



République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



## **Université Amar Thelidji- Laghouat**

**FACULTE DE GENIE CIVIL ET D'ARCHITECTURE**  
**DEPARTEMENT GENIE CIVIL**

### **MEMOIRE DE MASTER**

***Présenté par : ARRADI Djamel & KIBOUB Mohamed Yacine***

**DOMAINE SCIENCES ET TECHNOLOGIES**

**Filière Génie Civil**

***Option : Matériaux de Génie Civil***

### **Thème**

***Performance des superplastifiants à base de  
Polycarboxylates et Polynaphtalène sulfonates sur le  
comportement rhéologique des mortiers a faible impact  
environnemental***

#### **Jurys de soutenance :**

| <b>Nom et Prénom</b>           | <b>Grade</b> | <b>Qualité</b> |
|--------------------------------|--------------|----------------|
| Mr. FERHAT Ahmida              | M.A.A        | Président      |
| Mme. KOUIDRI Zohra             | M.A.A        | Examinatrice   |
| Mr. BELAIDI Akram Salah Eddine | M.C.A        | Rapporteur     |
| Mme. DADA El Hadja             | Doctorante   | Co-rapporteur  |

**Promotion : Juin - 2018**

# DÉDICACES

*Je remercie Dieu tout puissant qui m'a donné toute la volonté et la patience pour aboutir à la réalisation de ce travail.*

*Je dédie ce modeste travail :*

*A mon source de douceur, de tendresse, d'amour et affection et grâce au encouragement et aux sacrifices qu'elle a consentis j'ai pu arriver à réaliser ce travail, ma très chère mère*

*A mon très cher père, pour les sacrifices qu'il a consentis pour mon éducation et pour l'avenir qu'il m'a cessé d'offrir.*

*A toutes mes chers frères et chères sœurs.*

*Aces qui m'ont soutenu, encouragée, apprécie mon efforts et crée le milieu favorable, l'ambiance joyeuse et l'atmosphère joviale pour mon procurer ce travail, mes chers frères à dieu:*

*Soufiene, Younes, Naceur, Mohammed, Moumen,  
Et tous mes amis sans exception qui j'ai passée des  
bonnes moments avec-ils.*

*A mon chère ami et mon binôme : Djamel*

*A Toute ma promotion.*

*A tout ce qui j'aime et tout ce qu'ils m'aiment.*

*Toutes ces personnes que j'ai senties redoutable de leur dédier ce modeste travail en termes d'amour et de profonde gratitude.*

*Med Yacine*

# DÉDICACES

*Je remercie Dieu tout puissant qui m'a donné toute la volonté et la patience pour aboutir à la réalisation de ce travail.*

*Je dédie ce modeste travail :*

*A mon source de douceur, de tendresse, d'amour et affection et grâce au encouragement et aux sacrifices qu'elle a consentis j'ai pu arriver à réaliser ce travail, ma très chère mère*

*A mon très cher père, pour les sacrifices qu'il a consentis pour mon éducation et pour l'avenir qu'il m'a cessé d'offrir.*

*A toutes mes chers frères et chères sœurs.*

*Aces qui m'ont soutenu, encouragée, apprécie mon efforts et crée le milieu favorable, l'ambiance joyeuse et l'atmosphère joviale pour mon procurer ce travail, mes chers frères à dieu:*

*Hadj Tahar, Younes, Bakar, Naceur, Mohammed, Moumen, Mohamed Adoui, Farid, Fares, Twati, Zohir, Hwassen, Mourd, Zizou*

*Et tous mes amis sans exception qui j'ai passée des bonnes moments avec-ils.*

*A mon chère ami et mon binôme : Yacine*

*A Toute ma promotion.*

*A tout ce qui j'aime et tout ce qu'ils m'aiment.*

*Toutes ces personnes que j'ai senties redoutable de leur dédier ce modeste travail en termes d'amour et de profonde gratitude.*

*Djamel*

# الملخص

تم تحسين تنفيذ وأداء المواد الإسمنتية باستخدام المواد المضافة البوليمرية في الخلطات. ومن بين الإضافات الأكثر استخداما على نطاق واسع في إعداد الخرسانة، هناك الملدنات، وتفضل لقدرتها على تحسين الخواص الريولوجية للخرسانة وإعطائها سلوك ميكانيكي أفضل من خلال خفض نسبة E/C.

كما تعتبر درجة الحرارة واحدة من أهم العوامل التي تؤثر على فعالية الإضافات البوليمرية في خلطات الخرسانة. هاته العلاقة لم يتم شرحها بالكامل بعد.

أجري برنامج تجريبي واسع النطاق لتسليط الضوء على أداء نوعين من الملدنات الأول من النوع بولي كربوكسيلات (PC) ، والثاني من النوع بولي نفتالين سلفونات (PNS) على سلوك الريولوجي للمونات ذات التأثير بيئي منخفض. وتمت من خلال هاته الدراسة أيضا دراسة تأثير ثلاثة إضافات معدنية مختلفة من خلال الأنظمة الثنائية. و بالإضافة لذلك تطرقنا لدراسة ثلاث درجات الحرارة وهي، 10°م ، 20°م و 30°م مع اعطاء اهتماما خاصا لوقت بعد الخلط على خصائص الريولوجية للمونات و ذلك بعد 30 د ، 60 د و 90 دقيقة.

أظهرت النتائج أن الملدنات من النوع بولي كربوكسيلات تثبت فعاليتها بالمقارنة مع الملدنات النوع بولي نفتالين سلفونات. وذلك من خلال اداء جيد في درجات الحرارة العالية والمنخفضة. بالإضافة إلى ذلك ، فإن إضافة مسحوق الرخام في استبدال الإسمنت مفيد حتى 20٪ كما بينت الدراسة ان البوزولان الطبيعي والميتاكرولان يؤثران سلباً على قابلية التشغيل.

## Résumé

La mise en œuvre et les performances des matériaux cimentaires ont été améliorées par l'utilisation des adjuvants polymères dans les formulations. Parmi les adjuvants les plus

utilisés actuellement dans la préparation du béton, on trouve les superplastifiants, préférés pour leur capacité d'améliorer les propriétés rhéologiques du béton et de lui conférer un meilleur comportement mécanique en diminuant le rapport E/C.

La température est l'un des facteurs les plus importants affectant l'efficacité des adjuvants polymères dans le mélange de béton. Cette relation n'est pas encore entièrement expliquée.

Un programme expérimental très étendu est mené pour mettre la lumière sur les performances de deux type de superplastifiants, l'un à base de Polycarboxylates (PC), et l'autre à base Polynaphtalène sulfonâtes (PNS) sur le comportement rhéologique des mortiers à faible impact environnemental. Ainsi que l'effet de trois différents ajouts minéral dans des systèmes binaires. Toutefois trois températures sont visées dans cette étude, 10°C ,20°C, et 30°C Une attention particulière est portée sur l'effet de temps après malaxage 30, 60 et 90 min sur les propriétés rhéologiques des mortiers.

