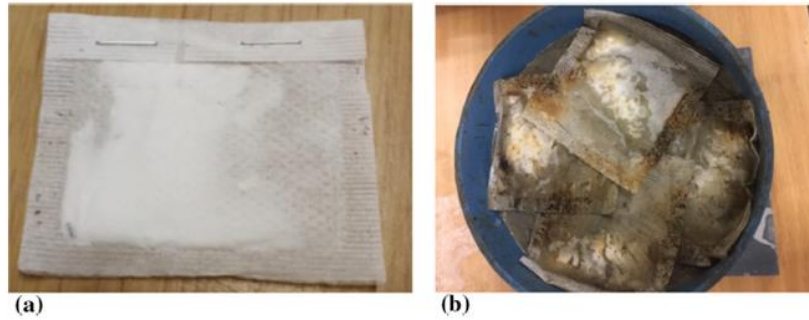


Figure 1-10 : a) Un seul sachet de thé contenant la poudre de SAP b) Quatre sachets de thé disposés à la surface du béton [52]

Afin d'étayer la différence entre ces méthodes, les auteurs ont réalisé une comparaison entre la méthode de SAP et la méthode classique ASTM C232. A travers la Figure 1-11, les auteurs ont montré que le ressuage avec la méthode de SAP est plus élevé que celui mesuré via la méthode ASTM C232.

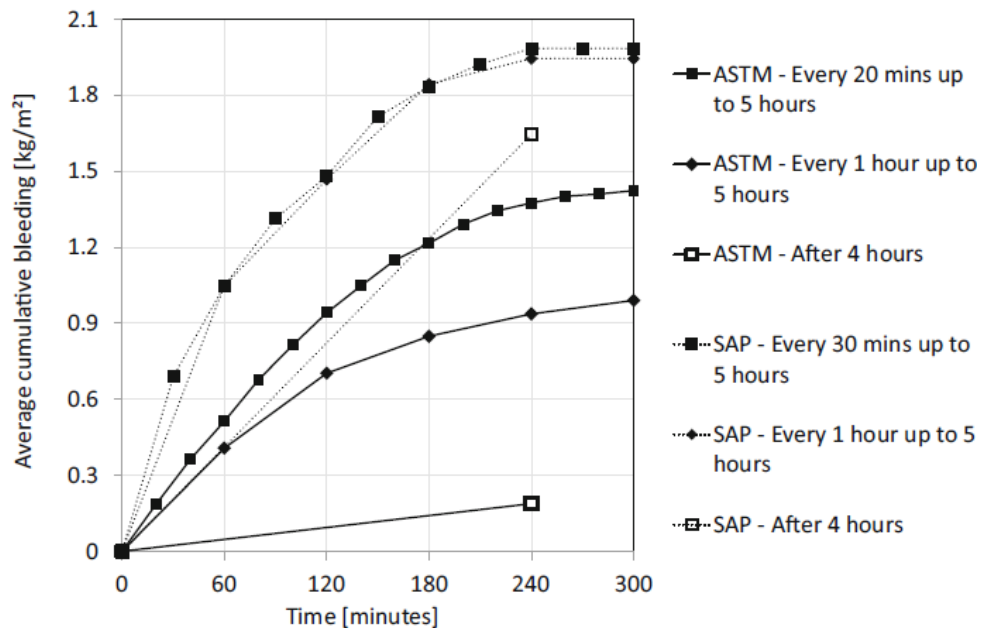


Figure 1-11 : Méthode d'inclinaison (ASTM C232) vs méthode d'utilisation de SAP [52]

1.3.2 METHODES INDIRECTES

Les méthodes indirectes de mesure de ressuage consistent à mesurer le tassement du squelette solide pour, ensuite, remonter à la quantité d'eau ressuée. On peut citer des méthodes telles que la méthode visuelle de Powers, la méthode du flotteur et la méthode de profilage de surface.

a) Méthode visuelle de Powers

La méthode visuelle est encore appelée « float method » (Figure 1-12) [19]. Elle est utilisée pour caractériser le ressuage des coulis, mortiers et des bétons. Surmonté d'un mât, le flotteur est disposé d'un disque plat en bakélite ayant pour caractéristiques 13 mm de diamètre et 3 mm d'épaisseur. Selon Gelade [55], la limite de cette méthode est liée au fait qu'elle est très sensible à la vibration, et de plus le flotteur pourrait s'enfoncer dans le matériau. Le flotteur nécessite donc une attention particulière lors du dimensionnement et de la fabrication.

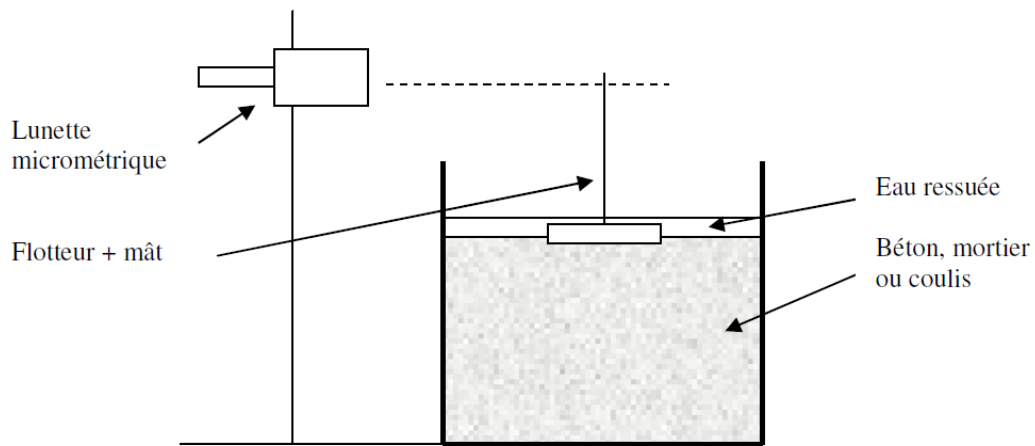


Figure 1-12 : Dispositif de Powers [19]

b) Méthode du flotteur

Il s'agit d'une mesure essentiellement basée sur le flotteur. En effet, le flotteur est un miroir posé sur le squelette. Il se déplace de façon verticale et est visualisé et mesuré sur un écran (Figure 1-13) [56]. Toutefois, le miroir est susceptible de s'incliner lors de la mesure, ce qui pourrait biaiser la mesure.

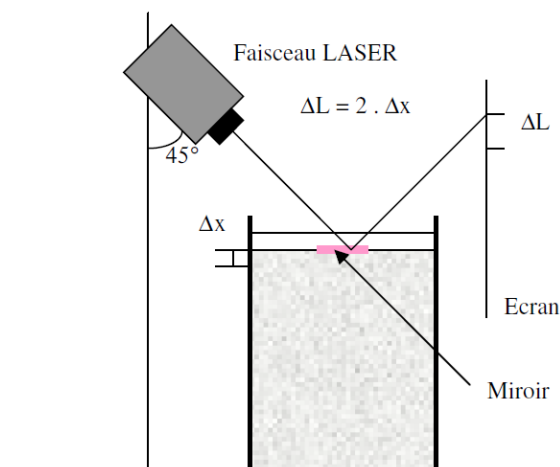


Figure 1-13 : Appareillage pour la mesure du tassement du béton [56]

c) Méthode de profilage de surface

C'est une méthode basée sur les principes optiques. Elle a été développée par Kayir et Weiss [57]. Les auteurs ont utilisé une approche de profilage de surface par laser sans contact. L'objectif de cette méthode est de mesurer le tassement du squelette solide afin d'en déduire la capacité de ressuage. Pour ce faire, un faisceau laser est envoyé sur la surface du béton frais suivi des faisceaux réfléchis qui sont lus par des capteurs. Ce protocole est répété suivant un intervalle de temps défini, par exemple toutes les 30 secondes durant le test de ressuage. L'acquisition des données est pilotée par un appareil électronique. Cette méthode automatisée permet d'éviter la présence d'un technicien et augmenter la précision comparativement aux autres méthodes. Cette technique est illustrée dans la Figure 1-14.

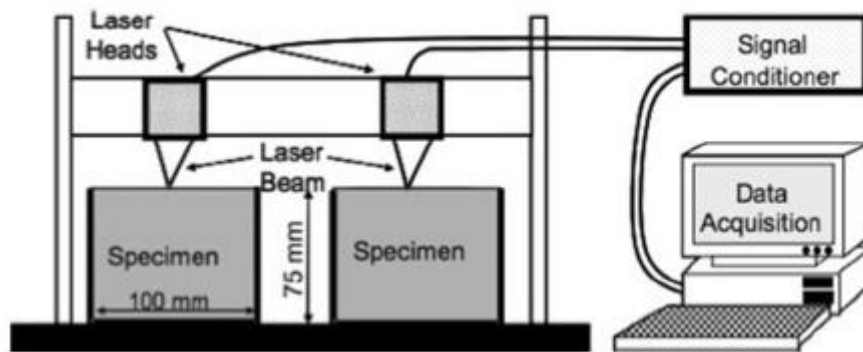


Figure 1-14 : Dispositif laser sans contact pour mesurer le tassement des squelettes solides [57]

1.3.3 AUTRES METHODES

En dehors des méthodes directes et indirectes de ressuage, d'autres méthodes ont été également proposées pour mesurer le ressuage.

a) Méthode d'acquisition d'image numérique

Massoussi et al. [9] ont utilisé cette méthode d'acquisition d'image numérique (Figure 1-15) pour mesurer le ressuage des pâtes cimentaires, mais elle pourrait être applicable aux mortiers et bétons. En effet, cette méthode consiste à faire une acquisition progressive d'image de l'épaisseur de la couche d'eau ressuée. Le logiciel Image J, accompagné d'un programme sur Matlab sont utilisés pour traiter les images. Elle est rapide et très pratique. C'est d'ailleurs grâce à cette technique que Massoussi et al. [9] ont montré l'existence d'une période d'induction lors des étapes de ressuage. Toutefois, cette méthode n'a pas été testée pour la mesure du ressuage sur des pâtes adjuvantées dans lesquelles l'épaisseur ressuée pourrait être turbide.



Figure 1-15 : Méthode d'acquisition d'image numérique [58]

b) Méthode de pression hydrostatique (HYPST)

Cette approche de caractérisation du ressuage est basée sur une méthode gravimétrique qui s'opère par le biais des mesures par pression hydrostatique. Peng et al. [59] l'ont utilisé pour mesurer le ressuage des pâtes, mais elle pourrait s'adapter aux mesures sur mortiers et bétons. Pour cela, des capteurs de pression sensibles sont utilisés pour détecter les faibles variations de pression provoquées par des particules en suspension [60,61]. Peng et al. [59] ont utilisé cette approche pour étudier la sédimentation et le ressuage. La Figure 1-16 présente le dispositif de la méthode de pression hydrostatique (HYPST). A l'aide de l'équation (1.2) qui relie la pression hydrostatique à la fraction volumique solide et au ressuage, la hauteur du ressuage peut être déduite [62].

$$P = \rho_1 g h_b + (\rho_s \phi_0 + \rho_1 (1 - \phi_0)) \cdot g \cdot (h - h_b) \quad (1.2)$$

P (Pa) est la pression hydrostatique, ρ_1 la densité du liquide (kg/m^3), ρ_s la densité du solide (kg/m^3), h_b hauteur d'eau ressuée (m), h hauteur moyenne (m), ϕ_0 fraction volumique solide initiale.

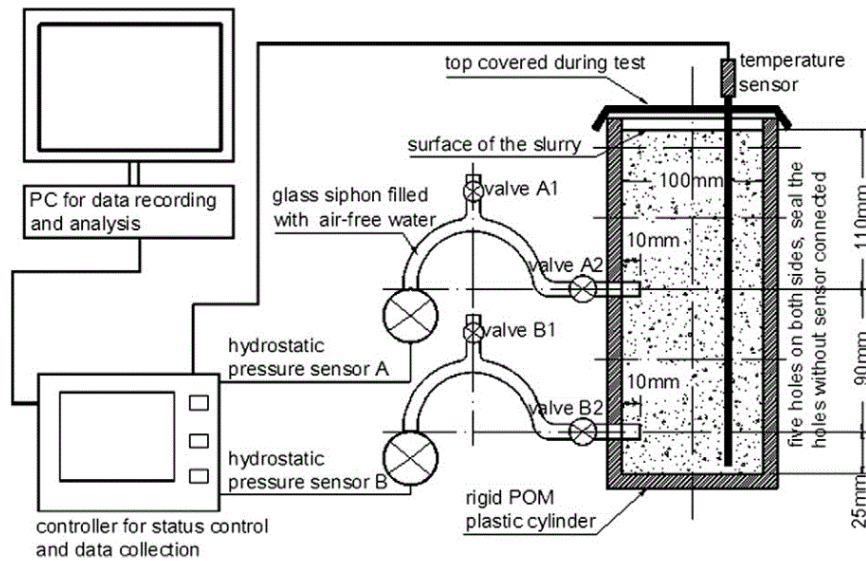


Figure 1-16 : Dispositif de la méthode de pression hydrostatique (HYPST : HYdroStatic Pressure Test) [14]

c) Méthode basée sur la turbidimétrie

Les mesures de ressauge peuvent être réalisées à l'aide d'un analyseur optique de suspensions concentrées utilisant la méthode turbidimétrique [27,43]. Cet analyseur (type Turbiscan Lab) utilise la diffusion statique multiple de la lumière (source de lumière proche infrarouge ($\lambda = 860 \text{ nm}$)) pour détecter des phénomènes de déstabilisations naissantes dans des suspensions concentrées [63]. Il est équipé d'un scanner vertical et des capteurs de rétrodiffusion et de transmission. Le capteur de transmission détecte la lumière transmise à travers l'échantillon (à 0° du faisceau incident), tandis que le détecteur rétrodiffusé reçoit la lumière rétrodiffusée (à 135° du faisceau incident). Le scanner vertical, qui se déplace sur toute la hauteur de l'échantillon (avec un pas de mesure de $40 \mu\text{m}$), enregistre les profils de transmission (T) et de rétrodiffusion (BS) pour chaque pas de temps renseigné. Les taux de transmission (T) et de rétrodiffusion (BS) sont reliés à la fraction volumique solide ϕ et au diamètre moyen des particules d selon les formules suivantes :

$$\%T \approx \exp\left(-\frac{A\phi}{d}\right) \quad (1.3)$$

$$\%BS \approx \left(\frac{B\phi}{d}\right) \quad (1.4)$$

Avec A et B sont des paramètres constants de la théorie de Mie [64]. Ainsi, les changements dans le signal de transmission (ou/et rétrodiffusé) résultent d'un changement dans la fraction volumique solide et/ou de diamètre moyen.

Chapitre I : Revue bibliographique

La Figure 1-17 montre un exemple de colonne de sédimentation avec les signaux transmis et rétrodiffusés enregistrés. Au début de l'expérience, la pâte est opaque et il y a une transmission nulle (axe x) le long de la hauteur de la colonne de sédimentation (axe y). Avec l'augmentation du temps, un surnageant se forme progressivement, caractérisé par une augmentation de la transmission. La hauteur de ce surnageant correspond à l'épaisseur d'eau ressuée. L'évolution du front de ressuage (limite entre le surnageant et la pâte consolidée) peut être caractérisée par le déplacement de la brusque variation des profils de transmission et de rétrodiffusion (Figure 1-17). L'avantage de cette méthode réside dans la possibilité de caractériser le ressuage turbide, notamment lorsque des particules fines, dispersées par l'addition d'un superplastifiant, restent en suspension dans le surnageant et peuvent fausser la mesure dans le cas d'observation visuelle. De plus, cette méthode permet de quantifier la vitesse de ressuage avec plus de précision, ainsi que la fraction volumique solide (et/ou diamètre moyen) de chaque couche dans la colonne de sédimentation. Cependant, pour le moment, cette méthode ne reste applicable qu'aux pâtes cimentaires au regard de la dimension des appareils disponibles.

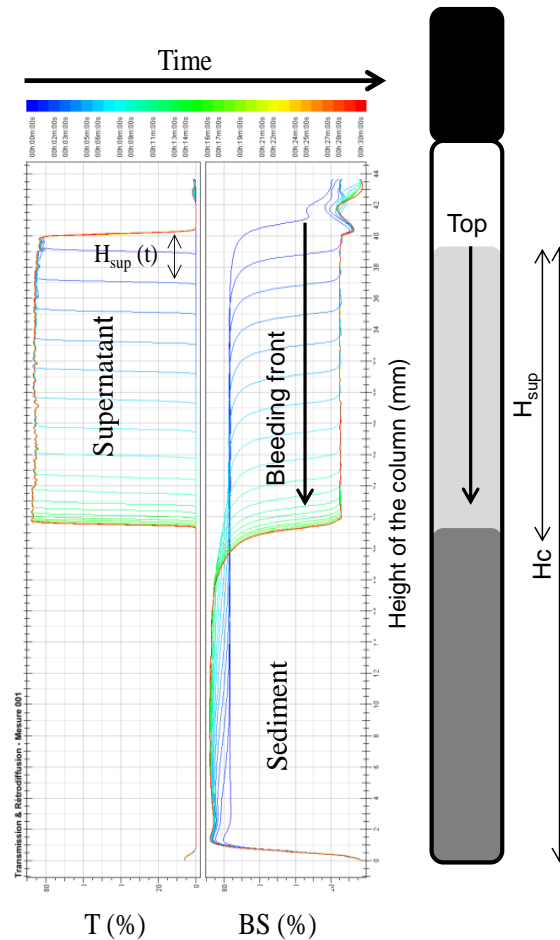


Figure 1-17 : Exemple d'une colonne de ressuage [43]

1.3.4 CAS DU RESSUAGE INTERNE

En présence des inclusions dans la pâte de ciment, une partie de l'eau qui remonte à la surface peut être piégée sous ou à proximité des inclusions. Encore appelé ressuage interne, sa méthode de détermination est rarement rapportée dans la littérature scientifique. Seuls Yim et al. [17,18] se sont intéressés à l'estimation du ressuage interne. Ils ont donc proposé une méthode basée sur un modèle de consolidation couplé à la poromécanique avec validation sur des mesures expérimentales. Selon les auteurs, le ressuage interne peut être estimé en retranchant du ressuage externe attendu (calculé avec le modèle), le ressuage externe mesuré. Un schéma illustratif est présenté dans la Figure 1-18. Le ressuage externe attendu est déterminé par une prédiction théorique en calculant le tassement du squelette solide.

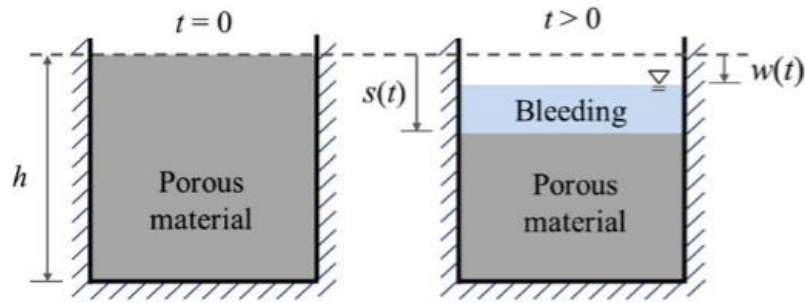


Figure 1-18 : Schéma de mesure de ressuage par test de consolidation [18]

Quant au ressuage externe mesuré, il est obtenu expérimentalement au moyen d'un dispositif de mesure de ressuage par test de consolidation. Ce dispositif est composé de deux capteurs laser sans contact qui se déplacent verticalement et permettent de déterminer le mouvement vertical de deux sondes et mesure la distance jusqu'à chaque sonde à l'aide des principes de l'optique. Une sonde flotte sur l'eau de ressuage pour mesurer le mouvement de l'eau ; une autre sonde ancrée dans le mélange pour suivre le mouvement de la surface du solide afin de mesurer son tassement (Figure 1-19).

Cette méthode est basée sur une modélisation prédictive du ressuage et nécessite plusieurs hypothèses sur les paramètres du modèle. De plus, elle ne permet pas de traiter la localisation du ressuage, ni l'eau piégée entre les agglomérats du ciment. Cependant, elle permet d'évaluer de façon « simple » l'eau restée bloquée dans le squelette solide.

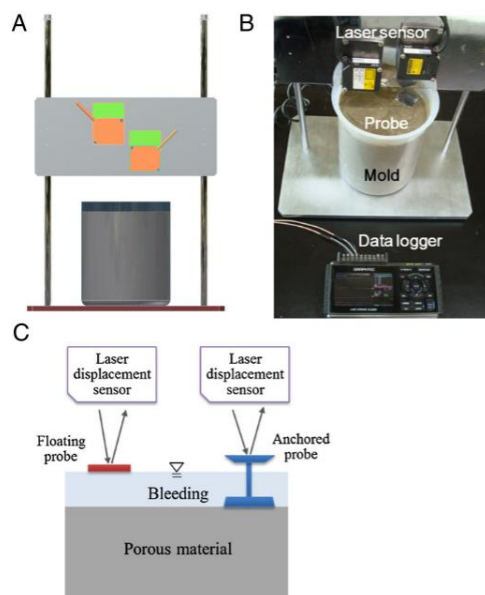


Figure 1-19 : Test de ressuage sur consolidation : A) Schéma B) montage expérimental C) configuration de la méthode de détection [18]

1.4 EFFET DE LA DISPERSION SUR LE RESSUAGE DES MATERIAUX CIMENTAIRES

Le ressuage des matériaux cimentaires peut être influencé par la dispersion apportée par certains paramètres de formulation et de procédés. Cette section présente une synthèse de l'effet de la dispersion sur le ressuage.

1.4.1 VARIATION DU RAPPORT E/C

Le rapport Eau/Ciment (E/C) est un paramètre clé dans la formulation des matériaux cimentaires. Il conditionne les propriétés du matériau à l'état frais et l'état durci. A l'état frais, l'augmentation du rapport E/C conditionne l'ouvrabilité et la capacité de ressuage directement liées à l'état de dispersion. En effet, la distance initiale entre les grains de ciment dans une pâte de ciment dépend du rapport E/C [65,66]. Par exemple, pour une pâte de ciment à faible rapport E/C, les particules de ciments sont plus rapprochées les uns des autres, ce qui pourrait réduire la porosité de la pâte de ciment qui est directement liée à la nature de cet espace intergranulaire [65,66] (Figure 1-20).

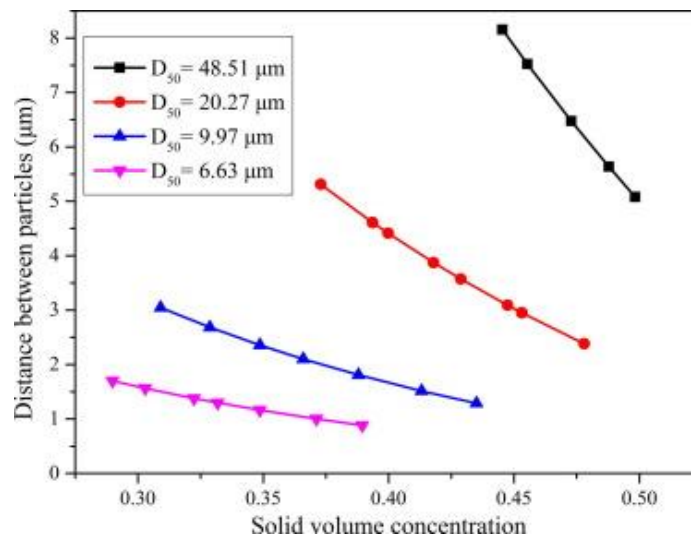


Figure 1-20 : Effet de la fraction volumique (ou rapport E/C) sur la distance entre les particules de ciment [66]

Par ailleurs, comme le montre la Figure 1-21, le ressuage de la pâte de ciment se manifeste à partir d'un certain rapport E/C [35]. Ce rapport E/C dépend de l'incorporation de dispersant. Ensuite, le ressuage augmente naturellement avec le rapport E/C.

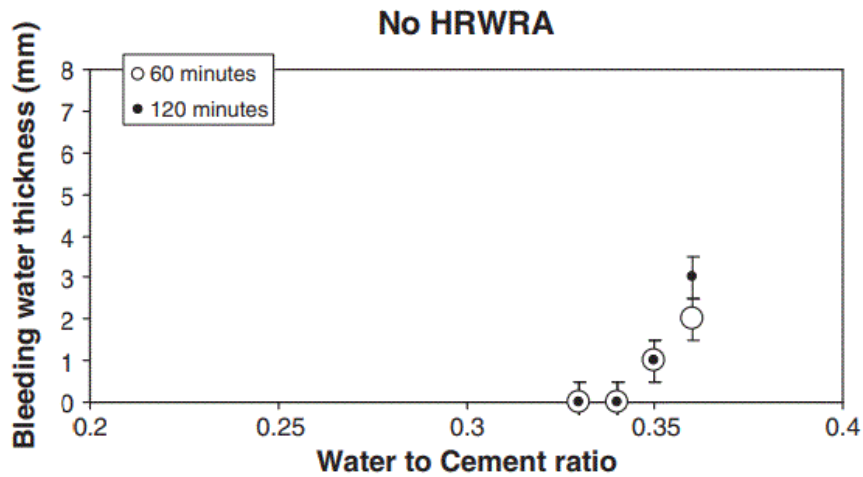


Figure 1-21 : Épaisseur de l'eau de ressuage en fonction du rapport eau/ciment [35]

Massoussi et al. [9] ont constaté une forte dépendance du ressuage au rapport E/C (Figure 1-22). Il paraît que l'évolution du ressuage n'est pas fortement modifiée avec l'augmentation du rapport E/C. Cependant, la vitesse et la capacité de ressuage augmentent avec le rapport E/C.

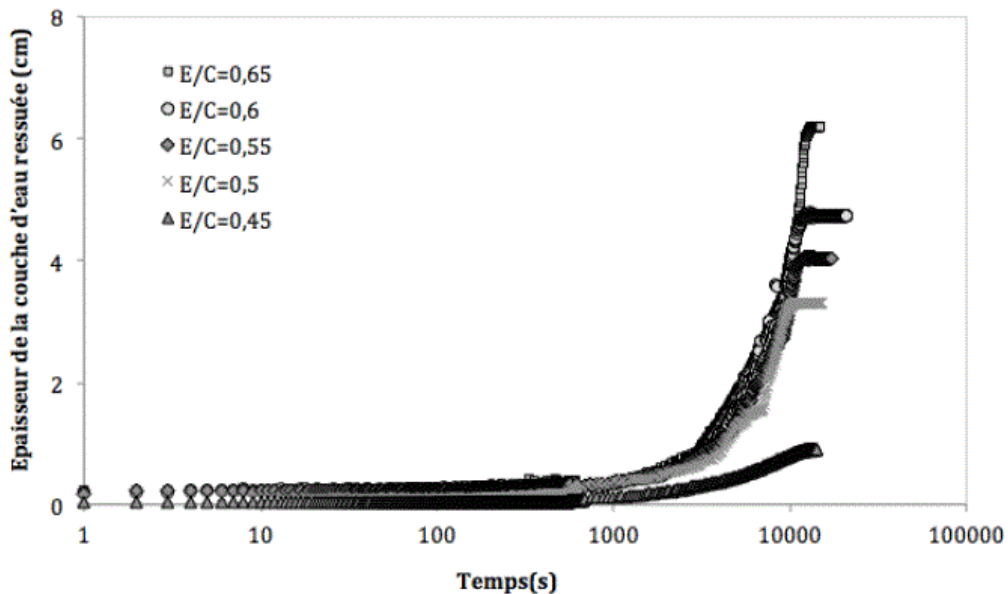


Figure 1-22 : Epaisseur de la couche d'eau ressuée en fonction du temps pour une pâte de ciment à différents [58]

De même, El Bitouri et Azéma [43] ont mis en évidence que la vitesse de ressuage, ainsi que la capacité de ressuage augmentent avec le rapport E/C (Figure 1-23). Le temps nécessaire pour atteindre un état stabilisé (ou le régime de consolidation) n'est pas significativement affecté par le rapport E/C.

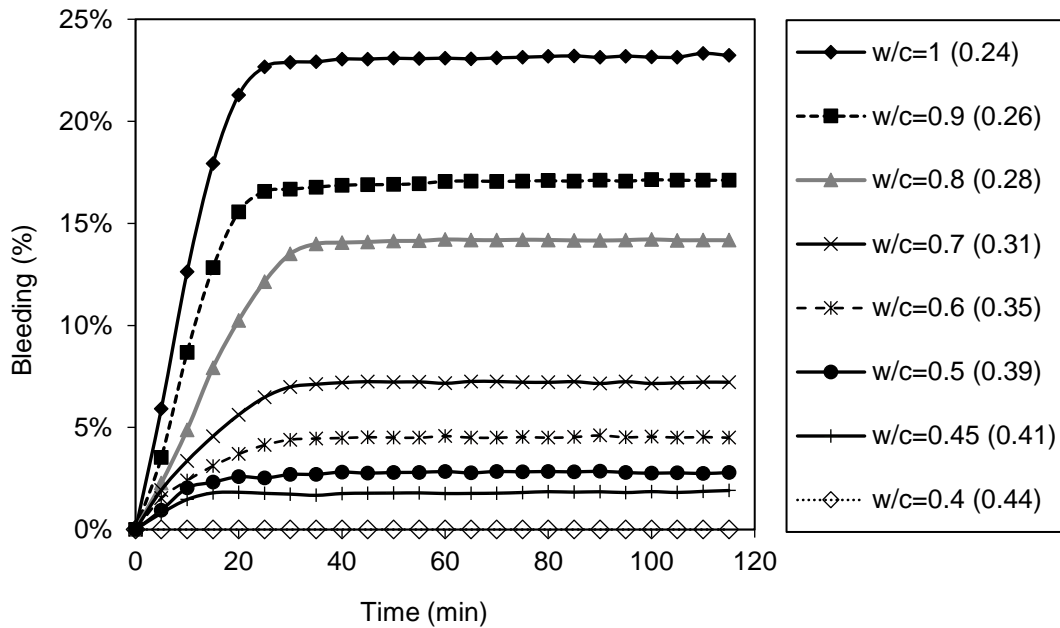


Figure 1-23 : L'évolution du ressuege en fonction du rapport E/C (entre parenthèses : fraction volumique solide) [43]

1.4.2 DISPERSION MECANIQUE

Le malaxage consiste à mélanger les constituants qui entrent dans la préparation d'un matériau. Deux paramètres principaux caractérisent le malaxage à savoir : la durée et la vitesse. La durée de malaxage n'affecte pas la capacité de ressuege, tandis que la vitesse de malaxage conduit à une diminution de la capacité de ressuege [58] (Figure 1-24). Les auteurs ont expliqué que l'augmentation de l'énergie de malaxage peut favoriser une augmentation de la surface spécifique des particules de ciment, ce qui renforce la rigidité de la liaison entre les premiers hydrates qui se forment [58]. Par conséquent, l'eau de ressuege peut diminuer puisqu'elle aurait assez de difficulté à remonter à la surface. Ces résultats rejoignent ceux de Soga et al. [67].

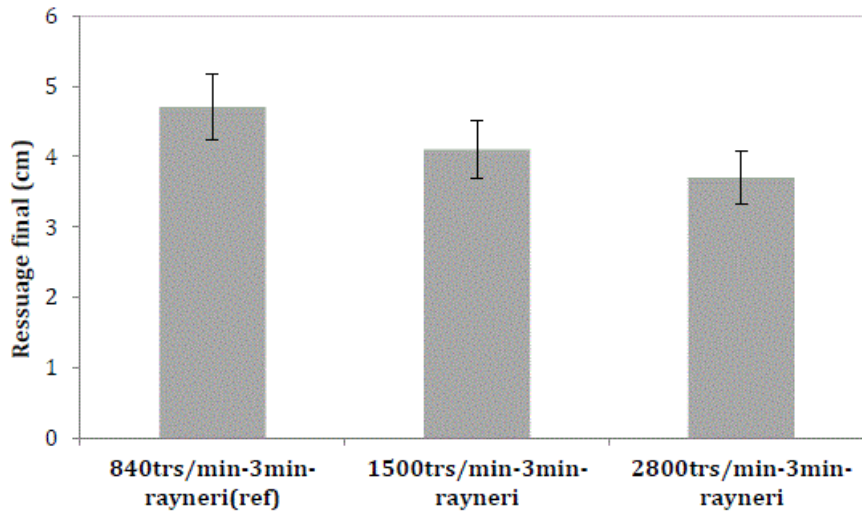


Figure 1-24 : Ressuage final en fonction de la vitesse du malaxage : influence de la vitesse du malaxage [58]

La vibration consiste à apporter un effort mécanique au matériau à l'état frais. Il n'y a pas d'effet majeur pour une faible durée de vibration ; tandis qu'une longue vibration conduit à une augmentation du ressuage [58] comme montré dans la Figure 1-25. L'auteur a expliqué que cet effet est dû à un réarrangement des grains lors du tassement des grains solides. En effet, le tassement du squelette solide est accentué par la vibration. Au-delà d'une certaine valeur d'accélération, l'effet de vibration n'augmente plus. Selon Legrand [68], une vibration est dite efficace lorsque l'accélération de vibration n'est ni faible ni élevée et est supérieure à celle de la pesanteur. Par ailleurs, la vibration peut aussi provoquer de la ségrégation [7,69]. Cette ségrégation devient plus forte à des rapports E/C élevés [7].

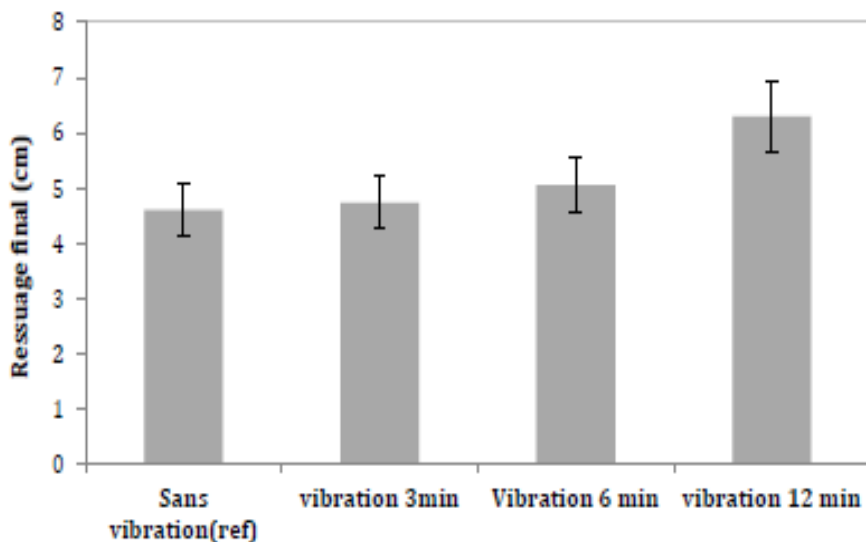


Figure 1-25 : Ressuage finale en fonction du temps de vibration [58]

1.4.3 ADJUVANTATION

L'état de dispersion induit par le superplastifiant peut affecter la rhéologie et la stabilité de la pâte de ciment [70,71]. Les superplastifiants sont des polymères utilisés dans les matériaux cimentaires pour réduire le rapport E/C tout en maintenant une bonne ouvrabilité. Ils s'adsorbent sur la surface des particules de ciment et assurent leur dispersion par des forces de répulsion électrostatiques et par un effet d'encombrement stérique [72,73]. En raison de la force ionique de la solution interstitielle du ciment qui est très élevée, la portée des forces de répulsions électrostatiques est réduite [74]. Par conséquent, la dispersion des particules de ciment est assurée essentiellement par des forces de répulsion stérique pour les superplastifiants comme les polycarboxylates par exemple [75]. Une illustration de la dispersion par encombrement stérique est montrée dans la Figure 1-26.

Il existe trois modes de consommation du superplastifiant par la pâte de ciment à l'état frais à savoir. Une partie du superplastifiant pourrait être consommée par réaction chimique pour éventuellement former des phases organo-minérales (OMP) [70,75] ; une autre partie est adsorbée à la surface des grains de ciments et des hydrates précoces et le reste se retrouve dans la solution interstitielle [70]. Le superplastifiant assure la dispersion des grains de ciment par la répulsion électrostatique et/ou par encombrement stérique [72,73,76]. Björnström et Chandra [76] ont testé plusieurs types de superplastifiants et ont conclu que ces modes d'adsorption dépendent du type de superplastifiant utilisé. En effet, l'exemple des polycarboxylates montre qu'ils agissent essentiellement par encombrement stérique et provoquent la séparation des grains de ciment [35,37,74,77] et l'augmentation de la distance interparticulaire.

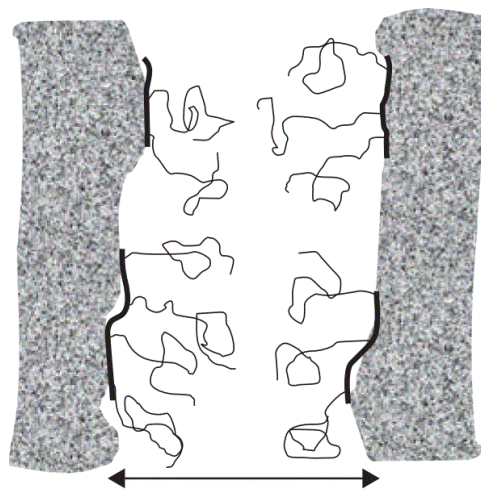


Figure 1-26 : Illustration de la stabilisation stérique de suspensions de poudre par des polycarboxylates [78]

Ces différentes caractéristiques du superplastifiant peuvent modifier le comportement du matériau cimentaire vis-à-vis du ressuage. De Larrard et Ferraris [79] ont utilisé du superplastifiant à dosage de saturation et ont obtenu un fort ressuage du béton. D'autres auteurs ont remarqué qu'en plus de l'augmentation du ressuage, le superplastifiant peut aussi provoquer de la ségrégation [80,81]. Perrot et al. [15,35] ont montré que la capacité de ressuage augmente avec le dosage en superplastifiant, alors que sa vitesse diminue [15]. En effet, les auteurs ont utilisé une adaptation d'un essai œdométrique, et ont remarqué que la perméabilité de la pâte de ciment à l'état frais diminue en présence du superplastifiant. Cette diminution de la perméabilité pourrait s'expliquer par la bonne dispersion des particules de ciment [15]. Récemment, El Bitouri et Azéma [43] ont également montré que la vitesse et la capacité de ressuage augmentent avec le dosage en superplastifiant (Figure 1-27). Le temps nécessaire pour atteindre le régime de consolidation est rallongé en présence du superplastifiant. Ceci pourrait s'expliquer par l'effet de dispersion et du retard de structuration due à la présence de superplastifiant.

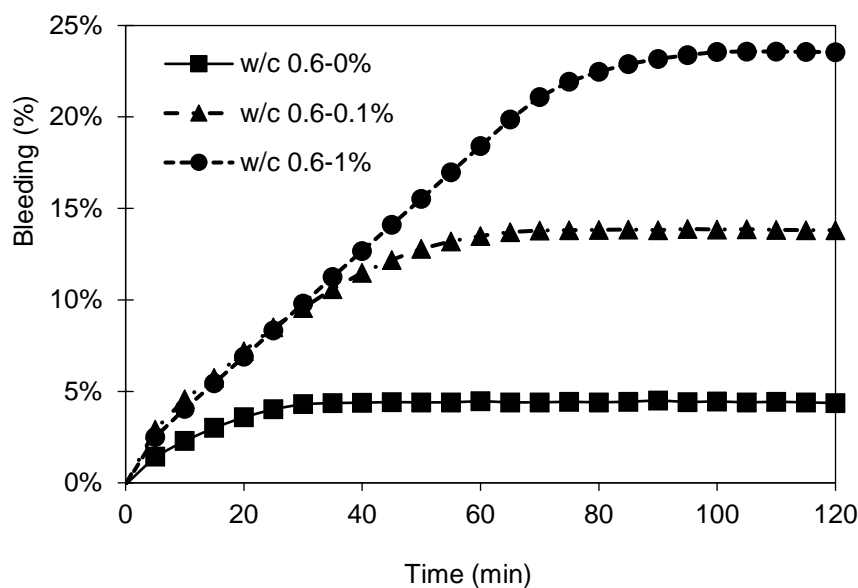


Figure 1-27 : Evolution du ressuage en fonction du temps et du dosage en SP [43]

En effet, très récemment, une étude intéressante a été réalisée par Zhang et al. [82] pour clarifier et quantifier la contribution des forces colloïdales et de la formation des premiers hydrates (C-S-H) dans la structuration des pâtes cimentaires (à travers l'évolution du seuil d'écoulement) pendant la phase dormante de l'hydratation (Figure 1-28). Il a été montré que la force interparticulaire responsable de cette structuration, qui est la combinaison de la force colloïdale et de la force due à l'effet du pontage entre les particules de ciment (ponts

d'hydrates), est la force motrice de la structuration. L'ajout de superplastifiant induit une diminution des forces colloïdales et un retard d'hydratation. Ceci devrait donc causer un retard, voire une diminution drastique de la structuration, augmentant ainsi le ressuage et le temps pendant lequel le ressuage peut évoluer (retard de prise).

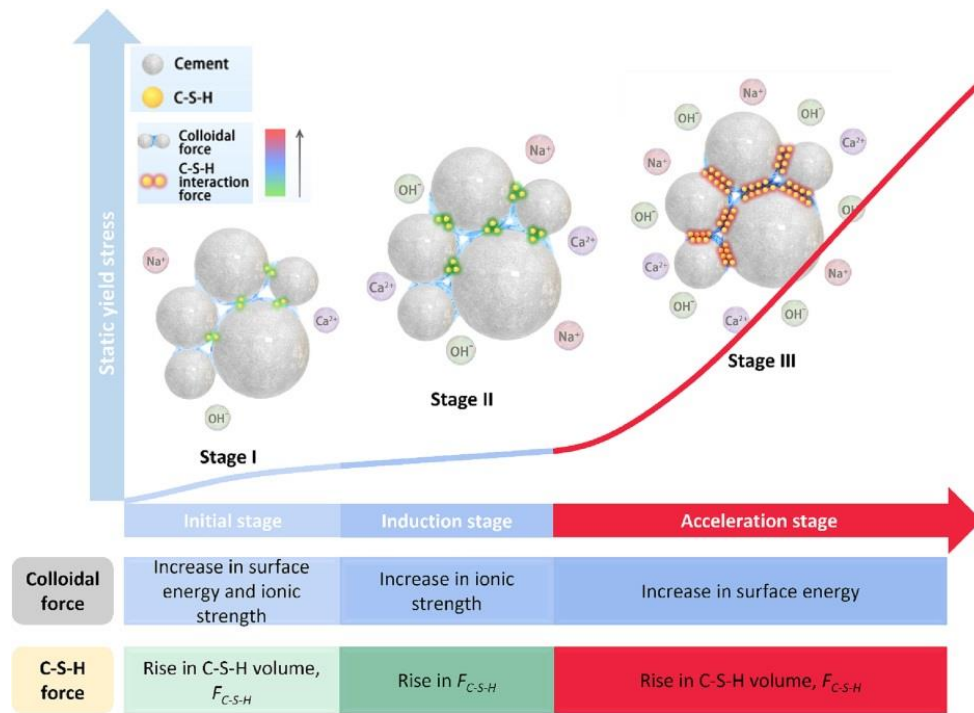


Figure 1-28 : Structuration de la pâte de ciment pendant la phase dormante [82]

Par ailleurs, l'addition du superplastifiant entraîne une défloculation et libère l'eau pouvant être piégée entre les agglomérats de ciment [43,83,84]. Cette libération d'eau pourrait expliquer l'augmentation de la capacité de ressuage d'une pâte de ciment en présence du superplastifiant. La dispersion amenée par l'addition d'un superplastifiant peut également modifier la perméabilité. Perrot et al. [15], en utilisant les principes d'essai œdométrique proposé par Picandet et al. [85], ont étudié l'effet de dispersant sur la perméabilité des pâtes de ciment à l'état frais. Ils ont montré que la perméabilité diminue avec le dispersant puisqu'il entraîne une dispersion des particules de ciments et un réseau poreux plus fin (Figure 1-29) [15]. Ils ont expliqué que la diminution de la perméabilité provoquée par l'ajout de dispersant n'impacte pas automatiquement la quantité finale d'eau ressuée mais plutôt la vitesse initiale de ressuage.

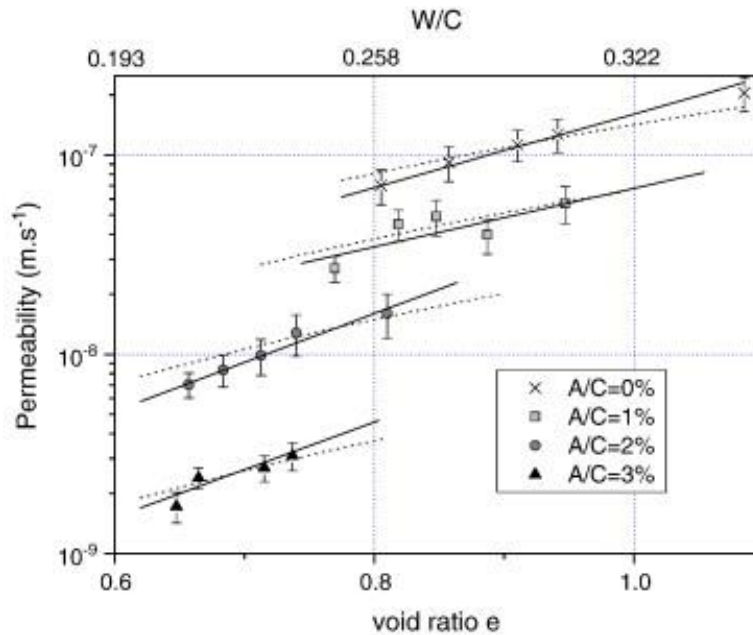


Figure 1-29 : Evolution de la perméabilité de pâte de ciment en fonction du dosage massique (A/C) en polymère de type polycarboxylate pour plusieurs rapports E/C [15]

Par ailleurs, l'addition d'un dispersant induit une diminution du seuil d'écoulement [35,86,87]. Cette diminution est la conséquence d'une augmentation de la distance interparticulaire et une diminution des forces colloïdales qui structure le squelette solide. En étudiant le lien entre le seuil d'écoulement et le ressuage, Perrot et al. [35] ont conclu qu'il s'agit d'une relation indirecte et difficile à établir. El Bitouri et Azéma [43] ont confirmé cette relation indirecte entre le seuil d'écoulement et le ressuage. Toutefois, cette relation dépendrait fortement de la fraction volumique solide du matériau et de l'addition de superplastifiant [35,43]. De plus, il semble que le seuil d'écoulement requis pour que le ressuage soit négligeable est de l'ordre de 10 à 50 Pa indépendamment du dosage en superplastifiant (Figure 1-30).