Les résultats montre que le superplastifiant à base Polycarboxylate (PC) prouve son efficacité par rapport aux superplastifiants à base de Polynaphtalène sulfonâtes (PNS). Cependant leur l'efficacité est appréciés à haute et basse température. En outre l'ajout de la poudre de marbre en substitution de ciment est bénéfique jusqu'à 20% tandis que la pouzzolane naturelle et le métakaolin ont affecté négativement l'ouvrabilité.

## **Abstract**

The implementation and performance of the cementitious materials have been improved by the use of polymeric additives in the formulations. Among the most commonly used adjuvants in the preparation of concrete are superplasticizers, preferred for their ability

to improve the rheological properties of concrete and give it a better mechanical behavior by reducing the ratio W/C.

Temperature is one of the most important factors affecting the effectiveness of polymer additives in the concrete mix. This relationship is not yet fully explained.

A very extensive experimental program is conducted to shed light on the performance of two types of superplasticizers, one based on Polycarboxylates (PC), and the other based on Polynaphthalene sulfonates (PNS) on the rheological behavior of mortars with low environmental impact. As well as the effect of three different mineral additions in binary systems. However, three temperatures are targeted in this study, 10°C, 20°C, and 30 ° C with particular attention being paid to the effect of time after mixing 30, 60 and 90 min on the rheological properties of the mortars.

The results show that the superplasticizer based on Polycarboxylate (PC) proves its effectiveness compared to the superplasticizers based on Polynaphthalene sulfonate (PNS). However their effectiveness is appreciated at high and low temperatures. In addition, the addition of marble powder in substitution of cement is beneficial up to 20% while natural pozzolana and metakaolin have negatively affected the workability.

## **Remerciements**

*Le présent travail*

*A été réalisé au sein du laboratoire de Génie*

*Civil de l'Université Amar Telidji à Laghouat*

*On tient à remercier tout d'abord DIEU "Allah" Miséricordieux*

*Qui nous a donné la force et la volonté d'achever ce modeste travail.*

*Nous remercions tout d'abord Dieu "ALLAH" de nous avoir donné le courage et la volonté de pouvoir poursuivre ce travail.*

*Nos remerciements profonds vont en premier lieu à notre encadreur Mr. BELAIDI Akram Salah Eddine. Maître de conférences et notre Co-encadreur Mme Dada. H, d'avoir accepté de diriger ce travail de recherche, pour leurs conseils, leur patience, leur expérience scientifique et leur aide continu.*

*Notre sincère reconnaissance est adressée au Mr. FERHAT Ahmida. Maître Assistant, pour l'honneur qu'il nous a fait présidant le jury de notre soutenance, ainsi que au Mme. KOUIDRI Zohra. Maître Assistante, pour avoir accepté de participer à la critique et au jugement de ce travail.*

*Nous tenons à remercier également Mr. Krobba. H ; ainsi à tous l'effectif de laboratoire de génie civil Mr. Hamdi Ibrahim et Mr. Delles Aissa, et tout qui nous aidé de près ou de loin.*

*On voudrait remercier nos familles  
pour leurs soutiens et leurs encouragements.*

*Finalement, merci pour toutes personnes qui*

*Nous ont aidées de près ou de loin*

*Yacine*

*&*

*Djamel*

## ***Table des matières***

|                                          |                 |
|------------------------------------------|-----------------|
| <b><i>المُلخَص.....</i></b>              | <b><i>4</i></b> |
| <b><i>Résumé .....</i></b>               | <b><i>4</i></b> |
| <b><i>Abstract .....</i></b>             | <b><i>5</i></b> |
| <b><i>Remerciements.....</i></b>         | <b><i>6</i></b> |
| <b><i>Introduction générale.....</i></b> | <b><i>1</i></b> |

|                                                                                              |           |
|----------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>Chapitre 1 . Les Superplastifiants .....</b>                                              | <b>4</b>  |
| 1.1 Introduction .....                                                                       | 4         |
| 1.2 Les superplastifiants .....                                                              | 4         |
| 1.3 Présentation des superplastifiants dans l'ordre chronologique de leurs apparitions ..... | 5         |
| 1.4 Classification et caractéristiques structurales.....                                     | 5         |
| 1.4.1 Superplastifiants à base de sulfonates .....                                           | 6         |
| 1.4.2 Superplastifiants à base de carboxylates.....                                          | 10        |
| 1.5 Modes d'action des superplastifiants.....                                                | 15        |
| 1.5.1 Adsorption des superplastifiants sur les grains de ciment .....                        | 15        |
| 1.5.2 La répulsion électrostatique .....                                                     | 19        |
| 1.5.3 L'encombrement stérique .....                                                          | 21        |
| 1.6 Applications des superplastifiants .....                                                 | 24        |
| 1.6.1 Performances technologiques des superplastifiants .....                                | 24        |
| 1.6.2 Avantages économiques et écologiques.....                                              | 25        |
| 1.7 Conclusion .....                                                                         | 27        |
| <b>Chapitre 2 . Notions de base sur la rhéologie.....</b>                                    | <b>28</b> |
| 2.1 Introduction .....                                                                       | 28        |
| 2.1 Importance de l'étude rhéologique .....                                                  | 28        |
| 2.2 Concepts fondamentaux en rhéologie .....                                                 | 29        |
| 2.2.1 Paramètres rhéologiques.....                                                           | 29        |
| 2.3 Différents comportements rhéologiques .....                                              | 33        |
| 2.3.1 Fluides newtoniens .....                                                               | 33        |
| 2.3.2 Les fluides non-newtoniens .....                                                       | 34        |
| 2.3.3 Thixotropie et anti-thixotropie .....                                                  | 35        |
| 2.4 Effet du superplastifiant sur la rhéologie .....                                         | 36        |
| 2.4.1 Effet du mode d'introduction .....                                                     | 36        |
| 2.4.2 Effet du dosage en superplastifiant .....                                              | 37        |
| 2.4.3 Effet du type de superplastifiant .....                                                | 39        |
| 2.5 Autres facteurs affectant la rhéologie.....                                              | 40        |
| 2.5.1 Additions minérales .....                                                              | 40        |
| 2.5.2 Effet du temps .....                                                                   | 43        |
| 2.5.3 Effet de la température. ....                                                          | 44        |
| 2.6 Conclusion .....                                                                         | 45        |
| <b>Chapitre 3 . Matériaux et méthodes expérimentales .....</b>                               | <b>46</b> |
| 3.1 Introduction .....                                                                       | 46        |
| 3.1 Matériaux utilisés .....                                                                 | 46        |
| 3.1.1 Ciment.....                                                                            | 46        |
| 3.1.2 Additions minérales .....                                                              | 47        |
| 3.1.3 Superplastifiants .....                                                                | 49        |
| 3.1.4 Granulats .....                                                                        | 50        |
| 3.1.5 Eau de gâchage .....                                                                   | 55        |
| 3.2 Méthode expérimentale .....                                                              | 55        |
| 3.2.1 Principe de la méthode de mortier de béton équivalent (MBE).....                       | 55        |
| 3.2.2 Formulation de mortier de béton équivalent (MBE) .....                                 | 56        |
| 3.2.3 Plan expérimental.....                                                                 | 58        |
| 3.3 Préparation des mortiers .....                                                           | 59        |
| 3.3.1 Malaxage.....                                                                          | 59        |
| 3.4 Caractérisation des MBE .....                                                            | 60        |
| 3.4.1 Essai au mini cône.....                                                                | 60        |
| 3.4.2 Essai au Maniabilimètre (LCPC) Type B.....                                             | 60        |
| 3.4.3 Essai au rhéomètre .....                                                               | 61        |
| 3.4.4 Profil de vitesse imposée. ....                                                        | 62        |
| 3.5 Conclusion .....                                                                         | 63        |
| <b>Chapitre 4 . Résultats et Interprétations.....</b>                                        | <b>64</b> |
| 4.1 Étude rhéologique de mortier MBE de référence .....                                      | 64        |

|                                              |                                                                               |            |
|----------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|------------|
| 4.1.1                                        | Les paramètres rhéologiques des mortiers de références .....                  | 65         |
| 4.1.2                                        | L'affaissement au mini cône .....                                             | 67         |
| 4.1.3                                        | Temps d'écoulement .....                                                      | 68         |
| <b>4.2</b>                                   | <b>Effet des additions sur le comportement rhéologique des MBE .....</b>      | <b>68</b>  |
| 4.2.1                                        | Effet de la poudre de marbre .....                                            | 68         |
| 4.2.2                                        | Effet de la de la pouzzolane .....                                            | 72         |
| 4.2.3                                        | Effet du Métakaolin .....                                                     | 77         |
| <b>4.3</b>                                   | <b>Effet de la température sur le comportement rhéologique des MBEs .....</b> | <b>82</b>  |
| 4.3.1                                        | Mortiers MBE-PM .....                                                         | 82         |
| 4.3.2                                        | Mortiers MBE-PZ.....                                                          | 86         |
| 4.3.3                                        | Mortiers MBE-MK .....                                                         | 90         |
| <b>4.4</b>                                   | <b>Maintien des paramètres rhéologiques dans le temps .....</b>               | <b>92</b>  |
| 4.4.1                                        | Mortiers MBE-PM .....                                                         | 92         |
| 4.4.2                                        | Mortiers MBE-PZ.....                                                          | 96         |
| 4.4.3                                        | Mortiers MBE-MK .....                                                         | 97         |
| <b>Conclusion Générale .....</b>             |                                                                               | <b>98</b>  |
| <b>Recommandations et perspectives .....</b> |                                                                               | <b>100</b> |
| <b>Annexes .....</b>                         |                                                                               | <b>101</b> |
| <b>Références bibliographiques.....</b>      |                                                                               | <b>108</b> |

## Liste des Figures

|                                                                                         |   |
|-----------------------------------------------------------------------------------------|---|
| Figure 1.1. Exemple d'un Lignosulfonates modifié .....                                  | 6 |
| Figure 1.2. Structure chimique des Polynaphtalènes sulfonâtes $\alpha$ et $\beta$ ..... | 7 |

|                                                                                                                                            |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figure 1.3. Synthèse des sels de PNS .....                                                                                                 | 9  |
| Figure 1.4. Structure schématique d'un superplastifiant de type Polycarboxylate, polymère de type « peigne » .....                         | 10 |
| Figure 1.5. Synthèse des Polycarboxylates (R1 = H ou CH <sub>3</sub> ; R2 = H ou oxyde de polyéthylène) . ....                             | 11 |
| Figure 1.6. Structure chimique d'un Polycarboxylate de première génération (R = H, CH <sub>3</sub> ). ....                                 | 12 |
| Figure 1.7. Structure chimique d'un Polycarboxylate de deuxième génération de type éther d'allyle [12].                                    | 13 |
| Figure 1.8. Structure chimique d'un Polycarboxylate de deuxième génération développé par W.R. Grace                                        | 14 |
| Figure 1.9. Structure chimique d'un Polycarboxylate de troisième génération .....                                                          | 14 |
| Figure 1.10. Schéma de la structure d'une pâte de ciment .....                                                                             | 15 |
| Figure 1.11. Isothermes d'adsorption d'un superplastifiant de type PNS sur les phases pures de ciment, eau/solide = 0,5 .....              | 16 |
| Figure 1.12. Double couche électrochimique d'une particule colloïdale positivement chargée et évolution du potentiel électrostatique ..... | 17 |
| Figure 1.13. Évolution du potentiel lors de l'adsorption de superplastifiants de type Polysulfonate ....                                   | 19 |
| Figure 1.14. Dispersion des grains de ciment par la répulsion électrostatique. ....                                                        | 20 |
| Figure 1.15. Schématique de l'adsorption et de la répulsion pour des particules de ciment .....                                            | 21 |
| Figure 1.16. Dispersion des grains de ciment par l'encombrement stérique. ....                                                             | 21 |
| Figure 1.17. Évolution du potentiel lors de l'adsorption de superplastifiants de type Polycarboxylate .                                    | 22 |
| Figure 1.18. Répulsion stériques selon plusieurs degrés d'adsorption .....                                                                 | 23 |
| Figure 2.1. Schéma glissement des couches. ....                                                                                            | 30 |
| Figure 2.2. Schéma de vitesse de cisaillement. ....                                                                                        | 31 |
| Figure 2.3. Contributions de la phase solide et de la phase liquide à la résistance au cisaillement du béton . ....                        | 32 |
| Figure 2.4. Mesure de $\tau_s$ .....                                                                                                       | 33 |
| Figure 2.5. Mesure de $\tau_0$ .....                                                                                                       | 33 |
| Figure 2.6. Le comportement rhéologique des fluides. ....                                                                                  | 35 |
| Figure 2.7. Représentation schématique des réponses des matériaux thixotropiques et anti-thixotropiques .                                  | 36 |
| Figure 2.8. Variation de la fluidité d'un coulis pour plusieurs modes d'introduction . ....                                                | 37 |
| Figure 2.9. Influence de la quantité de superplastifiant sur l'étalement et la viscosité d'un béton .....                                  | 38 |
| Figure 2.10. Effet du dosage en superplastifiant sur les paramètres rhéologiques . ....                                                    | 38 |
| Figure 2.11. Effet du type de superplastifiant sur le seuil de cisaillement des pâtes de ciment .....                                      | 40 |
| Figure 2.12. Évolution du comportement rhéologique en fonction du temps .....                                                              | 43 |
| Figure 2.13. Variation du seuil écoulement en fonction de la température pour différentes pâtes de ciments . ....                          | 44 |
| Figure 2.14. Coefficient de viscosité relative en fonction de la température et le dosage en superplastifiant . ....                       | 44 |
| Figure 3.1 Ciment CEM I 42.5 /ES .....                                                                                                     | 47 |
| Figure 3.2. Essai de la densité spécifique des additions .....                                                                             | 48 |