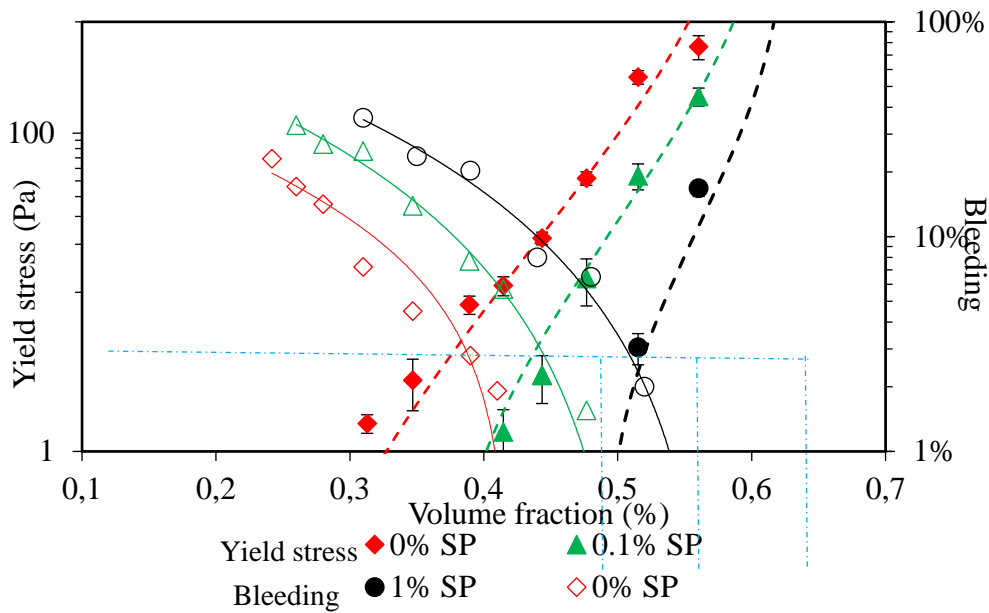


Figure 1-30 : Evolution du seuil d'écoulement et du ressage en fonction de la fraction volumique [43]

1.5 CONSEQUENCES DU RESSUAGE SUR LES PROPRIETES A L'ETAT DURCI

La microstructure d'un matériau cimentaire peut subir beaucoup de changements après le ressage [88]. En effet, un excès du ressage peut provoquer des défauts au niveau de la microstructure et une hétérogénéité des propriétés. Ces défauts peuvent ensuite fragiliser les propriétés du matériau conduisant à de faibles résistances mécaniques, et à une augmentation des propriétés de transfert (porosité, perméabilité) [88,89]. La synthèse des travaux liés aux effets du ressage sur la microstructure et les propriétés mécaniques est présentée dans cette section.

1.5.1 EFFET DU RESSUAGE SUR LA MICROSTRUCTURE DE LA PATE DE CIMENT

A l'échelle de la pâte de ciment, Powers et al. [90] ont travaillé sur une colonne de 130 mm de pâte de ciment et ont montré que la pâte de ciment est moins dense dans la partie supérieure (haut de la colonne) que dans la partie inférieure (bas de la colonne). Ils ont conclu une variation de la densité de 1,93 gram/cubic centimètre (g/cc) dans la partie supérieure et environ 2,0 g/cc dans la partie inférieure de la colonne, ce qui est équivalent respectivement à des rapports E/C de 0.5 et 0.45. La Figure 1-31 présente une évolution de la porosité et de la densité suivant la hauteur d'une colonne de pâte de ciment.

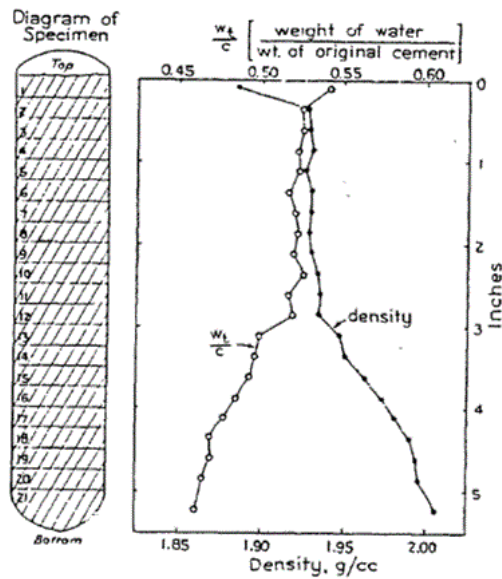


Figure 1-31: Variation de la porosité et de la densité le long de la hauteur d'une colonne de pâte de ciment [90]

Han et Wang [88] ont étudié l'influence du ressuage sur la pâte de ciment à l'aide de la Diffraction aux Rayons X (DRX). Ils ont remarqué que lors du ressuage, la répartition des hydrates n'est pas homogène le long d'une colonne de pâte (Figure 1-32). Les auteurs ont précisé qu'il y a une grande quantité de gypse et de cristaux d'ettringite dans la zone supérieure de la pâte de ciment par rapport à la zone inférieure.

Par ailleurs, des observations au MEB présentées dans la Figure 1-33 mettent en exergue les produits d'hydratation observés dans les parties supérieure et inférieure d'une colonne de pâte de ciment. Il est constaté une variation de la distribution des hydrates, ce qui pourrait induire une variation de la porosité le long de la colonne d'une pâte de ciment [91].

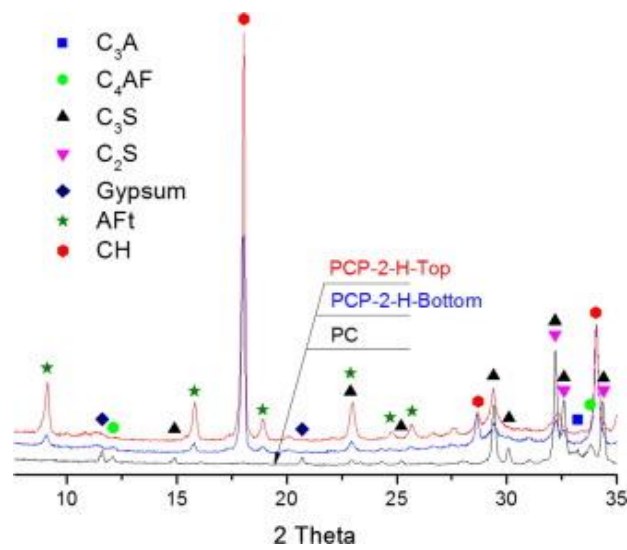


Figure 1-32 : Analyse au DRX d'une pâte de ciment [88]

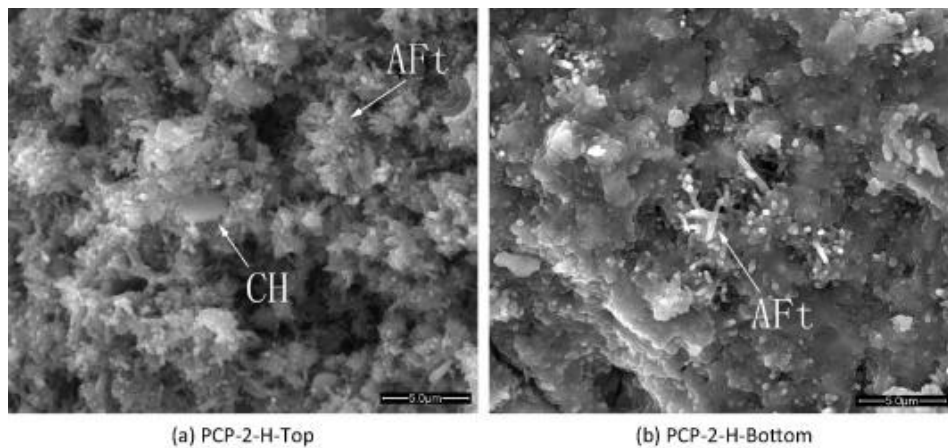


Figure 1-33: Observation au MEB d'une pâte de ciment hydratée et ressuante (avec 0,769%SP) [88]

Par ailleurs, Ji. Pel et Sun [89] ont utilisé la Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) pour examiner la porosité d'une pâte de ciment lors du ressuage. Les résultats indiquent que la porosité d'une colonne de pâte de ciment diminue du haut vers le bas [89]. La pâte de ciment située à proximité de la surface des agrégats contient une vitesse d'eau plus élevée, ce qui peut entraîner une formation importante de pores capillaires dans cette région [88] (Figure 1-34).

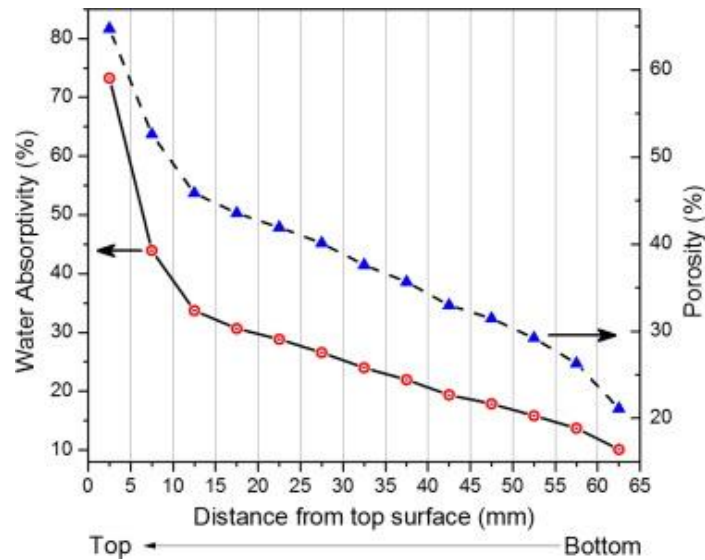


Figure 1-34 : Variation de la porosité et de la densité le long de la hauteur d'une colonne de pâte de ciment [88]

1.5.2 EFFET DU RESSUAGE SUR LA MICROSTRUCTURE DES MORTIERS ET BETONS

A l'échelle du mortier et du béton, la manifestation interne du ressuage conduit à une augmentation du rapport E/C à proximité des interfaces. Des hydrates tels que l'ettringite et la portlandite formés, sont composés de cristaux ayant relativement de gros pores [12].

Le phénomène du ressuage peut aussi avoir des conséquences sur l'esthétique des bétons. En effet, après le durcissement, les canaux d'extraction d'eau formés au cours du ressuage localisé forment des cavités vides et laissent apparaître un mauvais parement (Figure 1-35). Une partie de ces vides est comblée par des produits d'hydratations au fil du temps et le reste entraîne de la porosité qui constitue une faiblesse pour les différentes propriétés des matériaux cimentaires [13].



Figure 1-35 : Parement d'une pièce de béton armé ayant présenté une localisation du ressuage [13]

Par ailleurs, l'excès de ressuage peut impacter les performances mécaniques [92]. En effet, une partie de l'eau ressuée est piégée par les granulats (notamment à l'échelle du béton) ou les armatures (dans le cas du béton armé). Cette eau bloquée pourrait entraîner une dégradation de la liaison entre les matrices cimentaires et les granulats (ou les armatures) se traduisant par une variation locale des propriétés mécaniques du béton [8,93]. La mauvaise qualité de cette liaison expose les armatures à un risque de corrosion accru [11,94,95] et fragilise les résistances mécaniques. Il apparaît que dans un béton ressuant, la résistance en compression de la partie inférieure dépasse celle dans la partie supérieure de 30% [11]. Spooner [96] a constaté que la résistance en compression de la partie inférieure dépasse celle de la partie supérieure de 25% ; une diminution de résistance qui serait due aux effets du ressuage. Récemment, Han et Wang [88] ont montré que la résistance en traction par fendage d'une pâte de ciment diminue avec le ressuage.

1.6 CONCLUSION

Cette revue bibliographique a permis de faire une synthèse des travaux sur le ressuage des matériaux cimentaires et les conséquences sur les propriétés à l'état durci. La description du phénomène de ressuage des matériaux cimentaires a été abordée. Il apparaît donc que le ressuage est un phénomène qui se produit à l'état frais pendant la phase dite dormante de l'hydratation. Il se traduit par l'apparition d'une pellicule d'eau à la surface et se manifeste principalement sous la forme de ressuage homogène ou localisé. Il peut également être visible (eau ressuée observée en surface) ou interne, lorsqu'une partie de l'eau devant remonter en

Chapitre I : Revue bibliographique

surface reste bloquée à l'intérieur du matériau. Son évolution suit au moins deux phases ; une phase d'évolution rapide caractérisée par une vitesse de ressuage constant (ou pas), et une phase de stabilisation correspondant à la consolidation du squelette solide. Son évolution pourrait ressembler à l'évolution initiale du tassement des sols fins. Cependant, vu les interactions physico-chimiques entre les particules de ciment (forces colloïdales, mouvements browniens...) et l'évolution du matériau vers la prise (raidissement initial ou structuration), le ressuage des matériaux cimentaires ne peut pas toujours être décrit par la théorie de la consolidation. Il pourrait parfois avoir une nature hétérogène et faire intervenir d'autres mécanismes.

Une revue des différentes approches expérimentales de caractérisation du ressuage a été réalisée. A l'issue des analyses critiques et comparatives de ces différentes méthodes, certaines ont donné satisfaction pour la mesure du ressuage clair par rapport à d'autres qui sont limitées. Ces limites sont liées à la répétabilité, à la mise en œuvre, et le type du matériau cimentaire testé. Comme souligné auparavant par Massoussi [58], les méthodes de mesure du ressuage peuvent ne pas prendre en compte l'effet de l'air occlus, qui pourrait favoriser la remontée de l'eau en surface. Il faut également noter que le moment et la fréquence des mesures pourraient affecter la détermination du ressuage, puisque l'eau ressuée peut être réabsorbée par le matériau lorsqu'on ne la pipette pas régulièrement et à un intervalle de temps court. Par ailleurs, en ce qui concerne la mesure du ressuage turbide, il semble que la méthode basée sur la « turbidimétrie » permettrait de mesurer de façon plus adéquate le ressuage turbide. Il apparaît donc que les méthodes existantes offrent différentes possibilités, mais que chacune présente des limites. Il convient donc d'adapter la méthode au matériau utilisé et aux conditions d'essai.

Par ailleurs, en ce qui concerne l'impact du ressuage sur les matériaux cimentaires, un ressuage non excessif permet d'assurer une cure humide au matériau et de limiter les effets de la dessiccation. Cependant, lorsqu'il est excessif, il peut affecter l'homogénéité du matériau et les performances mécaniques et de durabilité. De plus, en présence d'obstacles, comme les inclusions de sable et/ou de gravillons/graviers, l'eau devant remonter en surface pourrait être bloquée sous ou autour des inclusions. Cet effet, appelé ressuage interne, est souvent associé à l'effet de paroi pour expliquer la porosité spécifique des interfaces. Cependant, peu de travaux se sont intéressés aux conséquences du ressuage, notamment le ressuage excessif, sur la microstructure et les propriétés à l'état durci des matériaux cimentaires.

Chapitre I : Revue bibliographique

Au regard de cette revue bibliographique, quelques pistes d'investigation pourraient être développées. A l'échelle de la pâte de ciment, l'effet de la dispersion, notamment d'origine chimique, sur l'évolution du ressuage est rarement abordé et mériterait plus d'investigations. C'est entre autres un moyen d'obtenir un ressuage excessif pour des rapports E/C réalistes. Les mécanismes pouvant être à l'origine de l'effet de la dispersion sur le ressuage des pâtes cimentaires pourraient également être analysés. Finalement, l'effet de ce ressuage excessif sur les propriétés de la pâte durcie mériterait d'être analysé.

Par ailleurs, vu que l'effet des inclusions (dans le cas des mortiers et bétons) sur le ressuage est très rarement traité, il conviendrait de proposer une méthodologie simple pour estimer l'eau pouvant être bloquée par ces inclusions. D'ailleurs, aucune méthode d'estimation du ressuage interne, exceptée celle présentée dans cette synthèse, n'est proposée dans la littérature scientifique. L'impact du ressuage, et notamment du ressuage interne, sur la microstructure et les propriétés mécaniques des mortiers et bétons mériterait également plus d'investigations.

L'objectif de ce travail de thèse est de contribuer à la compréhension du phénomène de ressuage des matériaux cimentaires par l'étude à l'échelle de la pâte de ciment de l'effet de la dispersion sur la manifestation et la localisation du ressuage. Également, toujours à l'échelle de la pâte de ciment, tenter de relier ce ressuage aux propriétés à l'état durci. Dans un deuxième temps, l'effet des inclusions sur le ressuage sera analysé pour tester une méthodologie simple et pratique pour estimer l'eau bloquée par ces inclusions. L'effet du ressuage, et notamment le ressuage interne, sera analysé sur des mortiers normalisés à l'état durci. La Figure 1-36 présente le schéma global du déroulement de la thèse.

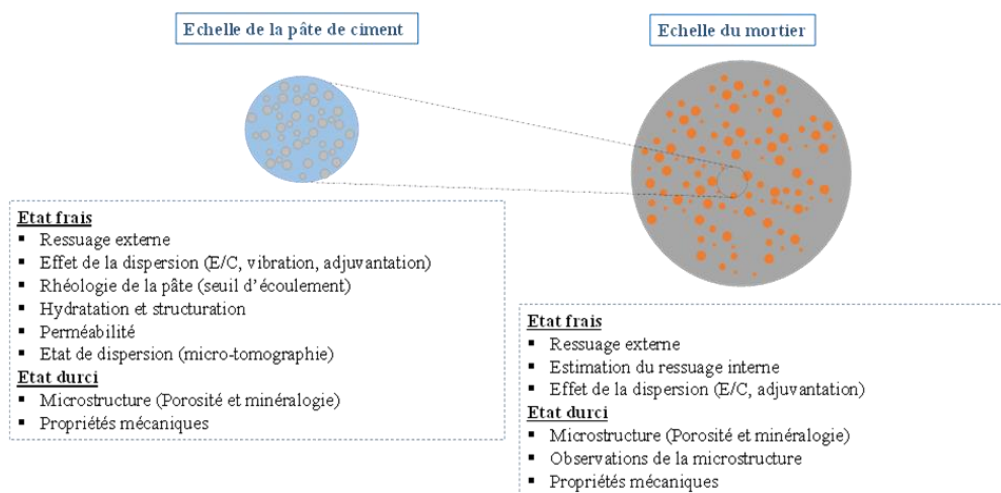


Figure 1-36 : Schéma global du déroulement de cette thèse

CHAPITRE II

MATERIAUX & METHODES

CHAPITRE II : MATERIAUX ET METHODES

2.1	DEMARCHE ET METHODOLOGIE DE L'ETUDE	46
2.2	MATERIAUX	47
2.3	RESSUAGE A L'ECHELLE DES PATES CIMENTAIRES	49
2.3.1	Choix des dosage en superplastifiant	49
2.3.2	Composition et préparation des échantillons	51
2.3.3	Mesure du ressuage sur pâte par « turbidimétrie ».....	53
2.3.4	Déterminations de quelques grandeurs caractéristiques du ressuage.....	54
2.3.5	Caractérisation rhéologique.....	55
2.3.6	Suivi d'hydratation.....	57
2.3.7	Observations micro-tomographiques	58
2.4	EFFET DE L'INCLUSION DE SABLE SUR LE RESSUAGE	58
2.4.1	Composition et préparation des échantillons	58
2.4.2	Mesure du ressuage dans des colonnes transparentes	59
2.4.3	Comparaison des méthodes de mesure de ressuage	60
2.5	EFFET DU RESSUAGE SUR LA MICROSTRUCTURE ET LES PROPRIETES MECANIQUES	61
2.5.1	Composition des éprouvettes et mesure du ressuage	61
2.5.2	Mesure des résistances mécaniques	63
2.5.3	Observations de la microstructures	65
2.5.4	Caractérisation minéralogique sur pâtes de ciment.....	72

CHAPITRE II : MATERIAUX ET METHODES

2.1 DEMARCHE ET METHODOLOGIE DE L'ETUDE

L'objectif principal de cette étude est d'examiner l'effet du ressuage sur les propriétés d'un matériau cimentaire durci. Pour cela, une compréhension fine du ressuage à l'échelle de la pâte cimentaire est nécessaire. La première partie de cette étude s'intéressera donc à l'étude du ressuage à l'échelle de la pâte de ciment. L'effet de la dispersion, d'origine physique (variation du rapport E/C), mécanique (vibration) ou chimique (adjuvantation), sur l'évolution du ressuage sera examiné. Les mécanismes potentiels expliquant l'effet de la dispersion, notamment dus à l'adjuvantation, sur le ressuage seront discutés à travers des mesures de cinétique d'hydratation, de rhéologie et de micro-tomographie. A l'échelle de la pâte de ciment, le ressuage est mesuré en utilisant la méthode turbidimétrique, plus adaptée lorsqu'un dispersant est utilisé [27,43]. Par la suite, l'effet d'un ressuage excessif dû à une dispersion améliorée, liée à l'augmentation du rapport E/C ou à l'adjuvantation, sur la microstructure et les propriétés mécaniques de la pâte de ciment durcie sera étudié.

Dans un deuxième temps, l'effet des inclusions de sable sur le ressuage est étudié. Pour cela, le ressuage des pâtes incorporant un taux de sable donné est caractérisé. Ces mesures de ressuage sont effectuées dans des colonnes transparentes suffisamment grandes pour que les effets de parois ne soient pas prépondérants. Le rapport sable/ciment varie de 0 à 2.4, en gardant le même volume de pâte. Connaissant le ressuage sur pâte sans inclusions de sable, le ressuage interne (ou l'eau bloquée par la présence de sable) pourrait être estimé de façon différentielle en retranchant au ressuage mesuré sur pâte, celui mesuré en présence de sable. En effet, dans cette approche différentielle simple, les grains de sable sont supposés bloquer une partie de l'eau qui devait remonter en surface.

Finalement, l'effet du ressuage sur les propriétés d'un mortier à l'état durci est examiné à travers des essais mécaniques et d'observations de la microstructure. Il est à noter que le ressuage a été remesuré sur les éprouvettes destinées à ces caractérisations par prélèvement d'eau à la surface.

Ce chapitre présente d'abord les matériaux utilisés et leurs propriétés. Ensuite, les différentes méthodes et protocoles utilisées sont décrits.

2.2 MATERIAUX

Un ciment Portland ordinaire CEM I 52.5 R fourni par Lafarge Holcim (Port-la-Nouvelle) a été utilisé dans cette étude. Ce ciment a une faible teneur en sulfures (<0,2%) et est conforme à la norme européenne NF-EN 197-1. Sa masse volumique mesurée au pycnomètre est de 3,12 g/cm³ (pycnomètre AccuPyc 1330-Micrometrics). Sa surface spécifique Blaine est de 0.44 (m²/g). La distribution granulométrique, déterminée à l'aide d'un granulomètre laser (Beckman Coulter LS 13 320) est présentée dans la Figure 2-1. La composition chimique et les propriétés physico-chimiques du ciment sont indiquées respectivement dans le Tableau 2-1 et le Tableau 2-2. La fiche technique du ciment utilisé est présentée dans l'Annexe E.

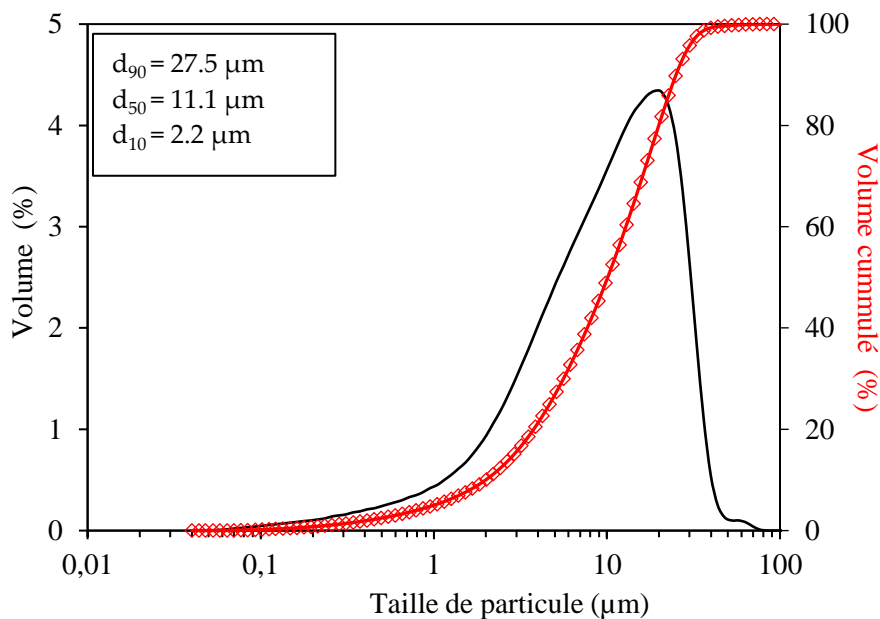


Figure 2-1 : Analyse granulométrique du ciment

Chapitre II : Matériaux & Méthodes

Tableau 2-1 : Composition chimique du ciment déterminée par spectrométrie de Fluorescence X

Analyse chimique	%masse
SiO ₂	19.5
Al ₂ O ₃	5.37
Fe ₂ O ₃	2.24
CaO	62.7
MgO	1.27
SO ₃	3.79
Na ₂ O	0.05
K ₂ O	0.85
TiO ₂	0.19
SO ₃ (%)	3
Cl ⁻ (%)	0.03
Perte au feu (950 °C)	2.4

Tableau 2-2 : Propriétés physiques du ciment

Désignation	Ciment
Masse volumique (g/cm ³)	3.12
Surface Blaine (m ² /g)	0.44
D ₁₀ (µm)	2.2
D ₅₀ (µm)	11.1
D ₉₀ (µm)	27.5

Le sable utilisé est un sable normalisé de granulométrie 0/2 mm, fourni par la Société Nouvelle Littorale (SNL). Sa masse volumique est de 2.65 g/cm³ (mesurée au pycnomètre). Le coefficient d'absorption est de 1.85%, déterminé selon la norme NF EN 1097-6. La quantité de sable utilisée dépend des rapports Sable/Ciment (S/C) variant de 0 à 3 avec un rapport S/C = 3 pour des mortiers normalisés conformément aux exigences de la norme NF EN 196-1. La composition granulométrique du sable déterminée par tamisage est présentée dans le Tableau 2-3.

Chapitre II : Matériaux & Méthodes

Tableau 2-3 : Distribution granulométrique du sable normalisé

Dimensions des mailles des tamis (mm)	Passant cumulés sur les tamis (%)
2	100
1.6	93±5
1	67±5
0.5	33±5
0.16	13±5
0.08	1±5

Un superplastifiant commercial de type Polycarboxylate (PCE) a été utilisé. Ce superplastifiant a un extrait sec de 19.5% et une masse volumique de 1.05 g/cm³. L'extrait sec a été vérifié au laboratoire et la quantité de carbone organique dans ce superplastifiant a été estimée via des mesures de carbone organique total (Vario TOC-Elementar).

2.3 RESSUAGE A L'ECHELLE DES PATES CIMENTAIRES

2.3.1 CHOIX DES DOSAGE EN SUPERPLASTIFIANT

La quantité d'adjuvant adsorbée (ou consommée) par le liant a été déterminée par la méthode indirecte de la déplétion [97] en utilisant des mesures de carbone organique total à l'aide d'un COT-mètre (Vario TOC Elementar) (Figure 2-2). Cette quantité d'adjuvant adsorbée correspond à la différence entre la quantité de superplastifiant initiale introduite dans le mélange et la quantité de superplastifiant restant dans l'eau interstitielle mesurée par COT. L'eau interstitielle a été extraite par une centrifugation à 10000 rpm pendant 10 minutes, filtrée à l'aide d'un filtre PFTE 0.45 µm, puis diluée avec de l'eau milli-Q avec un facteur de 5, en y ajoutant quelques gouttes d'acide phosphorique. Plusieurs dosages (en extrait sec) en superplastifiant sont utilisés. Une calibration du carbone organique du superplastifiant a été réalisée au préalable (Figure 2-3), ainsi que le carbone organique dans la pâte de ciment sans adjuvant (agent de mouture). Les essais ont été effectués à température ambiante (20±2 °C) sur trois échantillons pour chaque formulation et trois mesures pour chaque échantillon.



Figure 2-2 : Dispositif de mesure du Carbone Organique Total (COT-mètre)

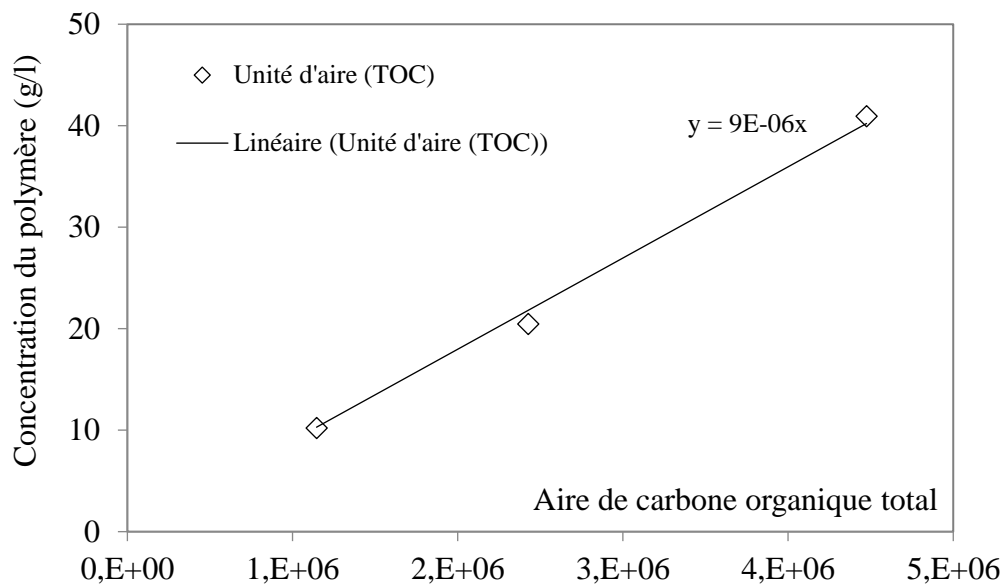


Figure 2-3 : Calibration du COT

L'isotherme d'adsorption en fonction du dosage en superplastifiant est présentée dans la Figure 2-4. Il est constaté que pour de faibles dosages en superplastifiant (jusqu'à 0.2% en extrait sec), la quasi-totalité du superplastifiant introduit est consommée. A partir de 0.5%SP (en extrait sec), l'isotherme amorce un plateau. Deux dosages en superplastifiant sont donc retenus pour les études à l'échelle des pâtes cimentaires :

- une suspension à faible dosage (0.1% en en extrait sec) avant le plateau de saturation pour obtenir un système peu adjuvanté et une eau interstitielle peu chargée en superplastifiant ;
- une suspension à fort dosage (1%SP en extrait sec) pour simuler le comportement d'une suspension à la saturation. A noter qu'environ la moitié du superplastifiant n'est pas adsorbée pour ce dosage.

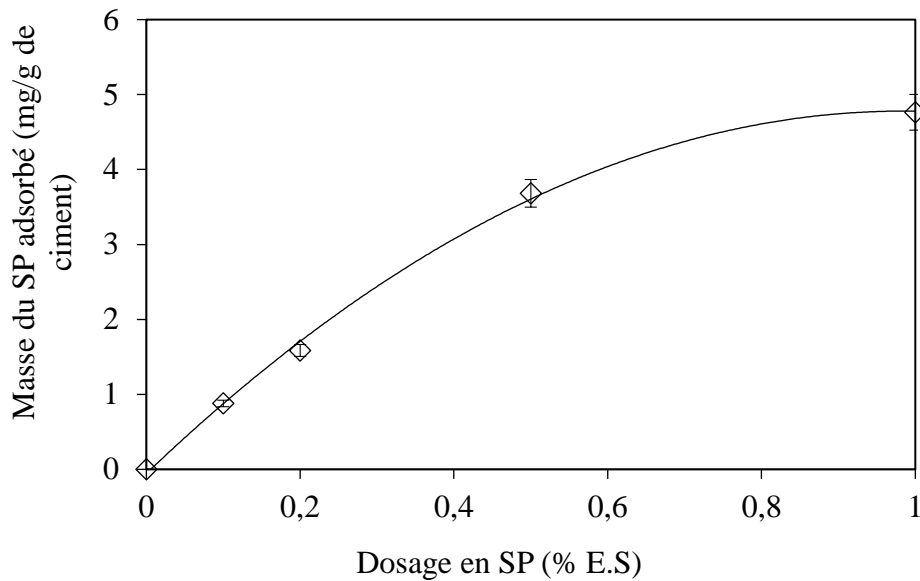


Figure 2-4: Evolution de la quantité de superplastifiant consommée (ou adsorbée) en fonction du dosage initial

2.3.2 COMPOSITION ET PREPARATION DES ECHANTILLONS

Pour conduire cette étude, trois rapports E/C associés aux dosages en superplastifiant sont choisis. La composition des pâtes de ciment est indiquée dans Tableau 2-4.

Tableau 2-4 : Composition des pâtes de ciment

Rapport E/C	%SP	m_{ciment} (g)	m_{eau} (g)	$m_{\text{eau-SP}}$ (g)	$m_{\text{eau-ajout}}$ (g)	m_{SP} (g)
0.45	0	200	90	0	90	0
	0.1	200	90	2.3	87.7	2.9
	1	200	90	23.1	66.9	28.7
0.50	0	200	100	0	100	0
	0.1	200	100	2.3	97.7	2.9
	1.	200	100	23.1	76.9	28.7
0.60	0	200	120	0	0	0
	0.1	200	120	2.3	117.7	2.9
	1	200	120	23.1	96.9	28.7

Où m_{ciment} est la masse du ciment ; m_{eau} est la masse de l'eau ; $m_{\text{eau-SP}}$ est la masse d'eau apportée par le superplastifiant, $m_{\text{eau-ajout}}$ est la masse d'eau ajoutée, et m_{SP} est la masse totale de superplastifiant.

Les pâtes de ciment ont été préparées à l'aide d'un agitateur planétaire (Figure 2-5 a) selon les séquences suivantes :

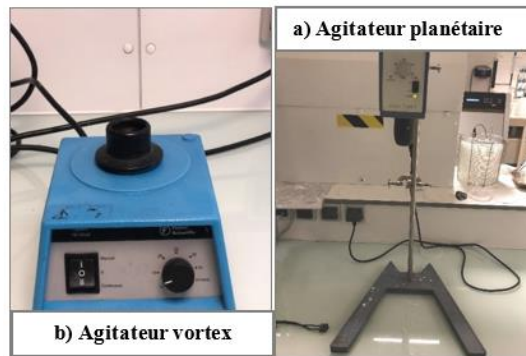


Figure 2-5 : a) Agitateur planétaire b) Agitateur vortex

❖ Pâte de ciment sans superplastifiant

La préparation débute par 5 minutes de malaxage du ciment et de l'eau déionisée à 500 tours/min ; suivi d'un raclage et homogénéisation de la pâte pendant 30 secondes ; puis 5 minutes de malaxage final à 500 tours/min.

❖ Pâte de ciment avec superplastifiant

Pour préparer une pâte de ciment avec superplastifiant, il existe deux modes d'ajout du superplastifiant à savoir : l'ajout immédiat et l'ajout différé.

En effet, l'addition immédiate du superplastifiant consiste à ajouter le superplastifiant au début du malaxage avec l'eau, tandis que l'addition différée consiste à ajouter le superplastifiant quelques minutes après le contact entre le ciment et l'eau. En effet, l'influence du temps d'addition est bien documentée dans la littérature [70,98–102] et l'ajout différé permet de limiter les interactions entre le superplastifiant et la formation initiale d'ettringite afin de préserver l'efficacité en termes d'action dispersive [70] (Figure 2-6).

Dans cette étude, un ajout différé a été choisi. La procédure de malaxage des pâtes adjuvantées suit la séquence suivante : 5 minutes de malaxage du ciment et 90 % de la masse d'eau à 500 tours/min ; puis raclage et homogénéisation de la pâte de ciment pendant 30 secondes ; et enfin ajout du superplastifiant et 10 % de l'eau restante suivis d'un malaxage final à 500 tours/min pendant 5 minutes.

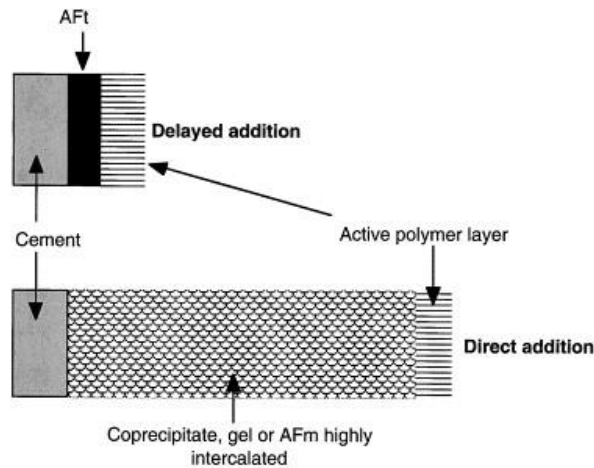


Figure 2-6 : Illustration de l'effet d'addition immédiat et d'addition différée du superplastifiant

[70]

Par ailleurs, afin d'étudier l'effet de la dispersion d'origine mécanique, une vibration est appliquée sur certains échantillons avant les mesures de ressuage. Cette vibration permet également de « reproduire » au laboratoire les conditions pouvant être rencontrées in-situ. Cette vibration est effectuée au moyen d'un agitateur Vortex (Figure 2-5 b). Elle se déroule pendant une minute à une fréquence de 40 Hertz.

2.3.3 MESURE DU RESSUAGE SUR PATE PAR « TURBIDIMETRIE »

La détermination du ressuage est effectuée par des mesures de « turbidimétrie » à l'aide d'un analyseur optique de suspensions concentrées (Turbiscan Lab Formulation) (Figure 2-7). Le fonctionnement de ce dispositif et ses avantages et limites sont détaillés dans l'état de l'art. La mesure du ressuage est réalisée suivant la méthodologie suivante. Après avoir préparé la pâte de ciment, celle-ci est introduite dans une cellule de mesure de dimensions 25 x 55 mm². Ensuite, la cellule de mesure est immédiatement fermée afin de limiter l'évaporation de l'eau et est aussitôt introduite dans l'analyseur. Le diamètre de la cellule de mesure est suffisamment large pour limiter l'effet de paroi à l'échelle de la pâte. La mesure du ressuage dure 3 heures pour des pâtes de ciment sans superplastifiant et plus de 3 heures pour des pâtes de ciment avec superplastifiant. L'épaisseur d'eau ressuée est déterminée à chaque instant en utilisant les profils de transmission et de rétrodiffusion suivant la méthodologie détaillée par Peng et al. et El Bitouri et Azéma [27,43].

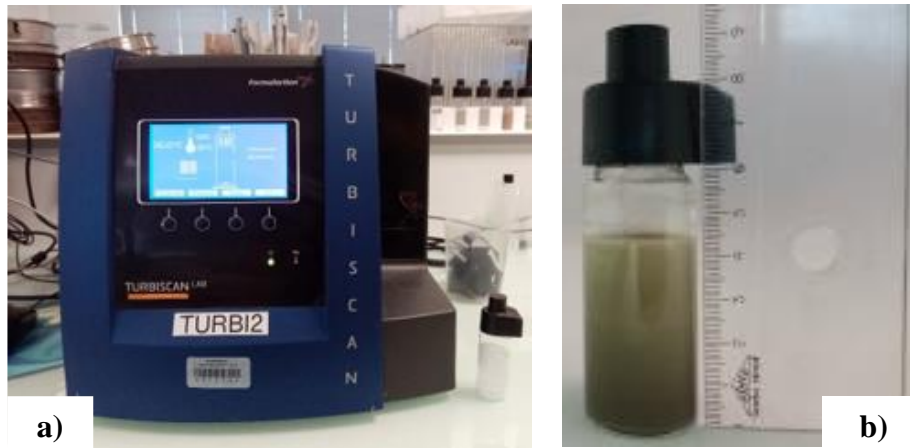


Figure 2-7: a) Turbiscan Lab b) Cellule de mesure remplie de pâte de ciment avec SP

2.3.4 DETERMINATIONS DE QUELQUES GRANDEURS CARACTERISTIQUES DU RESSUAGE

A base de la mesure de ressuaage précédemment effectuée, une courbe classique de ressuaage est déterminée et présentée dans la Figure 2-8. En se référant à cette figure, les conditions et les méthodes de détermination de quelques grandeurs caractéristiques de ressuaage sont exposées.

Le temps d'induction est une grandeur de ressuaage obtenue à la fin de la période d'induction du ressuaage. Elle correspond à la durée prise par l'eau de ressuaage avant d'aborder la période transitoire.

La vitesse de ressuaage optée dans cette étude est la vitesse de ressuaage moyenne. Ce qui permet de calculer les vitesses de ressuaage dans les mêmes conditions de mesure en vue d'obtention des résultats comparables. La vitesse de ressuaage moyenne représente la pente moyenne de la période d'induction et la période transitoire.

La capacité de ressuaage est déterminée durant le régime de consolidation du ressuaage où le ressuaage n'augmente plus.

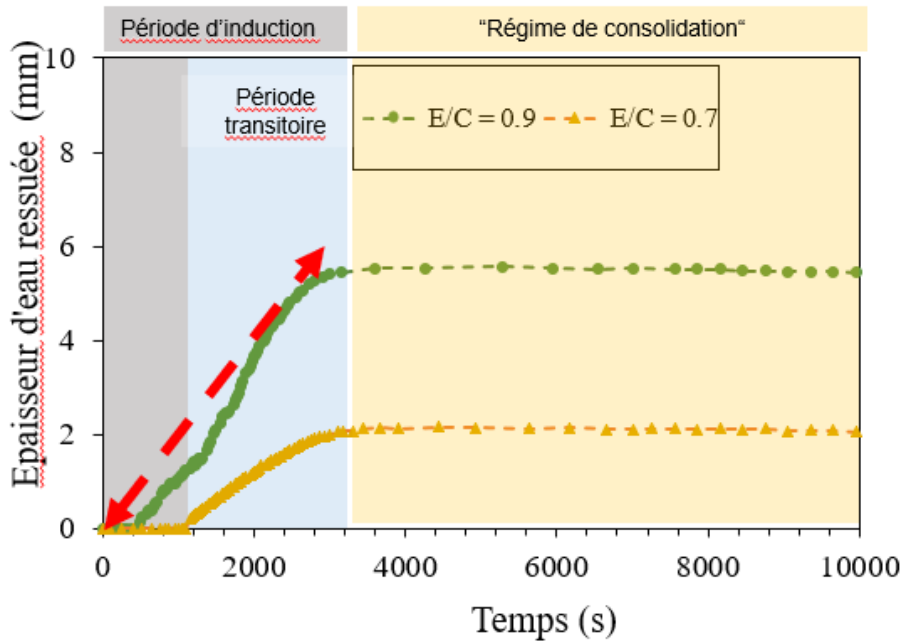


Figure 2-8 : Courbes classiques de ressuage des pâtes de ciment de rapports E/C 0.7 et 0.9

2.3.5 CARACTERISATION RHEOLOGIQUE

Des mesures rhéologiques ont été réalisées à l'aide d'un rhéomètre AR2000ex (TA Instruments) équipé d'une géométrie à ailettes (Vane) (Figure 2-9). Les diamètres interne et externe de la géométrie sont respectivement de 28 mm et 30 mm. La calibration des constantes de contrainte et de vitesse de cisaillement a été effectuée à l'aide de l'analogie « Couette » décrite par Aït-Kadi et al. [103].



Figure 2-9 : Rhéomètre AR2000Ex et géométrie utilisés

Le seuil d'écoulement statique correspond à la contrainte de cisaillement minimale à appliquer au matériau pour observer une première évidence de l'écoulement. Le seuil d'écoulement dans

une suspension « colloïdale », telle que la pâte de ciment, est dû à l'existence d'un réseau de particules formé par les forces colloïdales et les contacts directs capable de résister aux contraintes appliquées [37]. La mesure du seuil d'écoulement statique est bien documentée [35,104–107]. La procédure utilisée dans ce travail est similaire à celles qu'on trouve généralement dans la littérature. Elle consiste à appliquer un fort cisaillement initial pour homogénéiser la pâte et déstructurer le réseau (200 s^{-1} pendant 30 secondes). Ensuite, une période de repos sans cisaillement, permettant de restructurer le réseau, est respectée pendant 120 secondes. Enfin, une très faible vitesse de cisaillement de 5.10^{-3} s^{-1} est appliquée. Cette vitesse est maintenue constante pendant 180 secondes. Pendant la mesure, une trappe à solvant est placée afin de limiter l'évaporation.

La Figure 2-10 montre un exemple de mesure obtenu avec la procédure décrite ci-dessus. Cette figure présente l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la déformation. La même évolution est obtenue en fonction du temps. Cette courbe fait apparaître deux phases d'évolution. La première phase est marquée par une augmentation « linéaire » de la contrainte avec la déformation jusqu'à atteindre un pic suivi d'un plateau (régime « élastique »). Le plateau définissant la deuxième zone est marqué par une augmentation de la déformation pour une contrainte de cisaillement quasiment constante (régime d'écoulement visqueux). La limite entre ces deux phases (ou le pic) définit le seuil d'écoulement statique.

Par ailleurs, des mesures de structuration rhéologique ont été également réalisées. Il existe plusieurs méthodes pour caractériser la structuration pendant la période dite dormante de l'hydratation du ciment (méthode oscillatoire SAOS, suivi du seuil d'écoulement en fonction du temps de repos...). Dans ce travail, la structuration a été évaluée en mesurant le seuil d'écoulement statique après différents temps de repos (0, 5, 20, 40, 60 et 70 minutes).

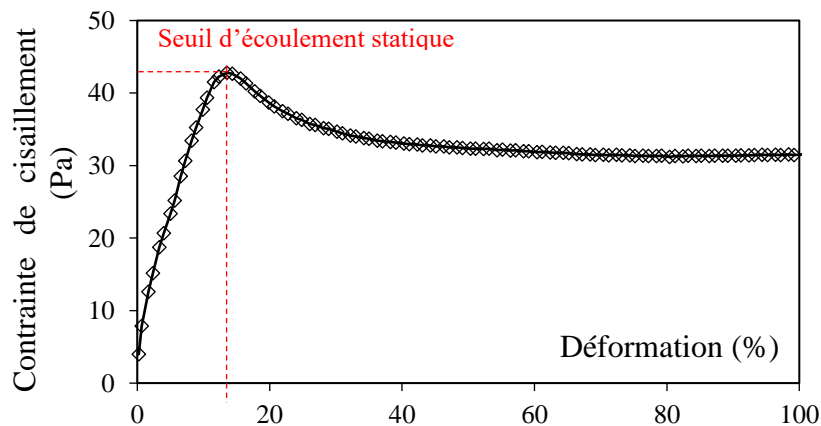


Figure 2-10 : Exemple de mesure de seuil d'écoulement (pâte de ciment avec E/C = 0.45 et 0% SP)

2.3.6 SUIVI D'HYDRATATION

Lorsque le ciment est mis en contact avec de l'eau, une série de réactions chimiques se produit simplifiée sous le terme « hydratation ». Ces réactions chimiques étant exothermiques, l'avancement d'hydratation peut s'effectuer de façon indirecte en réalisant un suivi du dégagement de chaleur.

Dans ce travail, le suivi d'hydratation a été réalisé à l'aide d'un calorimètre isotherme TAM Air (TA instrument). Les mesures sont effectuées pendant les premières 72 heures. Les pâtes de ciment sont préparées suivant les protocoles décrits dans la section 1.4.2. Des ampoules en verre sont remplies d'environ 5 ± 2 g de pâte et sont déposées dans les canaux du calorimètre. Le temps entre le début du malaxage et le démarrage de l'essai est chronométré. Les mesures sont normalisées par rapport à la masse initiale du ciment anhydre et le temps de démarrage de l'essai. La Figure 2-11 illustre l'évolution du flux de chaleur d'une pâte de ciment en fonction du temps.

D'une façon générale, une courbe calorimétrique présente plusieurs parties à savoir : la période de dissolution initiale, la période d'induction ou période dormante, la période d'accélération (pic des silicates et déplétion des sulfates), et la période de décélération. Dans cette étude, on s'intéresse seulement à la période dormante pendant laquelle le ressuage peut évoluer. La fin de la période dormante et le temps de prise ont été déterminés selon la norme ASTM C1679-14 (Figure 2-11). Pour cela, l'asymptote de la courbe de flux de chaleur dans la période d'accélération est tracée. Le point d'intersection entre cette asymptote et celle définissant le flux minimum est déterminé graphiquement. Ce point d'intersection définit la fin de la période dormante. Par ailleurs, le temps de prise correspond au temps nécessaire pour atteindre la moitié du flux de chaleur maximal.