|                                                                                                                                |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figure 3.3. Analyse granulométrique des granulats.....                                                                         | 54 |
| Figure 3.4. Passage du béton au MBE .....                                                                                      | 55 |
| Figure 3.5. Mini cône. ....                                                                                                    | 56 |
| Figure 3.6. Composition des MBE avec superplastifiant à base de Polycarboxylate PC .....                                       | 58 |
| Figure 3.7. Maniabilimètre LCPC type B.....                                                                                    | 60 |
| Figure 3.8. Rhéomètre utilisé.....                                                                                             | 61 |
| Figure 3.9. Profil de vitesse utilisé. ....                                                                                    | 62 |
| Figure 4.1. Rhéogramme des mortiers MBEs de référence avec PC à différents températures.....                                   | 64 |
| Figure 4.2. Rhéogrammes des mortiers MBEs de référence avec PNS à différents températures. ....                                | 65 |
| Figure 4.3. Influence des superplastifiants sur le seuil de cisaillement des MBE de référence en fonction de température. .... | 65 |
| Figure 4.4. Influence des superplastifiants sur la viscosité des MBE de référence en fonction de température. ....             | 66 |
| Figure 4.5. Influence des superplastifiants sur l'affaissement des MBE de référence en fonction de température. ....           | 67 |
| Figure 4.6. Influence des superplastifiants sur le temps d'écoulement des MBE de référence en fonction de température. ....    | 68 |
| Figure 4.7. Influence de la poudre de marbre sur le seuil de cisaillement des MBE-PC ou PNS à 20°C.                            | 69 |
| Figure 4.8. Influence de la poudre de marbre sur la viscosité des MBE-PC ou PNS à 20°C. ....                                   | 70 |
| Figure 4.9. Influence de la poudre de marbre sur l'affaissement des MBE-PC ou PNS à 20°C.....                                  | 71 |
| Figure 4.10. Influence de la poudre de marbre sur le temps d'écoulement des MBE-PC ou PNS à 20°C.                              | 72 |
| Figure 4.11. Rhéogramme des MBEs à base de pouzzolane naturelle. ....                                                          | 74 |
| Figure 4.12 Influence de la pouzzolane naturelle sur le seuil de cisaillement des MBE-PC ou MBE-PNS à 20°C. ....               | 74 |
| Figure 4.13 Influence de la pouzzolane naturelle sur la viscosité des MBE-PC ou MBE-PNS à 20°C.                                | 75 |
| Figure 4.14 Influence de la pouzzolane naturelle sur l'affaissement des MBE-PC ou MBE-PNS à 20°C.                              | 76 |
| Figure 4.15 Influence de la pouzzolane naturelle sur le temps d'écoulement des MBE-PC ou MBE-PNS à 20°C. ....                  | 77 |
| Figure 4.16. Rhéogramme des MBE à base de Métakaolin.....                                                                      | 78 |
| Figure 4.17. Influence de métakaolin sur le seuil de cisaillement des MBE-PC ou MBE-PNS à 20°C.                                | 79 |
| Figure 4.18. Influence de métakaolin sur la viscosité des MBE-PC ou MBE-PNS à 20°C.....                                        | 79 |
| Figure 4.19. L'effet de 15% et 20% MK sur la mesure des paramètres rhéologiques des MBE-PC.....                                | 80 |
| Figure 4.20. Influence de métakaolin sur l'affaissement des MBE-PC ou MBE-PNS à 20°C.....                                      | 81 |
| Figure 4.21. Influence de métakaolin sur le temps d'écoulement des MBE-PC ou MBE-PNS à 20°C.                                   | 82 |
| Figure 4.22. Effet de la température sur le seuil de cisaillement des MBEs-PM.....                                             | 83 |
| Figure 4.23. Effet de la température sur la viscosité des MBEs-PM. ....                                                        | 84 |
| Figure 4.24. Effet de la température sur l'affaissement des MBEs-PM. ....                                                      | 85 |
| Figure 4.25. Effet de la température sur le temps d'écoulement des MBE-PM.....                                                 | 86 |

|                                                                                    |    |
|------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figure 4.26. Effet de la température sur le seuil de cisaillement des MBE-PZ. .... | 87 |
| Figure 4.27. Effet de la température sur la viscosité des MBE-PZ. ....             | 88 |
| Figure 4.28. Effet de la température sur l'affaissement des MBE-PZ. ....           | 88 |
| Figure 4.29. Effet de la température sur le temps d'écoulement des MBE-PZ. ....    | 89 |
| Figure 4.30. Effet de la température sur le seuil de cisaillement des MBE-MK. .... | 90 |
| Figure 4.31. Effet de la température sur la viscosité des MBE-MK. ....             | 91 |
| Figure 4.32. Effet de la température sur l'affaissement des MBE-MK. ....           | 91 |
| Figure 4.33. Effet de la température sur le temps d'écoulement des MBE-MK. ....    | 92 |
| Figure 4.34. Effet du temps sur le seuil de cisaillement des MBE-PM à 10°C. ....   | 93 |
| Figure 4.35. Effet du temps sur la viscosité des MBE-PM à 10°C. ....               | 93 |
| Figure 4.36. Effet du temps sur le seuil de cisaillement des MBE-PM à 20°C. ....   | 94 |
| Figure 4.37. Effet du temps sur la viscosité des MBE-PM à 20°C. ....               | 94 |
| Figure 4.38. Effet du temps sur le seuil de cisaillement des MBE-PM à 30°C. ....   | 95 |
| Figure 4.39. Effet du temps sur le seuil de cisaillement des MBE-PM à 30°C. ....   | 95 |

## Liste des Tableaux

|                                                                                                       |    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tableau 1.1. Réduction d'eau pour les différents superplastifiants . ....                             | 25 |
| Tableau 2.1. Définitions des viscosités ....                                                          | 30 |
| Tableau 2.2. Ordres de grandeur des paramètres rhéologiques pour différents types de Matériau .....40 | 40 |
| Tableau 2.3. Caractérisation des bétons d'étude à l'état frais. ....                                  | 42 |