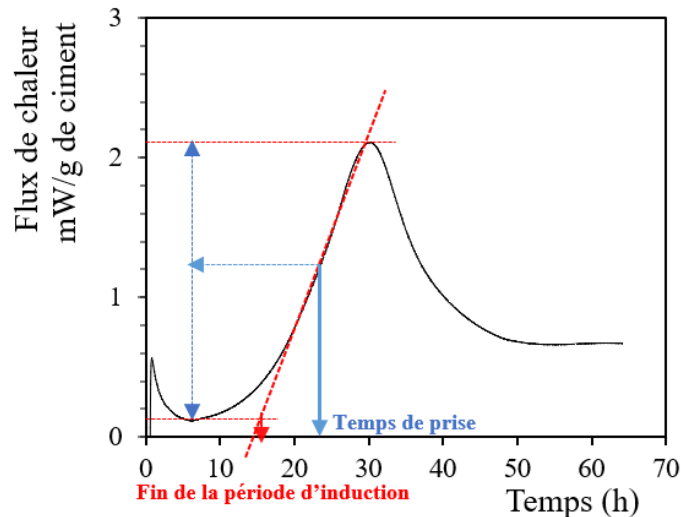


Figure 2-11 : Détermination de la période dormante et le temps de prise d'une pâte de ciment suivant la norme de ASTM C1679-14

2.3.7 OBSERVATIONS MICRO-TOMOGRAPHIQUES

A l'échelle de la pâte de ciment, des mesures tomographiques sont réalisées afin d'examiner la microstructure d'une pâte de ciment à l'état frais. Les essais ont été réalisés sur le scanner XR- μ CT disponible au Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécaniques des Matériaux (LEM3) à Metz. La tension et le courant du tube ont été réglés respectivement à 150 kV et 179 μ A. La durée du balayage était d'environ 30 minutes. Une description complète de cette technique est disponible dans la littérature [108,109]. A la fin des acquisitions, les images 3D ont été reconstruites à l'aide du logiciel Dragonfly. Les mesures ont été effectuées successivement à 10, 30 minutes, 1 heure et 3 h 30 minutes après le remplissage de la cellule de mesure.

2.4 EFFET DE L'INCLUSION DE SABLE SUR LE RESSUAGE

Pour étudier l'effet des inclusions de sable sur le ressuage des pâtes cimentaires, des pâtes de ciment et de mortiers sont confectionnées suivant la norme NF EN 196-1 [110]. La préparation d'échantillons et la mesure de ressuage sont décrites dans cette section.

2.4.1 COMPOSITION ET PREPARATION DES ECHANTILLONS

Afin d'étudier l'effet de l'inclusion de sable sur le ressuage de la pâte de ciment, la proportion de sable S/C a été variée de 0 à 2.4. Le rapport S/C de 0 correspond à une pâte de ciment. Des rapports E/C de 0.45 et 0.6 et des dosages en superplastifiant de 0.1 et 1%SP ont été utilisés. La composition des échantillons est présentée dans le Tableau 2-5. Le mélange avec

Chapitre II : Matériaux & Méthodes

E/C de 0.6 a été volontairement adjuvanté pour accentuer l'effet de la ségrégation.

Il faut souligner qu'on s'est limité à l'inclusion de sable dans cette étude pour des raisons de temps et pour utiliser des volumes raisonnables de matériaux.

Tableau 2-5: Composition des échantillons

Rapport E/C	%SP	m _{ciment} (g)	m _{eau} (g)	m _{eau-ajout} (g)	m _{SP} (g)	m _{sable-0}	m _{sable-1}	m _{sable-2}	m _{sable-3}
						(g) (s/c=0)	(g) (s/c=0.3)	(g) (s/c=0.6)	(g) (s/c=2.4)
0.45	0.1	560	252	249.7	2.9	0	168	336	1344
	1	560	252	228.9	28.7	0	168	336	1344
0.60	0	560	336	0	0	0	168	336	1344
	0.1	560	336	333.7	2.9	0	168	336	1344
	1	560	336	312.9	28.7	0	168	336	1344

Les échantillons ont été préparés au moyen d'un malaxeur à mortier normalisé (NF EN 196-1) selon la séquence suivante : malaxage de l'eau et du ciment à faible vitesse pendant 30 secondes, rajout de sable en fonction du rapport S/C et malaxage pendant 90 secondes, raclage et homogénéisation pendant 30 secondes, et malaxage final à grande vitesse pendant 30 secondes.

En ce qui concerne les mortiers avec superplastifiant, la même procédure de malaxage que précédemment est appliquée en adoptant une addition différée du superplastifiant. Ainsi, 90% d'eau totale sont ajoutées lors du premier malaxage, et le reste d'eau mélangé avec le superplastifiant (SP), est rajouté lors du malaxage final.

2.4.2 MESURE DU RESSUAGE DANS DES COLONNES TRANSPARENTES

Compte tenu que la cellule du Turbiscan Lab ne permet pas de réaliser la mesure de ressueage en présence de sable (taille des grains de sable et effet de paroi), une autre méthode de caractérisation directe du ressueage (Figure 2-12) a été utilisée en s'inspirant de la méthode normalisée préconisée par la norme ASTM C232. Le dispositif de mesure est constitué d'une

colonne cylindrique transparente, de dimensions 100 x 350 mm², muni d'un couvercle pour limiter l'évaporation d'eau et d'une balance de précision 0.01g. Ces colonnes cylindriques ont été conçues spécialement pour la mesure du ressuage dans le cadre de cette étude, et sont suffisamment larges pour que les effets de paroi soient négligés. La colonne de mesure fermée est placée verticalement sur un plan horizontal dans une salle régulée à 20±2 °C et loin de toutes éventuelles vibrations. La hauteur d'eau ressuée est mesurée toutes les 10 minutes pendant la première heure, et toutes les 20 minutes pendant les dernières heures. Le ressuage du mortier est donné par l'équation (2.1) :

$$\text{Capacité de ressuage (\%)} = \frac{H_e(t)}{H_i} \times 100 \quad (2.1)$$

Où $H_e(t)$ l'épaisseur d'eau ressuée à instant donné et H_i la hauteur initiale de l'échantillon.

La capacité de ressuage est déterminée après un temps suffisamment long permettant d'avoir une stabilisation du ressuage. Cette stabilisation dépend de plusieurs facteurs, notamment le rapport E/C et le dosage en superplastifiant. Elle est observée au bout de quelques minutes voire quelques heures pour des faibles rapports E/C et/ou des faibles dosages en superplastifiant, alors que pour les systèmes fortement adjuvés, la stabilisation du ressuage intervient après plusieurs heures. En plus de la mesure de la hauteur du ressuage, le volume d'eau ressué a été prélevé pour confirmer la mesure (principe de la double mesure).

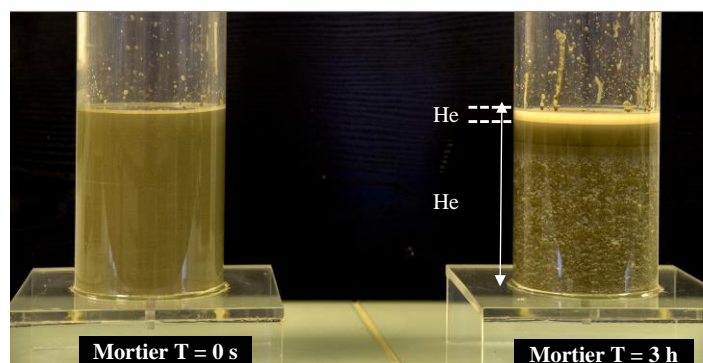


Figure 2-12 : Exemple de mesure de ressuage externe sur mortier

2.4.3 COMPARAISON DES METHODES DE MESURE DE RESSUAGE

Une comparaison des méthodes de mesure de ressuage est faite entre la méthode de « turbidimétrie » et la méthode conventionnelle. Pour ce faire, une comparaison entre la capacité de ressuage déterminée par la méthode conventionnelle et la méthode de turbidimétrie

avec (vibration) est présentée dans la Figure 2-13. On peut noter que les résultats obtenus sont quasiment comparables sauf pour le dosage en superplastifiant élevé. En effet, El Bitouri et AZEMA [43] ont rapporté qu'en présence du superplastifiant, l'eau de ressuage devient trouble en raison de la dispersion des particules les plus fines et les méthodes conventionnelles sous-estiment l'épaisseur d'eau ressuée.

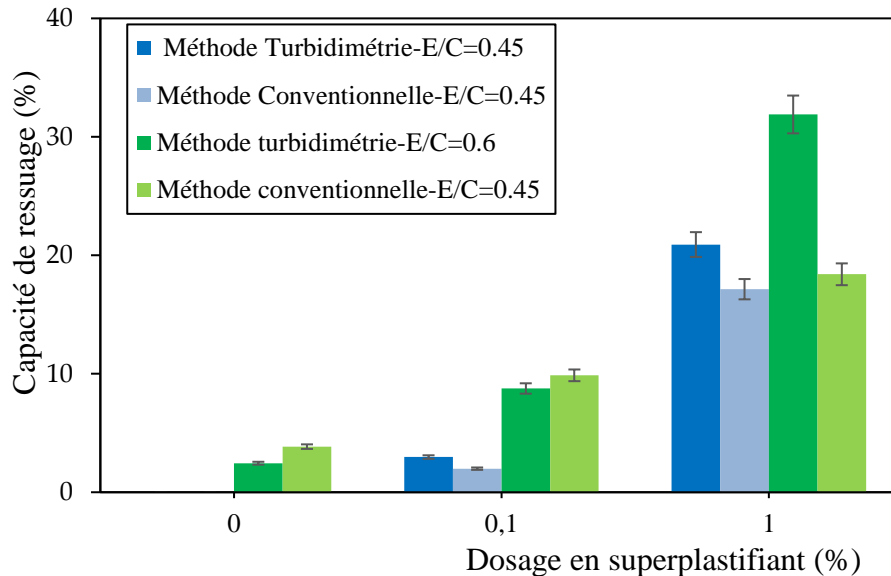


Figure 2-13 : Comparaison entre la capacité de ressuage déterminée par la méthode conventionnelle et la méthode de « turbidimétrie » (avec vibration)

2.5 EFFET DU RESSUAGE SUR LA MICROSTRUCTURE ET LES PROPRIETES MECANIQUES

2.5.1 COMPOSITION DES EPROUVETTES ET MESURE DU RESSUAGE

Des éprouvettes de pâtes de ciment et de mortiers ont été confectionnées conformément aux exigences de la norme NF EN 196-1. Différentes compositions ont été fixées au regard des résultats de ressuage. Des formulations stables et instables vis-à-vis du ressuage ont été choisies afin d'examiner leurs propriétés mécaniques et leur microstructure. La composition des pâtes de ciment se trouve dans le Tableau 2-4. A base de ses compositions, des mortiers normalisés sont utilisés (avec rapport massique S/C = 3).

A la fin du malaxage, des moules cylindriques sont remplis en deux temps. 30 coups de piquage par couche sont appliqués pour chasser les bulles d'air. Les moules utilisés sont des moules cylindriques de dimensions 70 x 160 mm² (Figure 2-14). Ces moules sont suffisamment larges pour éviter les effets de paroi. Ils sont remplis à une hauteur fixe de 150 mm. Le ressuage

Chapitre II : Matériaux & Méthodes

a également été mesuré en prélevant l'eau ressuée et en pesant les éprouvettes [13]. Les moules sont munis d'un couvercle pour limiter l'évaporation et d'une balance de précision 0.01g (Figure 2-14). Le moule fermé est placé verticalement sur un plan horizontal dans une salle régulée à 20±2 °C et loin de toutes vibrations éventuelles. A l'aide d'une pipette pasteur, l'eau ressuée est prélevée et pesée toutes les 10 minutes pendant la première heure et toutes les 20 minutes pendant les heures suivantes jusqu'à stabilisation. La capacité de ressuage est donnée en termes de volume par l'équation (2.2) :

$$\text{Capacité de ressuage (\%)} = \frac{d_v}{V_p} \times 100 \quad (2.2)$$

Avec d_v le volume total d'eau ressuée et V_p le volume initial de pâte de ciment.

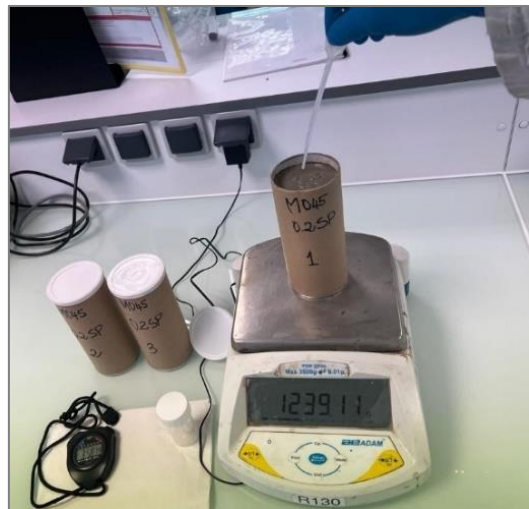


Figure 2-14 : Dispositif de mesure de ressuage sur une colonne non transparente

Tableau 2-6: Composition des pâtes de ciment

Rapport E/C	%SP	m_{ciment} (g)	m_{eau} (g)	m_{eau-SP} (g)	m_{eau-ajouté} (g)	m_{SP} (g)
0.45	0	689.3	310.2	0	310.2	0
	0.1	689.3	310.2	2.9	307.3	3.5
	0.2	689.3	310.2	5.7	304.5	7.1
	0.3	689.3	310.2	8.5	301.6	10.6
0.6	0	627.1	376.3	-	-	-

A la fin des mesures de ressuage, les éprouvettes ont été conservées dans une salle régulée à 20±2 °C jusqu'au démoulage (28 jours).

2.5.2 MESURE DES RESISTANCES MECANIQUES

La résistance à la traction des éprouvettes de pâtes de ciment et de mortiers ayant beaucoup et peu ressuyé, a été déterminée de façon indirecte par un essai de fendage (NF EN 12390-6) [110]. Cet essai, appelé également essai brésilien, consiste à solliciter la génératrice de l'éprouvette. Après la conservation des éprouvettes, à 28 jours, elles sont rectifiées à l'aide d'une rectifieuse. L'essai est réalisé sur des éprouvettes cylindriques de dimensions 70 x 140 mm². L'essai est piloté en vitesse de chargement (0.05 MPa/s soit 1 KN/s). La résistance à la traction par fendage est calculée par l'équation (2.3) :

$$\sigma_{tfmax} = \frac{2P}{\pi DL} \quad (2.3)$$

Où :

- σ_{tfmax} : résistance à la traction par fendage (MPa) ;
- P : force de rupture (N) ;
- D : diamètre de l'éprouvette (mm) ;
- L : longueur de l'éprouvette (mm).

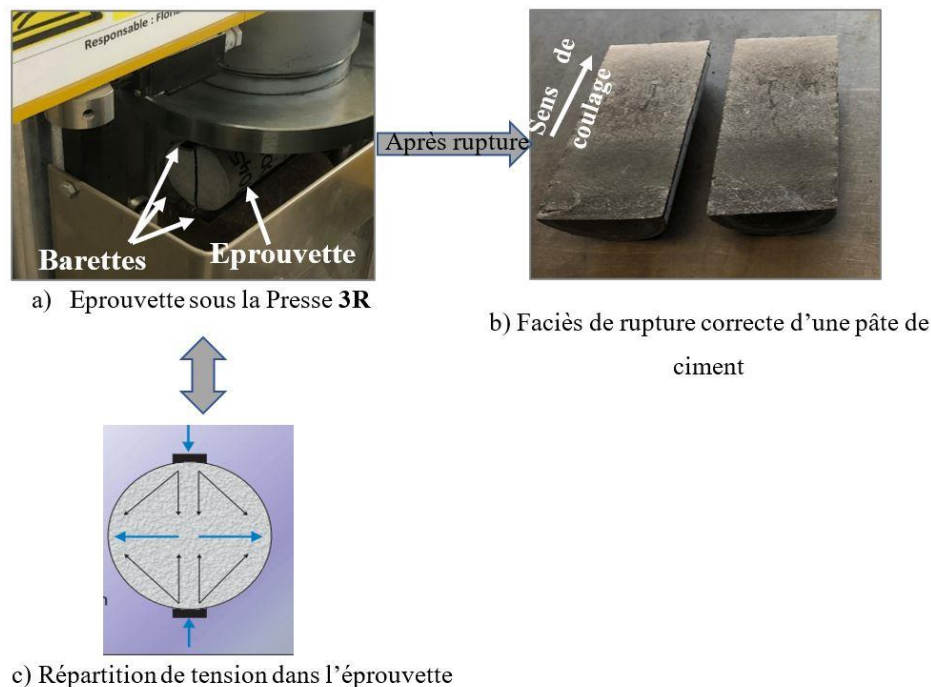


Figure 2-15 : Essai de résistance à la traction par fendage

A 28 jours, des éprouvettes sont démoulées, ensuite rectifiées et sciées en deux demi-éprouvettes (Figure 2-16).

Chapitre II : Matériaux & Méthodes

Ce tronçonnage permet d'avoir une partie haute et une partie basse en fonction du profil de ressuage. Les essais sont effectués sur une Presse 3R asservi en vitesse de chargement (0.5 MPa/s soit 10 KN/s). Les essais ont été exécutés sur des échantillons de forme cylindrique de dimension $70 \times 70 \text{ mm}^2$.

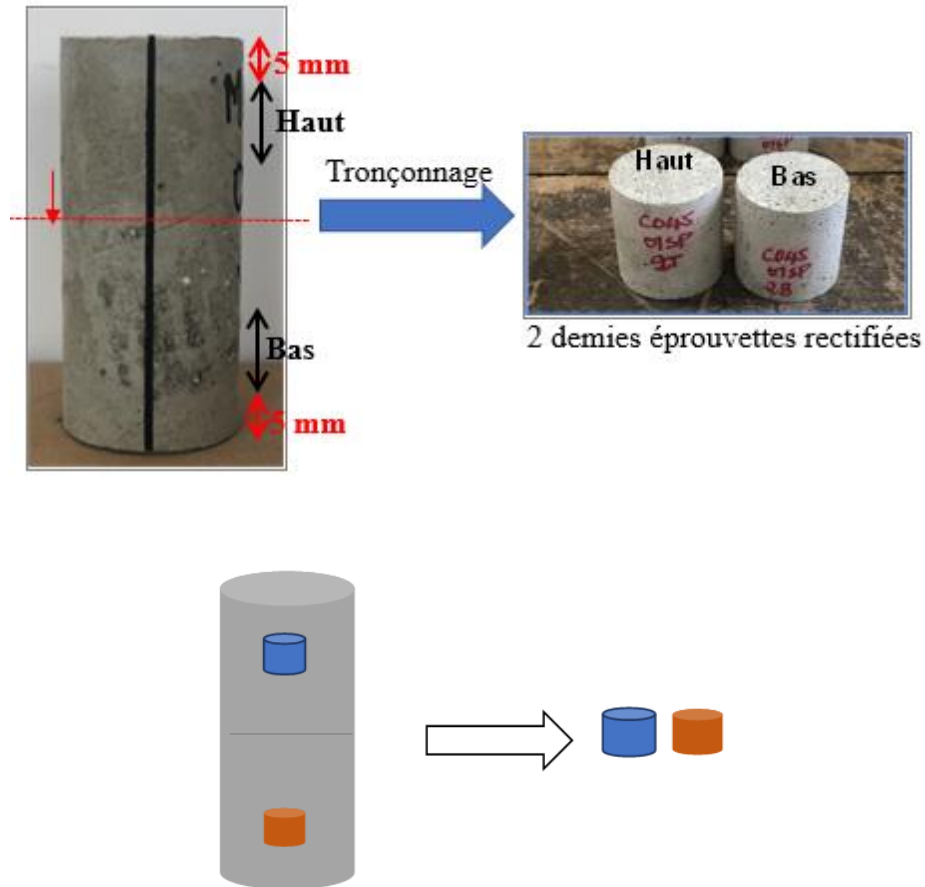


Figure 2-16 : Tronçonnage d'éprouvette en haut et en bas

La résistance à la compression est déterminée par l'équation (2.4) :

$$R_c = F / \pi r^2 \quad (2.4)$$

F est la force de rupture (N) ; R_c est la résistance à la compression (MPa) ; r est le rayon de l'échantillon (mm).

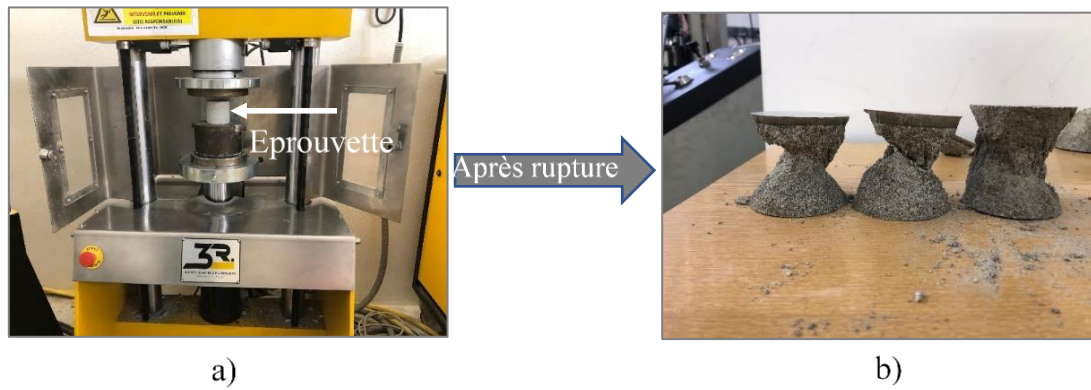


Figure 2-17: a) Dispositif d'essai de compression, b) les faciès de rupture

2.5.3 OBSERVATIONS DE LA MICROSTRUCTURES

Les observations microscopiques ont été réalisées à l'aide d'un microscope électronique à balayage FEI Quanta 200 FEG. Compte tenu du fait que ces observations s'intéressent à la caractérisation de la qualité des interfaces, il nous est apparu important de détailler la préparation des échantillons (arrêt d'hydratation, sections polies...).

Plusieurs méthodes permettent de faire l'arrêt d'hydratation [111–114]. Les méthodes les plus courantes sont : arrêt sous vide, arrêt en température (dans un four), arrêt par échange de solvant (isopropanol ou éthanol) et l'arrêt par lyophilisation. Zhang et Scherer [113] ont fait un classement de ces méthodes suivant le besoin d'étude et leur importance. Le Tableau 2-7 récapitule le classement de ces différentes méthodes.

Chapitre II : Matériaux & Méthodes

Tableau 2-7 : Récapitulatif des méthodes d'arrêt d'hydratation et leur classement

Objectif visé	Méthode d'arrêt d'hydratation	Ordre de priorité
Préserver la structure	Echange de solvant	1
	Séchage sous vide	2
	Lyophilisation	3
	Séchage en température	4
Préserver la composition	Lyophilisation	1
	Séchage en température	2
	Echange de solvant	3
Rapidité	Séchage au four	1
	Lyophilisation	2
	Echange de solvant	3

Cette synthèse des méthodes d'arrêt d'hydratation a permis de retenir la méthode « échange de solvant » dans cette étude. Le solvant utilisé est de l'isopropanol.

En effet, pour arrêter l'hydratation, l'échantillon est immergé dans de l'isopropanol pendant dix jours, ensuite séché à une « basse » température de 40 °C pendant 3 heures. Ce séchage doux permet de faire évaporer l'isopropanol, sans induire une microfissuration importante et déformer la structure des pores avant les essais, et d'éviter de déstabiliser l'ettringite.

Par ailleurs, la préparation des sections polies est une étape très importante qui permet de préparer les échantillons destinés aux observations microscopiques sans trop dégrader les interfaces. Elle permet d'obtenir des surfaces planes avec moins de défauts superficiels. Dans cette étude, la section polie a été réalisée par une préparation mécanique. Cette méthode consiste à enlever des matières à l'aide des disques abrasifs grossiers et fins. Les échantillons ont été préparés jusqu'à obtenir une surface qui permet d'optimiser les observations microscopiques. Un protocole a été élaboré dans le but d'obtenir des sections polies reproductibles. Ce protocole d'enlèvement de matière peut être décrit en quatre étapes à savoir :

Chapitre II : Matériaux & Méthodes

1. prélèvement d'échantillon ;
2. prétraitement des échantillons ;
3. imprégnation à la résine type époxy ;
4. pré-polissage et polissage de finition des échantillons.

Le prélèvement des échantillons est fait par tronçonnage à l'aide d'une scie au diamant (PRESI). Ce prélèvement est effectué sur les deux demi-éprouvettes issues de l'essai brésilien. Des échantillons sont carottés au cœur de chaque demi-éprouvette. La Figure 2-18 montre quelques échantillons prélevés.



Figure 2-18: Echantillons prélevés pour des observations microscopiques

Après le tronçonnage, les échantillons sont immergés dans de l'isopropanol selon le protocole d'arrêt d'hydratation adopté.

L'imprégnation à la résine encore appelée enrobage sous vide est une opération qui consiste à non seulement combler les vides de l'échantillon de résine mais aussi de soutenir la microstructure. Cela permet à la microstructure d'être moins affectée par les effets indésirables provoqués par le polissage. Par ailleurs, selon quelques travaux de recherche, l'imprégnation permet de faciliter la distinction entre les pores et les autres phases du matériau [115,116]. Dans cette étude, l'imprégnation à la résine est réalisée à l'aide d'un appareil d'enrobage sous vide POLY'VAC-PRESI (Figure 2-19).

Les échantillons séchés sont récupérés et placés dans un moule cylindrique de dimensions 35 x 20 mm² (fourni par la société PRESI). Une solution de résine avec du durcisseur est préparée, ensuite renversée sur l'échantillon dans le moule. On démarre l'opération par la mise sous vide afin d'éliminer l'air piégé dans la résine et faciliter l'imprégnation des échantillons par la résine. La profondeur d'imprégnation du matériau dépend de la viscosité de la résine utilisée. Cette profondeur peut s'élever à 3 mm pour un mortier de rapport E/C de 0.4 [117]. Cette opération dure environ 24 heures.

Chapitre II : Matériaux & Méthodes



Figure 2-19 : Dispositif d'enrobage sous vide

Le polissage est la dernière étape cruciale de la préparation des échantillons. Il a été réalisé avec une polisseuse MECATECH 300 SPC-PRESI (Figure 2-20). Il se déroule en une succession d'étapes où chacune se réalise avec le disque abrasif et les lubrifiants adéquats. Chaque étape de préparation est caractérisée par une vitesse de rotation, une force appliquée, et une durée. Le nettoyage des échantillons et les portes-échantillons est fait avant de passer à l'étape suivante. Ainsi, le polissage se déroule en deux étapes : le pré-polissage et le polissage de finition.

Le pré-polissage encore appelé polissage grossier consiste à enlever les grosses matières sur l'échantillon, surtout enlever une bonne partie de la couche supérieure de résine jusqu'à s'approcher de la surface de l'échantillon. Il se fait à l'aide des papiers abrasifs grossiers sériés de façon croissante tels que : Grit 220, Grit 320, Grit 600, Grit 1200. Toutes les étapes de polissage grossier se font avec un lubrifiant à base d'alcool qui nettoie des copeaux de l'échantillon durant le pré-polissage.

Le polissage de finition permet de rendre la surface de l'échantillon lisse, brillante et sans rayure. Elle est réalisée avec des papiers abrasifs fins. Les papiers utilisés à cette étape sont sériés dans l'ordre croissante tels que : 9 ; 3 ; 1 et $\frac{1}{4}$ μm . A cette étape, la surface de l'échantillon est nettoyée avec un papier filtre afin d'éviter l'apport extérieur de toute rayure.

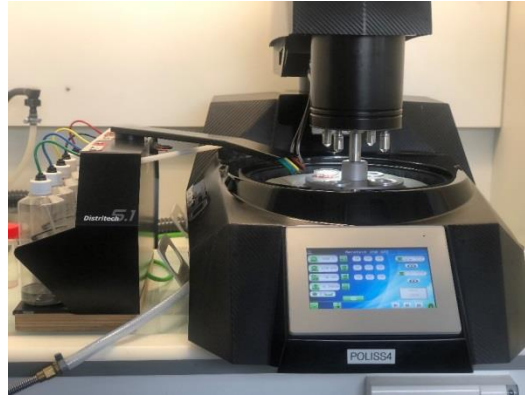


Figure 2-20 : Polisseuse

Finalement, une métallisation par évaporation du carbone est réalisée. L'objectif est de rendre l'échantillon plus conducteur pour les observations microscopiques.

La porosité est une grandeur physique qui se définit comme le rapport entre le volume du vide et le volume total. Elle peut être déterminée par plusieurs techniques expérimentales récapitulées [118].

Deux techniques de mesures de porosité ont été utilisées dans cette étude : la porosité accessible à l'eau et la porosimétrie par intrusion au mercure (PIM). La porosité totale est déterminée par la porosité accessible à l'eau et la répartition de la taille des pores par la porosimétrie par intrusion au mercure. Les mesures sont réalisées à 28 jours à partir de la confection du matériau.

Le porosimètre au mercure est une technique qui permet de caractériser la distribution de la taille des pores par intrusion au mercure [119,120]. Cette technique consiste à faire pénétrer sous pression le mercure dans un matériau poreux. Il faut souligner que le mercure est un liquide non mouillant qui pénètre les pores par capillarité. Le mécanisme d'intrusion du mercure est basé sur l'équation de Washburn présentée dans l'équation (2.5). Cette équation décrit la relation entre la pression exercée sur le liquide et le diamètre des pores capillaires.

$$D = -4\gamma\cos\theta/P \quad (2.5)$$

Avec :

- D : diamètre des pores capillaires (μm) ;
- P : pression exercée sur le liquide (mercure) (MPa) ;
- θ : angle de contact du liquide (degré) ;
- γ : tension superficielle du liquide (0.436 N/m à 20 °C).

La mesure a été réalisée sur des échantillons de dimension $15 \times 15 \times 15 \text{ mm}^3$ obtenus par carottage des éprouvettes. La mesure est effectuée au moyen d'un prosimètre AutoPore IV 9500 Micromeritics. Il peut déployer une pression maximale de 4500 bars. Cette technique caractérise seulement une partie de la microstructure à savoir : les pores capillaires de diamètres d'environ $0.5 \text{ }\mu\text{m}$ et des pores des hydrates de diamètres d'entrées d'environ 10 nm [121]. C'est une méthode qui est confrontée aux difficultés d'accessibilité des pores par le mercure [111], connue sous le nom d'effet de « bouteille d'encre » (Ink-bottle) [122,123]. En effet, dans les matériaux cimentaires, il existe des pores fermés et des pores considérés comme des bouteilles d'encre [124]. Pendant les mesures, le mercure est injecté dans le matériau sous pression croissante. Il pénètre alors les pores par leur orifice avant d'atteindre l'intérieur de la bouteille d'encre des pores [125,126]. Quant à l'extrusion du mercure, le mercure à l'entrée de la bouteille d'encre des pores est extrudé plus facilement que celui se trouvant à l'intérieur des pores qui y reste piégé [124]. Les pores les plus fins sont donc sous-estimés par effet de bouteille d'encre [127,128]. Une illustration schématique du piégeage de mercure dans la bouteille d'encre des pores est présentée dans la Figure 2-21.

De plus, la grande pression exercée pour accéder aux tous petits pores peut modifier la structure des pores ; le séchage trop important aussi peut provoquer de la microfissuration au niveau du matériau [129].

Avec D_1 , D_2 et D_n le diamètre de l'orifice des pores et V_1^{ink} , V_2^{ink} , V_n^{ink} représentent le volume de la « bouteille d'encre ».

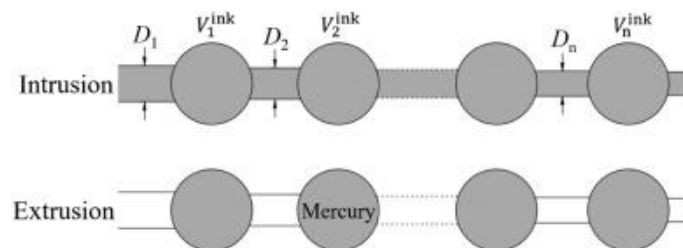


Figure 2-21 : Illustration du piégeage de mercure dans les gros pores « bouteilles d'encre » ; D_1 , D_2 et D_n le diamètre de l'orifice des pores et V_1^{ink} , V_2^{ink} , V_n^{ink} représentent le volume de la « bouteille d'encre »

La porosité accessible à l'eau concerne l'ensemble des pores ouverts mouillables sous vide. Les échantillons sont récupérés dans les demi-éprouvettes issues de l'essai brésilien. Ils sont tronçonnés en haut et en bas de chaque demi-éprouvette à l'aide d'une scie diamantée. Le tronçonnage est fait de tel sorte que chaque dimension des échantillons a au moins 3 fois le diamètre maximal D de particules du ciment (cas de la pâte de ciment) et de sable (cas du mortier) suivant les exigences de la norme NF P18-459 [130].

Chapitre II : Matériaux & Méthodes

Le dispositif expérimental de la mesure de la porosité accessible à l'eau est présenté dans la Figure 2-22. Il est composé d'un dessiccateur dans lequel les échantillons sont déposés, d'un comparateur qui mesure la pression du système, et d'une pompe à vide. Cet ensemble est relié par un tuyau.

Les échantillons sont déposés dans le dessiccateur, puis le vide est fait pendant 4 heures. Faire le vide permet de chasser l'air dans l'enceinte du dessiccateur, ce qui permettra à l'eau de bien imprégner le matériau afin de parcourir le maximum de pore mouillable sous vide. Après 4 heures, le dessiccateur est déconnecté de la pompe à vide. Ensuite, le dessiccateur est rempli de l'eau déionisée jusqu'à couvrir les échantillons avec une hauteur supplémentaire d'eau de 20 mm minimum. L'essai est lancé avec ces conditions maintenues pendant 44 heures après la déconnection de la pompe à vide du dessiccateur.

Les échantillons sont récupérés et une première pesée hydrostatique permet d'obtenir la masse d'eau (M_{eau}). Les échantillons sont délicatement essuyés avec de l'essuie-tout et ensuite pesés dans l'air (Masse dans l'air M_{air}). A cette étape, il faut faire attention pour ne pas enlever l'eau stockée dans les pores segmentées. Les échantillons sont ensuite séchés à 60 °C. Cette température permet de « limiter » la déstabilisation de l'ettringite [131,132] quand bien même la température recommandée par la norme est de 105 °C. Les échantillons sont régulièrement pesés à un intervalle de 24 heures jusqu'à obtenir une masse constante (soit une variation de masse inférieure à 0.05% en 24 heures (masse sèche (M_{sec}))). La porosité à l'eau est ainsi calculée par l'équation (2.6) :

$$\varepsilon (\%) = \frac{M_{air} - M_{sec}}{M_{air} - M_{eau}} \times 100 \quad (2.6)$$

où M_{air} est la masse de l'échantillon dans l'air (g), M_{sec} est la masse sèche de l'échantillon (g), M_{eau} est la masse de l'échantillon dans l'eau (g), ε est la porosité accessible à l'eau (%).

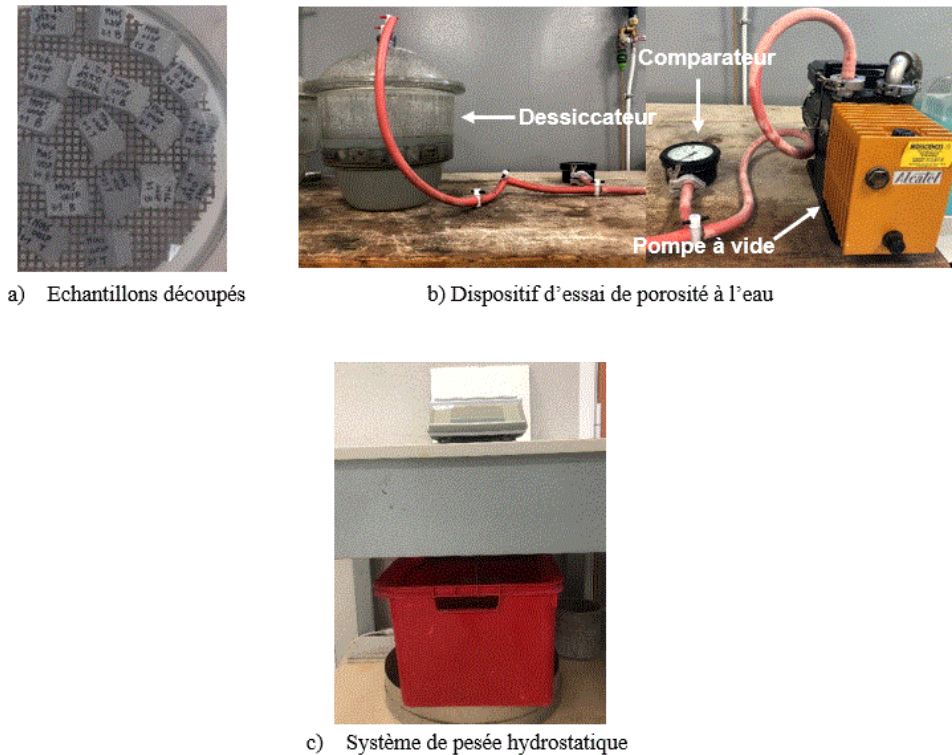


Figure 2-22 : Dispositif de l'essai de porosité a) échantillons découpés, b) dispositif d'essai de la porosité à l'eau, c) système de pesée hydrostatique

2.5.4 CARACTERISATION MINERALOGIQUE SUR PATES DE CIMENT

Le but de faire des mesures d'analyse thermogravimétrie est d'étudier l'impact du ressuage sur l'homogénéité de la pâte de ciment en présence ou pas de ressuage. Cette mesure est réalisée sur le haut et le bas de chaque échantillon. Chaque échantillon est composé d'une pâte de ciment broyée d'environ 40 mg. Il faut souligner que l'hydratation de ces échantillons a été préalablement arrêtée à l'isopropanol suivant le protocole décrit précédemment. L'analyse Thermogravimétrie (ATG) est une technique d'analyse thermique qui consiste à mesurer la masse d'un échantillon sous température contrôlée en fonction du temps.

L'appareil est équipé d'une enceinte étanche constituée d'un four pour piloter la montée en température, d'une microbalance de grande précision pour les pesées, d'un creuset dans lequel est placé chaque échantillon, d'un ordinateur qui permet d'enregistrer les données de mesure. Le dépouillement du thermogramme est fait à l'aide du logiciel d'acquisition STA 449 F5. Les mesures ont été réalisées sous un flux d'argon (80 mL/min) à l'aide d'une ATG 449 F5 Jupiter (NETSZCH). La Figure 2-23 présente le dispositif de mesure d'ATG-DTG.



Figure 2-23 : Dispositif de mesure d'ATG

Ces mesures permettent d'obtenir l'évolution de la perte de masse de l'échantillon en fonction de la température. Cette perte de masse est la signature de modifications physico-chimiques se produisant dans la pâte de ciment avec l'élévation de température. Une courbe classique d'ATG-DTG est illustrée dans la Figure 2-24 et le Tableau 2-8 récapitule les différentes modifications se produisant dans la pâte de ciment avec l'élévation de température [133].

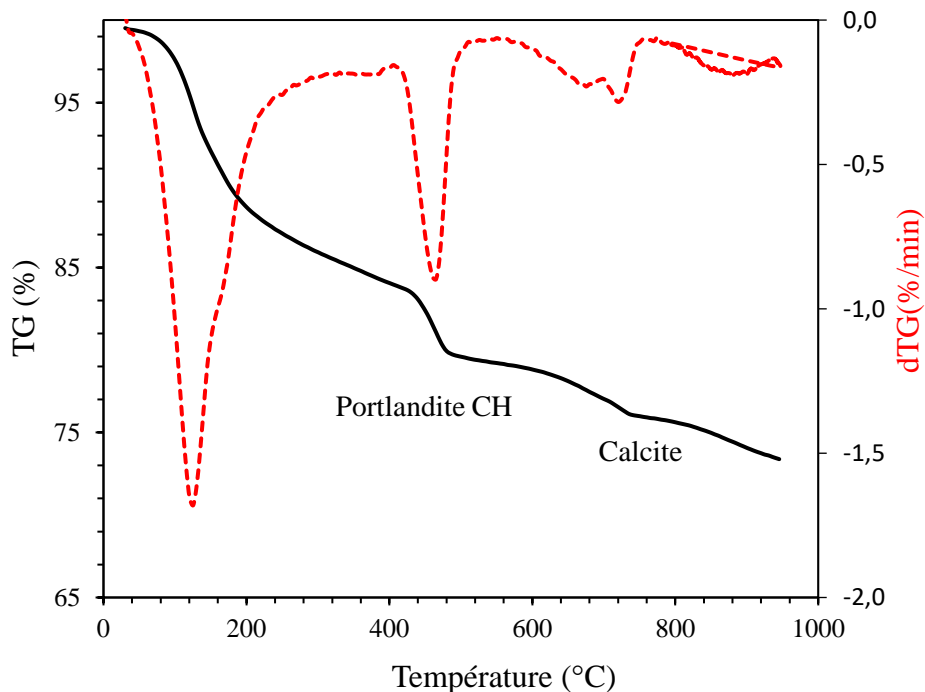


Figure 2-24 : Courbe classique d'un ATG-DTG

A partir de la perte de masse et de la quantité théorique d'eau liée chimiquement (non

Chapitre II : Matériaux & Méthodes

évaporable), la teneur en certains hydrates tels que la portlandite et la calcite peut être quantifiée.

Tableau 2-8 : Décomposition des hydrates en fonction des températures classiques

Plage de température	Nature d'hydrate
30 à 105°	Evaporation de l'eau libre et de l'eau physique adsorbée à la surface des hydrates
110 à 170°C	Décomposition du gypse hydraté et de l'ettringite
160 à 300°C	Evaporation d'eau chimiquement liée combinée avec les CSH
400 à 600°C	Déshydratation de la Portlandite
600 à 900°C	Décarbonatation de la calcite

Afin d'observer les différentes phases cristallines dans la pâte de ciment, des analyses de Diffraction aux Rayons X (DRX) ont été faites à l'aide d'un diffractomètre D8 Advance (Bruker).

L'objectif est d'examiner l'effet du ressuage sur la variation des composants cristallins présents dans le matériau. La technique consiste à l'interaction d'un faisceau de Rayons avec la matière cristallisée en fonction de la loi de Bragg. La mesure est réalisée sur des poudres de pâte de ciment dont l'hydratation est préalablement arrêtée à l'isopropanol. Environ 50 mg d'échantillon sont prélevés pour la mesure. A noter que la mesure au DRX a été réalisée sur les mêmes lots d'échantillons que ceux d'ATG.

La Figure 2-25 présente la méthodologie de cette étude.

Chapitre II : Matériaux & Méthodes

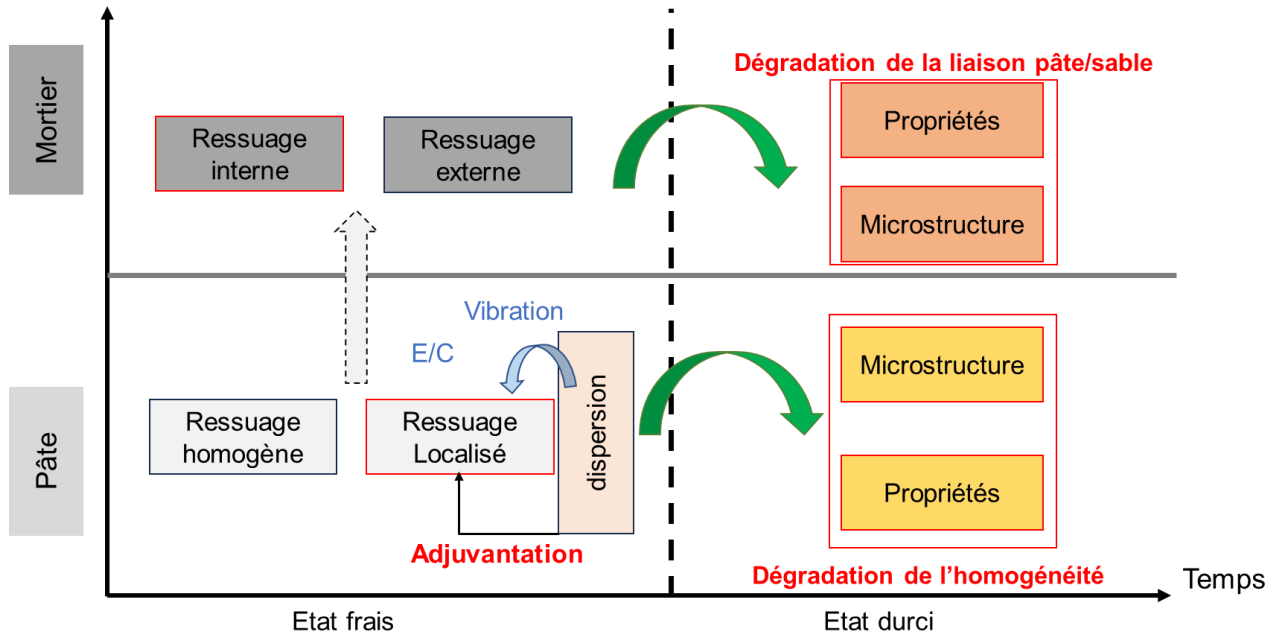


Figure 2-25 : Méthodologie expérimentale de la thèse

CHAPITRE III

RESSUAGE A L'ECHELLE DE LA PATE CIMENTAIRE ET EFFET SUR LA MICROSTRUCTURE

CHAPITRE III : RESSUAGE A L'ECHELLE DE LA PATE CIMENTAIRE ET EFFET SUR LA MICROSTRUCTURE

3.1	INTRODUCTION.....	78
3.2	EFFET DE LA DISPERSION SUR LE RESSUAGE DES SUSPENSIONS CIMENTAIRES.....	79
3.2.1	Effet du rapport E/C	79
3.2.2	Effet de la vibration.....	84
3.2.3	Effet de l'adjuvantation.....	86
3.3	DISCUSSION SUR LES MECANISMES DE RESSUAGE.....	93
3.3.1	Ressuage et seuil d'écoulement.....	94
3.3.2	Ressuage et perméabilité	98
3.3.3	Ressuage et hydratation.....	100
3.3.4	Ressuage et structuration.....	104
3.4	EFFET DU RESSUAGE SUR LES PROPRIETES DE LA PATE DE CIMENT DURCIE	106
3.4.1	Effet sur la microstructure.....	106
3.4.2	Effet sur les propriétés mécaniques.....	113
3.5	CONCLUSION	114

CHAPITRE III : RESSUAGE A L'ECHELLE DE LA PATE CIMENTAIRE ET EFFET SUR LA MICROSTRUCTURE

3.1 INTRODUCTION

La pâte de ciment à l'état frais peut être vue comme une suspension de particules minérales « évolutives » dans une solution interstitielle. Elle constitue une composante principale dans la formulation des matériaux cimentaires (mortier et béton). Elle conditionne les propriétés à l'état durci puisqu'elle joue un rôle de « colle » entre les granulats. A l'état frais, la pâte de ciment peut être confrontée au phénomène de ressuage qui correspond à la remontée d'une pellicule d'eau à la surface. Le ressuage est dû à la différence de densité entre le ciment et l'eau. Ce phénomène résulte d'une compétition entre les forces de gravité favorisant la sédimentation des particules et les interactions colloïdales qui tendent à structurer le réseau formé par les particules. Un ressuage non excessif permet d'assurer une cure humide et de limiter les effets du séchage. Cependant, lorsqu'il est excessif, il peut entraîner une dégradation de l'homogénéité du matériau cimentaire et s'accompagne souvent d'une ségrégation.

Ce chapitre est consacré à l'étude de l'effet d'un ressuage excessif sur la microstructure des pâtes cimentaires. Ce ressuage excessif peut être observé dans des coulis cimentaires avec un rapport E/C élevé et une absence de stabilisant. Ce chapitre est consacré à l'étude de l'effet d'un ressuage excessif sur la microstructure des pâtes cimentaires. Ce ressuage excessif peut être observé dans des coulis cimentaires avec un rapport E/C élevé et une absence de stabilisant. La première partie de ce chapitre est donc dédiée à l'étude de l'effet de la dispersion, liée au rapport E/C, à la vibration et à l'adjuvantation sur l'évolution du ressuage. Les mécanismes à l'origine de ce ressuage excessif seront également discutés. La deuxième partie de ce chapitre est dédiée à l'effet de ce ressuage excessif sur la microstructure et les propriétés de la pâte de ciment durcie. La démarche globale adoptée dans ce chapitre est synthétisée dans la Figure 3-1.

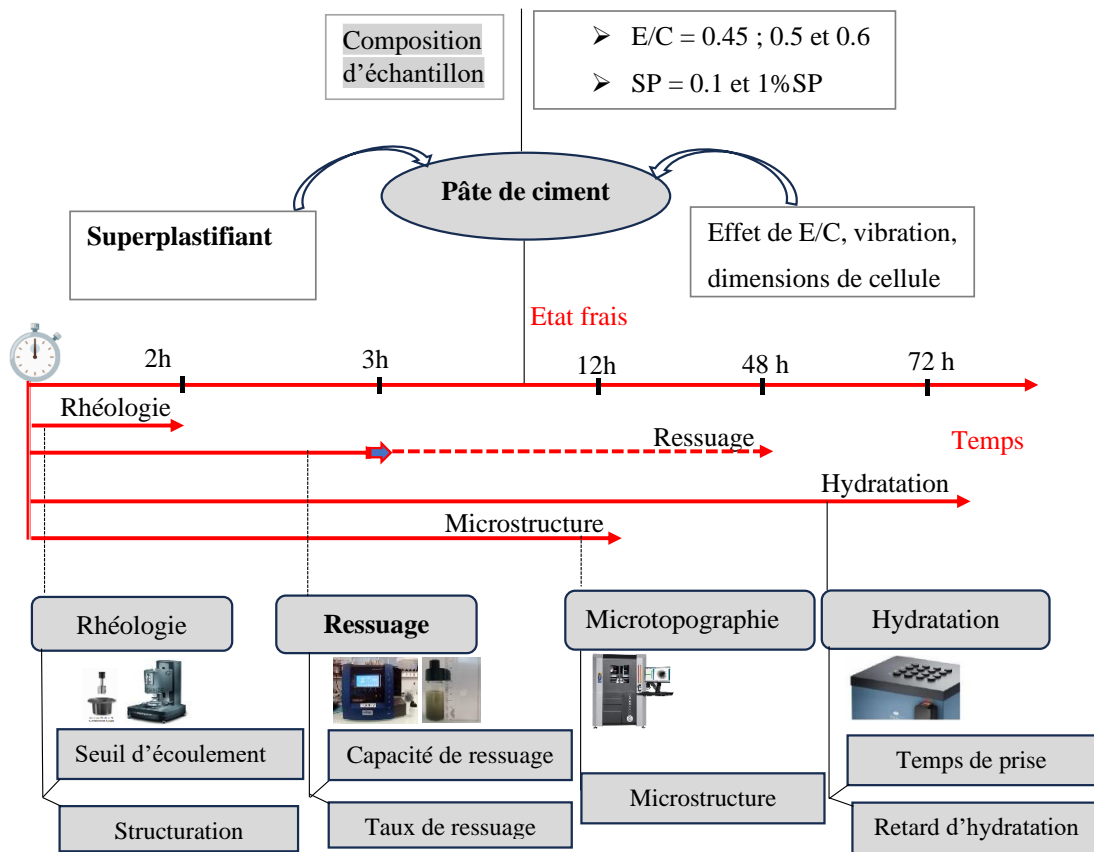


Figure 3-1 : Schéma synthétique du déroulement de ce chapitre

3.2 EFFET DE LA DISPERSION SUR LE RESSUAGE DES SUSPENSIONS CIMENTAIRES

L'objectif de cette section est de présenter l'évolution classique du ressuage des suspensions cimentaires. L'influence de la dispersion induite par le rapport E/C, la vibration et le superplastifiant est examinée. La mesure du ressuage est réalisée en adoptant la méthode basée sur la « turbidimétrie » telle qu'elle est décrite au chapitre II. De même le protocole de vibration a été présentée au chapitre II.

3.2.1 EFFET DU RAPPORT E/C

Pour étudier l'influence du rapport E/C sur le ressuage, des pâtes de ciments ont été formulées avec des rapports E/C allant de 0.45 à 1. Ces pâtes de ciment n'ont pas subi de vibration avant la mesure du ressuage, excepté un petit choc pour la pâte à E/C de 0.45 pour faciliter la mise en place dans la cellule de mesure.

La Figure 3-2 suivante montre l'évolution du ressuage en fonction du temps et du rapport E/C. Le Tableau 3-1 reprend les grandeurs caractéristiques calculées à partir des courbes de la Figure 3-2. La vitesse de ressuage a été déterminée en calculant la pente de la phase transitoire.

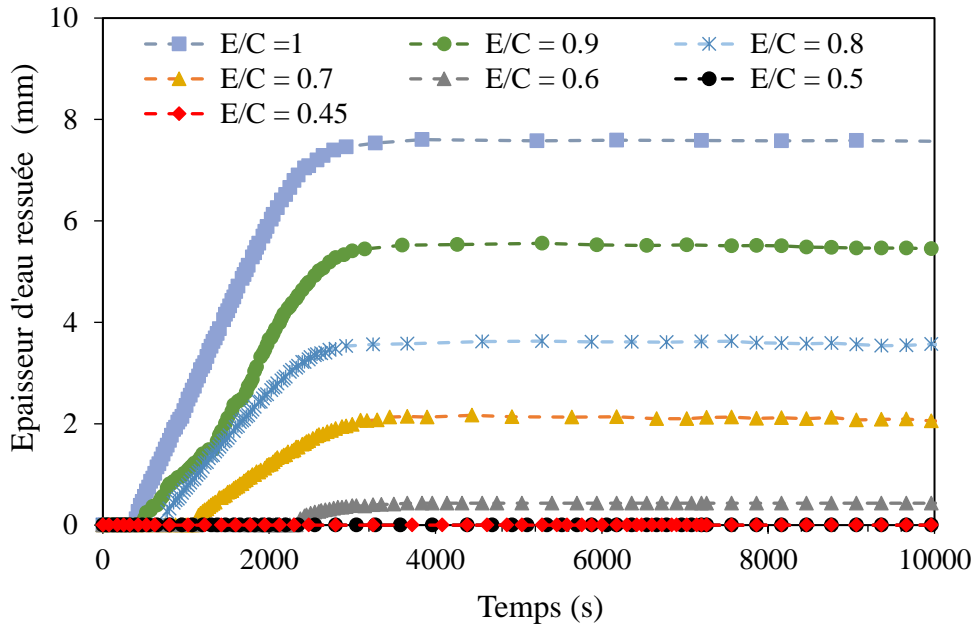


Figure 3-2 : Evolution du ressuage en fonction du temps des pâtes ayant différents rapports E/C (sans vibration)

Tableau 3-1 : Grandeurs caractéristiques de ressuage de pâtes ayant différents rapports E/C (sans vibration)

	E/C 1	E/C 0.9	E/C 0.8	E/C 0.7	E/C 0.6	E/C 0.5	E/C 0.45
Période d'induction (min)	6.3	7.1	8.8	17.1	40.0	-	-
Vitesse de ressuage (10^{-6} m.sec $^{-1}$)	3.57	2.41	1.76	1.18	0.13	0	0
Epaisseur de ressuage (mm)	7.5	5.5	3.6	2.2	0.4	0	0

On peut d'abord noter que le ressuage évolue suivant, au moins, trois phases. La première phase est caractérisée par un ressuage très faible, voire nul. Ensuite, le ressuage augmente rapidement avec une vitesse quasiment constante, sauf pour la pâte avec un rapport E/C de 0.9, où la vitesse de ressuage semble afficher deux évolutions différentes. Enfin, pour toutes les pâtes, le ressuage finit par se stabiliser. On peut noter que les pâtes formulées avec faibles rapports E/C (0.45 et 0.5) n'affichent pas de ressuage. L'épaisseur de ressuage augmente naturellement avec l'augmentation du rapport E/C. Quant à la vitesse de ressuage, il semble qu'elle augmente avec le rapport E/C sans que la durée de la phase transitoire soit significativement affectée. En d'autres termes, le ressuage finit par se stabiliser après 1 heure environ pour toutes les pâtes.

Par ailleurs, on constate une phase marquée par un ressuage très faible voire nul, qui pourrait s'apparenter à une période d'induction. Cette phase est très dépendante du rapport E/C, puisqu'elle se réduit lorsque le rapport E/C augmente (d'une 40^{ème} à une 10^{ème} de minutes pour respectivement des E/C de 0.6 et 1).

La Figure 3-3 présente la variation de la vitesse de ressuage en fonction du rapport E/C. Bien évidemment, la vitesse augmente avec le rapport E/C. Il semble que cette augmentation est linéaire en fonction du rapport E/C. On constate également que, au-delà d'un rapport E/C de 0.6, une localisation est susceptible de se produire.

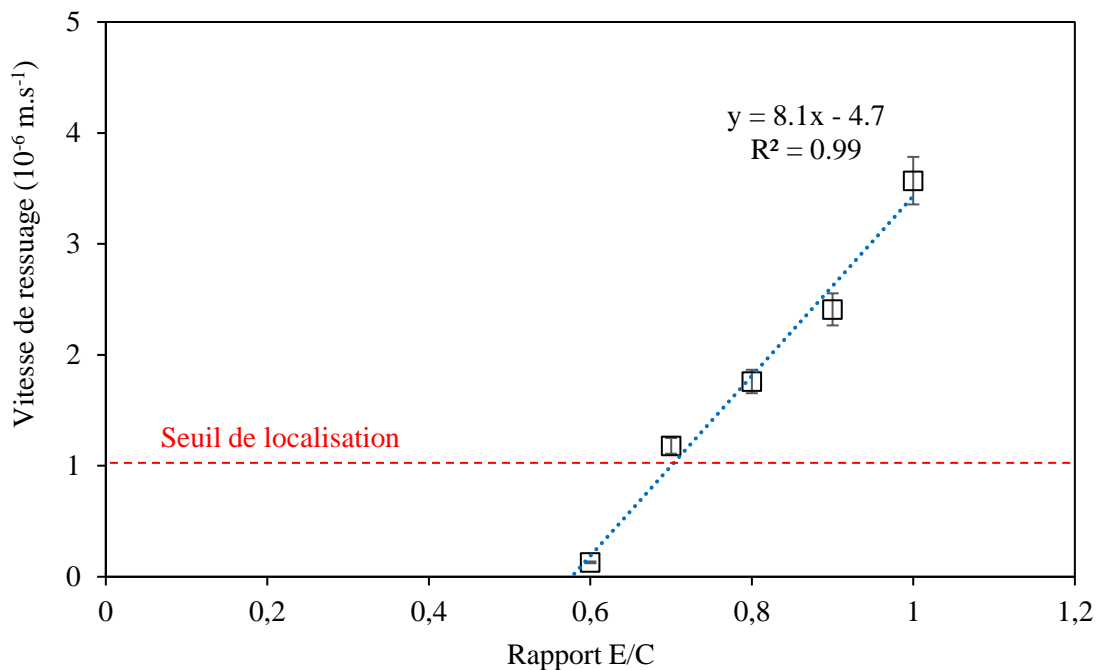


Figure 3-3 : Effet du rapport E/C sur la vitesse de ressuage

Par ailleurs, la Figure 3-4 présente la variation de l'épaisseur de ressuage en fonction du rapport E/C. Bien évidemment, l'épaisseur de ressuage augmente également avec le rapport E/C. Il semble que cette augmentation est linéaire en fonction du rapport E/C. On constate également que, au-delà d'un rapport E/C de 0.6, une localisation pourrait se produire.

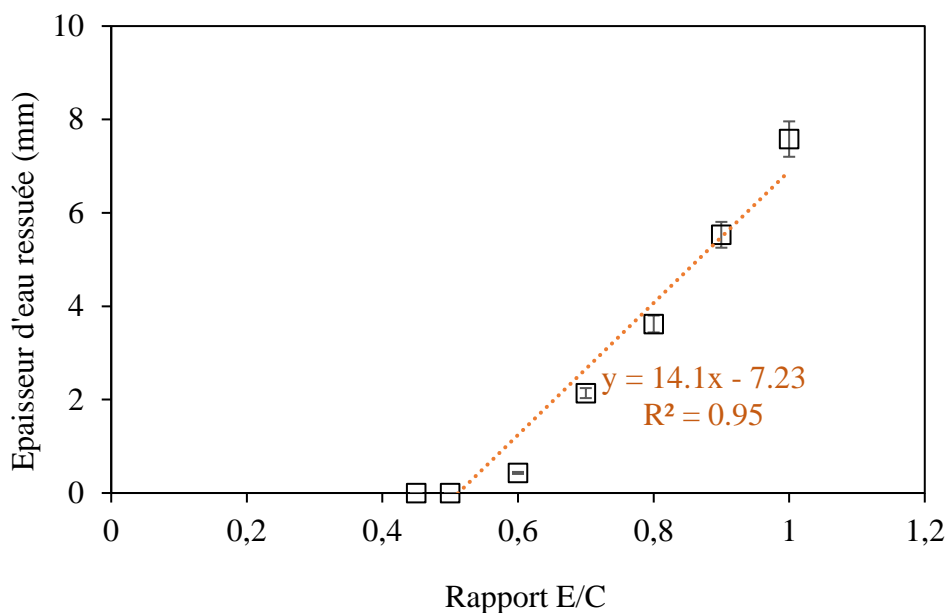


Figure 3-4 : Effet du rapport E/C sur l'épaisseur de ressuage

Massoussi et al. [9] ont rapporté une évolution du ressuage se produisant selon cinq périodes. Une période d'induction pendant laquelle l'écoulement d'eau induit une force de traînée visqueuse permettant la réorganisation du squelette solide. Par conséquent, au niveau des défauts locaux dans la suspension, comme des bulles d'air, des canaux d'extraction d'eau peuvent être initiés à travers un réarrangement local des particules. Le diamètre et la longueur de ces canaux augmentent au fur et à mesure du déplacement des particules. La phase d'accélération, marquée par une augmentation rapide du ressuage, correspondrait à la percolation de ces canaux d'extraction d'eau. Cette phase est suivie d'un régime stationnaire caractérisé par une vitesse d'extraction d'eau constante. Lors de cette phase, le nombre et la taille des canaux ne changent pas significativement. De plus, la perméabilité apparente est quasiment constante bien que la suspension semble encore très hétérogène. Enfin, le ressuage se stabilise pendant la phase de consolidation (consolidation et consolidation finale) qui est marquée par une diminution de la perméabilité apparente due au tassement et la consolidation des zones situées entre les canaux d'extraction d'eau. La force de gravité n'est plus capable de consolider davantage le squelette solide et d'en extraire de l'eau supplémentaire.

L'évolution observée par Massoussi et al. [9] a montré la nature hétérogène du ressuage, qui ne peut pas toujours être décrit par un processus de consolidation homogène. Il s'agirait plutôt d'un processus hétérogène induit par des phénomènes de localisation conduisant à l'initiation et la percolation d'un réseau de canaux d'extraction d'eau. Le ressuage résulte d'une compétition entre les forces de gravité (forces déstabilisatrices), qui ont tendance à favoriser la

sédimentation des particules solides, et les interactions colloïdales (forces stabilisatrices) qui structurent le réseau formé par ces particules et tendent à empêcher leur sédimentation [9,35]. Massoussi et al. [9] ont donc souligné le rôle majeur que pourrait jouer la force de traînée dans la localisation du ressuage, notamment pour les tailles de particules intermédiaires. Josserand [13] a rapporté que la localisation du ressuage pourrait se manifester lorsque la vitesse est supérieure à 1.10^{-6} m/s. Les résultats obtenus montrent que la vitesse de ressuage devient supérieure à cette valeur à partir d'un rapport E/C de 0.7 ($1.18.10^{-6}$ m/s). La Figure 3-5 montre d'ailleurs des canaux d'extraction d'eau dans cette pâte, signature d'une localisation.

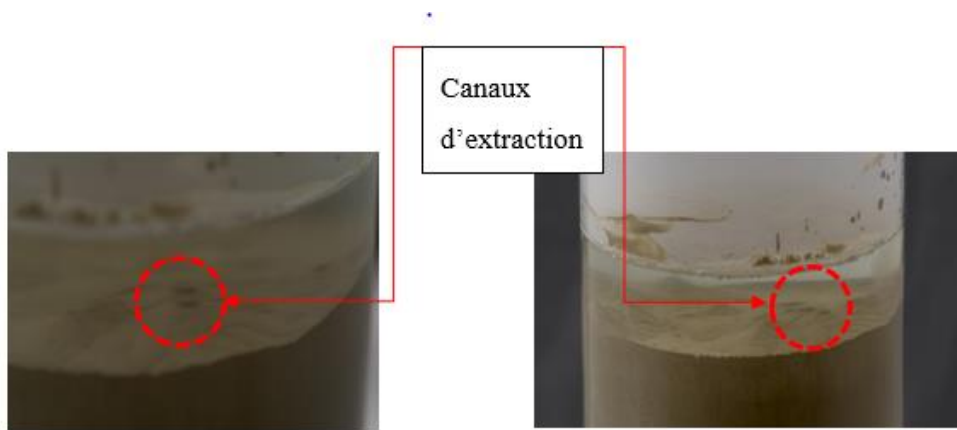


Figure 3-5 : Canaux d'extraction d'eau observés dans une pâte de ciment avec E/C de 0.7

Il faut également noter que la contrainte de cisaillement au niveau des parois, reliée directement au seuil d'écoulement de la pâte, pourrait jouer un rôle dans l'évolution du ressuage. Ceci traduit, en effet, la dépendance du ressuage au seuil d'écoulement qui pourrait conduire à la stabilisation du ressuage par la présence des interfaces environnantes [9,35]. Les pâtes avec un rapport E/C élevé n'affichent pas de seuil d'écoulement, puisque la fraction volumique correspondante est en-dessous de la valeur de la percolation à partir de laquelle un réseau de particules en interaction forme un chemin continu sur toute la hauteur de la cellule de mesure. On reviendra sur ce point dans la suite.

Par ailleurs, dans un processus de ressuage homogène, la localisation, caractérisée par la formation de ces canaux d'écoulement ne serait pas constatée, au moins d'un point de vue macroscopique.

3.2.2 EFFET DE LA VIBRATION

L'évolution du ressuage des pâtes ayant subi une vibration en fonction du temps pour trois rapports E/C est présentée dans la Figure 3-6. Le Tableau 3-2 reprend les grandeurs caractéristiques calculées à partir des courbes de la Figure 3-6.

On peut noter que les pâtes ayant des rapports E/C de 0.45 et 0.5 ne présentent pas de ressuage lorsqu'elles ne sont pas vibrées. Lorsque ces pâtes sont vibrées, on constate une évolution en au moins trois phases. La première phase est caractérisée par un ressuage qui n'évolue quasiment pas en fonction du temps ; c'est la période d'induction dépendante du rapport E/C, mais affectée significativement par la vibration comme le montre la Figure 3-6.

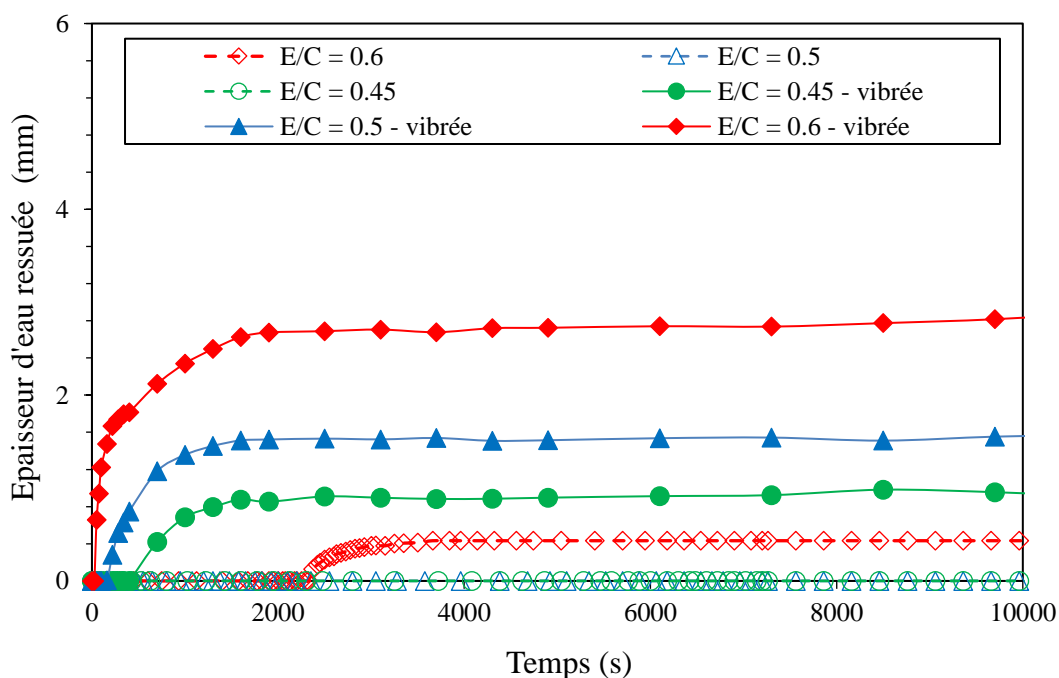


Figure 3-6 : Evolution du ressuage en fonction du temps des pâtes de ciment ayant différents rapports E/C (avec vibration)

Tableau 3-2 : Grandeurs caractéristiques de ressuage de pâtes ayant différents rapports E/C (avec et sans vibration)

	E/C 0.6	E/C 0.6 vibrée	E/C 0.5	E/C 0.5 vibrée	E/C 0.45	E/C 0.45 vibrée
Période d'induction (min)	40.0	0.42	-	2.67	-	6.67
Vitesse de ressuage ($10^{-6} \text{ m sec}^{-1}$)	0.13	9.18	0	2.17	0	1.01
Epaisseur de ressuage (mm)	0.4	2.7	0	1.5	0	0.9

En effet, comme le montre la Figure 3-7, la durée de la période d'induction d'une pâte non vibrée ayant un rapport E/C de 0.6 est de 40 minutes, alors qu'elle est de moins d'une minute (25 secondes) pour la même pâte vibrée.

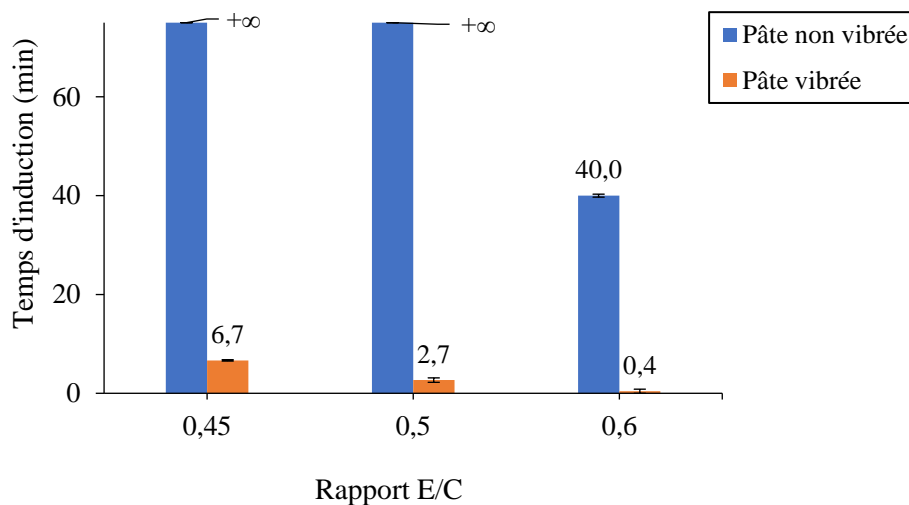


Figure 3-7 : Effet de vibration sur le temps d'induction du ressuage

Cette dépendance s'expliquerait par le fait que la présence de vibrations pourrait accentuer les forces de gravité et accélérer la sédimentation. Parallèlement, la vibration pourrait assurer une réorganisation rapide de la suspension, et chasser les bulles d'air, ce qui initierait la formation des canaux d'extraction d'eau. La vibration pourrait aussi assurer la défloculation, ce qui permettrait la libération de l'eau initialement piégée au sein des agglomérats.

Après la période d'induction, le ressuage augmente rapidement avec une vitesse quasiment constante durant la phase d'accélération, puis se stabilise à partir de 30-40 minutes (phases de consolidation et consolidation finale). On note une augmentation initiale très rapide du ressuage pour la pâte avec un rapport E/C de 0.6 suivie d'une cinétique qui ressemble à la cinétique initiale de la pâte non vibrée. Il faut souligner qu'une telle pâte ne nécessiterait pas de vibrations dans la pratique.

La vitesse de ressuage de la pâte vibrée avec E/C de 0.45 est de l'ordre de $1.01 \cdot 10^{-6}$ m/s, de $2.17 \cdot 10^{-6}$ m/s pour la pâte avec E/C de 0.5 et augmente jusqu'à environ 10^{-5} m/s pour la pâte avec E/C de 0.6. Ce taux est nul pour des pâtes non vibrées ayant rapports E/C de 0.45 et 0.5 et s'élève à $0.13 \cdot 10^{-6}$ m/s pour la pâte de rapport E/C 0.6. On pourrait penser donc à une localisation du ressuage dans les pâtes avec des E/C de 0.5 et 0.6.

Dans la littérature, il est rapporté que la vibration peut assurer un réarrangement des particules de ciment et induire une localisation avec une augmentation du nombre de canaux d'extraction d'eau [9]. Ceci pourrait expliquer, en partie, l'augmentation de la vitesse de ressuage.

Par ailleurs, la capacité de ressuage (en valeur relative) des pâtes de ciment augmente avec la présence de vibrations (Figure 3-8). En effet, les pâtes non vibrées ayant pour rapports E/C 0.45 et 0.5 ne présentent aucun ressuage avant la prise, tandis qu'elles ressuent respectivement de 3.1% et 4.3% lorsqu'elles sont vibrées. Quant à la pâte ayant un rapport E/C de 0.6, on peut noter que la présence de la vibration a entraîné une augmentation du ressuage de 31%. Comme expliqué ci-dessus, cette augmentation du ressuage serait liée en partie à l'augmentation de la vitesse due au réarrangement des particules de ciment apporté par l'effet mécanique de la vibration, mais aussi à une défloculation entraînant une libération d'eau piégée au sein des agglomérats.

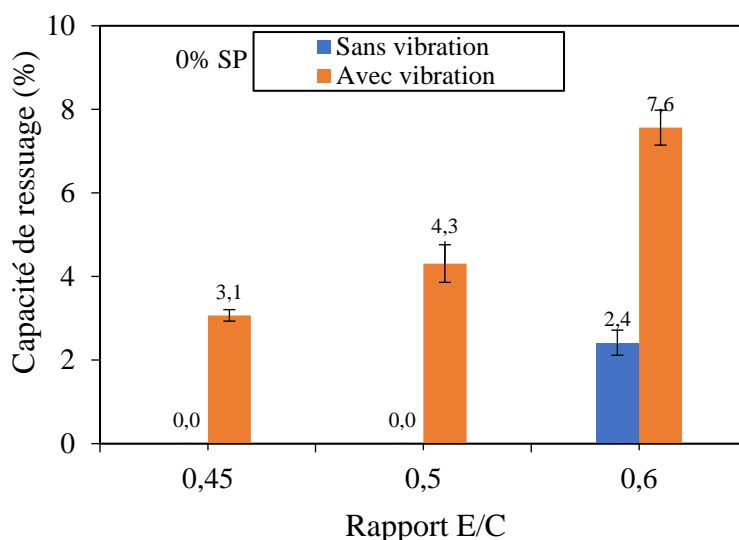


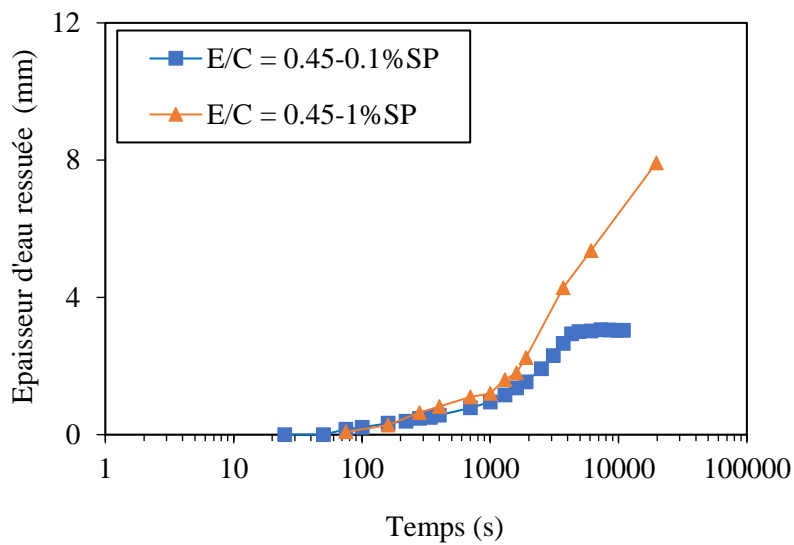
Figure 3-8 : Effet de la vibration sur le ressuage des pâtes de ciment

3.2.3 EFFET DE L'ADJUVANTATION

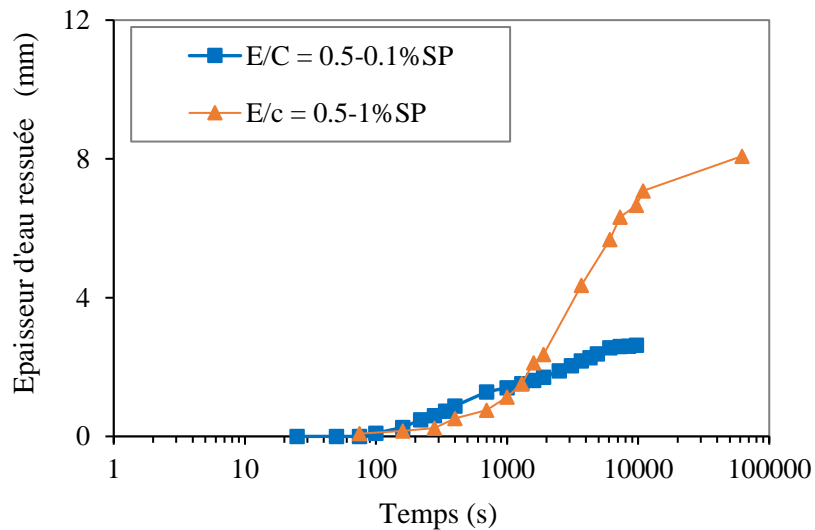
Pour étudier l'influence du superplastifiant sur le ressuage, des pâtes de ciment ayant différents rapports E/C de 0.45, 0.5 et 0.6 avec différents dosages en superplastifiant de 0.1 et 1%SP (en extrait sec) sont formulées. Ces pâtes de ciment n'ont pas subi de vibration avant la mesure du ressuage.

Il est important de souligner que l'utilisation d'un dosage de 1%SP pourrait sembler irréaliste, notamment pour les pâtes avec E/C de 0.5 et 0.6, qui ne nécessitent pas d'adjuvantation en pratique. Cependant, ce choix a été fait pour induire un ressuage excessif dans la pâte de ciment et évaluer le potentiel extrême d'extraction d'eau.

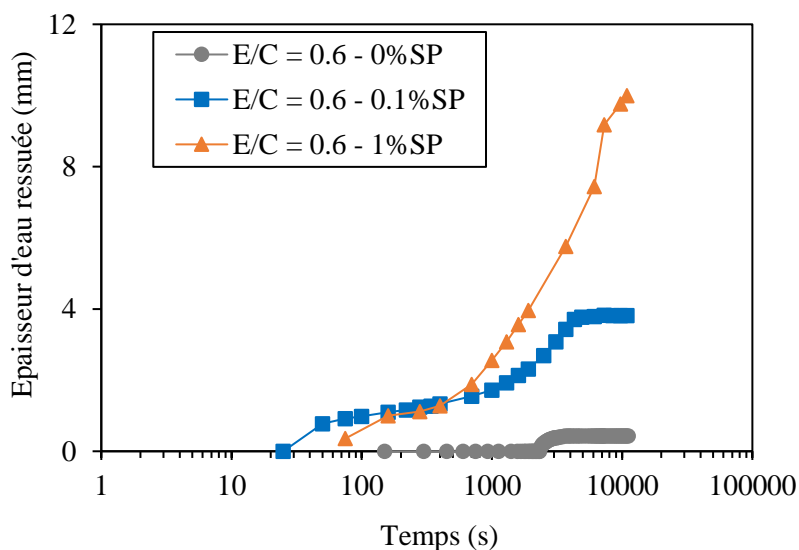
L'évolution du ressuage de la pâte de ciment en fonction du temps et du dosage en superplastifiant est présentée dans la Figure 3-9. Le Tableau 3-3 reprend les grandeurs caractéristiques calculées à partir des courbes de la Figure 3-9.



(a)



(b)



(c)

Figure 3-9 : Evolution du ressuage en fonction du temps et du dosage en SP : (a) E/C = 0.45, (b) E/C = 0.5, (c) E/C = 0.6

Tableau 3-3. Grandeurs caractéristiques de ressuage de pâtes ayant différents rapports E/C et dosages en SP

	E/C 0.45	E/C 0.45- 0.1%SP	E/C 0.45- 1 %SP	E/C 0.5	E/C 0.5- 0.1%SP	E/C 0.5- 1 %SP	E/C 0.6	E/C 0.6- 0.0%SP	E/C 0.6 -1 %SP
Période d'induction (min)	-	0.41	0.41	-	1.25	1.25	40	0.83	1.25
Vitesse de ressuage (10 ⁻⁶ m.sec ⁻¹)	0	0.72	1.16	0	1.30	1.24	0.13	0.86	1.26
Epaisseur de ressuage (mm)	0	3.0	7.9	0	2.6	8.1	0.4	3.8	10.0

On peut noter que l'évolution du ressuage se déroule en au moins trois phases. La première phase qui est la période d'induction est caractérisée par un ressuage très faible, voire nul.

La période d'induction, en plus de sa dépendance au rapport E/C et à la vibration comme montré précédemment, semble dépendre fortement du superplastifiant. En effet, la Figure 3-10 et le Tableau 3-3 montrent que pour une pâte de ciment ayant un faible rapport E/C de 0.45, la durée de la période d'induction à 0%SP est quasiment nulle en présence de superplastifiant. Quant à la pâte de ciment ayant un rapport E/C élevé de 0.6, on peut noter que la période d'induction passe de 40 minutes à 0%SP à moins d'une minute en présence de superplastifiant,

(Figure 3-10 et Tableau 3-3). Cette dépendance pourrait être liée à la dispersion des particules de ciment amenée par le superplastifiant. En effet, la présence du superplastifiant augmente la distance inter-particulaire à travers la réduction des forces colloïdales attractives [40,74,101,134]. Par conséquent, cette dispersion pourrait également augmenter les particules de tailles intermédiaires sensibles à l'effet de la force de traînée. Le système va donc se réarranger en peu de temps. L'initiation et la percolation des canaux d'extraction, s'il y a localisation, pourrait donc nécessiter moins de temps.

Par ailleurs, selon les travaux de Massoussi [58], la force de traînée ne peut pas être négligée dans une suspension de pâte de ciment avec des particules de taille intermédiaire (environ 10 μm). Il faut souligner également que les mouvements browniens pourraient aussi avoir un impact lorsque le système est fortement dilué ou adjuvanté. Roussel et al. [37] ont montré que pour des pâtes de ciment classiques, les interactions colloïdales entre les particules dominent les mouvements browniens tandis que l'effet des mouvements browniens peut jouer un rôle dans les systèmes dilués ou adjuvantés.

Il faut aussi noter qu'à fort dosage en superplastifiant (1%SP), le seuil d'écoulement de la suspension est très faible voire nul. La contrainte de cisaillement aux parois n'est donc pas suffisante pour s'opposer au ressuage.

Également, à fort dosage en SP, presque la moitié du superplastifiant n'est pas consommée par les particules de ciment, donc une partie du superplastifiant serait restée dans la suspension (voir l'isotherme d'adsorption-chapitre II), ce qui pourrait augmenter la viscosité du liquide porteur. Cette augmentation de la viscosité pourrait réduire la vitesse de ressuage et diminuer le temps de percolation de l'eau.

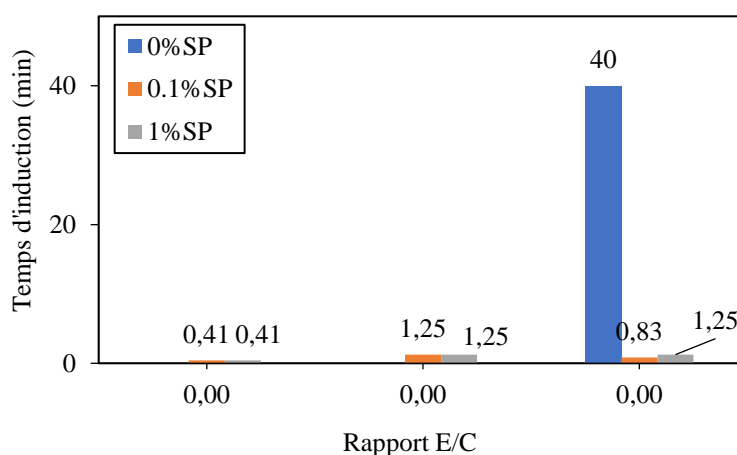


Figure 3-10 : Effet du superplastifiant sur la période d'induction

Ensuite, au-delà de la période d'induction, le ressuage augmente rapidement avec une vitesse quasiment constante, sauf pour les pâtes de ciment avec superplastifiant où le ressuage semble se stabiliser respectivement à 7 minutes et à 32 minutes, avant de ré-augmenter. Par conséquent, la présence du superplastifiant semble entraîner deux phases d'accélération.

La Figure 3-11 présente l'effet du dosage en SP sur la vitesse de ressuage (moyenne). On peut noter que la vitesse de ressuage augmente avec le dosage en SP. Cependant, dès que le système est adjuvanté, c'est-à-dire à partir de 0.1%SP, l'effet sur la vitesse n'est plus significatif. De plus, l'effet du rapport E/C sur la vitesse de ressuage devient négligeable à 1%SP puisque toutes les pâtes affichent quasiment la même vitesse de ressuage. On pourrait également penser à une localisation du ressuage en présence de superplastifiant notamment dans les pâtes fortement adjuvantées [13].

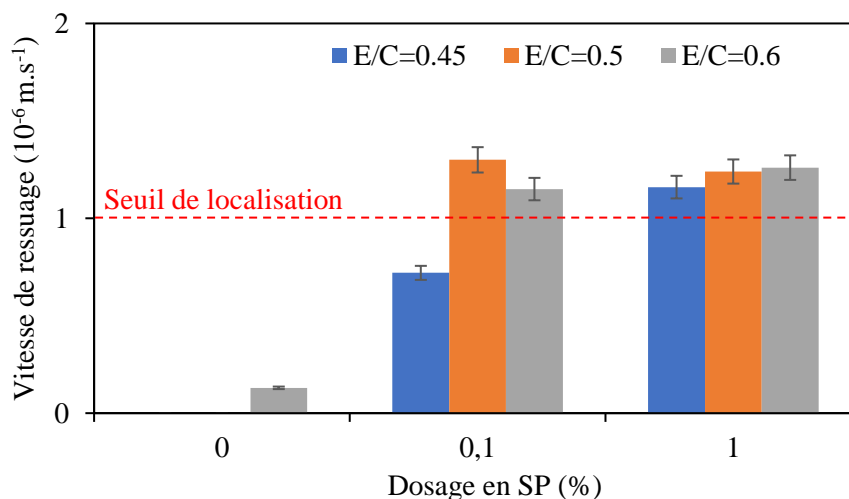


Figure 3-11 : Effet du superplastifiant sur la vitesse de ressuage

Par ailleurs, le ressuage se stabilise au bout de 30 minutes pour les pâtes sans superplastifiant, 2 à 3 heures pour les pâtes de ciment ayant 0.1%SP, alors qu'il continue d'évoluer pour les pâtes de ciment ayant 1%SP au-delà de 24 heures et parfois jusqu'à 48 heures. Ceci pourrait s'expliquer par le retard d'hydratation et la modification des phénomènes de structuration qui peuvent se produire durant la période dormante de la pâte de ciment. Ce dernier point sera étudié par la suite.

Dans le cas des pâtes fluides (comme la pâte de ciment ayant un rapport E/C de 0.6), le seuil d'écoulement est inexistant, et la présence du superplastifiant pourrait induire une localisation comme le montre la Figure 3-12 à travers l'observation de canaux d'extraction d'eau.

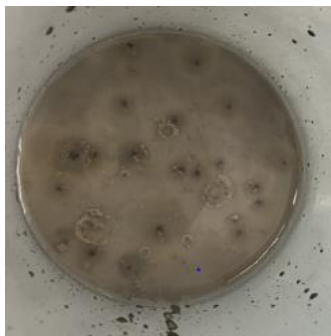


Figure 3-12 : Canaux d'extraction d'eau visibles dans la pâte avec E/C de 0.6 et 0.1%SP

En ce qui concerne la capacité de ressuage, on peut noter qu'elle augmente avec le superplastifiant (Figure 3-13). Cette augmentation pourrait s'expliquer par le fait que la présence du superplastifiant assure la dispersion et la désagglomération, ce qui libère l'eau initialement piégée au sein des agglomérats et augmente le ressuage.

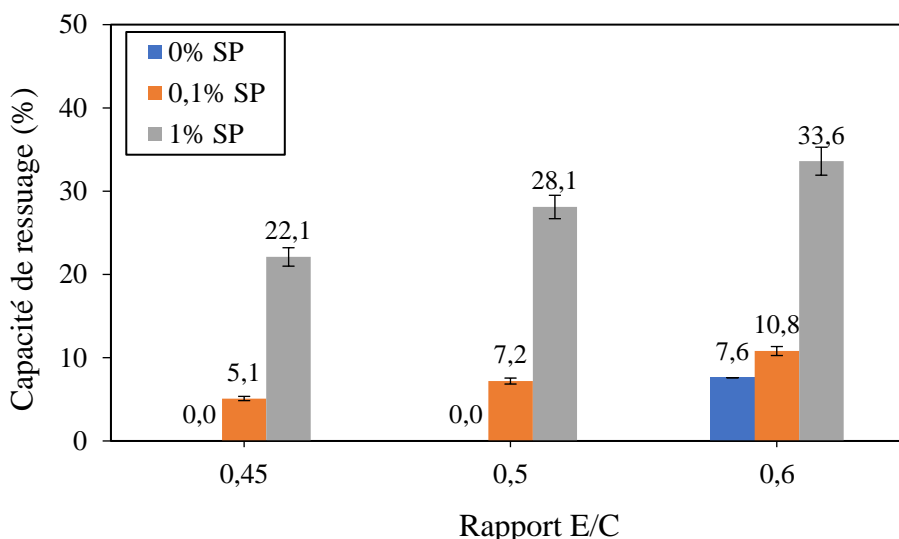


Figure 3-13 : Effet du superplastifiant sur la capacité de ressuage des pâtes ayant différents rapports E/C

A souligner que le transport des particules de tailles intermédiaires vers la surface par les forces de traînée, pourrait expliquer le surnageant turbide observé sur des pâtes adjuvantées. Il semble que plus le dosage en superplastifiant augmente, plus la turbidité de l'eau ressuée augmente contrairement à une pâte de ciment sans superplastifiant où le surnageant est clair (pâte de ciment ayant rapport E/C de 0.5 et 0%SP) (Figure 3-14). En effet, la dispersion induite par le superplastifiant génère des particules fines qui mettent plus de temps à sédimenter et restent en suspension dans le surnageant. La limite entre le surnageant très turbide (parfois opaque) devient donc difficile à déterminer avec des observations visuelles. La technique de mesure basée sur la « turbidimétrie » permet de déterminer cette limite de façon plus précise.

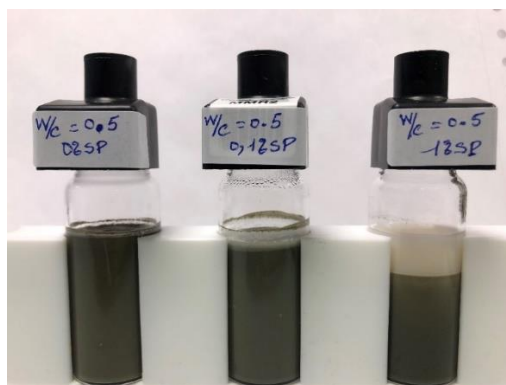
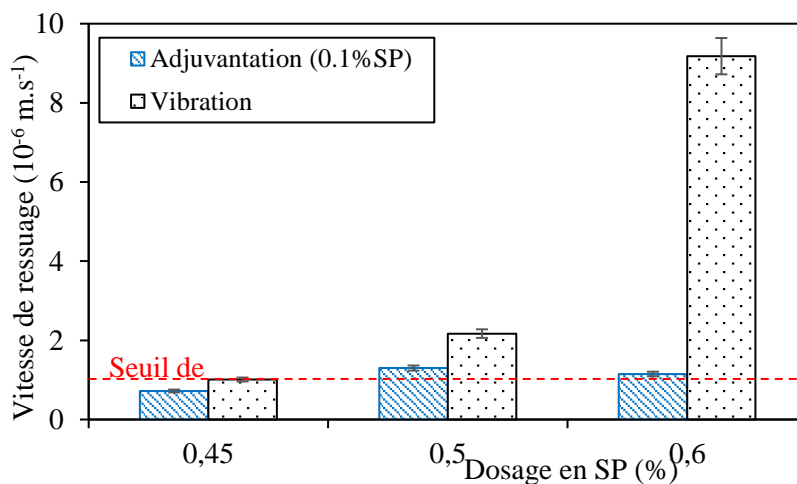
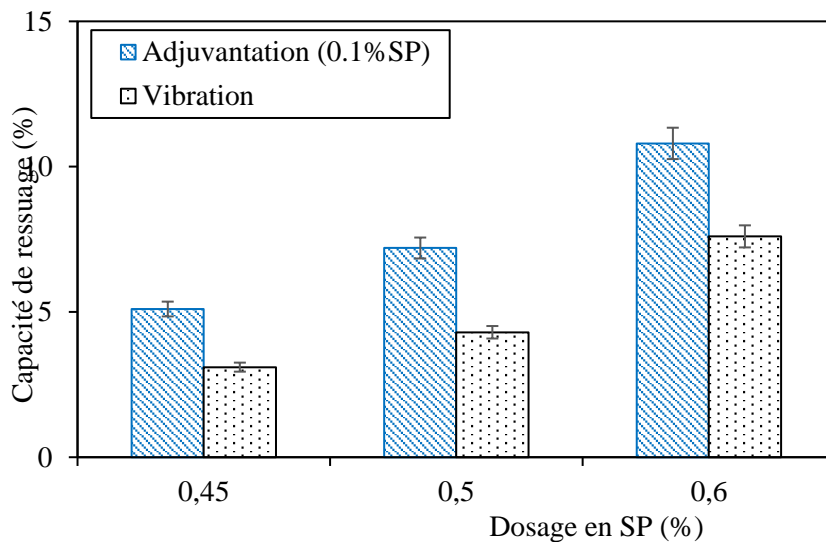


Figure 3-14 : Exemple des colonnes de sédimentation de pâtes de ciment ayant différents dosages en superplastifiant

Par ailleurs, la Figure 3-15 présente une comparaison de l'influence de la vibration et de l'adjuvantation (0.1%SP) sur la vitesse de ressuage. On peut constater que la vibration induit des vitesses de ressuage plus élevées que l'adjuvantation, notamment pour les pâtes à fort rapport E/C (0.6). Ces pâtes qui ne nécessitent pas d'adjuvantation en pratique, pourraient être vibrées. Il faudra donc prêter une attention particulière à l'effet de la vibration sur la vitesse de ressuage. Cependant, l'effet de l'adjuvantation sur la capacité de ressuage semble plus prononcé que celui de la vibration. La libération d'eau par défloculation électro-stérique semble plus efficace que celle induite par effet mécanique lié à la vibration.