|                                                                                                                                                |    |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tableau 3.1. Caractéristiques minéralogique du ciment CEM I 42.5/ES .....                                                                      | 46 |
| Tableau 3.2. Caractéristiques physiques du ciment CEM I 42.5 .....                                                                             | 47 |
| Tableau 3.3. Les caractéristiques minéralogiques de poudre de marbre.....                                                                      | 48 |
| Tableau 3.4. Les caractéristiques minéralogique de pouzzolane naturelle. ....                                                                  | 49 |
| Tableau 3.5. Caractéristiques physico-chimiques des superplastifiants. ....                                                                    | 50 |
| Tableau 3.6. Propriétés physiques des agrégats utilisés.....                                                                                   | 52 |
| Tableau 3.7. Résultats de l'analyse granulométrique du sable.....                                                                              | 53 |
| Tableau 3.8. Analyse granulométrique du gravier 3/8.....                                                                                       | 53 |
| Tableau 3.9. Analyse granulométrique du gravier 8/15.....                                                                                      | 54 |
| Tableau 3.10. Composition de béton .....                                                                                                       | 56 |
| Tableau 3.11. La surface développée du mélange des graviers. ....                                                                              | 57 |
| Tableau 3.12. La surface développée de sable.....                                                                                              | 57 |
| Tableau 3.13. Proportion des MBE pour 1.5 litres .....                                                                                         | 58 |
| Tableau 3.14. Composition des MBE avec superplastifiant à base de Polynaphtalène sulfonate PNS ...                                             | 59 |
| Tableau 4.1. Composition et résultats des MBE à base de poudre de marbre confectionnés avec superplastifiant de type Polycarboxylate.....      | 69 |
| Tableau 4.2. Composition et résultats des MBE à base de poudre de marbre confectionnés avec superplastifiant de type Polynaphtalène. ....      | 69 |
| Tableau 4.3. Composition et résultats des MBE à base de pouzzolane naturelle confectionnés avec superplastifiant de type Polycarboxylate. .... | 73 |
| Tableau 4.4. Composition et résultats des MBE à base de pouzzolane naturelle confectionnés avec superplastifiant de type Polynaphtalène. ....  | 73 |
| Tableau 4.5 Composition et résultats des MBE à base de métakaolin confectionnés avec superplastifiant de type Polycarboxylate. ....            | 78 |
| Tableau 4.6 Composition et résultats des MBE à base de métakaolin confectionnés avec superplastifiant de type Polynaphtalène. ....             | 78 |
| Tableau 4.7. Maintien de seuil de cisaillement en fonction du temps pour MBE-PC-PZ .....                                                       | 96 |
| Tableau 4.8. Maintien de viscosité en fonction du temps pour MBE-PC-PZ.....                                                                    | 96 |
| Tableau 4.9. Maintien de seuil de cisaillement en fonction du temps pour MBE-PNS-PZ .....                                                      | 96 |
| Tableau 4.10. Maintien de viscosité en fonction du temps pour MBE-PNS-PZ .....                                                                 | 96 |
| Tableau. 4.11. Maintien de seuil de cisaillement en fonction du temps pour MBE-PC-MK.....                                                      | 97 |
| Tableau. 4.12. Maintien de viscosité en fonction du temps pour MBE-PC-MK .....                                                                 | 97 |
| Tableau. 4.13. Maintien de seuil de cisaillement en fonction du temps pour MBE-PNS-MK .....                                                    | 97 |
| Tableau. 4.14. Maintien de viscosité en fonction du temps pour MBE-PNS-MK.....                                                                 | 97 |

## Symboles

dF : Projection de la force de frottement tangentielle.  
dS : Surface élémentaire d'une couche cisillée.

$\tau$  : Contrainte de cisaillement [Pa].  
 $\tau_0$ : Seuil de cisaillement [Pa].  
 $\gamma$ : Taux de cisaillement [1/s].  
 $\mu$ : Viscosité plastique [Pa.s ].  
 $A$  : L'affaissement du béton [cm].  
 $S_p$  : Teneur en superplastifiant.  
 $\text{CaO}$  : Oxyde de calcium  
 $\text{SiO}_2$  : Silice  
 $\text{Al}_2\text{O}_3$  : Alumine  
 $\text{C}_3\text{S}$  : Silicate tricalcique (Aalite)  
 $\text{C}_2\text{S}$  : Silicate bicalcique (bélite)  
 $\text{C}_3\text{A}$  : Aluminate tricalcique (célite)  
 $\text{C}_4\text{AF}$  : Alumino-ferrite tétracalcique  
 $\text{PMS}$  : Poly Mélamines Sulfonâtes  
 $\text{LS}$  : Lignosulfonate  
 $\text{PC}$  : Polycarboxylates  
 $\text{PNS}$  : Polynaphtalène sulfonât  
 $\text{Ca(OH)}_2$  : Chaux  
 $\text{CSH}$  : Silicates de calcium hydratés  
 $\text{PM}$  : Poudre de marbre  
 $\text{MK}$  : Métakaolin  
 $\text{PZ}$  : Naturelle pouzzolane  
 $M_{be}$  : Mortier de béton équivalent  
 $M_i$  : Masse de chaque tranche granulaire  
 $D_i$  : Diamètre de la particule moyenne  
 $V_i$  : Volume de la particule moyenne  
 $S_i$  : La surface développée de la particule moyenne  
 $\omega$  : Volume massique de la matrice du gravillon du mélange  
 $N_i$  : Nombre de particules moyennes

## Introduction générale

L'étude rhéologique appliquée aux bétons frais est l'un des aspects scientifiques des bétons le plus largement lié au domaine pratique. Les difficultés liées au malaxage, à l'écoulement dans les coffrages, au maintien de la stabilité rhéologique, à la capacité à se consolider ainsi que la réalisation d'une finition de surface adéquate ne sont que quelques exemples de problématiques pouvant être rencontrées avec l'utilisation d'un béton ne possédant pas un comportement rhéologique adéquat. Dans cette optique, la composition d'un mélange de béton frais doit se faire selon les règles de l'art, tant en qualité qu'en proportion de ciment, d'agréats et d'ajout minéral et d'adjuvant chimique [1]. Chacune des composantes de la formulation d'un mélange de béton joue un rôle essentiel dans le comportement rhéologique. Il est donc primordial d'effectuer une analyse individuelle et d'ensemble afin de bien saisir l'importance de chacune de ces composantes.

Le contexte actuel de réchauffement climatique, la perte de biodiversité, l'épuisement de multiples ressources naturelles et les émissions de CO<sub>2</sub> étant directement prises en compte dans le bâtiment. L'enjeu environnemental est d'actualité et ses effets génèrent une prise de conscience croissante de nos sociétés civile pour tenter de trouver des réponses politiques et législatives. Ces préoccupations influencent, de manière générale, notre développement futur mais aussi, de manière spécifique, la façon dont nous construisons nos bâtiments et nos infrastructures. Donc la relation entre la construction en béton et l'environnement est alors une question majeure. Parmi les pistes de recherche permettant de réduire les impacts liés à la construction d'un bâtiment, celle concernant la formulation du matériau béton semble être la plus efficace, et nécessite, notamment, une diminution de l'utilisation du ciment. Par ailleurs, au vu des tendances actuelles des pratiques constructives, il semble possible de prédire que les bétons de demain, plus respectueux de l'environnement et présentant des performances mécaniques équivalentes à celles des bétons actuels [2], évolueront vers des bétons à faible impact environnemental permettant ainsi de réduire les coûts énergétiques et les nuisances sonores pendant les phases de mise en œuvre. De façon à atteindre des performances à l'état durci compatibles avec une baisse de la quantité de ciment, la formulation de ces nouveaux bétons passe par une baisse de la quantité d'eau présente dans le mélange. La fraction volumique solide élevée permet d'obtenir des propriétés mécaniques et de durabilité adaptées mais a pour conséquence d'augmenter fortement la viscosité de ces bétons rendant difficile,

voire impossible, leur mise en œuvre. Les pistes de recherche permettant de contourner cette difficulté sont nombreuses et l'une d'entre elle, discutée dans cette thèse, concerne l'emploi des adjuvants. En effet, certains superplastifiants semblent capables de réduire la viscosité de ces suspensions très concentrées que sont les pâtes de ciment constitutives de ces nouveaux bétons.

Les superplastifiants sont ajoutés avec des faibles proportions au béton frais et qui permettent de modifier les propriétés rhéologiques durant une période plus ou moins longue. Sous des conditions climatiques sévères caractérisées par l'élévation ou la baisse de température, l'efficacité de certains superplastifiants se trouve diminuée en présence de certains type de ciments et beaucoup plus vite lorsque la mise en œuvre s'effectue en climat chaud ou froid [3]. Cette étude a pour but d'évaluer la performance de deux superplastifiants un à base de Polycarboxylates (PC) et l'autre à base de Polynaphtalène sulfonates (PNS) sur le comportement rhéologique des mortiers en présence d'un ciment composé sous différente température.

De manière pragmatique il s'avère nécessaire d'utiliser la méthode dite méthode de mortier de béton équivalent (MBE) afin d'atteindre les objectifs visé par cette étude et de la rendre moins ardu.

Le travail expérimental est entamé sur des mortiers de bétons équivalents où le ciment ordinaire est substitué partiellement par différentes additions minérales telles que la poudre de marbre, la pouzzolane naturelle et le Métakaolin et les deux types de superplastifiants (PC) et (PNS) avec dosages optimisé où les paramètres rhéologiques du mortier ont été mesurés respectivement par un mini cône, un maniabilimètre et un rhéomètre, pour objectif d'établir une base de données complète sur les performances des superplastifiants. Pour cela cette étude est divisée en trois phases principales :

- Effet des superplastifiants sur les propriétés des MBE-PM, MBE-PZ et MBE-MK.
- Effet de la température sur les propriétés rhéologiques des MBE-PM, MBE-PZ et MBE-MK.
- Effet de temps sur les propriétés des MBE-PM, MBE-PZ et MBE-MK.

A cet effet le premier chapitre présente une synthèse bibliographique sur les superplastifiants. On présente leur apparition dans l'ordre chronologique, classifications et modes d'actions, performances et avantages, ensuite on présente dans le deuxième chapitre,

une synthèse sur les notions de base du comportement rhéologique des matériaux cimentaires au jeune âge. On présente un rappel théorique sur la rhéologie en général et les paramètres rhéologiques concernant les différents types de comportement d'un fluide ainsi que les principaux facteurs affectant la rhéologie du mortier et du béton. L'effet des adjuvants chimiques et les additions minérales sur les propriétés rhéologiques, l'effet des températures et l'effet de temps. Le troisième chapitre qui présente les caractéristiques des matériaux utilisés et une description brève de la méthode expérimentale. Le dernier chapitre est consacré à l'analyse et la discussion des résultats obtenus. Des commentaires avec une comparaison avec d'autres résultats montrent clairement l'effet des superplastifiants sur la rhéologie des matériaux cimentaires en présence des additions minérales dans des temps et températures différentes.

Enfin, une conclusion et des recommandations sont données afin de poursuivre le travail dans cet axe de recherche.

# Chapitre 1 . Les Superplastifiants

## 1.1 Introduction

Les superplastifiants sont utilisés pour atteindre une certaine fluidité de la pâte de ciment ou pour contrer une diminution de l'eau de gâchage. Ce chapitre repose sur la compréhension des performances des superplastifiants à base leur classification et caractéristiques structurales sur le comportement rhéologique.

## 1.2 Les superplastifiants

Les superplastifiants sont des polymères organiques solubles dans l'eau qui possèdent des groupes hydrophobes et hydrophiles (les groupes hydrophiles sont les groupes sulfonâtes). Sont définis, selon la norme EN 934-2, comme des matériaux qui sont ajoutés au béton pendant le processus de malaxage, dans des quantités inférieures à 5% de la masse de ciment, afin de modifier ses propriétés rhéologiques à l'état frais et le comportement mécanique à l'état durci [4]. Ils ont des fonctions Chimiques et des structures différentes. Ceci leur confère la propriété d'agir par effets stériques et électrostatiques plus ou moins important en induisant des forces répulsives à courte distance ou des densités de charges relativement élevées[5]. Ce sont aussi de puissants dispersants qui empêchent l'agglomération des particules du ciment et libèrent l'eau emprisonnée entre les agglomérats. Cette défloculation est directement liée à l'adsorption des superplastifiants à la surface des particules [6]. Cette dispersion peut améliorer les performances des bétons en réduisant la quantité d'eau de gâchage qui fait diminuer la porosité. En effet, Lorsqu'ils sont ajoutés à de faibles quantités (habituellement moins de 0,5% de la masse du ciment), ces ajouts réduisent jusqu'à 30% la quantité d'eau nécessaire à l'obtention de bétons ayant des propriétés rhéologiques satisfaisantes, nécessaires à une bonne mise en œuvre de ces bétons dont les propriétés mécaniques sont remarquables [7].

A cet effet, nous nous sommes proposé d'étudier l'action de deux superplastifiants, en l'occurrence, le Polycarboxylate et le Polynaphtalène sulfonâtes sur le comportement rhéologiques des mortiers à faible impact environnemental.

### 1.3 Présentation des superplastifiants dans l'ordre chronologique de leurs apparitions

**En 1932** : Apparition des Lignosulfonâtes qui sont considérés comme des Polyélectrolytes dispersant la suspension par effet purement électrostatique. Leur abandon quasi total est dû au fait qu'ils sont entraîneurs d'air qui est introduit dans le béton, augmentant ainsi la porosité de celui-ci.

**En 1940** : Synthèse des Polynaphtalènes Sulfonâtes (PNS) et Polymélamines sulfonâtes (PMS) qui sont des polyélectrolytes mis en place par les Japonais et les Allemands. Ce sont des sels sulfoniques de condensé de formaldéhyde et de naphthalène (produit japonais) PNS ou de mélamine (produit allemand) PMS dont les propriétés dispersantes beaucoup plus efficaces que celles des Lignosulfonates.

**En 1980** : Découverte des Polycarboxylates (PC). Cet événement est considéré comme une grande évolution dans le domaine des super réducteurs d'eau. Les PC sont formés d'une combinaison de polymères (Co-polymères) dont le mécanisme de dispersion se fait par une **répulsion combinée d'effets électrostatiques** et, surtout **stérique**. Le groupement fonctionnel est formé d'acides méthacryliques ou acryliques avec un groupement anionique actif  $\text{COO}^-$  (plus efficace que les sulfonâtes), et qui a été partiellement estérifié avec plusieurs chaînes latérales de Polyoxyde d'Éthylène (notées PEO). La répulsion stérique est due aux chaînes PEO qui permettent une plus forte dispersion des particules de ciment. [8]

### 1.4 Classification et caractéristiques structurales

Il existe différents types de superplastifiant communément utilisés dans les matériaux de construction. Ils se différencient principalement par la nature des groupements anioniques portés par le polymère et par la façon dont ils engendrent une force répulsive entre les grains de ciment. Toutefois, quelle que soit leur nature, les superplastifiants apportent sans conteste des améliorations technologiques aux bétons qui les incorporent dans leur formulation.