(a)



(b)

Figure 3-15 : Effet de la vibration et de l'adjuvantation (0.1%SP) sur la vitesse de ressuage (a) et la capacité de ressuage (b)

3.3 DISCUSSION SUR LES MECANISMES DE RESSUAGE

La pâte de ciment est une suspension de particules minérales qui peuvent subir une dissolution progressive avec une précipitation d'hydrates à la surface. Sa stabilité vis-à-vis du ressuage résulte de la compétition entre les interactions colloïdales et les forces de gravité [35]. En plus de ces forces principales, d'autres forces pourraient être impliquées. Les mouvements browniens qui concernent les particules submicroniques, la force de traînée visqueuse qui concerne les particules de taille intermédiaire et les forces de cisaillement dues aux parois [9]. L'effet du rapport E/C, de la vibration et de l'adjuvantation pourrait être discuté à partir de ce bilan d'interactions.

Le rapport E/C, lié à la fraction volumique solide, est un paramètre qui affecte significativement le ressuage des suspensions cimentaires. Cette dépendance pourrait s'expliquer par la compacité du squelette solide qui conditionne également les interactions présentes.

Pour une pâte de ciment ayant un faible rapport E/C, le système aurait une compacité initiale élevée et la vitesse de ressuage initiale serait faible (induite par une faible perméabilité). De plus, la force de traînée n'est pas capable de réorganiser le système rapidement. Ce qui pourrait expliquer l'existence d'une période d'induction plus longue. De plus, compte-tenu du

seuil d'écoulement, les forces de cisaillement aux parois sont plus élevées et pourraient s'opposer au ressuage.

Par ailleurs, dans des pâtes à faible rapport E/C, la distance inter-particulaire étant faible [66], les interactions colloïdales et éventuellement les contacts directs sont susceptibles de dominer les forces de gravité. Ce type de pâtes présente un très faible ressuage qui pourrait même être négligeable.

Par contre pour une pâte ayant un rapport E/C élevé, le seuil d'écoulement serait faible et les forces de cisaillement aux parois peuvent être négligeables. Le système étant moins compact (dispersé), les forces colloïdales attractives sont plus faibles et les forces de gravités pourraient être dominantes. La forces de traînées visqueuses est donc capable d'entraîner une réorganisation plus rapide du système.

Dans les pâtes de ciment ayant subi une vibration, les forces de gravité sont favorisées. De plus, la vibration (apportée par le votex) pourrait induire une défloculation des particules. Ceci pourrait entraîner plus de particules de tailles intermédiaires ; la réorganisation du système par la force de traînée est donc facilitée. Par ailleurs, la vibration permet d'apporter une contrainte de cisaillement, réduisant l'effet du seuil d'écoulement notamment aux interfaces.

En ce qui concerne les pâtes de ciment avec superplastifiant, on peut noter que le superplastifiant réduit les interactions colloïdales et améliore la dispersion [39,42]. Par conséquent, la force de gravité pourrait dominer et favoriser la sédimentation. Cette dispersion pourrait générer des particules de ciment plus fines plus sensibles à l'effet de la force de traînée. La réorganisation du système est plus rapide et une localisation pourrait se produire avec formation de canaux préférentiels. Le seuil d'écoulement étant très faible en présence du superplastifiant, cela pourrait entraîner de faibles forces de cisaillement aux parois qui ne seraient pas capables de s'opposer au ressuage. Les mouvements browniens pourraient aussi influencer le système et maintenir les particules les plus fines en suspension, notamment dans le surnageant.

3.3.1 RESSUAGE ET SEUIL D'ÉCOULEMENT

Le seuil d'écoulement ou la contrainte seuil caractérise la contrainte minimale à apporter à la suspension pour observer une première évidence de l'écoulement. Dans les suspensions colloïdales, il puise son origine dans le réseau de particules structuré par les interactions colloïdales attractives (type Van der Waals) et éventuellement des contacts directs [37]. Il peut être mesuré de différentes manières. Lorsque ce seuil d'écoulement est déterminé à travers une

extrapolation d'une loi d'écoulement (type Bingham ou Herschel-Bulkley) sur un rhéogramme déterminé par l'application d'une rampe avec pallier descendant, on parle de seuil d'écoulement dynamique. Celui-ci correspond à l'arrêt d'écoulement ou le figeage d'un matériau fraîchement malaxé. En revanche, lorsque le seuil est mesuré à l'aide de la méthode scissométrique (application d'une vitesse très faible maintenue constante), on parle de seuil d'écoulement statique qui correspond à la contrainte nécessaire pour déclencher un écoulement. Généralement, le seuil statique est plus élevé que le seuil dynamique [135].

La dépendance du seuil d'écoulement au rapport E/C, ou bien à la fraction volumique est bien documentée dans la littérature scientifique [35,37,43]. Le seuil, comme la viscosité, suit une loi exponentielle type Krieger-Dougherty [136]. En effet, pour des rapports E/C élevés (ou fractions volumiques faibles), le seuil d'écoulement est très faible voire nul ; la suspension n'est alors pas structurée. Le seuil apparaît à partir d'un certain rapport E/C, ou bien une fraction volumique appelée fraction de percolation à partir de laquelle un réseau de particules structuré par des interactions colloïdales apparaît. Le seuil augmente en fonction de la fraction volumique (E/C décroissant), mais à partir d'une certaine fraction volumique, le seuil diverge et augmente de façon exponentielle. Cette fraction volumique peut s'apparenter à la compacité maximale, mais Roussel et al. [37] précisent qu'elle dépend de la floculation de la suspension. Le comportement de la suspension est régi par les forces colloïdales à partir d'un certain rapport E/C (percolation), mais à partir de 80% environ de la fraction à partir de laquelle le seuil diverge, le comportement devient frictionnel [15,37], en d'autres termes, des contacts directs apparaissent dans la suspension [37].

L'apparition des différentes interactions (colloïdales, contacts) pourrait donc expliquer, en partie, la dépendance du ressuage au rapport E/C. Lorsque le rapport E/C est élevé (proche ou inférieur à la percolation), les particules de ciment ne sont pas structurées par les forces attractives, et la force de gravité domine. Le ressuage dans de telles suspensions cimentaires pourrait s'apparenter à de la sédimentation empêchée.

Par ailleurs, lorsque le rapport E/C suffisamment faible pour qu'une percolation soit possible, des forces attractives entre particules structurent un chemin de percolation sur toute la colonne de ressuage et sont capables de s'opposer à la force de gravité. La suspension se tasse sous son propre poids et expulse l'eau à travers la porosité.

Cependant, lorsque le rapport E/C est très faible et proche de la fraction volumique à partir de laquelle le seuil d'écoulement diverge, des contacts directs entre particules

apparaissent et le ressuage devient négligeable voire nul. Il faut noter également que le potentiel d'eau susceptible de ressuier diminue également avec la diminution du rapport E/C.

Pour illustrer la dépendance du ressuage au seuil d'écoulement, la Figure 3-16 présente la variation du ressuage et du seuil d'écoulement en fonction du rapport E/C et du dosage en superplastifiant (SP). Comme le montre la Figure 3-16, lorsque le seuil d'écoulement est de l'ordre de 10 à 50 Pa, le ressuage devient négligeable. Il semble également que les fractions volumiques caractéristiques soient dépendantes de l'adjuvantation.

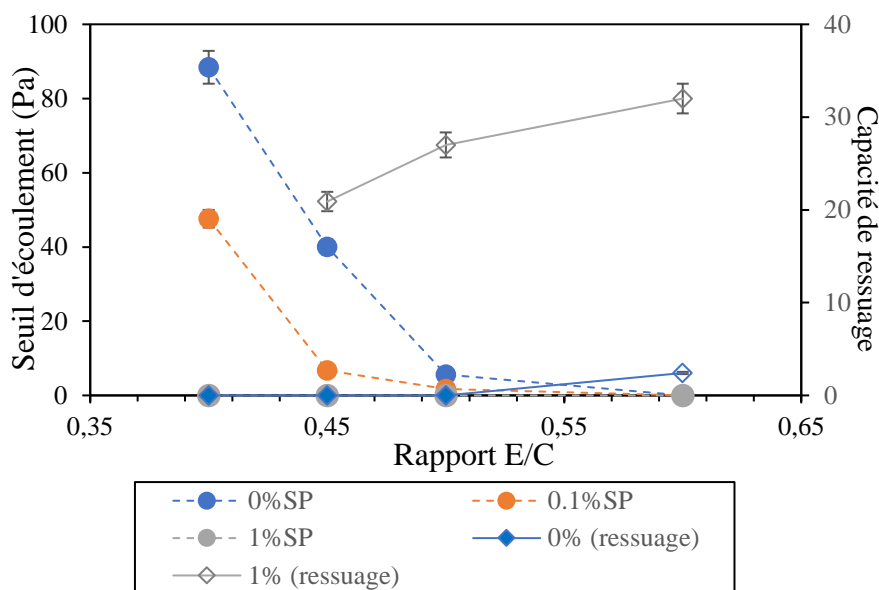


Figure 3-16 : Ressuage et seuil d'écoulement en fonction du rapport E/C

Par ailleurs, la dispersion apportée par l'adjuvantation, illustrée par la diminution du seuil d'écoulement, pourrait avoir plusieurs effets sur le ressuage. En effet, le superplastifiant s'adsorbe sur les particules de ciment et agit par répulsion électro-stérique pour améliorer la dispersion [39,42]. Cela conduit à la libération d'eau initialement piégée au sein des agglomérats [43,83,137]. Cette libération d'eau pourrait donc expliquer l'augmentation de la capacité de ressuage d'une pâte de ciment en présence du superplastifiant. La Figure 3-17 illustre l'action de défloculation du superplastifiant.

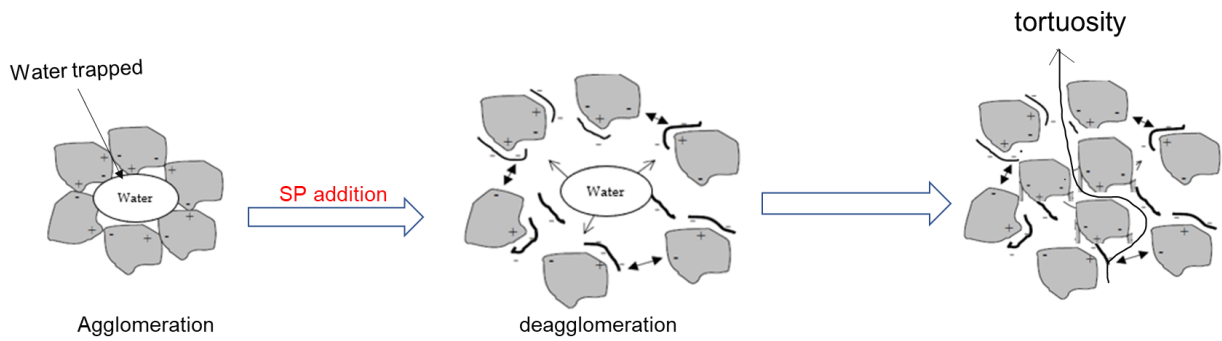


Figure 3-17 : Action de désagglomération d'un superplastifiant

Par ailleurs, cette dispersion pourrait impacter la perméabilité de la pâte de ciment. Ce qui pourrait influencer l'évolution du ressuage. Selon l'équation de Kozeny-Carman [19], la perméabilité ou la vitesse de ressuage est une constante. Cependant, Powers suggère que cette loi est mieux adaptée pour les systèmes de particules sphériques non floculées contrairement au matériau cimentaire qui est un système floculé « évolutif ». Perrot et al. [15] ont montré une diminution de la perméabilité des pâtes de ciment à l'état frais avec le dosage en superplastifiant. Il convient de noter que la détermination de la perméabilité dans leur étude a été effectuée via des essais œdométriques adaptés en utilisant la théorie de la consolidation. La perméabilité a été ainsi déterminée sur des échantillons consolidés. Lorsqu'une consolidation préalable est appliquée, l'amélioration de la compacité due à la bonne dispersion des particules de ciment par le superplastifiant entraîne naturellement une diminution de la perméabilité. Houssain et al. [138] ont montré que la perméabilité déterminée par un essai œdométrique ne reflète pas le comportement réel du matériau.

Il faut également souligner que Massoussi et al. [9] ont travaillé sur des pâtes de ciment sans superplastifiant et ont montré que la perméabilité n'est pas une constante mais elle varie en fonction des phases du ressuage. En effet, la période d'induction est caractérisée par une perméabilité constante ; cette période est suivie d'une période d'accélération pendant laquelle des canaux d'extraction peuvent se former en conduisant à une augmentation locale de la perméabilité. Ensuite, le milieu étant réorganisé et hétérogène, la perméabilité devient constante lors de la phase de vitesse d'extraction constante d'eau, avant de diminuer durant la phase de consolidation et finir par s'annuler à la consolidation finale.

Afin d'examiner la microstructure d'une pâte de ciment fraîche avec et sans superplastifiant, des mesures micro tomographiques sont réalisées sur deux systèmes. Une pâte de ciment ayant un rapport E/C de 0.45 sans adjuvant (relativement homogène) et avec 0.5%SP (pâte ressuable). Les résultats montrent qu'une pâte de ciment sans superplastifiant (Figure

3-18- a), présente des défauts. Ces défauts pourraient être des bulles d'air et/ou des effets de l'agglomération (vides, eau). Par contre, en présence de superplastifiant tous ces défauts ont quasiment disparu et la suspension semble plus homogène. Ces observations suggèrent que les défauts pourraient agir comme des inclusions et gêner la percolation d'eau vers la surface. Ceci pourrait expliquer également l'effet de la dispersion sur le ressuage.

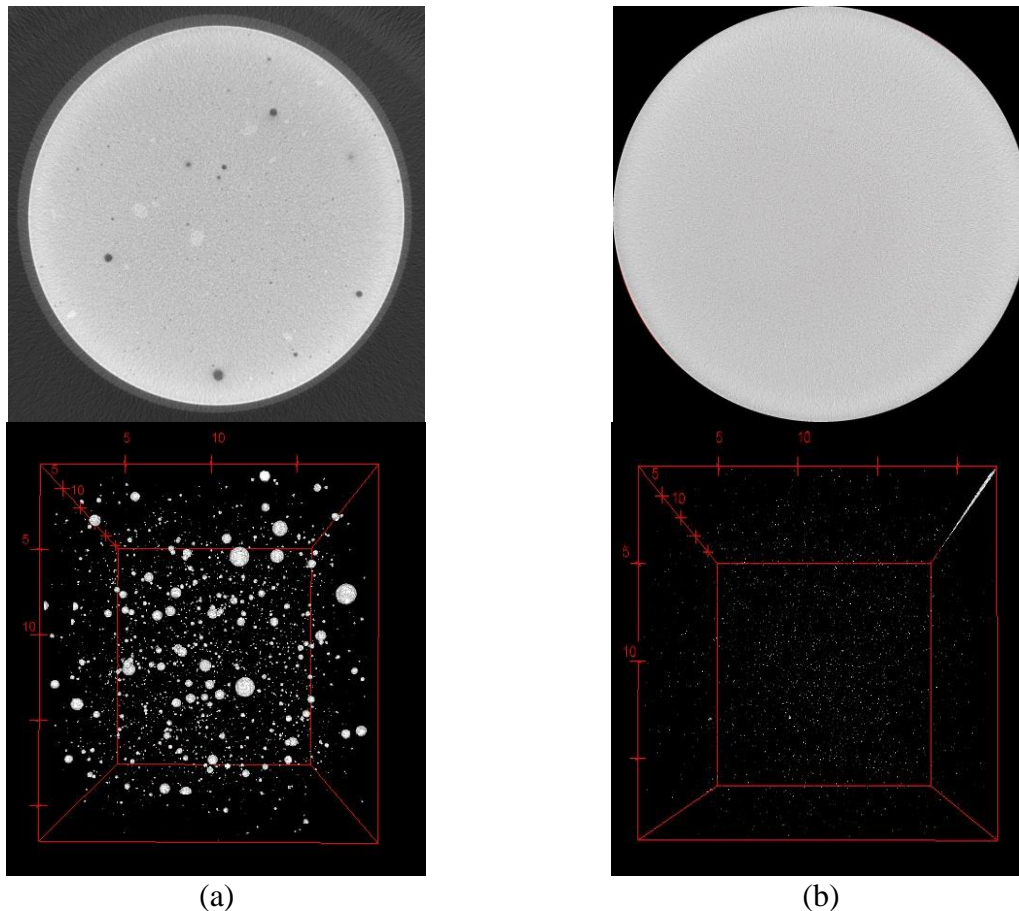


Figure 3-18 : Images tomographiques et reconstruction 3D d'une pâte de ciment a) E/C = 0.45, 0%SP, b) E/C = 0.45, 0.5%SP

3.3.2 RESSUAGE ET PERMEABILITE

La perméabilité initiale de la pâte de ciment peut être estimée en utilisant la relation proposée par Powers [19]. Cette relation peut être démontrée en utilisant les conditions initiales dans l'écriture de la loi de conservation du volume solide et liquide (eau) (loi de Terzaghi et Darcy). Cette démonstration a déjà été réalisée par Josserand et al. [8]. La perméabilité initiale peut donc être estimée selon l'équation (3-1) :

$$K(\emptyset) = V_{IR}(\emptyset_0(d_s - 1))^{-1} \quad (3-1)$$

Avec :

- V_{IR} : vitesse initiale du ressuage (m/s) ;
- $K(\emptyset_0)$: coefficient de perméabilité initiale en (m/s) ;
- \emptyset_0 : compacité initiale du mélange ;
- d_s : densité du ciment anhydre.

La Figure 3-19 présente l'effet du rapport E/C sur la perméabilité initiale. Il semble que cette perméabilité suive une relation linéaire en fonction du rapport E/C. Perrot et al. [15] ont également constaté une augmentation de la perméabilité avec le rapport E/C. A noter que les valeurs obtenues sont du même ordre de grandeur que celles de la littérature scientifique [13,15,85].

La dépendance de la perméabilité des pâtes cimentaires au rapport E/C (ou à l'indice des vides) peut être décrite par la relation de Kozeny-Carman ou par les équations de Taylor [15,85]. Cependant, ces relations ne prennent pas en compte les interactions entre les particules de ciment. La dispersion induite par la présence de superplastifiant (ou par la vibration) n'est donc pas considérée. L'augmentation de la perméabilité en fonction du rapport E/C peut aussi être liée au phénomène de localisation et de formation de canaux d'extraction d'eau lors du ressuage [9].

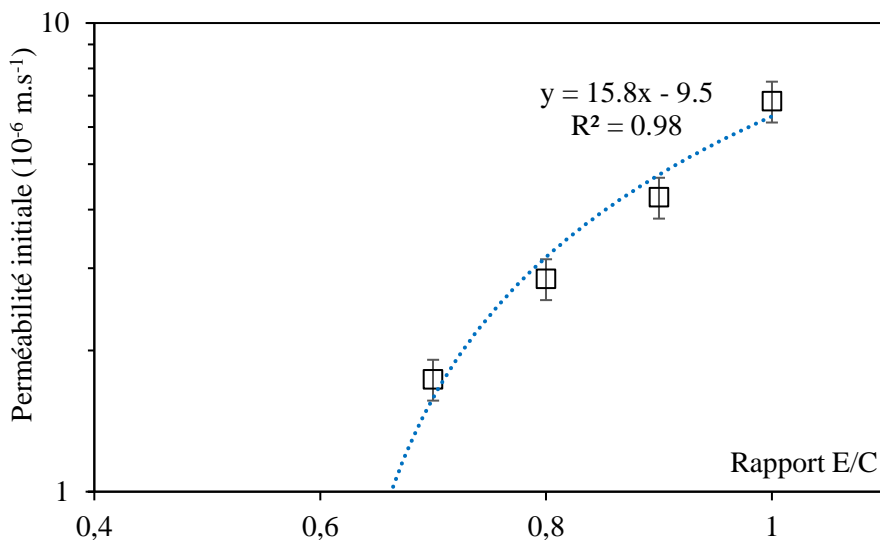


Figure 3-19 : Effet du rapport E/C sur la perméabilité initiale

Par ailleurs, l'effet de l'adjuvantation sur la perméabilité initiale est présenté dans Figure 3-20. Comme le montre cette figure, le dosage en SP induit une augmentation de la perméabilité initiale.

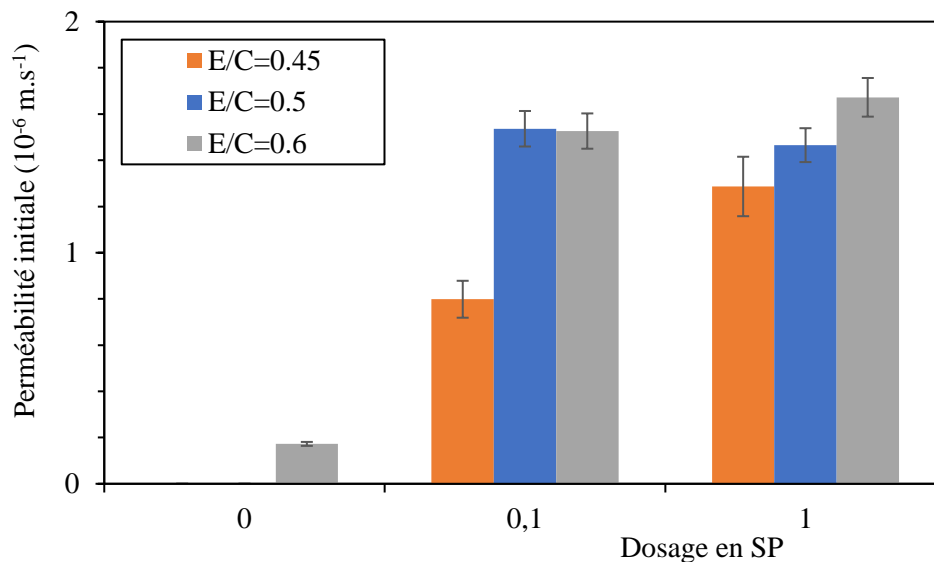


Figure 3-20 : Effet de l'adjuvantation sur la perméabilité initiale

Perrot et al. [15] ont constaté une diminution de la perméabilité avec l'addition du superplastifiant. Ils expliquent cette diminution par la défloculation qui induit un réseau poreux plus fin augmentant la résistance à l'écoulement dans le matériau. La différence avec les résultats obtenus dans cette étude peut provenir de plusieurs causes. Tout d'abord, la mesure de perméabilité à l'aide d'un essai œdométrique en utilisant la loi de Darcy ne permet pas de tenir compte des phénomènes de localisation qui peuvent se produire dans une pâte qui resseue seulement sous l'effet de la gravité. De plus, la défloculation permet de libérer l'eau piégée au sein des agglomérats augmentant ainsi la pression interstitielle. Finalement, les bulles d'air ou agglomérats peuvent agir comme des inclusions bloquant le mouvement d'eau vers la surface et augmentant la résistance à l'écoulement, notamment en l'absence d'adjuvantation.

3.3.3 RESSUAGE ET HYDRATATION

Afin d'étudier l'effet du retard d'hydratation sur l'évolution du ressuage, un suivi d'hydratation a été réalisé. Les dosages en superplastifiant sont de 0.1 et 1%SP. Le temps de prise et la durée de la période dormante sont déterminés à l'aide de la norme ASTM C1679-14.

La présence du superplastifiant peut modifier fortement l'hydratation (effet retard). L'évolution du flux de chaleur en fonction du temps et du dosage en superplastifiant est présentée dans la Figure 3-21 pour une pâte avec E/C de 0.45. Les résultats montrent que la

présence du superplastifiant induit une augmentation de la durée de la période dormante et du temps de prise. L'effet du superplastifiant sur le pic principal et le pic des sulfates (déplétion) est bien documenté dans la littérature. Dans ce travail, seule la période dormante et le temps de prise sont exploités.

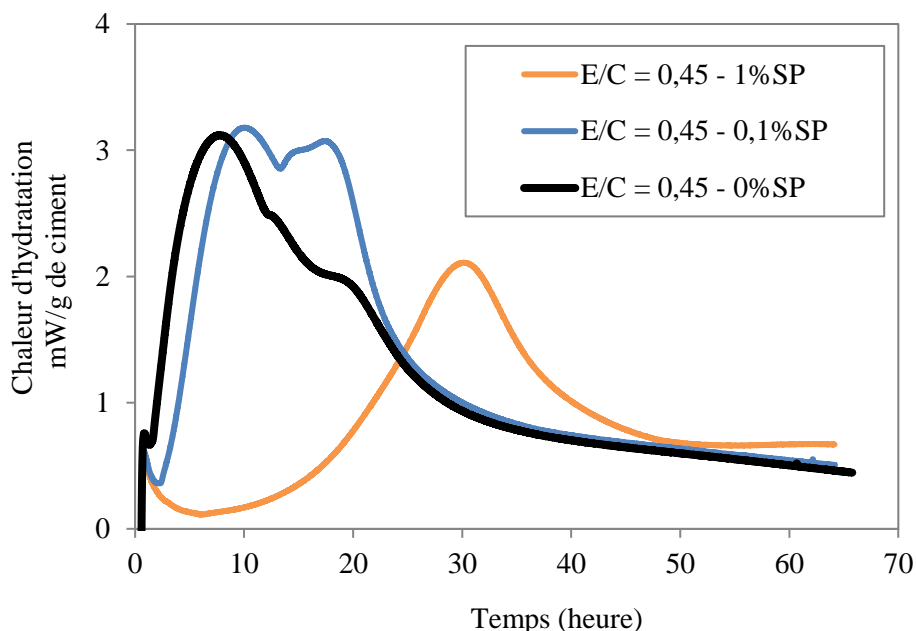
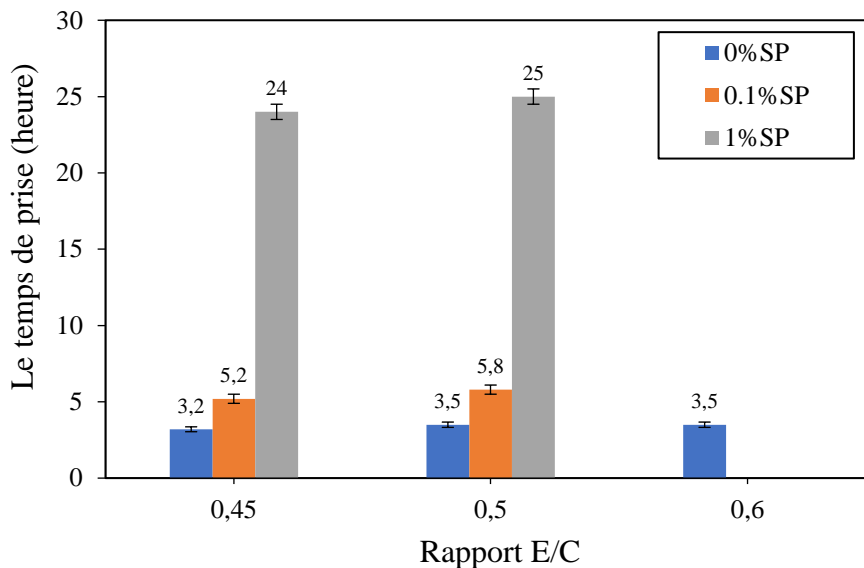
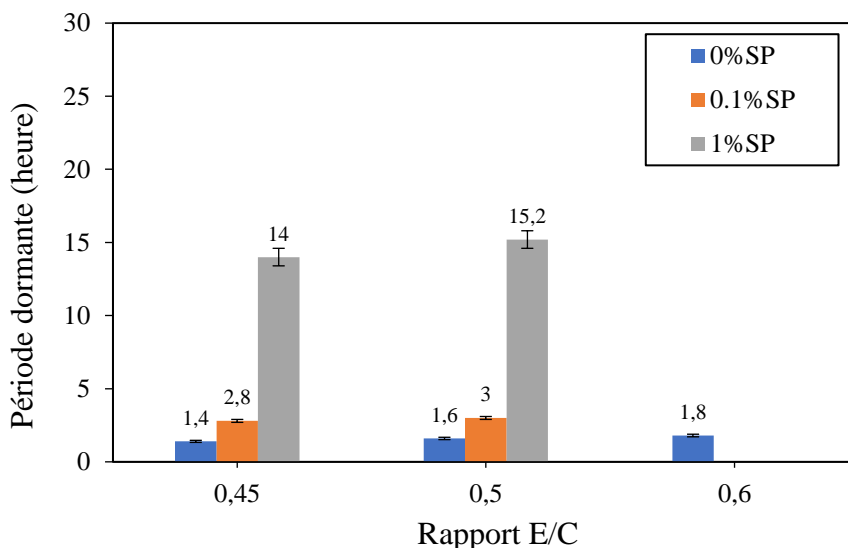


Figure 3-21 : Suivi d'hydratation d'une pâte de ciment ayant différents dosages en SP

La Figure 3-22 présente l'effet du rapport E/C et du dosage en superplastifiant sur le temps de prise et la période dormante. On peut d'abord noter que pour les pâtes non-adjuvantées, le rapport E/C n'affecte pas la période dormante et le temps de prise. Par contre, l'addition du superplastifiant engendre un retard de prise qui augmente avec le dosage et qui peut aller au-delà de 24 h pour les pâtes avec 1%SP. La période dormante est fortement rallongée avec le dosage en SP.



(a)



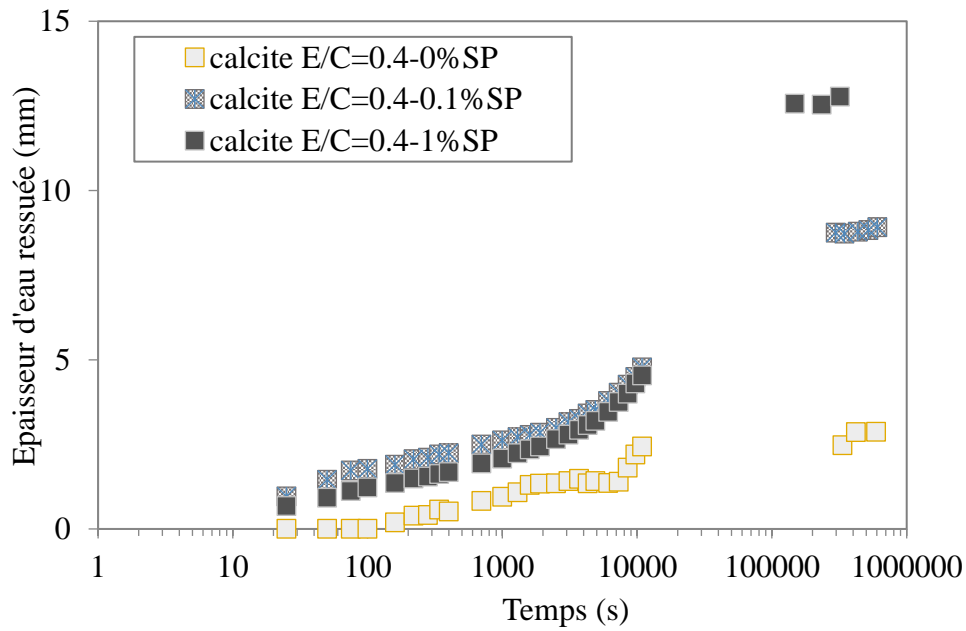
(b)

Figure 3-22 : Effet du rapport E/C et du dosage en SP sur le temps de prise (a) et la période dormante (b)

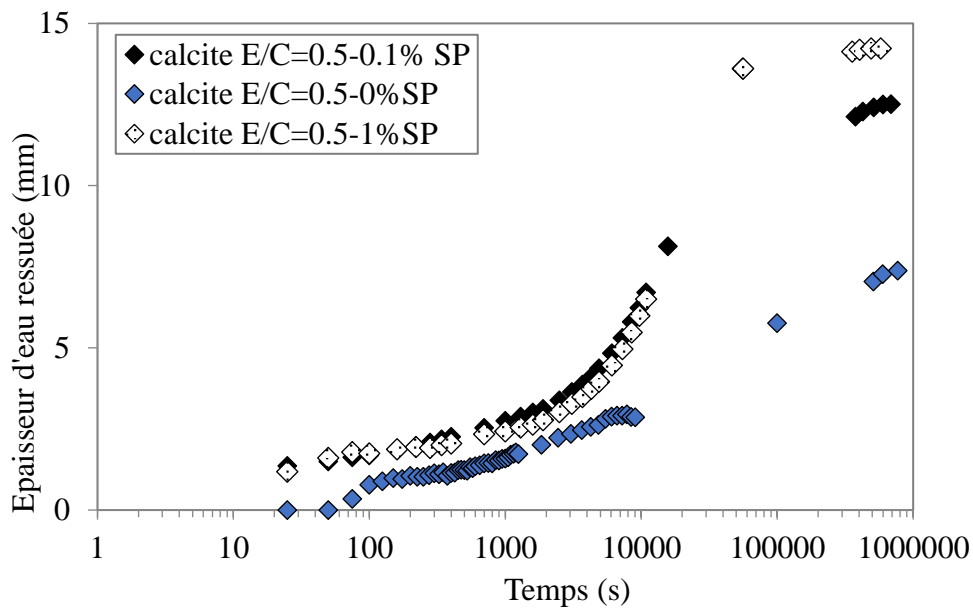
Pour s'affranchir de l'effet de la réactivité, des suspensions de calcite¹ sont préparées dans l'eau déionisée. Deux rapports eau/calcite (E/C) et trois taux d'adjuvantation sont utilisés. La Figure 3-23 présente l'évolution du ressuage sur ces suspensions de calcite. On peut constater que le ressuage évolue de façon similaire à celui des pâtes cimentaires. Cependant, le ressuage ne se stabilise qu'à partir de 2 jours et même 5 jours pour les suspensions avec E/C de 0.5. Cette évolution ressemble aux tassements des sols fins pour lesquels le tassement évolue

¹ La calcite, dont les propriétés granulaires sont proches de celles du ciment, est souvent utilisée pour mimer le comportement du ciment à l'état frais et pour s'affranchir de l'effet de la réactivité [147,148].

sur plusieurs jours, voire plusieurs mois. Ces résultats montrent que pour un système réactif tel que la pâte de ciment, la stabilisation du ressuage serait influencée par l'hydratation initiale et l'évolution du matériau vers la prise. L'effet retard engendré par la présence du superplastifiant, en plus de l'effet de défloculation peuvent expliquer le ressuage plus important des pâtes adjuvantées qui disposent de plus de temps pour ressuer.



(a)



(b)

Figure 3-23 : Evolution du ressuage sur des suspensions de calcite (dans l'eau déionisée) : (a) rapport eau/calcite (E/C) de 0.4, (a) rapport eau/calcite (E/C) de 0.5

3.3.4 RESSUAGE ET STRUCTURATION

La période dormante est caractérisée par un dégagement de chaleur très faible qui ne permet pas de comparer les systèmes entre eux. Seule la durée de cette période dormante peut être exploitée. Cependant, durant cette période dormante, des phénomènes de structuration dus à la floculation par des forces attractives et aux ponts d'hydrates (notamment C-S-H) pouvant se former entre les particules se produisent [139,140]. La calorimétrie n'est pas capable de détecter ces changements microstructuraux. Une des signatures macroscopiques de ces changements est l'augmentation du seuil d'écoulement avec le temps de repos [82,139,141,142]. Pour cela, des mesures de l'évolution du seuil d'écoulement pendant la période dormante ont été réalisées.

La Figure 3-24 présente l'évolution du seuil d'écoulement statique en fonction du temps de repos et du rapport E/C. On peut d'abord noter que le seuil d'écoulement statique augmente de façon quasi-linéaire jusqu'à 40 minutes avant d'augmenter rapidement. L'augmentation initiale du seuil serait essentiellement due aux forces attractives, alors que la deuxième augmentation (plus rapide) serait plutôt provoquée par l'effet de pontage des premiers hydrates [82]. Cette augmentation serait liée à la formation des premiers hydrates dans la pâte. A noter que les seuils d'écoulement statiques de la pâte ayant un rapport E/C de 0.6 sont toujours inférieurs aux ceux de la pâte témoin (pâte ayant un rapport E/C de 0.45).

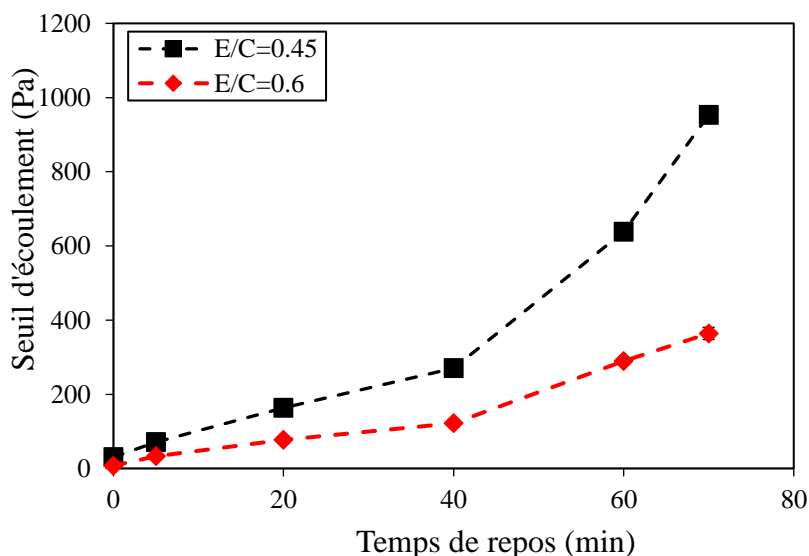


Figure 3-24 : Evolution du seuil d'écoulement statique en fonction du temps de repos et du rapport E/C

Par contre, la présence du superplastifiant affecte significativement la structuration de la pâte cimentaire comme le montre la Figure 3-25. Cette diminution du seuil d'écoulement, pourrait s'expliquer par l'effet retard d'hydratation et de dispersion qui affecte la capacité de déformation de la pâte.

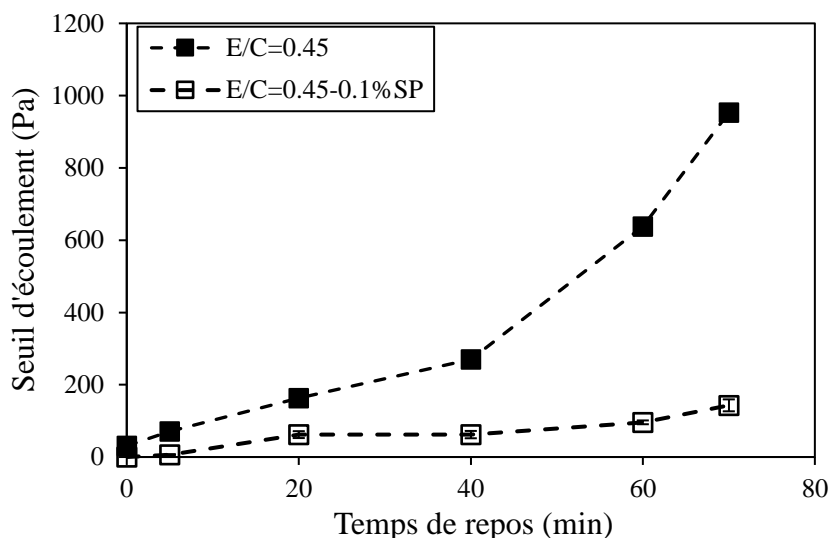


Figure 3-25 : Evolution du seuil d'écoulement statique en fonction du temps de repos et du dosage en SP

La structuration de la pâte pourrait donc jouer un rôle dans l'évolution du ressuage. Cependant, ces phénomènes de structuration sont complexes et difficiles à caractériser. En plus de l'effet des forces attractives et des ponts d'hydrates, une dissolution des particules qui pourrait également modifier la force ionique de la solution interstitielle favorisant encore l'agglomération peut se produire. L'effet physique représenté par les forces attractives et l'effet chimique par la dissolution/précipitation seraient intimement liés, et affecteraient la capacité de déformation de la pâte. Un schéma simplifié pour expliquer l'effet de la structuration sur le ressuage est présenté dans la Figure 3-26.

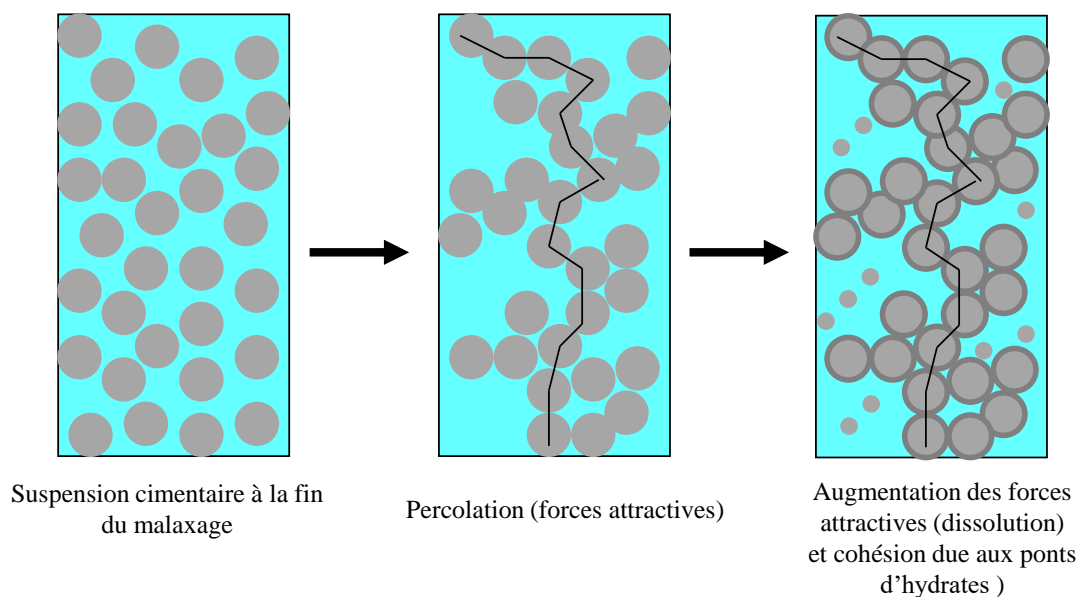


Figure 3-26 : Schéma illustratif du phénomène de structuration inspiré de celui proposé par Nonat [140]

Les mécanismes de ressuage font intervenir des considérations physico-chimiques intimement liées. L'état de dispersion conditionnée par la fraction volumique et l'adjuvantation affecte non seulement le piégeage (ou la libération) de l'eau au sein des agglomérats, mais aussi la perméabilité de la suspension. Elle conditionne également le seuil d'écoulement de la suspension et les forces entre particules. Elle pourrait également avoir un effet sur le pontage dû aux premiers hydrates formés. La vibration, quant à elle, permettrait de disperser les particules de ciment et d'augmenter l'effet de la force de gravité. Elle permet également de réduire l'effet du seuil d'écoulement, notamment aux interfaces pour la mise en place de la suspension. Finalement, l'adjuvantation, en plus des effets cités, induit un retard d'hydratation et de prise qui rallonge la période pendant laquelle le ressuage peut évoluer. Elle permettrait aussi de réduire les défauts dans le système (bulles d'air et/ou agglomérats) qui agissent comme des inclusions et ralentissent la percolation d'eau vers la surface.

Dans la suite, on s'intéressera à l'effet du ressuage sur la microstructure et les propriétés de la pâte cimentaire à l'état durci.

3.4 EFFET DU RESSUAGE SUR LES PROPRIETES DE LA PATE DE CIMENT DURCIE

3.4.1 EFFET SUR LA MICROSTRUCTURE

Afin d'étudier l'effet du ressuage sur la microstructure des pâtes cimentaires à l'état durci, des mesures ont été réalisées par prélèvement de volume d'eau ressuée et par pesée dans

des moules cylindriques de dimensions 70 x 160 mm². Des échantillons prélevés par sciage à 5 mm des surfaces haute et basse ont été analysés par ATG et DRX. Des mesures de porosité à l'eau et à mercure ont également été réalisées. Pour ces caractérisations, une pâte de ciment avec E/C de 0.45 qui n'a pas beaucoup ressue, une pâte ayant ressue sous l'effet de l'adjuvantation (E/C de 0.45 et 0.2% SP) et une pâte ayant ressue sous l'effet du rapport E/C (E/C = 0.6) ont été choisies. Le ressuage mesuré sur les éprouvettes destinées aux essais est présenté dans la Figure 3-27. On peut retenir que le ressuage est élevé même à des dosages raisonnables en superplastifiant.