Dans ce qui suit, les superplastifiants sont tout d'abord présentés selon leurs caractéristiques structurales liées à leurs différents protocoles de synthèse. Ensuite, les modes d'action selon lesquels ces adjuvants fluidifient une pâte de ciment et les effets rhéologiques qui en découlent sont décrits. Pour finir, les applications des superplastifiants dans la fabrication du béton sont abordées.

Les superplastifiants sont présentés en quatre groupes classés en deux catégories selon la nature du groupement anionique. La première catégorie des polymères est composée des polymères contenant des fonctions sulfonate ( $\text{—SO}_3^-$ ) et la deuxième catégorie est munie de fonctions carboxylate ( $\text{—COO}^-$ )

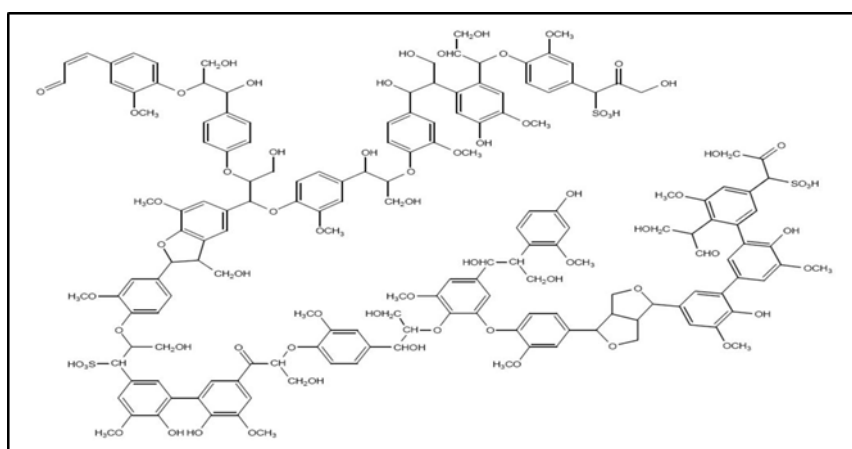
### 1.4.1 Superplastifiants à base de sulfonates

Ces matériaux sont des polymères anioniques avec des groupes sulfonates  $\text{SO}_3^-$  à intervalles réguliers. Il existe trois principaux types de superplastifiant à base de sulfonates : les Lignosulfonates modifiés, les Polynaphtalènes sulfonates et les Polyméamines sulfonates.

#### 1.4.1.1 Lignosulfonates modifiés (LSM)

Les Lignosulfonates modifiés forment le groupe des premiers superplastifiants utilisés. Ils sont obtenus à partir de la liqueur du procédé de réduction du bois en pâte à papier. Cette liqueur contient de la lignine, polymère naturel constitutif de la couche de soutien du bois.

La lignine subit une dégradation thermique et une sulfonation, elle se transforme ainsi en polyélectrolytes solubles dans l'eau : les Lignosulfonates modifiés [5]. Un exemple de LSM est donné à la Figure I.1. Comme ces matériaux sont issus d'un produit naturel, leur structure et leur composition sont très variables. Par exemple, la masse molaire moyenne se situe entre 500 et 50 000 g/mol pour les LSM de bois résineux, et entre 500 et 10 000 g/mol pour ceux de bois feuillus. Les LSM sont le plus souvent à base de Lignosulfonates de calcium ou de sodium. Les nombreux groupements polaires présents sur la molécule rendent ces polymères solubles en toutes proportions dans l'eau [9].



**Figure 1.1. Exemple d'un Lignosulfonates modifié [4].**

Les LSM permettent une réduction de la teneur en eau dans les mortiers et bétons de 5 à 15 % en moyenne et de 20 % au maximum. Cependant, des effets secondaires néfastes sont occasionnés lors de leur utilisation. Ils ont tendance à entraîner de grandes quantités d'air. Ils entraînent également un fort retard de l'hydratation lorsqu'ils sont utilisés à un haut dosage. Cet effet retardateur est causé par les résidus de sucres et d'acides organiques et doit être compensé par l'emploi d'un adjuvant accélérateur [9].

#### 1.4.1.2 Polynaphtalènesulfonates (PNS)

Les superplastifiants de type Polynaphtalène sulfonate (PNS) ont été développés à la fin des années 1960 par la société Kao Soap au Japon après la découverte des propriétés dispersantes exceptionnelles de ces molécules.

Les PNS sont des polymères organiques, linéaires et anioniques avec des groupements sulfonate  $\text{—SO}_3^-$  à intervalle régulier. Leur structure chimique est représentée dans la Figure I.2. Ils sont formés par condensation entre le formaldéhyde et l'acide naphthalène sulfonique. Une molécule de PNS comporte des régions hydrophiles, les groupements Sulfonates, et des parties hydrophobes, les anneaux benzéniques du naphthalène. Deux types de PNS sont différenciés selon la position du groupement sulfonate : le PNS  $\alpha$  et le PNS  $\beta$ . La forme  $\beta$ , thermodynamiquement plus stable que la forme  $\alpha$ , est essentielle pour la fluidification, car la forme  $\alpha$  n'a quasiment aucun pouvoir dispersant [9].

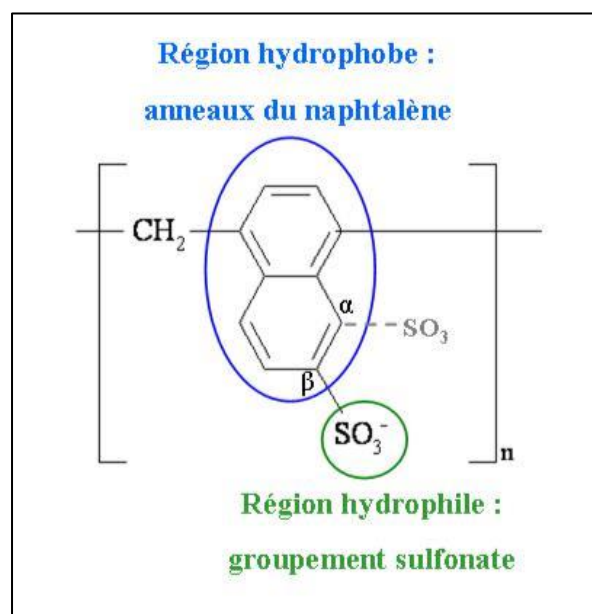


Figure 1.2. Structure chimique des Polynaphtalènes sulfonates  $\alpha$  et  $\beta$  [4].