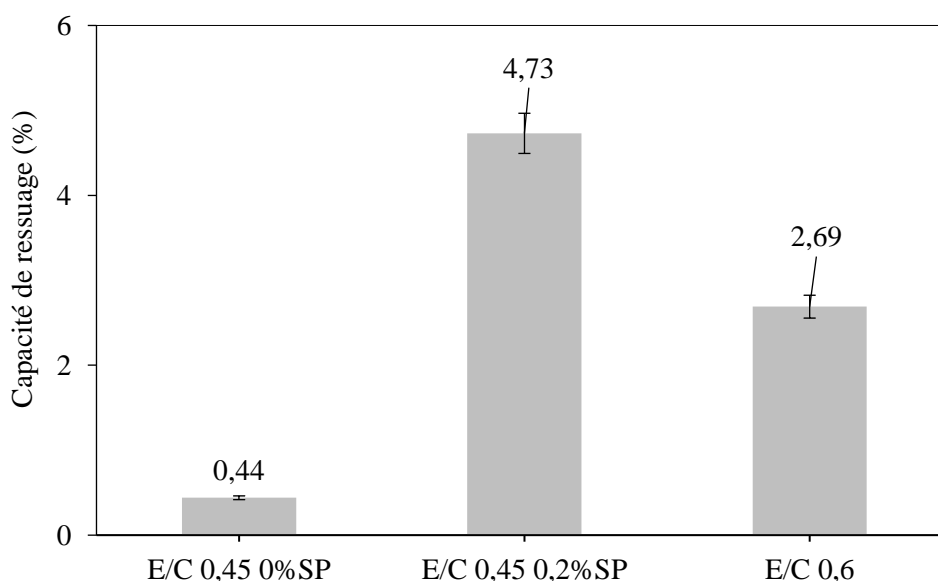
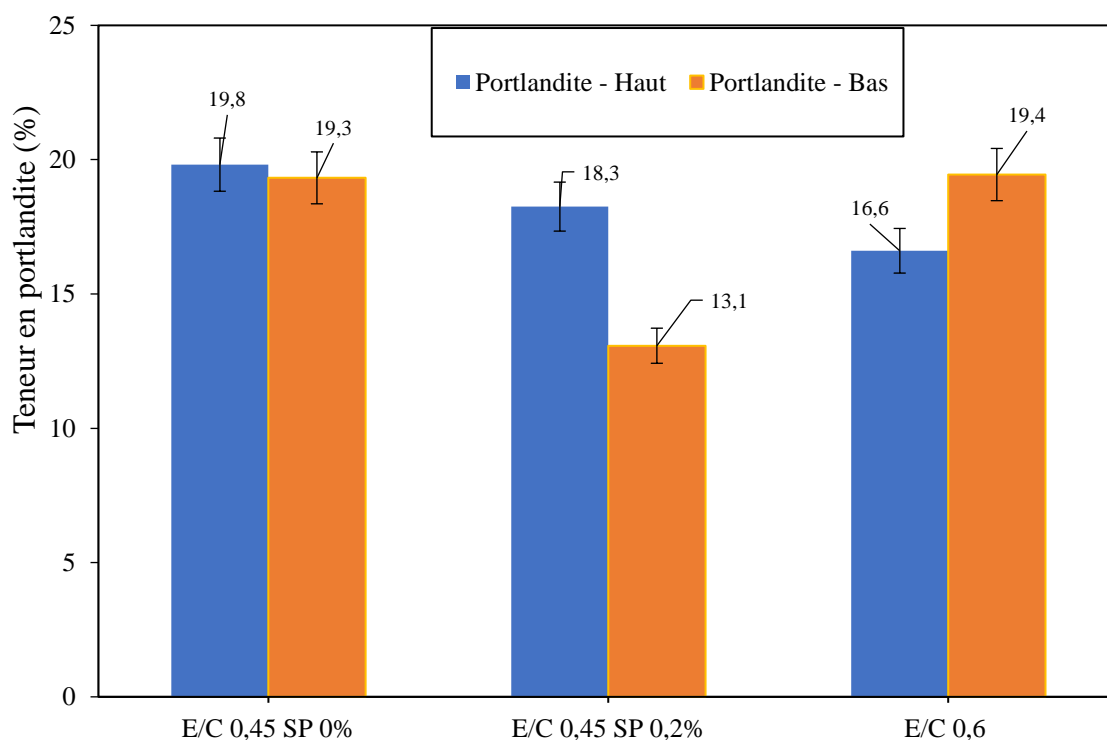


Figure 3-27 : Capacité de ressuage des pâtes de ciment mesurée par prélèvement d'eau sur les éprouvettes destinées aux différents essais

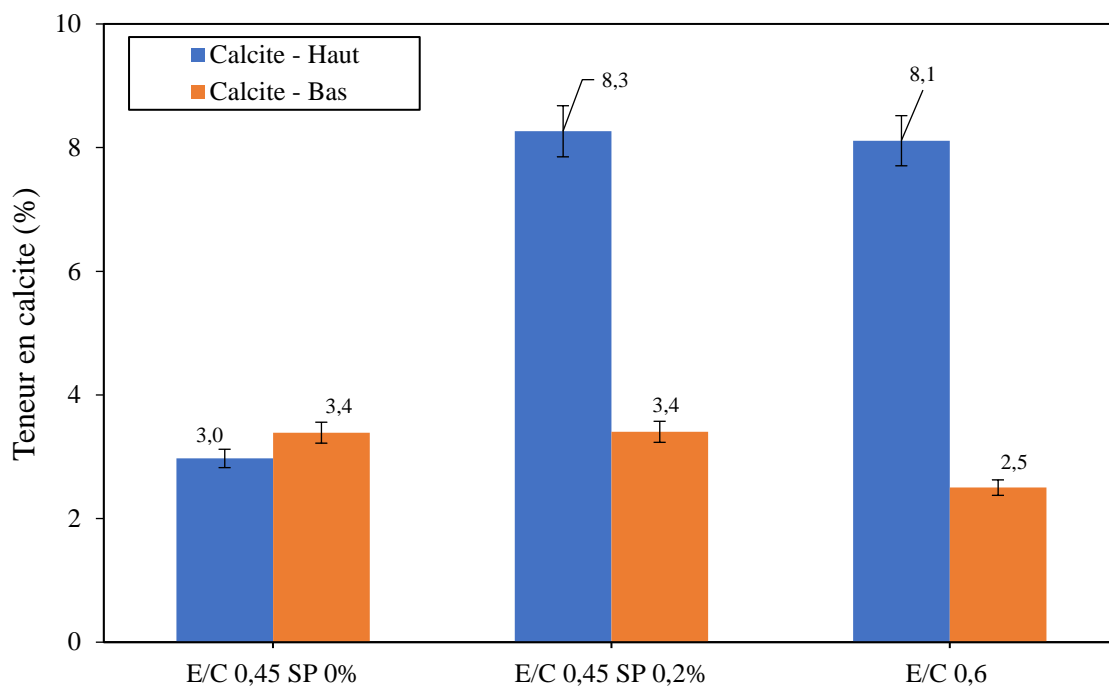
Les teneurs en portlandite et calcite ont été calculées à partir des mesures thermogravimétriques (ATG-DTG) (cf. Annexe B). La Figure 3-28 présente les résultats obtenus. Comme le montre la Figure 3-28, la pâte ayant présenté un faible ressuage, en l'occurrence la pâte ayant rapport E/C de 0.45, ne présente pas une différence significative de teneur en portlandite et calcite. Par contre, la pâte ayant ressue sous l'effet du superplastifiant, présente une différence de teneur en portlandite et calcite entre les parties basse et haute de l'éprouvette. La teneur en portlandite en partie haute est de 18.3%, alors qu'elle est de 13.1% en partie basse. Pour la teneur en calcite, dans la partie haute, elle atteint 8.3%, alors qu'elle est

Chapitre III : Ressuage à l'échelle de la pâte cimentaire et effet sur la microstructure

de 3.4% en partie basse. A noter qu'il pourrait y avoir un effet de la carbonatation en haut de l'éprouvette, mais dans ce cas, la teneur en portlandite aurait diminué. Pour la pâte de ciment ayant ressue sous l'effet du rapport E/C (0.6), la teneur en calcite est plus élevée en partie haute (8.1%) qu'en partie basse (2.5%). Cette augmentation de la calcite en partie haute s'accompagne d'une diminution de la portlandite (16.6% en partie haute et 19.4% en partie basse). On pourrait penser encore à une carbonatation, mais dans ce cas, la portlandite serait absente, puisque c'est elle qui tamponne le pH à 12.5.



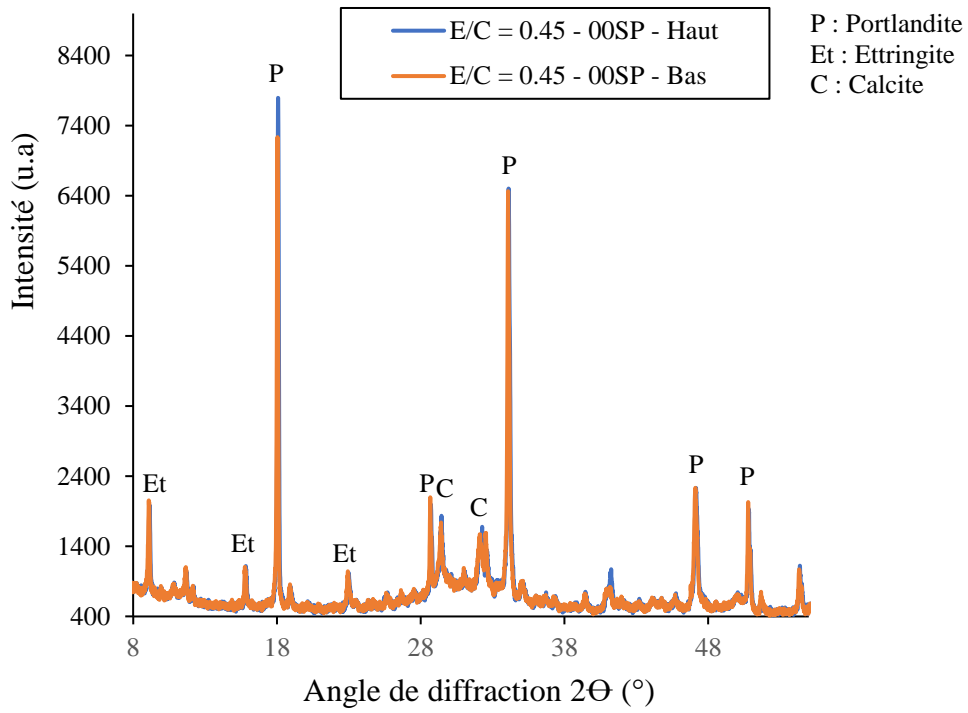
(a)



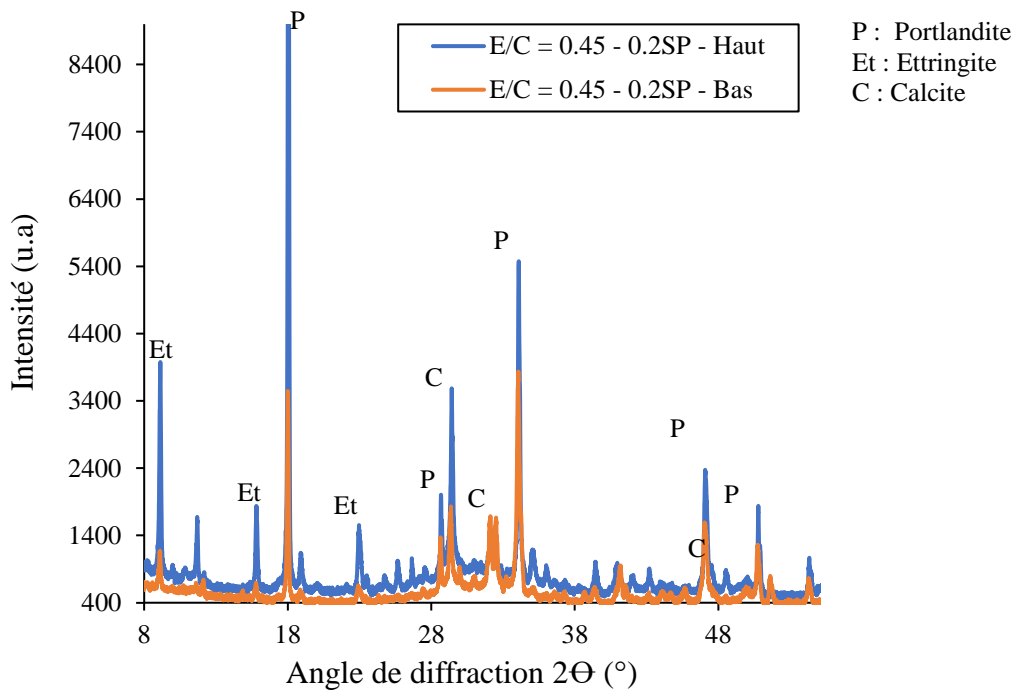
(b)

Figure 3-28 : Teneur en portlandite (a) et calcite (b) dans la partie haute et basse de la pâte de ciment

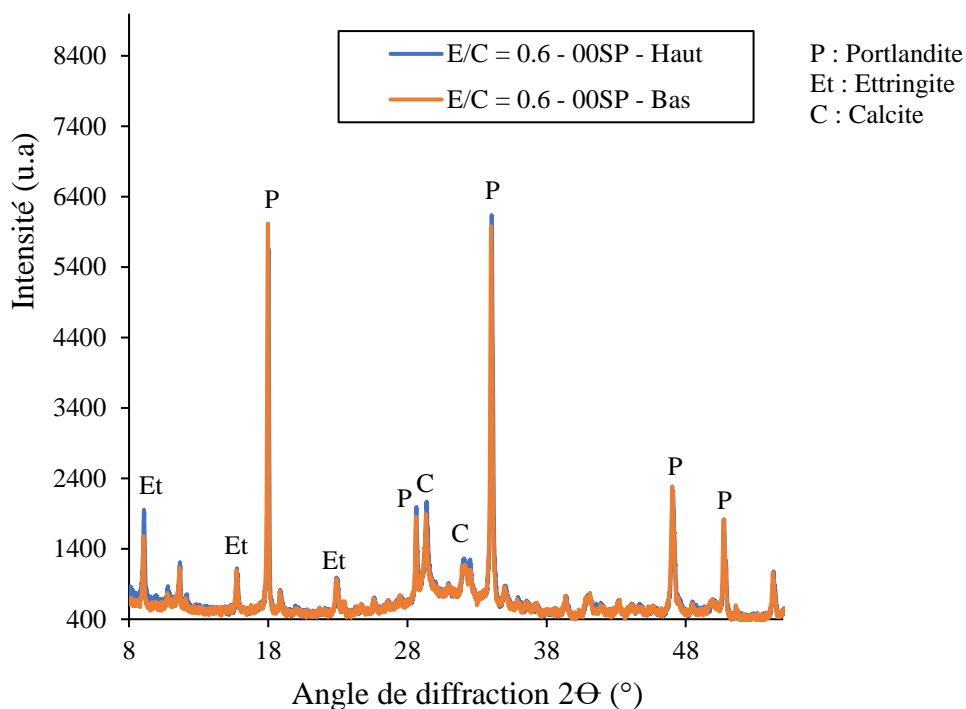
Les analyses minéralogiques réalisées par Diffraction des Rayons X (DRX) confirment les résultats obtenus par les analyses thermogravimétriques Figure 3-28. On constate que la pâte ayant ressue sous l'effet de l'adjuvantation présente une hétérogénéité en termes d'hydrates entre la partie haute et la partie basse. En plus de la calcite et de la portlandite, la partie haute semble contenir plus d'ettringite (Figure 3-29.-b).



(a)



(b)



(c)

Figure 3-29 : Diffractogramme des pâtes cimentaires : (a) E/C=0.45 ; (b) E/C=0.45-0.2%SP ; (c) E/C=0.6

Les différences constatées entre la partie basse et la partie haute pourraient affecter la microstructure de la pâte de ciment durcie. Comme le montre la Figure 3-30, la pâte n'ayant pas ressue présente un profil homogène en termes de porosité. La porosité de la partie haute est quasiment la même que celle de la partie basse. Cependant, la pâte ayant un rapport E/C de 0.45 et 0.2% SP présente une différence significative de porosité entre la partie haute et la partie basse. La porosité de la partie haute est de 46.4%, alors qu'elle est seulement de 27% dans la partie basse. Le ressuage a donc créé au moins deux zones différentes en termes de composition minéralogiques et de microstructure. La partie basse apparaît plus dense que la partie haute.

Concernant la pâte ayant ressue sous l'effet du rapport E/C (0.6), une légère différence de porosité est constatée. La partie haute semble un peu plus poreuse que la partie basse, mais la pâte reste globalement homogène. Le détail des valeurs de la porosité à l'eau est présenté dans le Tableau 0-3 (Annexe C).

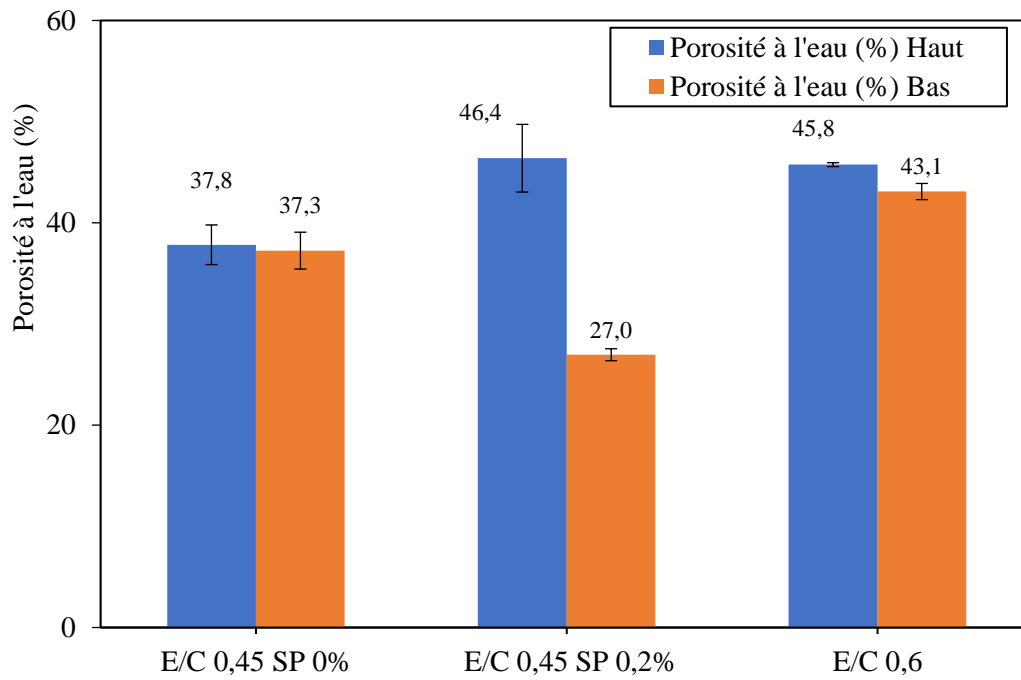


Figure 3-30 : Porosité à l'eau mesurée sur la partie basse et haute de l'éprouvette de pâte de ciment

La Figure 3-31 présente un exemple de faciès d'éprouvette ayant ressuié. On peut constater une hétérogénéité sur la hauteur de l'éprouvette. Des canaux d'extraction d'eau semblent être visibles, synonymes de localisation. On peut également observer plusieurs zones de concentrations différentes. Une zone dense en bas de l'éprouvette, une zone de transition où les canaux sont visibles, et une zone moins dense en haut de l'éprouvette.

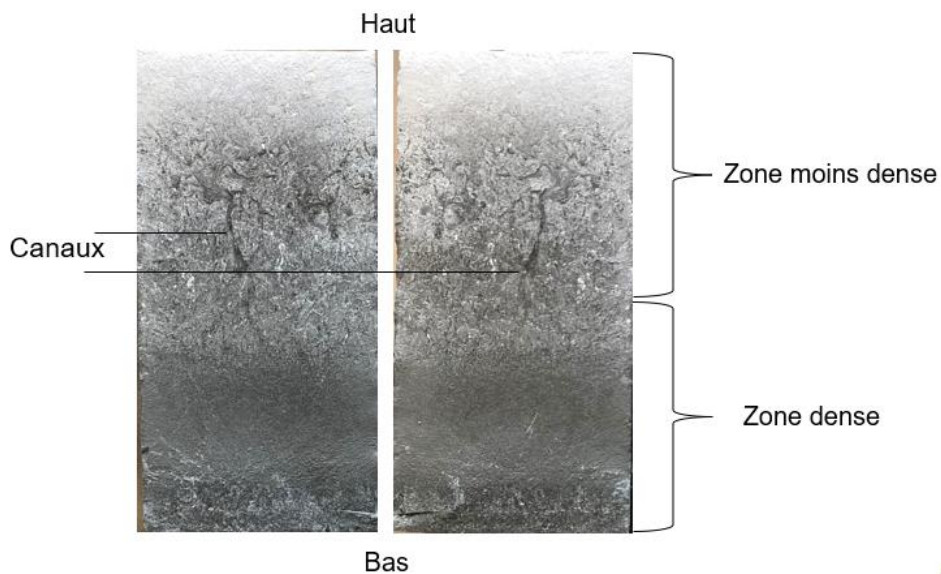
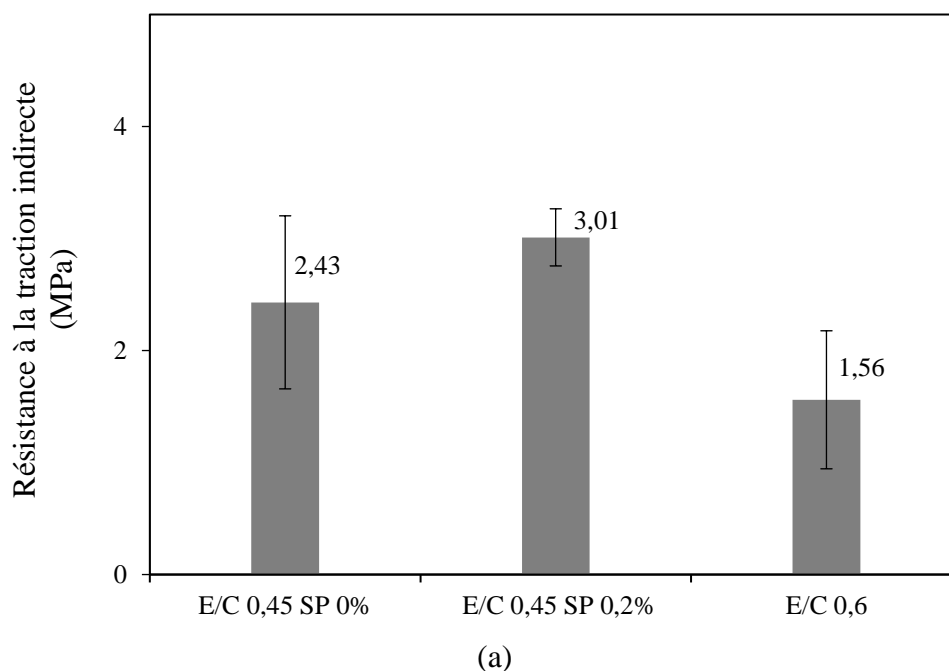


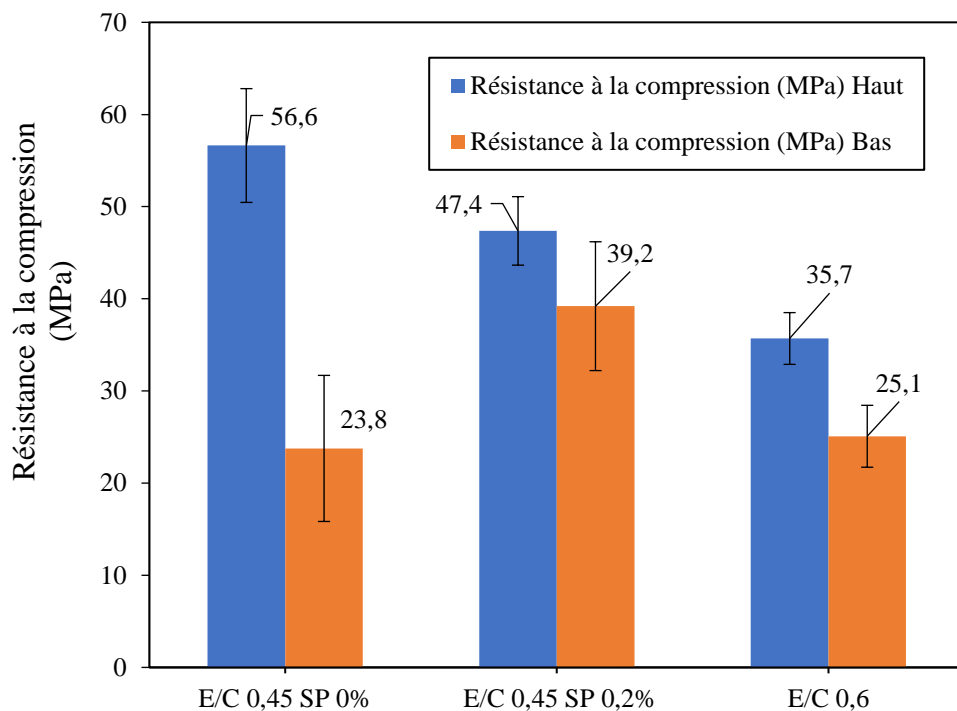
Figure 3-31 : Faciès d'une éprouvette de pâte ayant ressuié sous l'effet du SP (E/C = 0.45 et 0.2%SP) rompue en fendage

3.4.2 EFFET SUR LES PROPRIETES MECANIQUES

Des mesures de résistances à la rupture, en traction indirecte par fendage sur les éprouvettes entières et par compression sur les deux demi-éprouvettes (parties haute et basse) ont été réalisées 28 jours après la confection des éprouvettes. La Figure 3-32 présente les résultats obtenus.

Concernant la résistance à la traction par fendage, la pâte de ciment qui présente un profil hétérogène (E/C de 0.45 et 0.2%SP) affiche une résistance légèrement supérieure à celle qui n'a pas beaucoup ressue (E/C de 0.45). Ce résultat n'est pas significatif, mais pourrait caractériser probablement une résistance plus élevée de la partie basse (plus dense) qui conditionnerait la résistance à la traction (fendage de toute l'éprouvette selon la génératrice). Toutefois, les résistances à la compression ne sont pas celles attendues quant à l'effet du ressuage sur les propriétés mécaniques. Les parties basses pour toutes les pâtes testées affichent des résistances à la compression plus faibles que celles mesurées sur les parties hautes. Or, les porosités à l'eau mesurées dans les parties basses, notamment sur la pâte avec E/C de 0.45 et 0.2%SP, sont inférieures à celles mesurées dans les parties hautes. On s'attendrait donc à des résistances plus élevées dans les parties basses. Cependant, ces résultats de résistances à la compression sont à prendre avec précautions. En effet, le ressuage pourrait induire probablement une différence d'hydratation sur la hauteur des échantillons. De plus, la composition minéralogique est différente.





(b)

Figure 3-32 : Résistance à la traction indirecte (par fendage) (a) et à la compression des pâtes de ciment

3.5 CONCLUSION

Dans ce chapitre, le ressuage des pâtes cimentaires a été analysé. L'effet du rapport E/C, de l'adjuvantation et de la vibration a été examiné. Les mécanismes d'action de ces paramètres sur le ressuage sont différents, et font intervenir des processus physico-chimiques qui régissent la capacité de déformation de la pâte de ciment à l'état frais. L'effet physique relatif aux forces attractives de type Van der Waals permet de structurer un réseau de particules capable de résister à des contraintes de cisaillement et de limiter le ressuage, par piégeage de l'eau au sein des agglomérats et par une diminution de la perméabilité du fait des défauts qui agissent comme des inclusions, augmentant le chemin de percolation (tortuosité). L'adjuvantation, quant à elle permet de diminuer ces forces attractives et de libérer l'eau piégée au sein des agglomérats augmentant ainsi le potentiel de ressuage. Les défauts sont moins présents dans une pâte adjuvantée et une localisation avec des canaux d'extraction est observée induisant une augmentation de la perméabilité. De plus, l'effet retard induit par l'adjuvantation offre plus de temps au système pour ressuage. La vibration permet d'apporter une contrainte qui réduit l'effet du seuil d'écoulement, et probablement permet également une défloculation des particules.

Chapitre III : Ressuage à l'échelle de la pâte cimentaire et effet sur la microstructure

L'effet du ressuage sur la microstructure et les propriétés mécaniques de la pâte de ciment a été étudié. Il est constaté qu'un ressuage non excessif n'affecte pas significativement la pâte durcie. Cependant, lorsqu'il est excessif, notamment à cause de l'adjuvantation et de la dispersion des particules, la pâte de ciment présente une hétérogénéité importante faisant penser à une ségrégation et à une sédimentation par famille de particules (en fonction de la taille). Cette forte hétérogénéité rend la caractérisation mécanique du matériau hétérogène obtenu très difficile.

Dans la suite, on s'intéressera à l'effet des inclusions de sable sur le ressuage. On tentera également d'examiner l'effet du ressuage interne sur les propriétés du mortier durci.

CHAPITRE IV

EFFET DES INCLUSIONS DE SABLE SUR LE
RESSUAGE ET CONSEQUENCES SUR LA
MICROSTRUCTURE

CHAPITRE IV : EFFET DES INCLUSIONS DE SABLE SUR LE RESSUAGE ET CONSEQUENCES SUR LA MICROSTRUCTURE

4.1	INTRODUCTION.....	118
4.2	EFFET DES INCLUSIONS DE SABLE SUR LE RESSUAGE	120
4.2.1	Variation du rapport S/C	120
4.2.2	Estimation de l'eau bloquée par les inclusions	121
4.2.3	Effet du rapport s/c et du superplastifiant sur le ressuage interne.....	123
4.3	EFFET DU RESSUAGE SUR LES PROPRIETES DU MORTIER DURCI.....	126
4.3.1	Ressuage des mortiers	126
4.3.2	Estimation du ressuage interne.....	127
4.3.3	Effet du ressuage sur la microstructure du mortier	130
4.3.4	Effet du ressuage sur les propriétés mécaniques	134
4.4	CONCLUSION	138

CHAPITRE IV : EFFET DES INCLUSIONS DE SABLE SUR LE RESSUAGE ET CONSEQUENCES SUR LA MICROSTRUCTURE

4.1 INTRODUCTION

La stabilité des matériaux cimentaires à l'état frais est un paramètre indispensable pour l'obtention des propriétés visées à l'état durci. Elle se traduit par la capacité du matériau à avoir un écoulement optimal tout en restant homogène après la mise en place jusqu'à la prise. L'obtention d'un milieu homogène à l'issue de la phase de ressuage va dépendre de la nature de ce dernier : ressuage homogène ou hétérogène.

A l'échelle de la pâte de ciment, le ressuage correspond à la remontée d'une pellicule d'eau à la surface. Une part de cette eau qui remonte, peut être piégée par les granulats ou les armatures [29]. L'eau piégée, encore appelée ressuage interne peut affaiblir l'adhérence matrice/granulats et augmenter la porosité, ce qui pourrait affecter les propriétés mécaniques et de durabilité des matériaux cimentaires [7,143]. Dans la littérature scientifique, bien que de nombreux travaux aient étudié le ressuage des matériaux cimentaires [8,9,15,27,28,43], le ressuage interne est rarement quantifié ainsi que l'effet du ressuage interne sur les propriétés à l'état durci du mortier et du béton.

L'objectif de ce chapitre est d'étudier l'influence des inclusions de sable sur le ressuage et l'effet du ressuage interne sur la microstructure du mortier à l'état durci et ses conséquences sur les propriétés mécaniques et la porosité.

La première partie est dédiée à l'effet des inclusions de sable sur le ressuage de la pâte. Une approche simplifiée de calcul du ressuage interne dans le mortier est proposée. Ensuite, l'effet du rapport S/C et du superplastifiant sur le ressuage interne a été discuté. La deuxième partie est consacrée à l'impact du ressuage interne sur les propriétés du mortier à l'état durci. En termes de propriétés, la résistance à la compression et par traction indirecte sont étudiées. La porosité à l'eau et par intrusion au mercure est examinée, accompagnée des observations au Microscope Electronique à Balayage (MEB) pour apprécier la qualité de la liaison pâte/sable en présence du ressuage. La Figure 4-1 montre la méthodologie expérimentale utilisée pour étudier l'effet des inclusions sur le ressuage. Ensuite, la Figure 4-2 présente la démarche expérimentale pour caractériser l'effet du ressuage interne sur la microstructure et les propriétés du mortier durci.

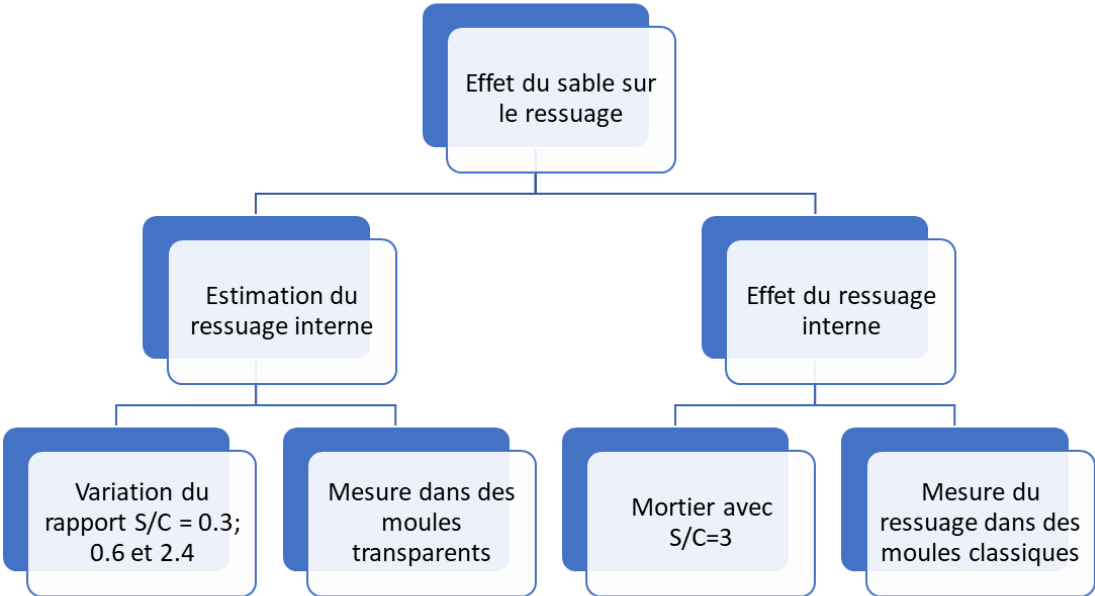


Figure 4-1 : Méthodologie expérimentale de l’effet des inclusions sur le ressuage

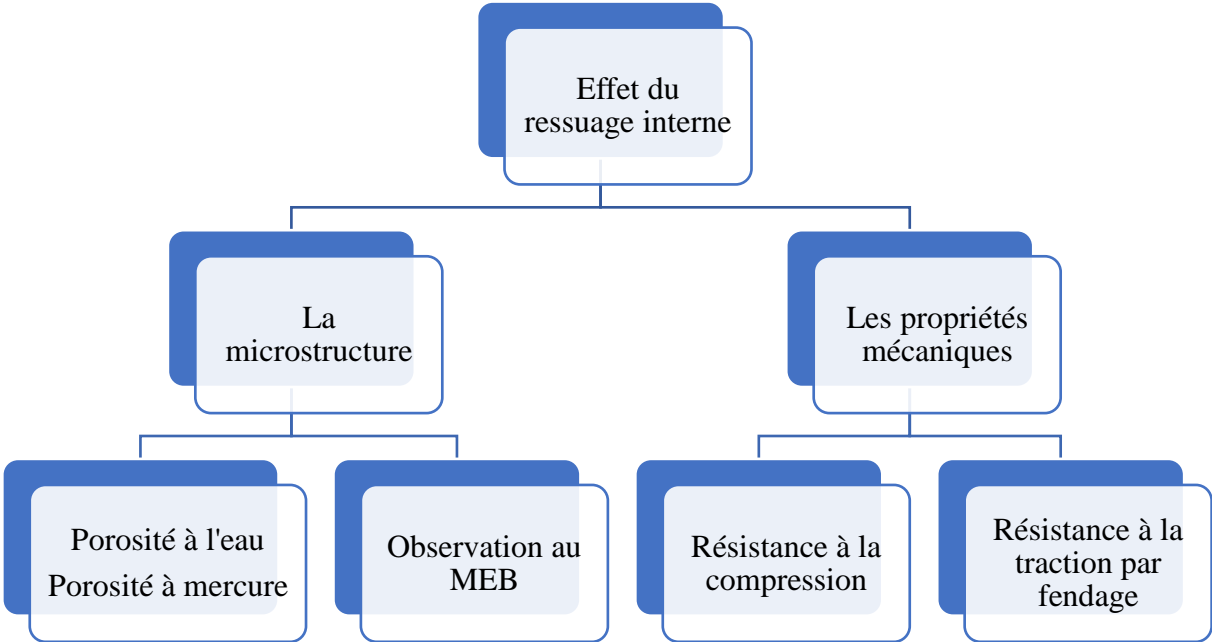


Figure 4-2 : Effet du ressuage interne sur microstructure et les propriétés mécaniques

4.2 EFFET DES INCLUSIONS DE SABLE SUR LE RESSUAGE

Pour étudier l'effet des inclusions de sable sur le ressuage, différents mortiers sont formulés en variant le rapport massique S/C de 0,3, 0,6 et 2,4 avec un volume de pâte de ciment constant dont la capacité de ressuage est connue. Les rapports E/C de 0,45 et 0,6 et des dosages en superplastifiant variant de 0,1 à 1% (en extrait sec) sont utilisés. La mesure de ressuage est effectuée à l'aide d'une colonne cylindrique transparente, comme décrite dans le chapitre II.

4.2.1 VARIATION DU RAPPORT S/C

La Figure 4-3 montre l'effet du rapport S/C sur la capacité de ressuage. On rappelle que la capacité de ressuage exprimée en % est une capacité volumique égale au rapport du volume d'eau pipetée sur le volume initial de l'éprouvette cylindrique.

Les résultats montrent que la capacité de ressuage diminue avec la présence des inclusions de sable. En effet, les inclusions de sable constituent des obstacles au déplacement ascendant de l'eau. Une part de cette eau bloquée aurait servi à pré-mouiller les grains de sable, et le reste serait piégée par le sable. Une étude préliminaire a permis de montrer que la quantité d'eau nécessaire pour le pré-mouillage des grains de sable s'avère négligeable devant l'eau ressuée. Concernant l'eau bloquée par le sable, elle fera l'objet d'investigation par la suite.

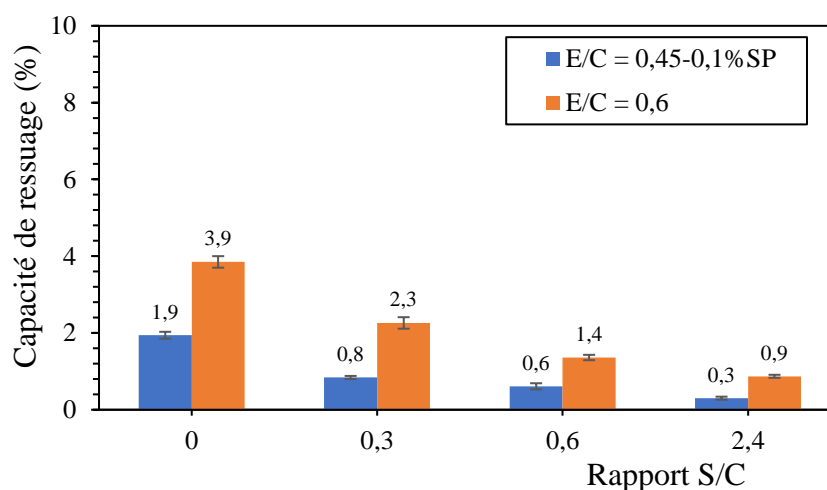


Figure 4-3 : Influence du rapport S/C sur le ressuage

Cette évolution du ressuage à différents rapports S/C pourrait être affectée par la présence du superplastifiant. La Figure 4-4 montre la variation de la capacité de ressuage en fonction du rapport S/C et du dosage en superplastifiant. On peut noter que la capacité de ressuage augmente avec le dosage en superplastifiant pour chaque rapport S/C. Cette

Chapitre IV : Effet des inclusions de sable sur le ressuage et conséquences sur la microstructure
 augmentation pourrait s'expliquer par la dispersion des particules de ciment induite par le superplastifiant.

Il est important de souligner qu'à partir d'un certain dosage en superplastifiant, le mortier peut présenter de la ségrégation, puisque la phase suspendante, qu'est la pâte de ciment n'est plus capable de maintenir le sable en suspension. Cela pourrait être dû à la diminution de la viscosité et du seuil d'écoulement de la pâte de ciment.

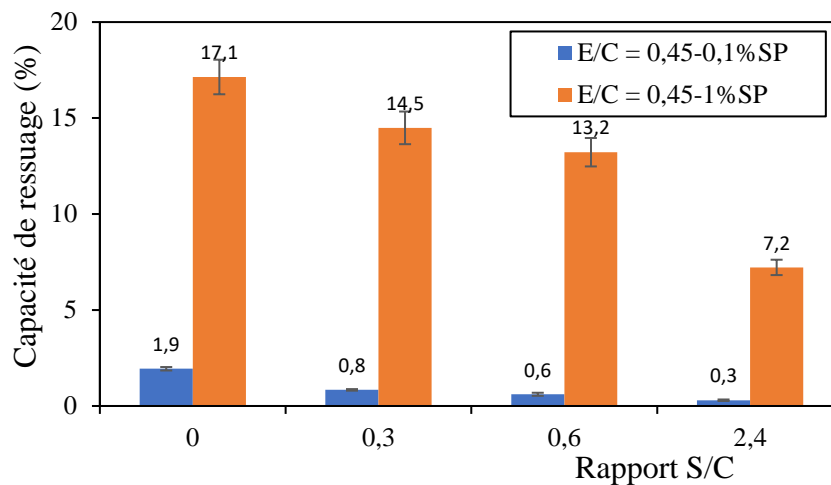


Figure 4-4 : Influence du dosage en SP et du rapport S/C sur le ressuage

L'eau bloquée entraînée par la présence de sable peut être quantifiée expérimentalement par une méthodologie présentée par la suite

4.2.2 ESTIMATION DE L'EAU BLOQUEE PAR LES INCLUSIONS

L'évaluation de l'eau bloquée, encore appelée ressuage interne dans les matériaux cimentaires, est complexe et rarement rapportée dans la littérature scientifique. Une approche indirecte basée sur la modélisation a été proposée par Yim et al. [18,144]. Les auteurs ont utilisé un modèle de consolidation associé à des mesures expérimentales de ressuage externe. Le ressuage interne est déterminé indirectement en validant l'approche de modélisation sur les résultats du ressuage externe. Cette méthodologie est résumée dans la revue bibliographique. Cependant, cette approche présente plusieurs limites et nécessite des hypothèses sur les paramètres du modèle. De plus, l'effet du superplastifiant n'a pas été pris en compte.

La méthodologie proposée dans cette étude pour estimer le volume d'eau bloqué est basée sur l'hypothèse selon laquelle la capacité de ressuage de la pâte de ciment dans le mortier est égale à sa capacité de ressuage hors du mortier. Pour ce faire, on suppose deux matériaux :

Chapitre IV : Effet des inclusions de sable sur le ressuage et conséquences sur la microstructure

- le matériau n°1 est une pâte de ciment dont le volume d'eau ressuée ($V_{\text{eau}}^{\text{pâte de ciment}}$) et le volume de pâte (V_p) sont connus ;
- le matériau n°2 est un composite composé du même volume de pâte que le matériau n°1, auquel on rajoute une proportion de sable. Le volume d'eau ressuée sur ce composite ($V_{\text{eau}}^{\text{composite}}$) est mesuré.

Le volume d'eau bloqué par le sable noté $V_{\text{eau}}^{\text{bloqué}}$, représente la différence entre le volume d'eau ressuée sur pâte de ciment (matériau n°1) et le volume d'eau ressuée sur le composite (matériau n°2) (équation (4.1)). La Figure 4-5 illustre le dispositif de la détermination du volume d'eau bloqué.

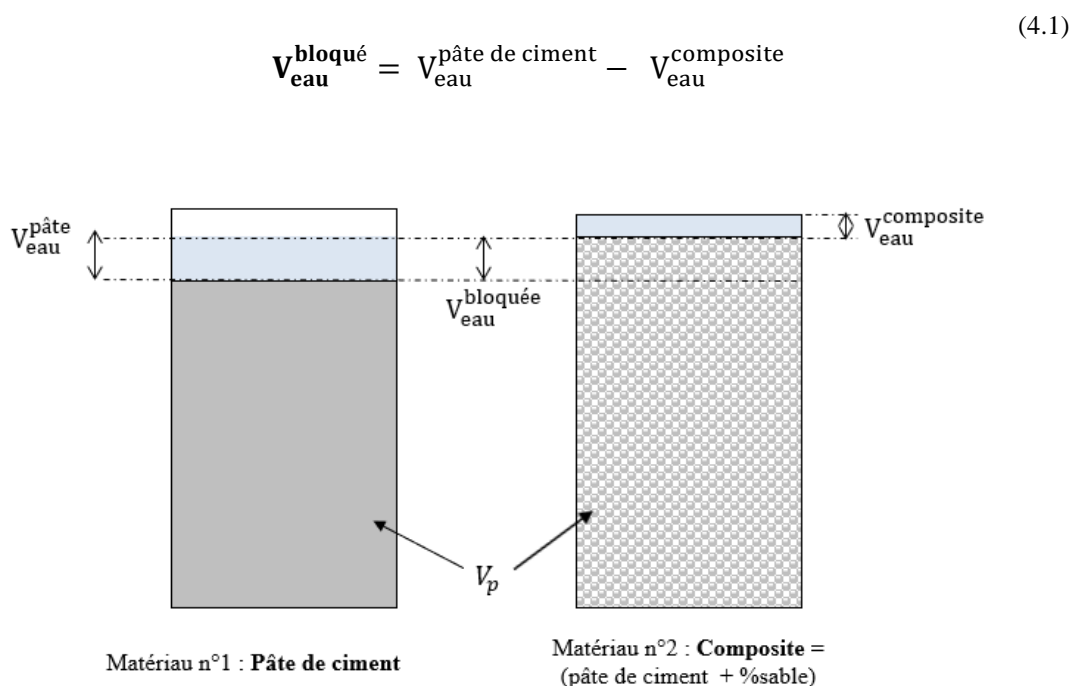


Figure 4-5 : Estimation de l'eau bloquée

Cette méthode de mesure est simple et rapide. Toutefois, quelques limites nécessiteraient d'être soulignées. En effet, la présence de sables dans le composite (pâte de ciment + %sable), peut exercer une pression sur la pâte de ciment, ce qui pourrait entraîner une pâte de ciment qui va ressuier plus que le ressuage attendu.

Par ailleurs, les forces de cisaillements induites par les grains de sable pourraient jouer un rôle de défloculation de la pâte de ciment contenue dans le mortier, ce qui pourrait conduire à une libération supplémentaire d'eau. Autrement dit l'approche proposée, néglige l'eau piégée

Chapitre IV : Effet des inclusions de sable sur le ressuage et conséquences sur la microstructure au sein des agglomérats de la pâte qui tend à être nulle pour une pâte parfaitement défloculée sans rétention d'eau dans les agglomérats.

Par la suite, cette méthodologie est utilisée pour étudier l'effet des inclusions de sable et du superplastifiant sur la quantité d'eau bloquée.

4.2.3 EFFET DU RAPPORT S/C ET DU SUPERPLASTIFIANT SUR LE RESSUAGE INTERNE

La Figure 4-6 retrace les résultats obtenus sur l'effet du rapport S/C sur le volume d'eau bloquée par le sable. Le Tableau 4-1 reprend les valeurs de courbes de la Figure 4-6. A souligner que le système ayant un rapport E/C de 0.45 n'a pas d'eau bloquée. On peut noter que le volume d'eau bloqué augmente avec le rapport S/C jusqu'à atteindre un plateau. L'augmentation du volume des inclusions de sable rallonge le chemin de percolation de l'eau. L'eau va donc prendre plus de temps pour remonter en surface et sa probabilité pour qu'elle reste « bloquée » au voisinage des grains de sable (Figure 4-7) ou au sein de la pâte devenue trop « raide » pour l'expulser augmente. Le phénomène est exacerbé pour un rapport E/C donné avec l'adjuvantation, la dispersion des particules libérant de l'eau supplémentaire piégée dans les agglomérats.

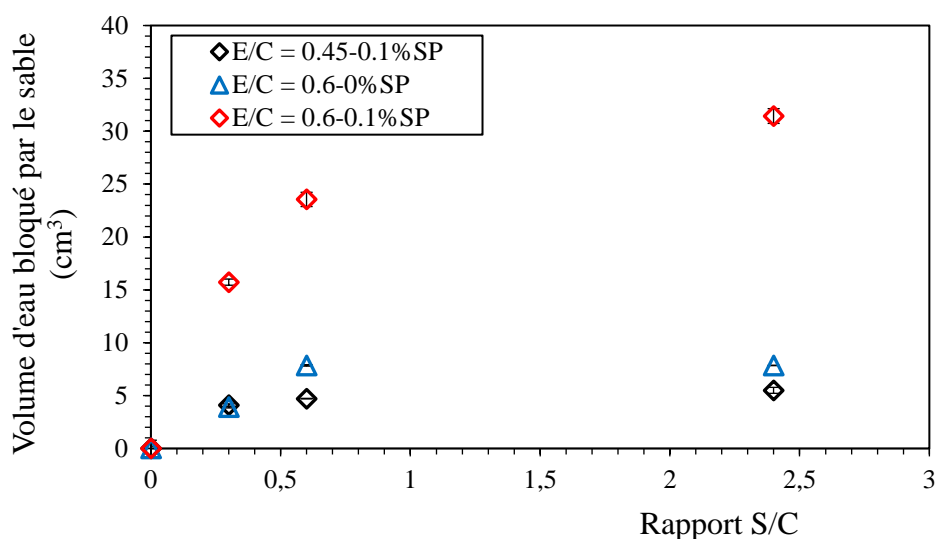


Figure 4-6 : Effet du rapport S/C sur le volume d'eau bloqué

Tableau 4-1 : Grandeurs caractéristiques des volumes d'eau bloqués

	Volume d'eau bloqué (cm ³)			
	S/C 0	S/C 0.3	S/C 0.6	S/C 2.4
E/C 0.6	0	3.9	7.9	7.9
E/C 0.6, 0.1%SP	0	15.7	23.6	31.4
E/C 0.45 0.1%SP	0	4.1	4.7	5.5

De plus, l'eau bloquée par le sable augmente avec le rapport E/C et le dosage en SP, ce qui suggère que la ségrégation du sable peut jouer un rôle dans le piégeage de l'eau. En effet, à partir d'un certain dosage en superplastifiant ou d'un certain rapport E/C, la pâte de ciment n'est plus capable de maintenir le sable en suspension. C'est le cas d'une pâte de ciment avec un rapport E/C de 0.6 et 0.1%SP qui ne présente pas du seuil d'écoulement. Cette pâte de ciment est donc plus sensible à la ségrégation du sable. Cette ségrégation pourrait contribuer à piéger davantage d'eau susceptible de ressuier. Il est à noter que le mortier ayant un rapport E/C de 0.6 0% SP et de rapport 0.45, 0.2%SP ont bloqué des quantités d'eau d'un ordre de grandeur comparable.

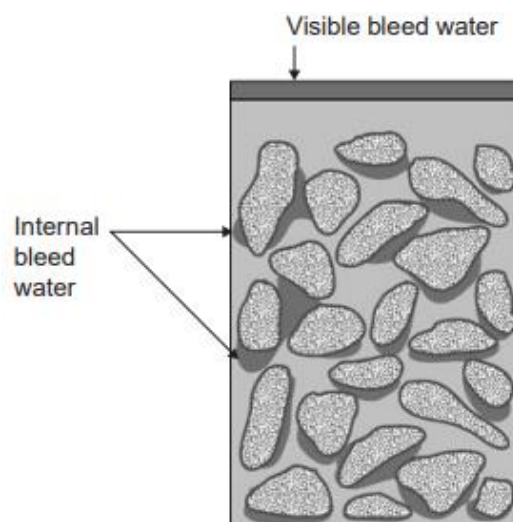


Figure 4-7 : Illustration du ressuage localisé dans un béton [30]

Afin d'approfondir l'effet de la ségrégation, des dosages en superplastifiant tels que 0.1, 0.3, 0.5, et 0.8 %SP sont utilisés. Le rapport S/C de 2.4 (rapport S/C proche de celui du mortier

Chapitre IV : Effet des inclusions de sable sur le ressuage et conséquences sur la microstructure classique) est utilisé. La Figure 4-8 présente le volume d'eau bloqué par le sable en fonction du dosage en superplastifiant. Il est à noter que la quantité d'eau bloquée par le sable reste quasiment constante à partir d'un certain dosage en superplastifiant (0.3%SP). A ce dosage, un début de ségrégation est observé. Ce début de ségrégation signifie que le seuil d'écoulement statique de la pâte de ciment n'est pas assez élevé pour maintenir le sable en suspension. Comme montré précédemment, le dosage de 1% du superplastifiant est un dosage au plateau de saturation (déterminée à l'aide de la mesure de Carbone Totale Organique). Les grains de sable vont piéger le même volume d'eau.

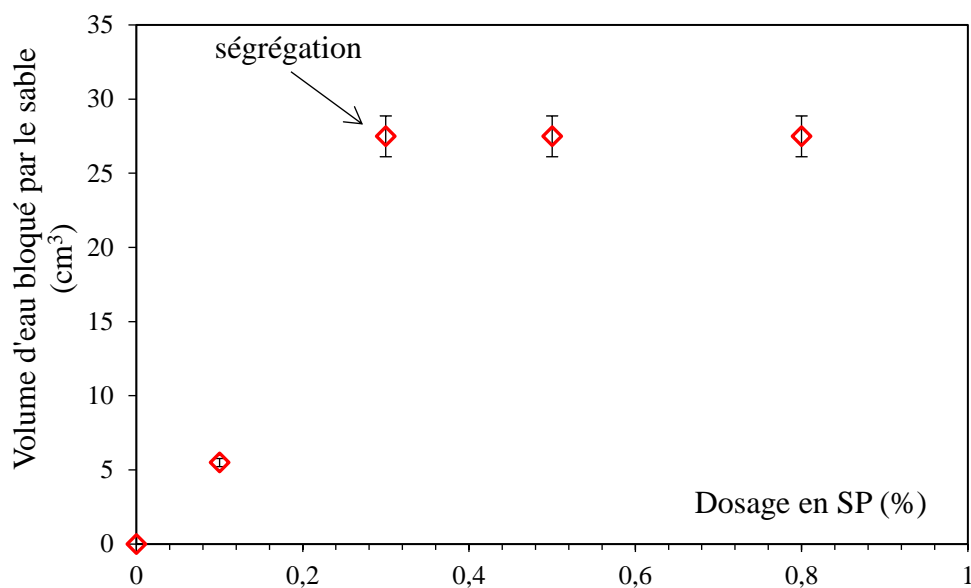


Figure 4-8 : Effet du superplastifiant sur le volume d'eau bloqué par le sable (E/C = 0.45 et S/C = 2.4)

On peut retenir que la présence des inclusions de sable entraîne le piégeage d'une partie d'eau susceptible de remonter à la surface du matériau. Ce volume d'eau bloqué est ensuite estimé par une simple méthodologie expérimentale. En présence du superplastifiant et à faible rapport E/C, le volume d'eau bloqué par le sable augmente à cause de la dispersion des particules de ciment apportée par le superplastifiant dans un système à forte compacité qui ne permet pas à l'eau de percoler.

Ces ressuages, qu'ils soient externes ou internes, leurs excessivités peuvent entraîner des conséquences sur les propriétés à l'état durci du mortier.

4.3 EFFET DU RESSUAGE SUR LES PROPRIETES DU MORTIER DURCI

Pour apprécier l'impact du ressuage interne sur les propriétés mécaniques et la porosité à l'état durci des mortiers, les mortiers ayant de rapport $E/C = 0.45$, 0% SP ; $E/C = 0.45$, 0.2% SP et $E/C = 0.6$, 0% SP ont été retenus. Ils sont fabriqués avec la condition du rapport S/C de 3, soit celle du mortier normalisé (40% de volume de pâte pour 60% de volume de sable).

Il est attendu du premier mortier ($E/C = 0.45$, 0%SP) un ressuage interne négligeable. Les deux autres mortiers sont représentatifs du mortier de bétons type bâtiment ($E/C 0.6$) et de génie civil ($E/C 0.45$ adjuvanté).

Pour relier l'effet du ressuage interne aux propriétés du mortier durci, des mesures de ressuges ont été réalisées par prélèvement de volume d'eau ressuée et par pesée dans des moules cylindriques de dimensions $70 \times 160 \text{ mm}^2$. A noter que 0.2%SP est choisi pour obtenir une pâte qui présente un ressuage important et de risque de ségrégation. L'idée ici est d'amplifier le phénomène, dans des applications réelles (tout au moins pour les bétons de structure coulés vibré). Les phénomènes que nous allons caractériser devraient avoir des amplitudes plus faibles.

Ces éprouvettes sont conservées jusqu'à 28 jours d'hydratation comme décrit dans le chapitre II. A 28 jours, chaque éprouvette est sciée en deux parties égales afin d'apprécier la porosité et les propriétés mécaniques des parties haute et basse. Les essais de compression (cf. chapitre II) sont donc réalisés sur des éprouvettes cylindriques $70 \times 80 \text{ mm}^2$ alors que celles de traction sur des $70 \times 160 \text{ mm}^2$. Pour les mesures de porosités à l'eau, de porosité au mercure et pour les observations au microscope électronique à balayage (cf. chapitre II), des échantillons sont prélevés dans les parties hautes et basses. On rappelle que pour la porosité à l'eau, l'échantillon est découpé à 5 mm de la face supérieure et au cœur pour obtenir la « partie haute », alors que la « partie basse », l'échantillon est découpé à 5 mm de la face inférieure. Toutes les mesures sont répétées sur trois éprouvettes.

4.3.1 RESSUAGE DES MORTIERS

La Figure 4-9 présente les capacités de ressuage externe volumiques asymptotiques rapportées au volume de pâte des différents mortiers, destinés pour les propriétés à l'état durci : Les mortiers ayant de rapport $E/C = 0.45$ 0% SP ; $E/C = 0.45$, 0.2% SP et $E/C = 0.6$, 0% SP sont étudiés.

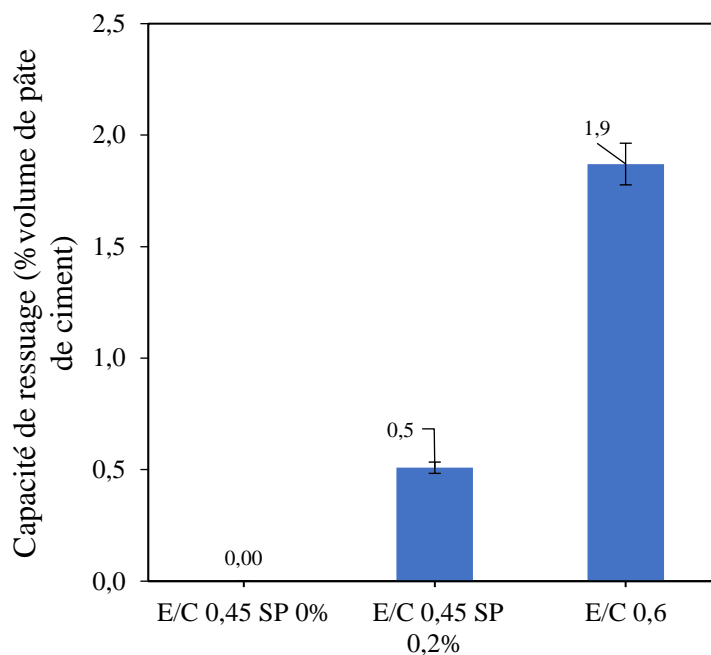


Figure 4-9 : Capacité de ressuage externe (% volume de pâte de ciment) de différents mortiers

Sans surprise, les résultats montrent que la capacité de ressuage externe du mortier augmente avec le rapport E/C. En effet, sans superplastifiant, un mortier ayant un rapport E/C de 0.45 ne ressuage pas tandis qu'il ressuage de 1.9% à un rapport E/C de 0.6.

4.3.2 ESTIMATION DU RESSUAGE INTERNE

La détermination du volume d'eau bloqué par le sable dans un mortier normalisé se procède comme suit :

On suppose deux matériaux :

- le matériau n°1 est une pâte de ciment dont le volume de pâte (V_p) et le volume d'eau ressuée ($V_{\text{eau}}^{\text{pâte de ciment}}$) sont connus ;
- le matériau n°2 est un mortier normalisé dont le volume de pâte de ciment est connu (ce volume est de 40%) et est différent de celui du matériau 1. Le volume d'eau ressuée sur ce mortier ($V_{\text{eau}}^{\text{mortier}}$) est connu.

En se basant sur l'hypothèse pré définie, le volume d'eau bloqué par le sable noté $V_{\text{eau}}^{\text{bloqué}}$, représente la différence entre le volume d'eau de ressuage attendu sur le mortier et le volume d'eau de ressuage mesuré sur le mortier (équation (4.2) :

$$V_{\text{eau}}^{\text{bloqué}} = V_{\text{eau}}^{\text{attendu}}(\text{mortier}) - V_{\text{eau}}^{\text{mortier}} \quad (4.2)$$

Avec $V_{\text{eau}}^{\text{attendu}}(\text{mortier})$ calculé par l'équation (4.3) :

$$V_{\text{eau}}^{\text{attendu}}(\text{mortier}) = V_{\text{eau}}^{\text{pâte de ciment}} \times \%p \quad (4.3)$$

Avec $\%p$ la proportion du volume de pâte de ciment dans le mortier (matériau n°2) par rapport au volume de pâte du matériau n°1.

Le volume d'eau bloqué devient (l'équation (4.4)).

$$V_{\text{eau}}^{\text{bloqué}} = (V_{\text{eau}}^{\text{pâte de ciment}} \times \%p) - V_{\text{eau}}^{\text{mortier}} \quad (4.4)$$

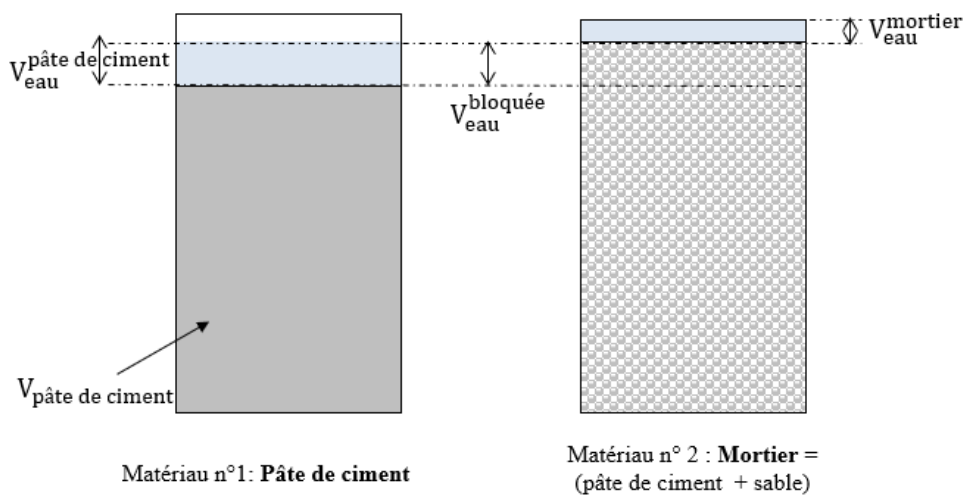


Figure 4-10 : Estimation de l'eau bloquée par le sable

A l'aide de cette méthode d'estimation, des ressuages internes sont déterminés sur les mortiers étudiés et sont présentés dans la Figure 4-11. On peut noter que pour un même mortier ayant un rapport E/C de 0.45, le volume d'eau bloqué par le sable augmente avec le dosage en superplastifiant. En effet, pour un faible rapport E/C, la présence du superplastifiant assure une bonne dispersion des particules de ciment, ce qui libère plus d'eau dans le système et pourrait augmenter aussi la tortuosité du milieu.

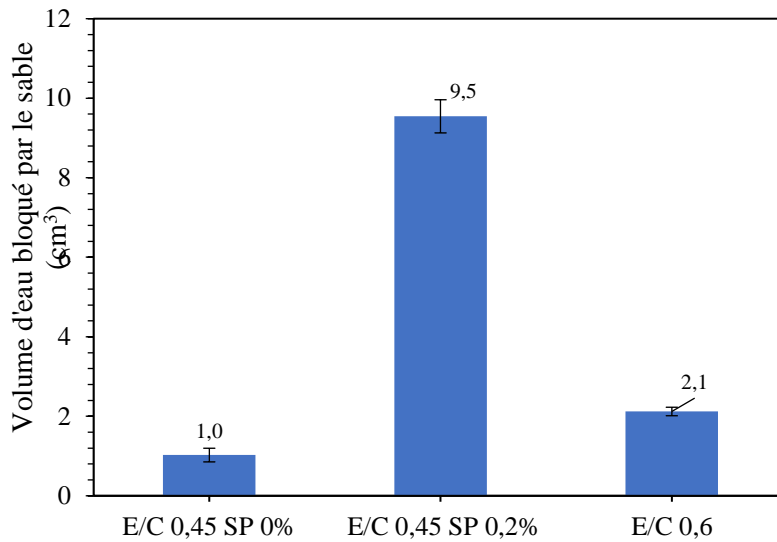


Figure 4-11 : Volume d'eau bloqué par le sable de différents mortiers (E/C = 0,45, 0 et 0,2%SP et E/C = 0,6)

A l'aide de ces volumes de ressuage, les capacités de ressuage externe et interne par rapport au volume de pâte dans le mortier sont calculées et présentées dans la Figure 4-12.

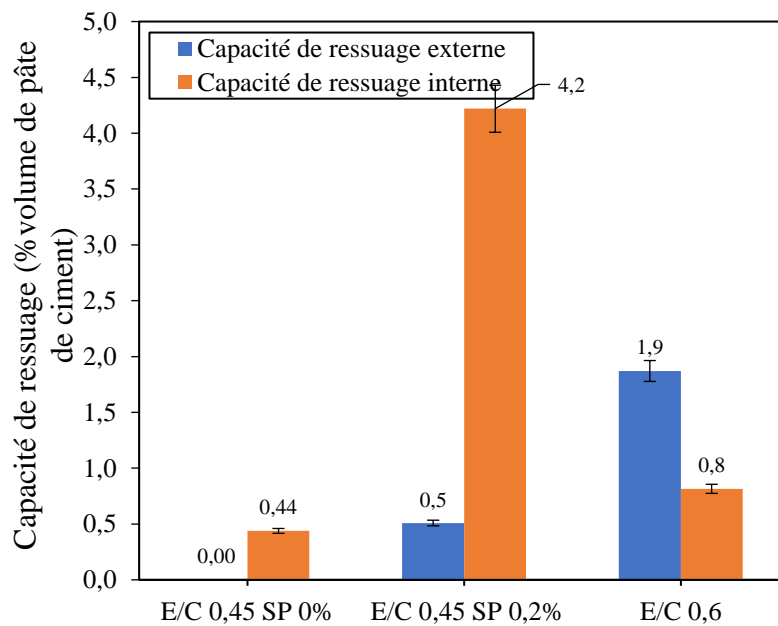


Figure 4-12 : Capacité de ressuage (% volume de pâte de ciment) des différents mortiers (E/C = 0,45, 0 et 0,2%SP et E/C = 0,6)

On peut noter que le mortier ayant un rapport E/C 0,45 SP0% présente des ressuages externe et interne très faibles. Quant au mortier E/C 0,6, il présente un ressuage à la fois interne et externe : la plus faible compacité du milieu solide par rapport au mortier précédent a permis à une

Chapitre IV : Effet des inclusions de sable sur le ressuage et conséquences sur la microstructure
quantité importante de l'eau de ressuage d'être expulsée par le matériau en phase de structuration.

Par contre, le mortier ayant un rapport E/C 0.45 SP0.2%, présente un ressuage essentiellement interne. La forte compacité du milieu solide n'a pas permis à l'eau libérée par la défloculation d'être expulsée par le matériau en phase de structuration

4.3.3 EFFET DU RESSUAGE SUR LA MICROSTRUCTURE DU MORTIER

La Figure 4-13 présente la porosité à l'eau des trois mortiers étudiés pour les parties haute et basse. Le détail des valeurs des essais se trouve dans les tableaux Tableau 0-1, Tableau 0-2 et Tableau 0-3 (Annexe C).

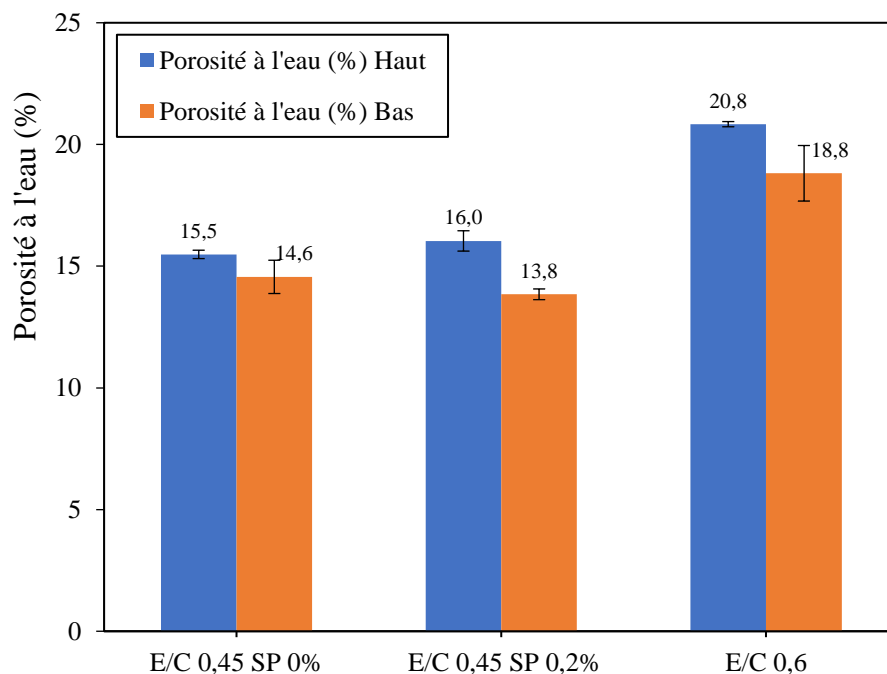


Figure 4-13 : La porosité à l'eau des mortiers (E/C = 0.45, 0 et 0.2%SP et E/C = 0.6)

Pour les trois mortiers, la porosité à l'eau de la partie haute est systématiquement plus élevée que pour la partie basse. Il s'agit de l'accumulation sur la partie haute d'une pâte de plus fort rapport E/C compte tenu du transport de l'eau et des fines particules lors du processus de ressuage. Ces écarts (2 à 3%) sont plus importants pour les deux mortiers (E/C 0.45, 0.2%SP et E/C 0.6%, 0% SP) présentant les ressuages internes les plus significatifs. L'écart n'est plus que de 0,9% pour le mortier ayant un rapport E/C 0.45, 0% SP avec un ressuage très faible. Quoiqu'il en soit les écarts restent malgré tout, assez faibles et traduisent le fait que quel que soit le type du mortier, les pâtes des parties haute et basse sont très similaires en termes de porosité à l'eau.

Les figures Figure 4-14, Figure 4-15 et Figure 4-16 reprennent respectivement les distributions poreuses au mercure des parties haute et basse des trois mortiers. On peut noter que ces distributions sont similaires pour chaque mortier, confirmant qu'il n'y a pas de forte différence entre les réseaux capillaires et les pores d'hydrates entre les parties hautes et basses. Au final, le processus du ressuage interne a peu d'impact sur la répartition de la taille des pores d'hydrates (quelques nanomètres) et des pores capillaires (quelques dizaines à quelques centaines de nanomètres) à 28 jours d'âge.

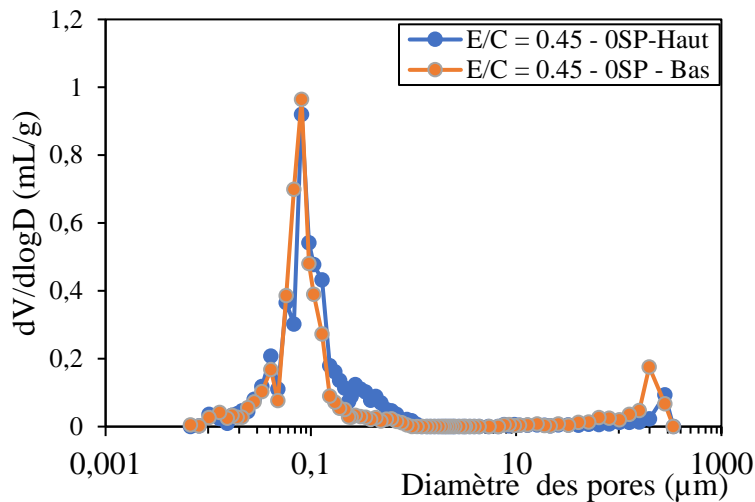


Figure 4-14 : Distribution de la taille des pores des parties haute et basse du mortier E/C 0.45, 0% SP

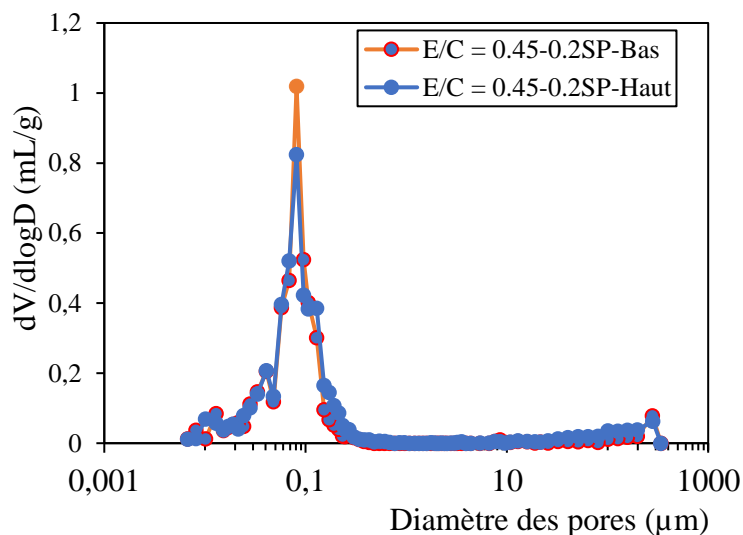


Figure 4-15 : Distribution de la taille des pores des parties haute et basse du mortier E/C 0.45, 0.2% SP

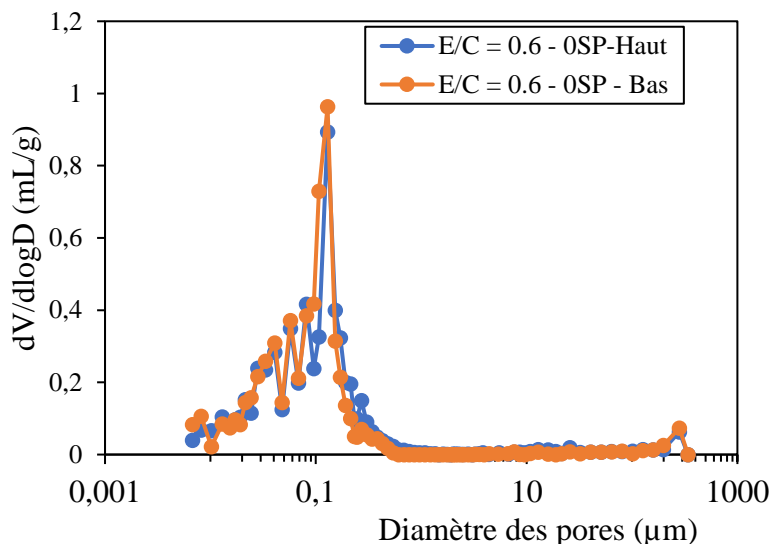


Figure 4-16 : Distribution de la taille des pores des parties haute et basse du mortier E/C 0.6, 0%SP

Par ailleurs, pour approfondir l’effet du ressuage interne sur la microstructure, des observations sont réalisées à l’aide de MEB. Il faut souligner que ces observations sont effectuées sur les parties haute et basse de chaque échantillon. Une comparaison qualitative est effectuée sur 25 images de chaque partie des mortiers.

Les résultats montrent que pour un mortier ayant un rapport E/C de 0.45 sans superplastifiant (relativement homogène) (Figure 4-17), la liaison pâte/sable des parties hautes et basses a peu d’espace fluide et semble être proche l’une de l’autre. La même tendance est aussi observée pour un mortier de rapport E/C = 0.6.

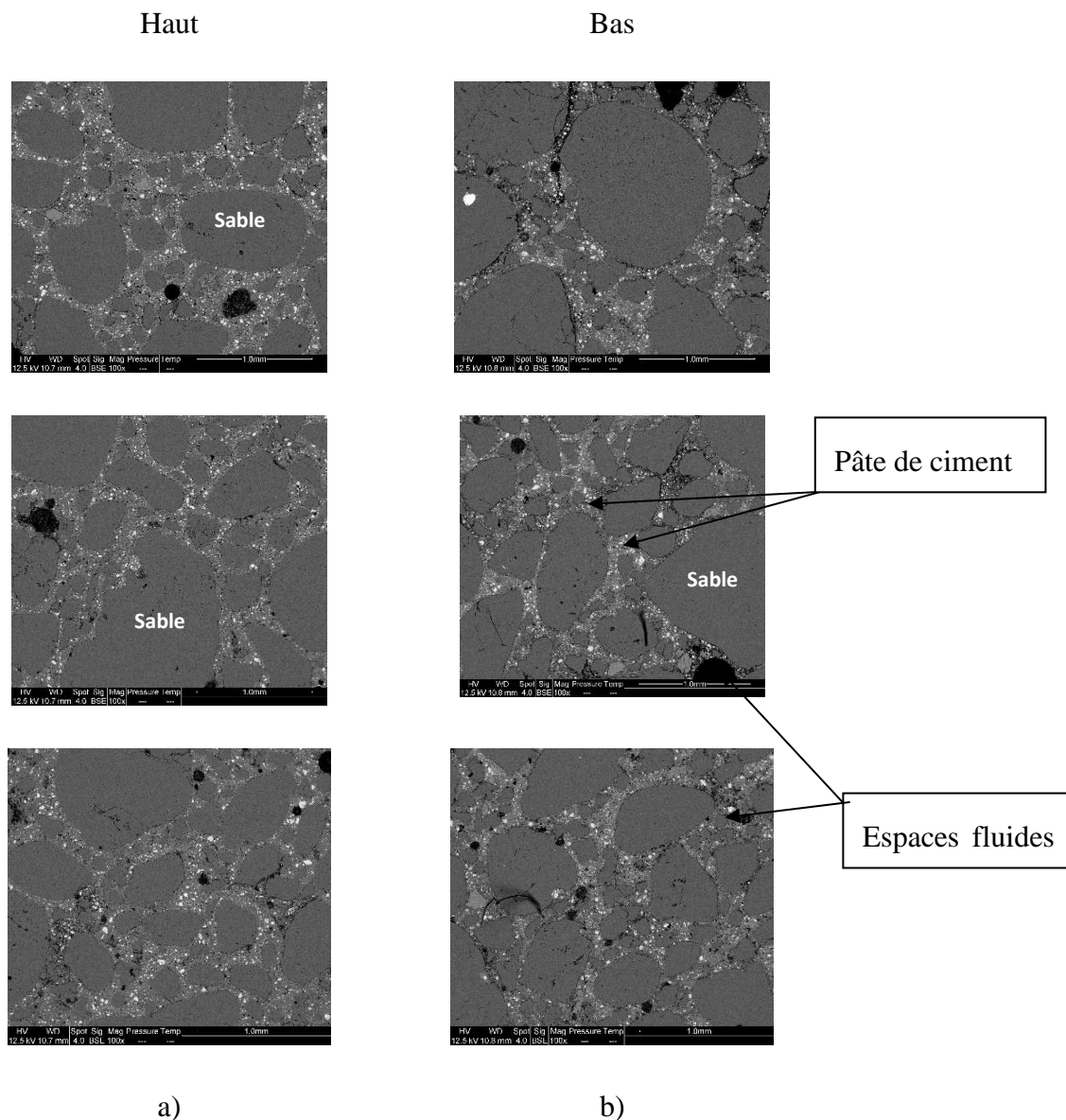


Figure 4-17 : Images de microstructure du mortier ($E/C = 0.45$ et $0.0\%SP$) a) partie haute b) partie basse

Cependant, pour le mortier de rapport $E/C = 0.45$, $0.2\%SP$ (Figure 4-18), des espaces fluides de tailles allant de quelques centaines de micromètres à plusieurs millimètres sont observés. Ces espaces fluides sont situés soit au voisinage des grains de sable, soit au sein de la pâte de ciment. Ils s'avèrent plus particulièrement nombreux dans la partie basse de l'éprouvette. Ces espaces fluides correspondent au volume d'eau et ou d'air mobile qui n'a pu être expulsé lors du ressuage. Il est rappelé que pour le mortier de rapport 0.45 , $0.2\% SP$, l'essentiel du ressuage est interne et c'est le mortier qui présente le plus grand volume d'eau bloqué (cf. Figure 4-12).

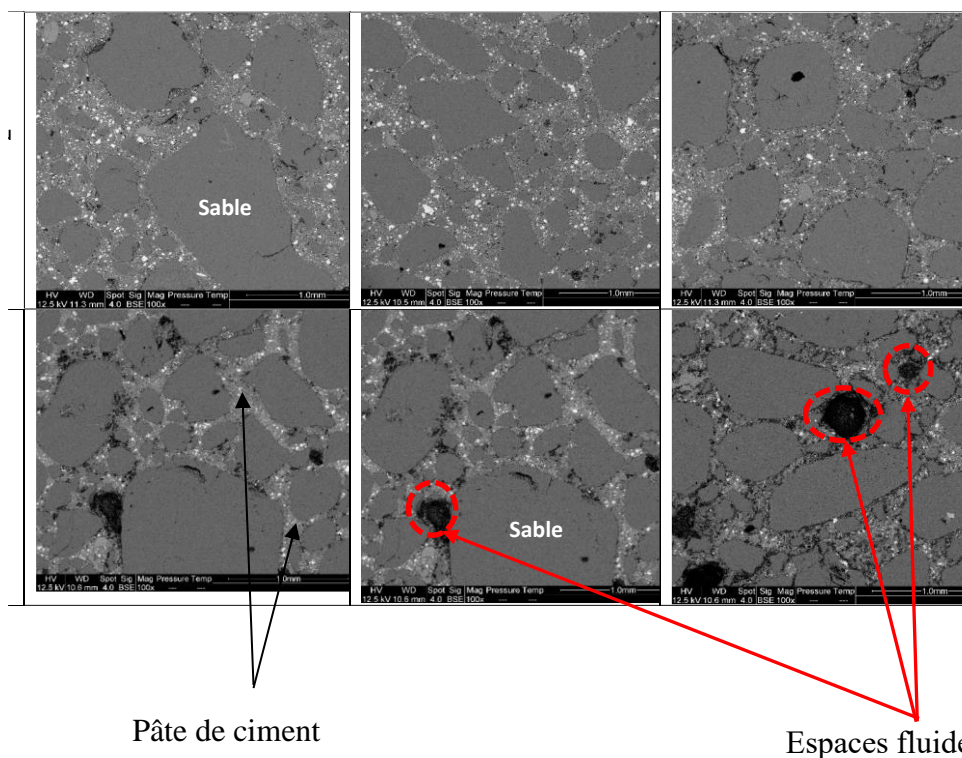


Figure 4-18 : Images de microstructure du mortier (E/C = 0.45 et 0.2%SP) a) partie haute b) partie basse

Ces différents impacts du ressuage sur la microstructure du mortier pourraient affecter les propriétés mécaniques. Cet aspect est étudié par la suite.

4.3.4 EFFET DU RESSUAGE SUR LES PROPRIETES MECANIQUES

Des mesures de résistance à la compression et de traction indirecte et sur deux demi-éprouvettes (partie haute et basse) ont été réalisées 28 jours après la confection des éprouvettes. La Figure 4-19 reprend les résultats des essais à la compression. Le détail des valeurs des essais se trouve dans les tableaux Tableau 0-1, Tableau 0-2 et Tableau 0-3 à l'Annexe C.

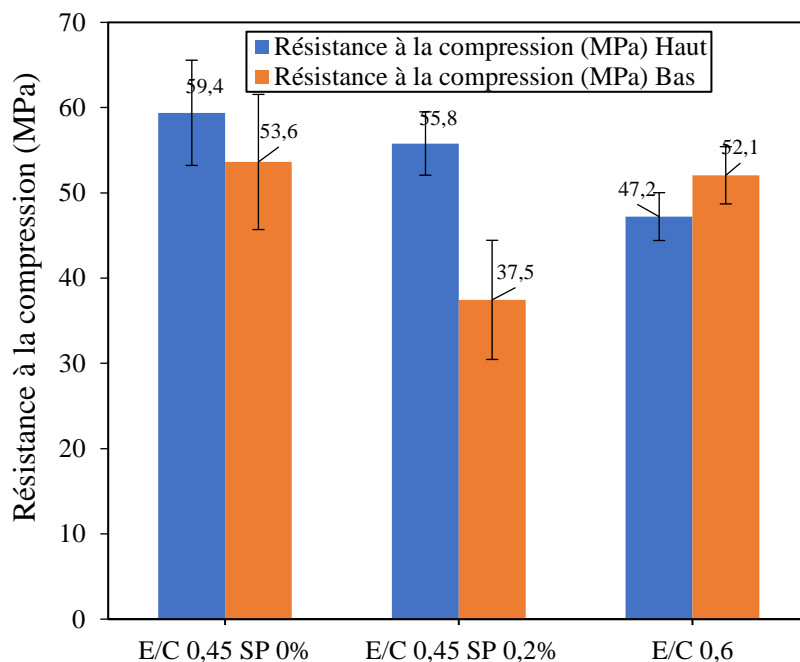


Figure 4-19 : Résistance en compression des différents mortiers (E/C = 0.45, 0 et 0.2%SP et E/C = 0.6)

Pour le mortier E/C 0.45, 0.2 %SP, la faible résistance à la compression obtenue pour la partie basse est à mettre en relation avec les “espaces fluides millimétriques” identifiés précédemment par microscopie électronique à balayage. Ces espaces fluides sont la conséquence du ressuage interne qui représente l’essentiel du ressuage pour ce mortier. Dans ces conditions d’essai (hauteur de ressuage de 16 cm) et piquage, le ressuage interne a conduit à la formation d’un matériau hétérogène pour ce mortier. Il resterait à voir si une vibration plus énergique permettrait de réduire ce caractère hétérogène.

Pour les mortiers E/C 0.45, 0%SP et E/C 0.6, 0 %SP, ils présentent un caractère plus homogène à savoir un écart de résistance plus faible entre le bas et le haut.

Pour le mortier de E/C 0.6, 0%SP la plus faible résistance de la partie haute pourrait être mise en relation avec la formation d’une pâte plus poreuse dans cette zone et ceci conformément aux valeurs de porosité à l’eau (cf. Figure 3-30). Il s’agit d’un résultat attendu lors d’un ressuage homogène avec formation d’un béton de peau [145].

Pour le mortier de E/C 0.45, 0% SP, la plus faible résistance dans la partie inférieure pourrait être mise en relation avec la création d’espaces fluides plus nombreux dans la partie basse. Pour confirmer cela il faudrait une analyse plus fine au MEB. A ce stade de l’analyse et

Chapitre IV : Effet des inclusions de sable sur le ressuage et conséquences sur la microstructure
contrairement au mortier 0.45, 0.2 % SP ces défauts pourraient être trop peu nombreux et trop petit pour être facilement identifiés par une description qualitative.

Il est à noter que les écarts de résistance à la compression entre les parties haute et basse des mortiers ont une évolution similaire à ceux observées sur les pâtes seules de ces mortiers (Figure 3-32). Il y aurait donc à l'échelle de la pâte un phénomène de ressuage interne avec une création plus importante de défauts dans la partie basse par rapport à la partie haute.

En ce qui concerne l'influence du ressuage sur les résistances en traction par fendage, les résultats obtenus sont présentés dans la Figure 4-20.

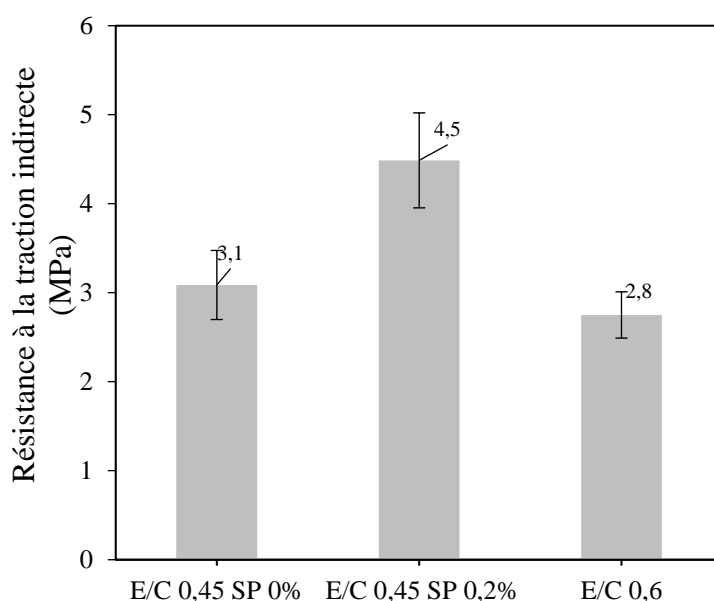


Figure 4-20 : Résistance à la traction indirecte (par fendage) de différents mortiers

Comme pour les essais de compression, les résultats des essais de fendage des mortiers ont une évolution similaire à ceux observées sur les pâtes seules de ces mortiers (Figure 3-32). La meilleure résistance au fendage du mortier E/C 0.45, 0.2%SP a pu être mise en relation avec une zone plus dense dans la première moitié partie basse du matériau après ressuage (Figure 3-31). A l'échelle du mortier cette zone plus dense n'apparaît pas clairement sur les deux $\frac{1}{2}$ éprouvettes obtenus après rupture (Figure 4-21). Par contre, on identifie au MEB, assez facilement les espaces fluides, plus nombreux sur la partie basse.

Chapitre IV : Effet des inclusions de sable sur le ressuage et conséquences sur la microstructure

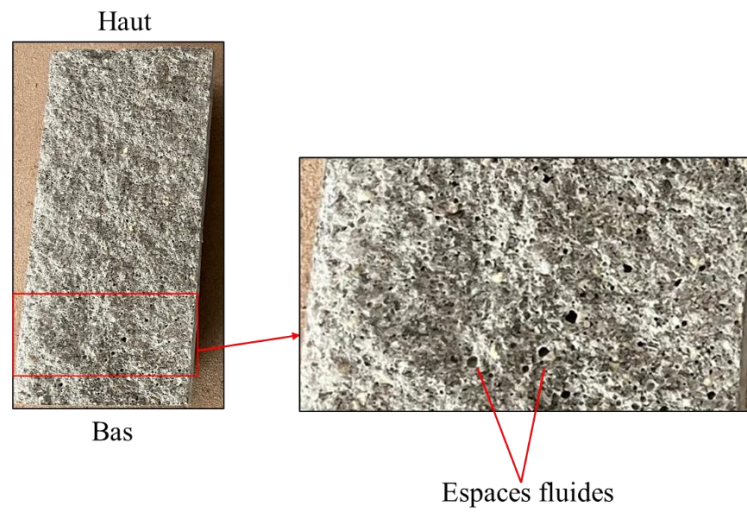


Figure 4-21 : Faciès d'une éprouvette de mortier ayant ressué sous l'effet du SP ($E/C=0.45$ et $0.2\%SP$) rompue en traction par fendage

4.4 CONCLUSION

Dans ce chapitre, l'effet des inclusions de sable sur le ressuage a été étudié. On peut retenir que la présence des inclusions de sable entraîne une diminution de la capacité de ressuage pouvant s'expliquer par le rôle d'obstacle que jouent les grains de sable contre la remontée de l'eau vers la surface. Ceci peut conduire au blocage de l'eau susceptible de ressuier.

Une approche simple et rapide a été proposée pour estimer l'eau bloquée par la présence des inclusions. Cette eau bloquée augmente avec le rapport massique S/C et du dosage en superplastifiant. Lorsque le rapport massique est supérieur à 1, l'eau bloquée n'augmente plus. De plus, au-delà d'un certain seuil d'écoulement statique, la pâte de ciment n'est plus capable de maintenir en suspension les inclusions (sable), ce qui pourrait entraîner la ségrégation. Au-delà de 0.3%SP la quantité d'eau bloquée n'augmente plus et les pâtes deviennent ségrégantes.

L'excès de ces ressuages externe ou interne a des conséquences sur les propriétés à l'état durci du mortier. Un ressuage excessif apporté par le superplastifiant modifie fortement la structure du mortier et entraîne une grande hétérogénéité. Cela a pour conséquence une résistance à la compression plus élevée dans la partie haute par rapport à la partie basse. Cet écart important est dû à la présence des espaces fluides plus importants dans la partie basse que la partie haute. Ces espaces fluides observés dans la pâte de ciment et parfois au voisinage des grains de sable seraient dû à la présence d'un ressuage interne important au sein du mortier. Toutefois, cette hétérogénéité de la microstructure semble avoir peu d'impact sur la différence de porosité (à l'eau et au mercure) entre les parties haute et basse du mortier ressuant en présence d'adjuvant. De plus, pour ce système de mortier, la partie basse pourrait piloter la résistance à la traction par fendage, et en induire une forte valeur de résistance.

Un ressuage excessif équivalent, apporté seulement par le rapport E/C (0.6), semble générer peu de défauts sur la hauteur se traduisant par une résistance en compression de la partie haute proche de celle basse). La variation de la porosité (à l'eau et à mercure) suivant la hauteur être faible.

CONCLUSIONS GENERALES
&
PERSPECTIVES

CONCLUSIONS GENERALES

Les travaux de recherche effectués dans cette thèse se sont intéressés à l'étude du ressuage et ses conséquences à l'échelle de la pâte de ciment et du mortier. Pour atteindre cet objectif, un état de l'art a été fait sur le lien entre l'état frais et l'état durci des matériaux cimentaires vis-à-vis du ressuage. Cet état de l'art a permis d'orienter les besoins de recherches sur l'étude de ce phénomène.

La deuxième partie a été dédiée à la présentation des matériaux utilisés et le choix des méthodes de caractérisation ayant permis de conduire cette étude.

Quant à la troisième partie, elle est consacrée à l'étude du ressuage des pâtes de ciment se traduisant par l'effet de la dispersion amenée par le rapport E/C, la vibration et l'adjuvantation sur le ressuage des pâtes cimentaires. La mesure de ressuage a été réalisée à l'aide de plusieurs méthodes de mesure de ressuage incluant une méthode optique et des méthodes d'extraction d'eau à la surface. Les résultats ont montré que la capacité de ressuage et la vitesse de ressuage augmentent avec le rapport E/C et la vibration. Par ailleurs, la présence d'adjuvantation modifie significativement l'évolution du ressuage et entraîne une augmentation de la capacité et de la vitesse de ressuage. Ces modifications s'expliquent par plusieurs mécanismes résultants principalement des forces d'interaction colloïdales qui permettent de structurer le réseau des particules, contrairement à la force de gravité qui tente de déstabiliser ce réseau.

En ce qui concerne l'effet de l'adjuvantation sur le ressuage, les résultats ont montré que le superplastifiant assure la dispersion des particules de ciment à travers la diminution des forces de Van der Waals. L'eau piégée entre les agglomérats est libérée et entraîne une augmentation du ressuage (de façon analogue à une augmentation du rapport E/C). Cette dispersion peut également entraîner localement une augmentation de la perméabilité initiale à la suite de la formation des canaux d'extraction d'eau, initiée par les forces de traînée visqueuses. Par ailleurs, l'adjuvantation permet de réduire les défauts dans le système (bulles d'air et/ou agglomérats) qui sont susceptibles d'agir comme des inclusions en ralentissant la percolation d'eau vers la surface. Le superplastifiant induit également un retard d'hydratation, ce qui rallonge la période dormante pendant laquelle la pâte de ciment a plus de temps pour ressuier avant la prise du ciment.

L'effet du ressuage excessif induit par le superplastifiant et le rapport E/C sur l'homogénéité et la microstructure de la pâte de ciment a été étudié. Il en ressort que le ressuage d'une pâte de ciment apporté par le rapport E/C n'affecte pas l'homogénéité des hydrates

Conclusions générales & Perspectives

(portlandite, ettringite et calcite) puisque les écarts entre la porosité et la répartition des hydrates entre le haut et le bas sont faibles. Cependant, le ressuage induit par l'adjuvantation entraîne une hétérogénéité des hydrates et la porosité entre le haut et le bas du matériau. Ce qui peut aussi affecter les propriétés mécaniques de la pâte de ciment dont la résistance en compression du haut et le bas ; et la résistance à la traction par fendage.

Puis le ressuage à l'échelle du mortier a été abordé à travers l'effet des inclusions de sable sur le ressuage. Une relation de diminution de la capacité de ressuage avec les inclusions est obtenue. Cette diminution de ressuage peut être liée au blocage d'eau de ressuage par les inclusions. Une méthodologie expérimentale simple et efficace est alors proposée pour quantifier l'eau bloquée (ressuage interne) par les inclusions. Le ressuage interne résulte donc de la différence entre le ressuage d'une pâte de ciment hors mortier et le ressuage d'une pâte de ciment dans un mortier. Ce ressuage interne augmente avec le rapport S/C et le taux d'adjuvantation. A partir du rapport S/C = 1, l'eau bloquée n'augmente plus, alors qu'elle augmente avec le dosage en superplastifiant. De plus, le ressuage interne n'augmente plus à partir de 0.3%SP où la pâte suspendante n'est plus capable de maintenir les inclusions en suspension provoquant de la ségrégation.

Un ressuage interne élevé induit plus des défauts au niveau de la liaison pâte/sable qu'au sein de la pâte. Ces défauts se traduisent par des espaces fluides. La conséquence est une résistance à la compression plus élevée dans la partie haute que par rapport à la partie basse. Cet écart important est dû à la présence d'espaces fluides plus importants dans la partie basse que la partie haute. De plus, pour ce système de mortier, la partie basse peut piloter la résistance à la traction par fendage, et en induire une forte valeur de résistance.

PERSPECTIVES

A la suite des travaux de recherche effectués dans cette thèse, plusieurs pistes de recherches nécessiteraient d'être abordées. Elles permettraient de compléter les données sur la compréhension du phénomène de ressuage et ses éventuels effets sur d'autres propriétés des matériaux cimentaires.

L'hétérogénéité dans les pâtes de ciments et du mortier induite par un ressuage excessif, pourrait avoir un impact macroscopique sur des variations dimensionnelles des matériaux cimentaires. Il serait alors intéressant de faire le lien entre le ressuage et le retrait des matériaux cimentaires aux états frais et durcis.

Afin d'approfondir l'effet du ressuage sur la liaison pâte/granulats, il serait intéressant de travailler sur des essais à l'échelle d'une interface modèle.

Il serait aussi intéressant d'étudier l'effet des graviers, gravillons et armatures sur le ressuage interne. Etudier le ressuage du béton bas carbone serait aussi intéressant. Par exemple, un des axes de développement du béton bas carbone est de mélanger un squelette (sable-gravillon) représentant une fraction volumique élevée (plus de 70% en volume) avec des pâtes à faible rapport Eau/Liant fortement adjuvantées. Il s'agit d'un milieu a priori favorable à un blocage de l'eau de ressuage. Il serait alors intéressant d'appliquer la méthodologie d'estimation du ressuage interne, pour apprécier l'impact du ressuage interne sur la méso-structure et les propriétés mécaniques.

De même, les encres d'impression 3D mettent en œuvre des pâtes cimentaires à faibles rapports E/C mais fortement adjuvantées, il pourrait être intéressant d'apprécier les potentiels gradients de microstructure dans le sens du coulage des couches induites par le ressuage.

La Figure 0-1 présente un schéma synthétique des grandes idées mises en perspectives à l'issue de cette thèse.

Conclusions générales & Perspectives

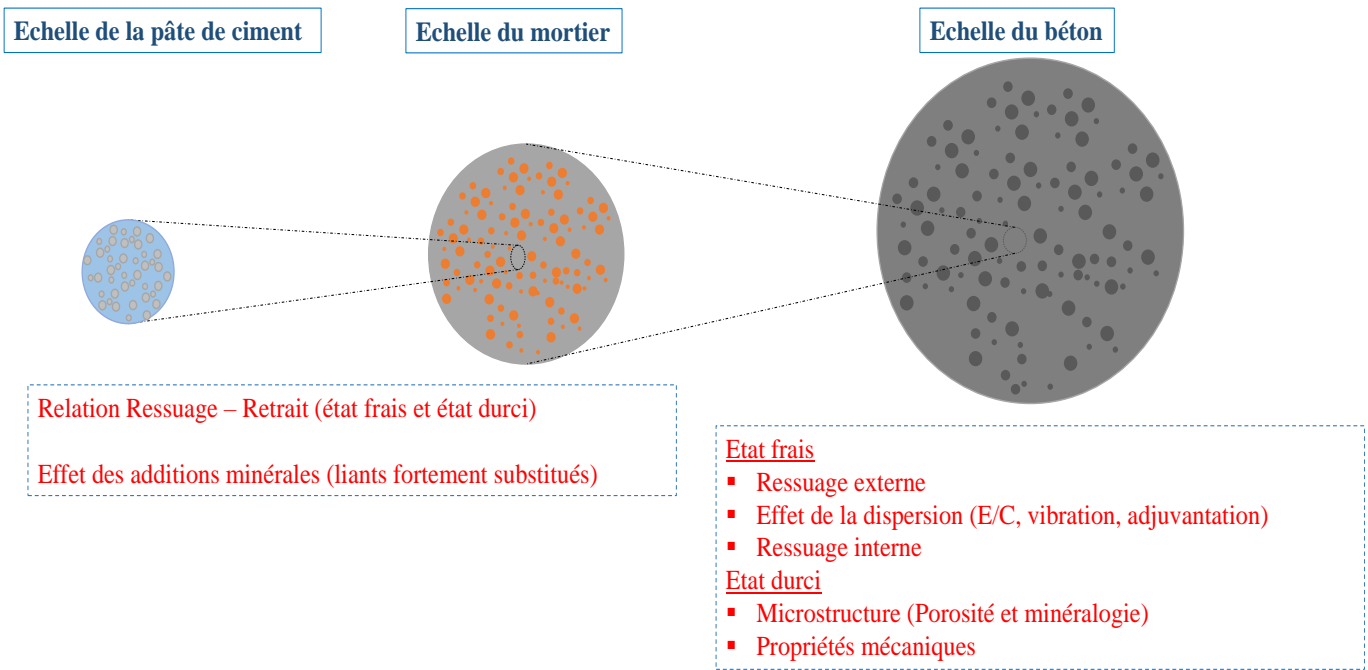


Figure 0-1 : Schéma synthétique des perspectives de cette thèse

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] M. Lessard, E. Dallaire, D. Blouin, P.C. Aitcin, high performance concrete speeds reconstruction for mcdonald's, *Concr. Int.* 16 (1994).
- [2] H. Okamura, K. Ozawa, Self-compacting high performance concrete, *Struct. Eng. Int.* 6 (1996) 269–270.
- [3] S.M.G. P. Aggarwal, R. Siddique, Y. Aggarwal, Self-compacting concrete - Procedure for mix design, *Leonardo Electron. J. Pr. Technol.* (2008).
- [4] F. De Larrard, *Structures granulaires et formulation des bétons*, (2000).
- [5] F. De Larrard, T. Sedran, Optimization of ultra-high-performance concrete by the use of a packing model, *Cem. Concr. Res.* 24 (1994) 997–1009.
- [6] P.-C. Nkinamubanzi, S. Mantellato, R.J. Flatt, Superplasticizers in practice, in: *Sci. Technol. Concr. Admixtures*, Elsevier, 2016: pp. 353–377.
- [7] T.C. Powers, *The Bleeding of Portland Cement Paste, Mortar, and Concrete: Treated as a Special Case of Sedimentation*, Portland Cement Association Bulletin. No.2, Chicago, 1939.
- [8] L. Jossierand, O. Coussy, F. de Larrard, Bleeding of concrete as an ageing consolidation process, *Cem. Concr. Res.* 36 (2006) 1603–1608.
- [9] N. Massoussi, E. Keita, N. Roussel, The heterogeneous nature of bleeding in cement pastes, *Cem. Concr. Res.* 95(2017)108–116.
<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.02.012>.
- [10] P. Acker, J.M. Torrenti, M. Guérinet, La maîtrise de la fissuration au jeune âge: condition de durabilité des ouvrages en béton, *La Durabilité Des Bétons.* (2008) 217–246.
- [11] G. Giaccio, A. Giovambattista, Bleeding: evaluation of its effects on concrete behaviour, *Mater. Struct.* 19 (1986) 265–271.
- [12] K.L. Scrivener, A.K. Crumbie, P. Laugesen, The interfacial transition zone (ITZ) between cement paste and aggregate in concrete, *Interface Sci.* 12 (2004) 411–421.
<https://doi.org/10.1023/B:INTS.0000042339.92990.4c>.
- [13] L. Jossierand, *Ressuage des bétons hydrauliques*, 2002.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [14] Y. Peng, S. Jacobsen, Influence of water/cement ratio, admixtures and filler on sedimentation and bleeding of cement paste, *Cem. Concr. Res.* 54 (2013) 133–142. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2013.09.003>.
- [15] A. Perrot, D. Rangeard, V. Picandet, Y. Mélinge, Hydro-mechanical properties of fresh cement pastes containing polycarboxylate superplasticizer, *Cem. Concr. Res.* 53 (2013) 221–228. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2013.06.015>.
- [16] Y. El Bitouri, N. Azéma, Contribution of turbidimetry on the characterization of cement pastes bleeding, *Adv. Cem. Res.* (2022) 1–30. <https://doi.org/10.1680/jadcr.22.00040>.
- [17] J.H. Kim, H.J. Yim, S.H. Kwon, Quantitative measurement of the external and internal bleeding of conventional concrete and SCC, *Cem. Concr. Compos.* 54 (2014) 34–39. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2014.05.006>.
- [18] H.J. Yim, J.H. Kim, H.G. Kwak, J.K. Kim, Evaluation of internal bleeding in concrete using a self-weight bleeding test, *Cem. Concr. Res.* 53 (2013) 18–24. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2013.05.015>.
- [19] T.C. Powers, *The properties of fresh concrete*, J. Wiley Sons. (1968) 533–652.
- [20] E.G. Kelly, and D.J. Spottyswood, *Introduction to mineral processing.*, J. Wiley Sons, Inc. - Wiley Intersci. (1982).
- [21] G.G. Stokes, *On the effect of the internal friction of fluids on the motion of pendulums*, (1851).
- [22] C.K. Loh, T.S. Tan, X. Yong, T.H. Wee, *An experimental study on bleeding and channelling of cement paste and mortar*, (1998).
- [23] E.A. Toorman, *Sedimentation and self-weight consolidation : general unifying theory*, *Géotechnique.* 46 (1996) 103–113.
- [24] A. Radocea, *A new method for studying bleeding of cement paste*, *Cem. Concr. Res.* 22 (1992) 855–868. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(92\)90110-H](https://doi.org/10.1016/0008-8846(92)90110-H).
- [25] C.M. Neubauer, M. Yang, H.M. Jennings, *Interparticle potential and sedimentation behavior of cement suspensions: effects of admixtures*, *Adv. Cem. Based Mater.* 8 (1998) 17–27.
- [26] T.-S. Tan, C.-K. Loh, K.-Y. Yong, T.-H. Wee, *Modelling of bleeding of cement paste*

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- and mortar, *Adv. Cem. Res.* 9 (1997) 75–91.
- [27] Y. Peng, R.A. Lauten, K. Reknes, S. Jacobsen, Bleeding and sedimentation of cement paste measured by hydrostatic pressure and Turbiscan, *Cem. Concr. Compos.* 76 (2017) 25–38. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2016.11.013>.
- [28] C.K. Loh, T.S. Tan, K.Y. Yong, T.H. Wee, An experimental study on bleeding and channelling of cement paste and mortar, *Adv. Cem. Res.* 10 (1998) 1–16. <https://doi.org/10.1680/adcr.1998.10.1.1>.
- [29] T.S. Tan, T.H. Wee, S.A. Tan, C.T. Tam, S.L. Lee, A consolidation model for bleeding of cement paste, *Adv. Cem. Res.* 1 (1987) 18–26.
- [30] P.K. Mehta, *Concrete. Structure, properties and materials*, (1986).
- [31] J. Farran, Contribution mineralogique a l'étude de l'adhérence entre les constituants hydrates des ciments et les matériaux associés, Dr. Es Sci. Univ. Toulouse, *Revue Des Matériaux Constr.* (1956).
- [32] M. Hoshino, Difference of the w/c ratio, porosity and microscopical aspect between the upper boundary paste and the lower boundary paste of the aggregate in concrete, *Mater. Struct.* 21 (1988) 336–340.
- [33] W. Jaafar, Influence de la carbonatation sur la porosité et la perméabilité des bétons, DEA Géomatériaux. Div. Bétons Compos. Cimentaires. Sect. Microstruct. Durabilité Du Béton, LCPC. (2003).
- [34] J.P. Ollivier, J.C. Maso, B. Bourdette, Interfacial transition zone in concrete, *Adv. Cem. Based Mater.* 2 (1995) 30–38. [https://doi.org/10.1016/1065-7355\(95\)90037-3](https://doi.org/10.1016/1065-7355(95)90037-3).
- [35] A. Perrot, T. Lecompte, H. Khelifi, C. Brumaud, J. Hot, N. Roussel, Yield stress and bleeding of fresh cement pastes, *Cem. Concr. Res.* 42 (2012) 937–944. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2012.03.015>.
- [36] D. Marchon, R.J. Flatt, 12 - Impact of chemical admixtures on cement hydration, in: P.-C. Aïtcin, R.J. Flatt (Eds.), *Sci. Technol. Concr. Admixtures*, Woodhead Publishing, 2016: pp. 279–304. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100693-1.00012-6>.
- [37] N. Roussel, A. Lemaître, R.J. Flatt, P. Coussot, Steady state flow of cement suspensions:

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- A micromechanical state of the art, *Cem. Concr. Res.* 40 (2010) 77–84. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.08.026>.
- [38] R.J. Flatt, Dispersion forces in cement suspensions, *Cem. Concr. Res.* 34 (2004) 399–408.
- [39] K. Yoshioka, E. Sakai, M. Daimon, A. Kitahara, Role of steric hindrance in the performance of superplasticizers for concrete, *J. Am. Ceram. Soc.* 80 (1997) 2667–2671.
- [40] R.J. Flatt, I. Schober, E. Raphael, C. Plassard, E. Lesniewska, Conformation of adsorbed comb copolymer dispersants, *Langmuir.* 25 (2009) 845–855.
- [41] W.F. Eckert, J.H. Masliyah, M.R. Gray, P.M. Fedorak, Prediction of sedimentation and consolidation of fine tails, *AIChE J.* 42 (1996) 960–972.
- [42] R.J. Flatt, P. Bowen, Yodel: a yield stress model for suspensions, *J. Am. Ceram. Soc.* 89 (2006) 1244–1256.
- [43] Y. El Bitouri, N. Azéma, Contribution of turbidimetry on the characterisation of cement pastes bleeding, *Adv. Cem. Res.* 0 (2022) 1–11. <https://doi.org/10.1680/jadcr.22.00040>.
- [44] R.K. Dhir, M.J. McCarthy, S. Zhou, P.A.J. Tittle, Role of cement content in specifications for concrete durability: cement type influences, *Proc. Inst. Civ. Eng. - Struct. Build.* 157 (2004) 113–127. <https://doi.org/10.1680/stbu.2004.157.2.113>.
- [45] K.L. Scrivener, P.L. Pratt, A preliminary study of the microstructure of the cement/sand bond in mortars, in: *Proc. 8th Int. Congr. Chem. Cem., Vol III, Rio de Janeiro: Finep, 1986: pp. 466–471.*
- [46] K.L. Scrivener, A. Bentur, P.L. Pratt, Quantitative characterization of the transition zone in high strength concretes, *Adv. Cem. Res.* 1 (1988) 230–237.
- [47] O.H. Wallevik, J.E. Wallevik, Rheology as a tool in concrete science: The use of rheographs and workability boxes, *Cem. Concr. Res.* 41 (2011) 1279–1288.
- [48] A. Elsharief, M.D. Cohen, J. Olek, Influence of lightweight aggregate on the microstructure and durability of mortar, *Cem. Concr. Res.* 35 (2005) 1368–1376.
- [49] S. Hemavibool, The microstructure of synthetic aggregate produced from waste materials and its influence on the properties of concrete, (2007).

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [50] J.C. Souche, P. Devillers, M. Salgues, E. Garcia-Diaz, Influence of recycled coarse aggregates on permeability of fresh concrete, *Cem. Concr. Compos.* 83 (2017) 394–404. <https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2017.08.002>.
- [51] L. Jossierand, F. De Larrard, A method for concrete bleeding measurement, *Mater. Struct. Constr.* 37 (2004) 666–670. <https://doi.org/10.1617/14052>.
- [52] R. Combrinck, M. Kayondo, D.M. Meyer, W.P. Boshoff, A comparison of bleeding measurement techniques with a proposed method utilising super absorbent polymers, *Mater. Struct.* 55 (2022) 194.
- [53] D. Snoeck, K. Van Tittelboom, S. Steuperaert, P. Dubruel, N. De Belie, Self-healing cementitious materials by the combination of microfibres and superabsorbent polymers, *J. Intell. Mater. Syst. Struct.* 25 (2014) 13–24.
- [54] A. Mignon, G.-J. Graulus, D. Snoeck, J. Martins, N. De Belie, P. Dubruel, S. Van Vlierberghe, pH-sensitive superabsorbent polymers: a potential candidate material for self-healing concrete, *J. Mater. Sci.* 50 (2015) 970–979.
- [55] P. Gelade, Stabilité et comportement rhéologique des coulis d'injection pour gaine de précontrainte, (2001).
- [56] K.H. Khayat, Z. Guizani, Use of viscosity-modifying admixture to enhance stability of fluid concrete, *ACI Mater. J.* 94 (1997) 332–340. <https://doi.org/10.14359/317>.
- [57] H. Kayir, W.J. Weiss, A fundamental look at settlement in fresh systems: Role of mixing time and high range water reducers, in: *First North Am. Conf. Self-Consolidating Concr.* Chicago, 2002: pp. 27–32.
- [58] N. Massoussi, Ressuage des matériaux cimentaires : origine physique et changement d ' échelle To cite this version : HAL Id : tel-01743758 Ressuage des matériaux cimentaires : origine physique et changement d ' échelle, (2018).
- [59] Y. Peng, K. De Weerd, S. Jacobsen, B. Pedersen, Model and test methods for stability of fresh cement paste, *Adv. Civ. Eng. Mater.* 3 (2014) 1–24.
- [60] H.M. Jennings, C.M. Neubauer, M. Yang, Interparticle Potential and Sedimentation Behavior of Cement Suspensions: Effects of Admixtures, *Adv. Cem. Based Mater.* 8 (1998) 17–27.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [61] S. Amziane, A. Perrot, T. Lecompte, A novel settling and structural build-up measurement method, *Meas. Sci. Technol.* 19 (2008). <https://doi.org/10.1088/0957-0233/19/10/105702>.
- [62] G.G. Stokes, *MATHEMATICAL and PHYSICAL PAPERS* vol III, (1901).
- [63] O. Mengual, G. Meunier, I. Cayre, K. Puech, P. Snabre, *Talanta* 50 (1999) 445–456.pdf, *Talanta*. 50 (1999) 445–456.
- [64] M. Kerker, *The Scattering of Light* Academic Press, New York. (1969).
- [65] S. Amziane, *Contribution à l'étude des matériaux cimentaires à l'état frais*, (2005).
- [66] Y. Guo, T. Zhang, J. Wei, Q. Yu, S. Ouyang, Evaluating the distance between particles in fresh cement paste based on the yield stress and particle size, *Constr. Build. Mater.* 142 (2017) 109–116. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.03.055>.
- [67] S. Soga, K. Takagi, A. Kimura, Influence of the mixing energy on fresh concrete, *Trans. Jap. Concr. Inst.* 8 (1986) 73–80.
- [68] A.C. Institute, *ACI Committee 309: Behaviour of Fresh Concrete During Vibration, Reapproved*, (1998).
- [69] A.M. Neville, *Properties of concrete* 3rd edition, Pitman, London. (1981).
- [70] R.J. Flatt, Y.F. Houst, A simplified view on chemical effects perturbing the action of superplasticizers, *Cem. Concr. Res.* 31 (2001) 1169–1176. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(01\)00534-8](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(01)00534-8).
- [71] J. Cheung, A. Jeknavorian, L. Roberts, D. Silva, Impact of admixtures on the hydration kinetics of Portland cement, *Cem. Concr. Res.* 41 (2011) 1289–1309. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.03.005>.
- [72] J. Plank, E. Sakai, C.W. Miao, C. Yu, J.X. Hong, Chemical admixtures - Chemistry, applications and their impact on concrete microstructure and durability, *Cem. Concr. Res.* 78 (2015) 81–99. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.05.016>.
- [73] A. Pop, C. Badea, I. Ardelean, The Effects of Different Superplasticizers and Water-to-Cement Ratios on the Hydration of Gray Cement Using T2-NMR, *Appl. Magn. Reson.* 44 (2013) 1223–1234. <https://doi.org/10.1007/s00723-013-0475-5>.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [74] R.J. Flatt, P. Bowen, Reply to the discussion by S. Chatterji of the paper “Electrostatic repulsion between particles in cement suspensions: domain of validity of linearized Poisson–Boltzmann equation for nonideal electrolytes,” *Cem. Concr. Res.* 34 (2004) 1955–1957. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.03.004>.
- [75] R. Flatt, I. Schober, *Superplasticizers and the rheology of concrete*, Woodhead Publishing Limited, 2011. <https://doi.org/10.1016/B978-0-85709-028-7.50007-8>.
- [76] J. Björnström, S. Chandra, Effect of superplasticizers on the rheological properties of cements, *Mater. Struct. Constr.* 36 (2003) 685–692. <https://doi.org/10.1617/13912>.
- [77] L. Ferrari, J. Kaufmann, F. Winnefeld, J. Plank, Multi-method approach to study influence of superplasticizers on cement suspensions, *Cem. Concr. Res.* 41 (2011) 1058–1066. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.06.010>.
- [78] R. Flatt, I. Schober, *Superplasticizers and the rheology of concrete*, Woodhead Publishing Limited, 2012. <https://doi.org/10.1533/9780857095282.2.144>.
- [79] F. De Larrard, *Concrete mixture proportioning: a scientific approach*, CRC Press, 1999.
- [80] A.K.H. Kwan, I.Y.T. Ng, Optimum superplasticiser dosage and aggregate proportions for SCC, *Mag. Concr. Res.* 61 (2009) 281–292. <https://doi.org/10.1680/macr.2008.00010>.
- [81] M. Ben Aicha, Y. Burtschell, A.H. Alaoui, K. El Harrouni, O. Jalbaud, Correlation between bleeding and rheological characteristics of self-compacting concrete, *J. Mater. Civ. Eng.* 29 (2017) 5017001.
- [82] Z. Zhang, Z. Jia, J. Shi, Y. Jiang, N. Banthia, Y. Zhang, Clarifying and quantifying the driving force for the evolution of static yield stress of cement pastes, *Cem. Concr. Res.* 167 (2023) 107129. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2023.107129>.
- [83] A. Zingg, F. Winnefeld, L. Holzer, J. Pakusch, S. Becker, L. Gauckler, Adsorption of polyelectrolytes and its influence on the rheology, zeta potential, and microstructure of various cement and hydrate phases, *J. Colloid Interface Sci.* 323 (2008) 301–312.
- [84] Y.-R. Zhang, X.-P. Cai, X.-M. Kong, L. Gao, Effects of comb-shaped superplasticizers with different charge characteristics on the microstructure and properties of fresh cement pastes, *Constr. Build. Mater.* 155 (2017) 441–450.
- [85] V. Picandet, D. Rängeard, A. Perrot, T. Lecompte, Permeability measurement of fresh

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- cementpaste, *Cem. Concr. Res.* 41(2011)330–338.
<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2010.11.019>.
- [86] Y.E.B. and Nathalie, Potential Correlation Between Yield Stress and Bleeding, in: SP-349 11th ACI/RILEM Int. Conf. Cem. Mater. Altern. Bind. Sustain. Concr., American Concrete Institute, 2021. <https://doi.org/10.14359/51732766>.
- [87] Y. Qian, K. Lesage, K. El Cheikh, G. De Schutter, Effect of polycarboxylate ether superplasticizer (PCE) on dynamic yield stress, thixotropy and flocculation state of fresh cement pastes in consideration of the Critical Micelle Concentration (CMC), *Cem. Concr. Res.* 107 (2018) 75–84. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.02.019>.
- [88] J. Han, K. Wang, Influence of bleeding on properties and microstructure of fresh and hydrated Portland cement paste, *Constr. Build. Mater.* 115 (2016) 240–246. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.04.059>.
- [89] Y. Ji, L. Pel, Z. Sun, The microstructure development during bleeding of cement paste: An NMR study, *Cem. Concr. Res.* 125(2019)
<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2019.105866>.
- [90] T.C. Powers, L.E. Copeland, J.C. Hayes, H.M. Mann, Permeability of portland cement paste, in: *J. Proc.*, 1954: pp. 285–298.
- [91] D. Bednarska, A. Wieczorek, M. Koniorczyk, The effect of bleeding on ice formation and water transport in blended cement systems, *Constr. Build. Mater.* 324 (2022) 126674. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.126674>.
- [92] A. Lecomte, F. de Larrard, Résistance à la compression de bétons hydrauliques au squelette granulaire non optimisé, *Bull. Des Lab. Des Ponts Chaussées.* (2001).
- [93] P. Bartos, *Fresh concrete: properties and tests*, Elsevier, 2013.
- [94] T.A. Söylev, R. François, Corrosion of reinforcement in relation to presence of defects at the interface between steel and concrete, *J. Mater. Civ. Eng.* 17 (2005) 447–455.
- [95] T.A. Söylev, R. François, Effects of bar-placement conditions on steel-concrete bond, *Mater. Struct.* 39 (2006) 211–220.
- [96] D.C. Spooner, The stress-strain relationship for hardened cement pastes in compression, *Mag. Concr. Res.* 24 (1972) 85–92.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [97] P. Déjardin, Volume effect of the adsorbed layer on the determination of adsorption isotherms of macromolecules by the depletion method, *J. Phys. Chem.* 86 (1982) 2800–2801. <https://doi.org/10.1021/j100211a048>.
- [98] A. Colombo, M.R. Geiker, H. Justnes, R.A. Lauten, K. De Weerd, On the effect of calcium lignosulfonate on the rheology and setting time of cement paste, *Cem. Concr. Res.* 100 (2017) 435–444. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.06.009>.
- [99] K.C. Hsu, J.J. Chiu, S. Da Chen, Y.C. Tseng, Effect of addition time of a superplasticizer on cement adsorption and on concrete workability, *Cem. Concr. Compos.* 21 (1999) 425–430. [https://doi.org/10.1016/S0958-9465\(99\)00030-X](https://doi.org/10.1016/S0958-9465(99)00030-X).
- [100] I. Aiad, Influence of time addition of superplasticizers on the rheological properties of fresh cement pastes, *Cem. Concr. Res.* 33 (2003) 1229–1234. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(03\)00037-1](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(03)00037-1).
- [101] Uchikawa, H. Sawaki, S. Hanehara, Influence of kind and added timing of organic admixture on the composition, structure and property of fresh cement paste, *Cem. Concr. Res.* 25 (1995) 353–364. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(95\)00021-6](https://doi.org/10.1016/0008-8846(95)00021-6).
- [102] Y. El Bitouri, N. Azéma, G. Le Saoût, R.A. Lauten, K. De Weerd, Effect of Plasticizer on Hydration and Rheological Behavior of Cement Pastes, *CivilEng.* 3 (2022) 748–759. <https://doi.org/10.3390/civileng3030043>.
- [103] A. Aït-Kadi, P. Marchal, L. Choplin, A. Chrissemant, M. Bousmina, Quantitative analysis of mixer-type rheometers using the Couette analogy, *Can. J. Chem. Eng.* 80 (2002) 1166–1174.
- [104] F. Mahaut, S. Mokéddem, X. Chateau, N. Roussel, G. Ovarlez, Effect of coarse particle volume fraction on the yield stress and thixotropy of cementitious materials, *Cem. Concr. Res.* 38 (2008) 1276–1285. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2008.06.001>.
- [105] N. Roussel, Steady and transient flow behaviour of fresh cement pastes, *Cem. Concr. Res.* 35 (2005) 1656–1664. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.08.001>.
- [106] M. Fourmentin, G. Ovarlez, P. Faure, U. Peter, D. Lesueur, D. Daviller, P. Coussot, Rheology of lime paste—a comparison with cement paste, *Rheol. Acta.* 54 (2015) 647–656. <https://doi.org/10.1007/s00397-015-0858-7>.
- [107] Y. El Bitouri, N. Azéma, Potential Correlation Between Yield Stress and Bleeding, in:

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- SP-349 11th ACI/RILEM Int. Conf. Cem. Mater. Altern. Bind. Sustain. Concr., American Concrete Institute, 2021: pp. 479–494. <https://doi.org/10.14359/51732766>.
- [108] E.N. Landis, D.T. Keane, X-ray microtomography, *Mater. Charact.* 61 (2010) 1305–1316. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2010.09.012>.
- [109] E. Maire, L. Salvo, P. Cloetens, E. Maire, L. Salvo, P. Cloetens, D.I. Michiel, Tomographie à rayons X appliquée à l' étude des matériaux Tomographie à rayons X appliquée à l' étude des matériaux par, 33 (2023) 0–11.
- [110] CEN, Méthodes d'essais des ciments — Partie 1 : Détermination des résistances, (2016).
- [111] S. Diamond, A discussion of the paper" effect of drying on cement-based materials pore structure as identified by mercury porosimetry-comparative study between oven-, vacuum-, and freeze-drying" by c. galle, *Cem. Concr. Res.* 33 (2003).
- [112] C. Galle, Effect of drying on cement-based materials pore structure as identified by mercury intrusion porosimetry: A comparative study between oven-, vacuum-, and freeze-drying, *Cem. Concr. Res.* 31 (2001) 1467–1477.
- [113] J. Zhang, G.W. Scherer, Comparison of methods for arresting hydration of cement, *Cem. Concr. Res.* 41 (2011) 1024–1036. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.06.003>.
- [114] H.F.W. Taylor, *Cement chemistry*, Thomas Telford London, 1997.
- [115] D.P. Bentz, P.E. Stutzman, SEM analysis and computer modelling of hydration of Portland cement particles, *ASTM Spec. Tech. Publ.* 1215 (1994) 60.
- [116] K.O. Kjellsen, A. Monsøy, K. Isachsen, R.J. Detwiler, Preparation of flat-polished specimens for SEM-backscattered electron imaging and X-ray microanalysis—importance of epoxy impregnation, *Cem. Concr. Res.* 33 (2003) 611–616.
- [117] H.S. Wong, N.R. Buenfeld, Patch microstructure in cement-based materials: Fact or artefact?, *Cem. Concr. Res.* 36 (2006) 990–997.
- [118] S. Rodts, Etude du passage micro-macro pour le transport par diffusion en milieu poreux. Application aux expériences de RMN-GCP, (2001).
- [119] S. Lowell, J.E. Shields, *Powder surface area and porosity*, Springer Science & Business Media, 1991.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [120] T. Allen, Surface area and pore size determination, (No Title). (1997).
- [121] J. Ollivier, J.-M. Torrenti, La structure poreuse des bétons et les propriétés de transfert, La Durabilité Des Bétons. (2008) 51–133.
- [122] S. Diamond, Mercury porosimetry: An inappropriate method for the measurement of pore size distributions in cement-based materials, *Cem. Concr. Res.* 30 (2000) 1517–1525. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(00\)00370-7](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00370-7).
- [123] F. Moro, H. Böhni, Ink-bottle effect in mercury intrusion porosimetry of cement-based materials, *J. Colloid Interface Sci.* 246(2002)135–149. <https://doi.org/10.1006/jcis.2001.7962>.
- [124] G. Ye, Experimental study and numerical simulation of the development of the microstructure and permeability of cementitious materials, (2003).
- [125] K.S. Sing, D.H. Everett, H. RAW, R. Rouqueol, J., & Siemieniowska, T.(1985). Reporting Physisorption Data for Gas/Solid System with Special Reference to the Determination of Surface Area and Porosity, *Pure App.* (1985) 603–619.
- [126] F. James, Développement d'un système de préconcentration miniaturisé pour la détection de gaz à l'état de trace/ Application à la détection de COV et d'explosifs, (2015).
- [127] J.-F. Daïan, Processus de condensation et de transfert d'eau dans un matériau meso et macroporeux: étude expérimentale du mortier de ciment., (1986).
- [128] K. Beck, Étude des propriétés hydriques et des mécanismes d'altération de pierres calcaires à forte porosité., (2006).
- [129] Y. Zhang, K. Wu, Z. Yang, G. Ye, A reappraisal of the ink-bottle effect and pore structure of cementitious materials using intrusion-extrusion cyclic mercury porosimetry, *Cem. Concr. Res.* 161 (2022) 106942.
- [130] CEN, Béton — Essai pour béton durci — Essai de porosité et de masse volumique, (2022).
- [131] E. Knapen, O. Cizer, K. Van Balen, D. Van Gemert, Effect of free water removal from early-age hydrated cement pastes on thermal analysis, *Constr. Build. Mater.* 23 (2009) 3431–3438.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [132] V. Baroghel-Bouny, T. Chaussadent, G. Croquette, L. Divet, J. Gawsewitch, J. Godin, D. Henry, G. Platret, G. Villain, Caractéristiques microstructurales et propriétés relatives à la durabilité des bétons(méthodes de mesure et d'essai de laboratoire), Tech. Méthodes Des Lab. Des Ponts Chaussées. Méthode. (2002).
- [133] A. Loukili, A. Khelidj, Richard, Hydration kinetics, change of relative humidity, and autogenous shrinkage of ultra-high-strength concrete, *Cem. Concr. Res.* 29 (1999) 577–584. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(99\)00022-8](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(99)00022-8).
- [134] E. Sakai, Mechanisms of superplastification, *Mater. Sci. Concr.* (1995) 91–111.
- [135] M. Cyr, Contribution à la caractérisation des fines minérales et à la compréhension de leur rôle joué dans le comportement rhéologique des matrices cimentaires, (1999) 273. <https://doi.org/Thèse de doctorat>.
- [136] I.M. Krieger, T.J. Dougherty, A mechanism for non-Newtonian flow in suspensions of rigid spheres, *Trans. Soc. Rheol.* 3 (1959) 137–152.
- [137] J. Liu, K. Wang, Q. Zhang, F. Han, J. Sha, J. Liu, Influence of superplasticizer dosage on the viscosity of cement paste with low water-binder ratio, *Constr. Build. Mater.* 149 (2017) 359–366. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.05.145>.
- [138] E. Houssain, R. Vincent, P. Sofiane, E. Rochdi, V. Picandet, S. Amziane, Perméabilité des pâtes de ciment à l'état frais, 25e Rencontres l'AUGC, 23-25 Mai 2007, Bordeaux. (2007) 23–25.
- [139] N. Roussel, G. Ovarlez, S. Garrault, C. Brumaud, The origins of thixotropy of fresh cementpastes, *Cem. Concr. Res.* 42(2012). <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.09.004>.
- [140] L. Nachbaur, J.C. Mutin, A. Nonat, L. Choplin, Dynamic mode rheology of cement and tricalcium silicate pastes from mixing to setting, *Cem. Concr. Res.* 31 (2001) 183–192. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(00\)00464-6](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00464-6).
- [141] A. Perrot, D. Rangeard, A. Pierre, Structural built-up of cement-based materials used for 3D-printing extrusion techniques, *Mater. Struct. Constr.* 49 (2016) 1213–1220. <https://doi.org/10.1617/s11527-015-0571-0>.
- [142] On the “Thixotropic” Behavior of Fresh Cement Pastes, *Eng.* 3 (2022) 677–692. <https://doi.org/10.3390/eng3040046>.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [143] M. Hoshino, Relationship between bleeding, coarse aggregate, and specimen height of concrete, *ACI Mater. J.* 86 (1989) 185 – 190.
- [144] H.J. Yim, J.H. Kim, H.G. Kwak, Experimental simulation of bleeding under a high concrete column, *Cem. Concr. Res.* 57 (2014)
<https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2013.12.011>.
- [145] P.C. Kreijger, The skin of concrete composition and properties, *Matériaux Constr.* 17 (1984) 275–283.
- [146] S. Gallois, A. Alexis, P. Thomas, Modélisation du processus de sédimentation-consolidation des vases estuariennes: approche continue unidimensionnelle: Modelling the process of sedimentation-consolidation for estuarine sediments: a continuing unidimensional approach, *Bull. Eng. Geol. Environ.* 57 (1999) 311–318.
- [147] S. Pourchet, I. Pochard, F. Brunel, D. Perrey, Chemistry of the calcite/water interface: Influence of sulfate ions and consequences in terms of cohesion forces, *Cem. Concr. Res.* 52 (2013) 22–30. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2013.04.002>.
- [148] A. Tramaux, N. Azéma, Y. El Bitouri, G. David, C. Negrell, A. Poulesquen, J. Haas, S. Remond, Synthesis of phosphonated comb-like copolymers and evaluation of their dispersion efficiency on CaCO₃ suspensions part II: Effect of macromolecular structure and ionic strength, *Powder Technol.* 334 (2018) 163–172.
<https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.04.020>.

ANNEXES

ANNEXES

ANNEXE A : Sédimentation vers consolidation

La sédimentation est connue comme un processus de chute d'éléments solides dans un liquide sous l'action de la pesanteur et des forces de frottements dues à la viscosité du liquide. En ce qui concerne la consolidation, elle est définie comme un phénomène de tassement du dépôt particulaire par évacuation du liquide interstitiel sous l'action de la pression due au poids propre des particules et/ou un chargement extérieur. La sédimentation et la consolidation sont deux phénomènes qui sont régis par quelques critères de distinctions à savoir :

- en sédimentation, les grains ou agrégats sont éloignés les uns des autres tandis qu'en consolidation les grains de ciment sont voisins voire en contact ;
- les contraintes effectives (interactions directes entre grains) sont considérées comme nulles en sédimentation ;
- en sédimentation les grains chutent dans un liquide immobile tandis qu'en consolidation le liquide circule dans un squelette solide fixe.

La Figure 0-1 présente une illustration schématique de la sédimentation et de la consolidation.

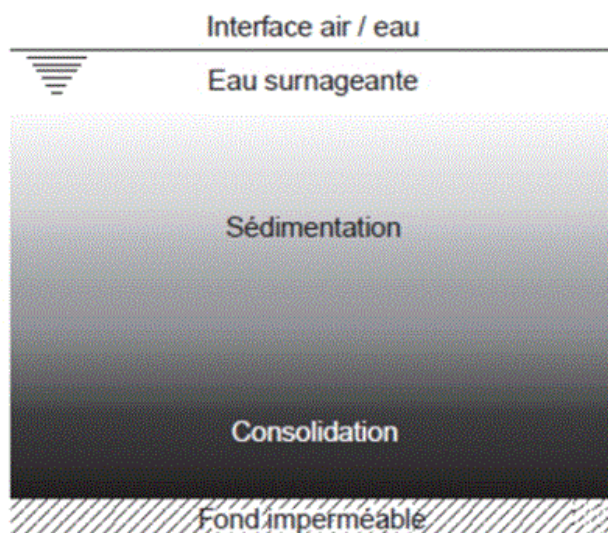


Figure 0-1 : Illustration schématique des zones de sédimentation et de consolidation avec leurs frontières inférieure et supérieure [146].

ANNEXE B

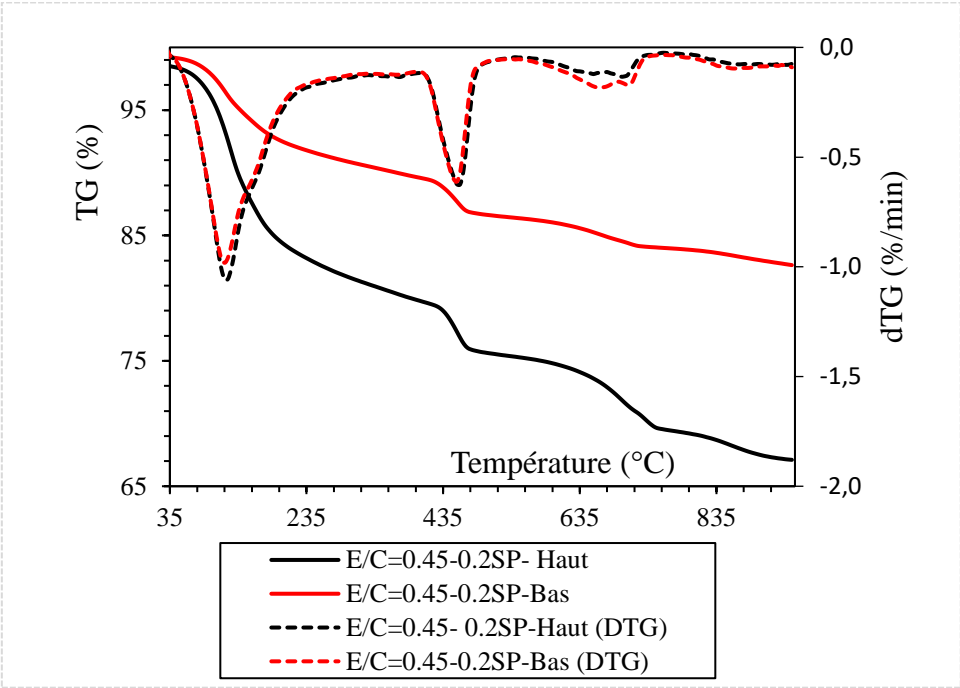


Figure 0-2 : Courbe d'ATG-DTG d'une pâte de ciment de rapport E/C = 0.45, 0.2%SP

ANNEXE C : Données sur les propriétés à l'état durci des mortiers

Tableau 0-1 : Valeurs récapitulatives des résistances à la compression et de porosité à l'eau pour le mortier (E/C = 0.45, SP0%)

Mortier E/C 0.45 SP 0%	Résistance à la compression (MPa) Haut	Résistance à la compression (MPa) Bas	Porosité à l'eau (%) Haut	Porosité à l'eau (%) Bas
Valeur 1	55.9	64.5	15.7	14.9
Valeur 2	61.0	45.4	15.4	13.8
Valeur 3	61.3	51.0	15.4	15.0
MOYENNE	59.4	53,6	15.5	14.6
ECART TYPE	3.0	9.8	0.2	0.7

Tableau 0-2 : Valeurs récapitulatives des résistances à la compression et de porosité à l'eau pour le mortier (E/C = 0.45, SP0.2%)

Mortier E/C 0,45 SP 0.2%	Résistance à la compression (MPa) Haut	Résistance à la compression (MPa) Bas	Porosité à l'eau (%) Haut	Porosité à l'eau (%) Bas
Valeur 1	57.0	36.2	15.7	13.7
Valeur 2	55.4	37.6	15.9	13.8
Valeur 3	55.0	38.6	16.5	14.1
MOYENNE	55.8	37.5	16.0	13.8
ECART TYPE	1.1	1.2	0.4	0.2

Tableau 0-3 : Valeurs récapitulatives des résistances à la compression et de porosité à l'eau pour le mortier (E/C = 0.6, SP0%)

Mortier E/C 0,6	Résistance à la compression (MPa) Haut	Résistance à la compression (MPa) Bas	Porosité à l'eau (%) Haut	Porosité à l'eau (%) Bas
Valeur 1	46.6	50.5	20.7	18.8
Valeur 2	46.0	55.3	20.8	20.0
Valeur 3	49.1	50.4	21.0	17.7
MOYENNE	47.2	52.1	20.8	18.8
ECART TYPE	1.7	2.8	0.1	1.1

ANNEXE D : Données sur les propriétés à l'état durci des pâtes de ciment

Tableau 0-4 : Valeurs récapitulatives des résistances à la traction par fendage et de porosité à l'eau pour la pâte de ciment (E/C = 0.45, SP0%)

E/C 0.45 SP 0%	Résistance à la traction par fendage (MPa)	Porosité à l'eau (%) Haut	Porosité à l'eau (%) Bas
Valeur 1	3.3	39.0	37.9
Valeur 2	2.3	35.6	38.6
Valeur 3	1.8	39.0	35.2
MOYENNE	2.4	37.8	37.3
ECART TYPE	0.8	2.0	1.8

FICHE TECHNIQUE PRODUIT

CIMENTS



USINE DU TEIL

CEM I 52,5 R CE CP2 NF

Déclaration de Performance

n°

0333-CPR-1201

SERVICES EXCLUSIFS

Centre de Relation Clientèle :

0 825 888 425

Service 0,15 € / min
+ prix appel

NF EN 197-1 NF P 15-318



CARACTERISTIQUES PHYSIQUES ET MECANIQUES

	DP (min)	Stabilité (mm)	Résistances mécaniques (MPa)			MV (g/cm3)	SSB (cm²/g)	Demande en eau (%)	L*		
			1 jour	2 jours	28 jours						
Val. moyenne	136	0,0	26,6	40,0	71,4	3,14	4420	29,5	63,9		
Val. garantie	≥ 60	≤ 10		≥ 28,0	≥ 50,0						

CARACTERISTIQUES CHIMIQUES

	Valeur moyenne	Valeur garantie		Valeur moyenne
SO ₃ (%)	3,4	≤ 4,5	Alcalins équivalents [Na ₂ O + 0,658 K ₂ O] (%)	0,2
Chlorures Cl ⁻ (%)	0,05	≤ 0,10	Alcalins actifs [suivant la norme NF P 18-454] (%)	0,2
Perte au feu 950°C (%)	2,4	≤ 5,0	Vc coefficient de variation des alcalins actifs	0,05
Insolubles (%)	0,2	≤ 5,0		
S ⁻⁻ (%)	0,01	≤ 0,2		

CONSTITUANTS PRINCIPAUX ET SECONDAIRES :

Clinker	95%
Constituant secondaire	5%

AUTRES CONSTITUANTS

Gypse (%)	4,8
Agent de mouture - Teneur sous forme d'extrait sec (%)	0,07

DIVERS

Indice de concentration d'activité I (*) :

* : déterminé selon la méthode d'essai NF EN ISO 18589-3 dans le cadre de l'application du décret n° 2018-434

LIVRAISON EN VRAC



Date de révision : 03/01/2022

Les données figurant sur la présente fiche technique sont la propriété de Lafarge Ciments et ne peuvent être reproduites partiellement ou totalement sans notre autorisation préalable. Les résultats indiqués ne sont mentionnés qu'à titre purement indicatif; ils sont susceptibles de variation dans les limites des normes applicables et ne sauraient en conséquence engager la responsabilité de Lafarge Ciments. Les résultats de nos autocontrôles périodiques sont disponibles sur demande auprès de votre interlocuteur commercial habituel ou sur notre site internet www.lafarge-france.fr

Cette fiche reste valable jusqu'au 30/06/2023 sauf si une nouvelle version est éditée.