La synthèse des PNS [10] se déroulent en quatre étapes successives, lesquelles sont résumés dans la figure 1.3. La première étape consiste en la sulfonation du naphthalène par l'acide sulfurique pour former l'acide naphthalène sulfonique. C'est à ce stade que la formation préférentielle du PNS  $\beta$  a lieu.

Lors de la deuxième étape, le formaldéhyde réagit avec l'acide naphthalène sulfonique, ce qui conduit à la fixation d'une fonction méthanol sur l'anneau non substitué du naphthalène.

La troisième étape est la polymérisation, réalisée par condensation acide, jusqu'à obtention du polycondensat de formaldéhyde et d'acide  $\beta$ -naphthalène sulfonique. En général, le nombre de condensation  $n$  du polymère est compris entre 5 et 10, et la masse moléculaire moyenne se situe, par conséquent, entre 1 000 et 2 000  $\text{g.mol}^{-1}$ . Chaque monomère contient un groupement sulfonates ; les sels de PNS sont donc très solubles dans l'eau.

Enfin, la quatrième étape est la neutralisation de la forme acide de la résine de PNS par une base organique ou minérale. La soude caustique NaOH ou le lait de chaux  $\text{Ca(OH)}_2$  sont le plus souvent utilisés [9]. Le sel obtenu, lors de la neutralisation à la soude, est le PNS de sodium (Na-PNS). Le sulfate de sodium constitue alors un produit secondaire lors de la neutralisation de l'acide sulfurique encore renfermé dans la résine et peut a posteriori influencer la prise du ciment. La teneur en sulfate dans les Na-PNS oscille entre 0,5 et 3 % massique ; la précipitation de gros cristaux de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  est d'ailleurs observée lors du stockage au froid d'une solution de Na-PNS [9]. Lors de la neutralisation par le lait de chaux, le sel formé est le PNS de Ca (Ca-PNS) et l'acide sulfurique précipite ici sous forme de gypse ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), lequel peut facilement être éliminé par filtration. Les Ca-PNS ne contiennent donc quasiment pas d'ions sulfate et sont ainsi mieux adaptés à des utilisations précises.

De nos jours, les procédés de polymérisation des PNS sont très bien connus et contrôlés. Les molécules de base utilisées dans la fabrication des superplastifiants sont régulièrement améliorées et répondent à des caractéristiques précises. Leur degré de sulfonation doit être le plus élevé possible et le degré de polymérisation moyen optimal est de 9 ou 10. Dans ces conditions, la chaîne hydrocarbonée ne présente pas trop de réticulation et le polymère conserve ainsi un maximum de flexibilité et de pouvoir couvrant. D'après Rmachandran. [10], « dans un bon PNS, le degré de sulfonation est de l'ordre de 90 % et plus de 85 % de ces groupes sulfonates sont en position  $\beta$  En outre, le pourcentage de mono, di et trimères ne compte plus que pour 30 % de la masse totale ».

Les PNS permettent une réduction de la teneur en eau pouvant atteindre environ 40%. Cette importante réduction, par rapport aux superplastifiants de type lignosulfonâtes, est due au fait que les PNS peuvent être introduits dans une plus grande proportion dans les formulations du béton, sans retarder particulièrement l'hydratation du ciment. Leur procédé de fabrication mieux contrôlé est à l'origine de la diminution des polluants retardateurs dans ces matériaux, tels que les sucres et les acides organiques.

#### 1.4.1.3 Polymélamines sulfonâtes (PMS)

Les superplastifiants de type polymélatamine sulfonât (PMS) ont été développés au cours des années 1960, simultanément aux PNS, par la société SKW Trotsberg en Allemagne pour leurs applications dans la fluidification des bétons [9].

Les PMS sont également des polymères organiques, linéaires et anioniques avec des groupements polaires sulfonâtes  $\text{SO}_3^-$  à intervalles réguliers. Ils sont formés par condensation entre le formaldéhyde et l'acide mélamine sulfonique.

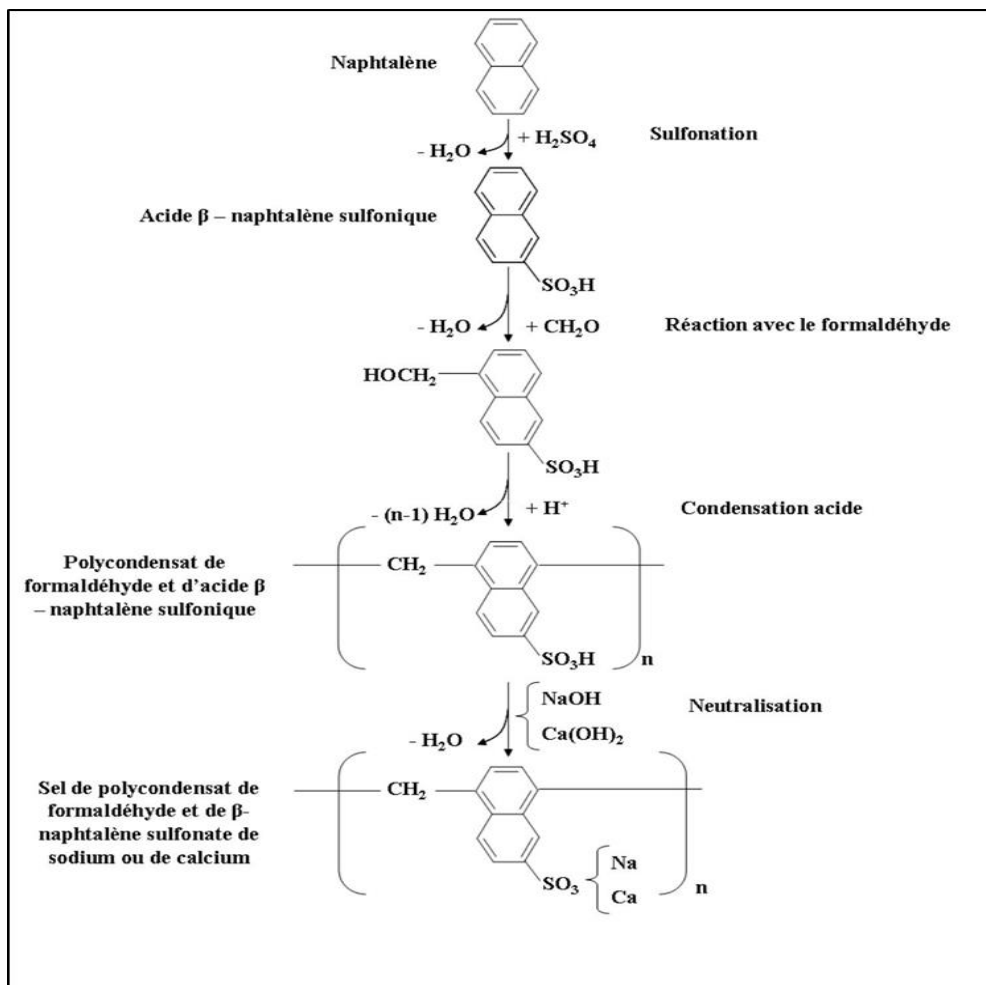
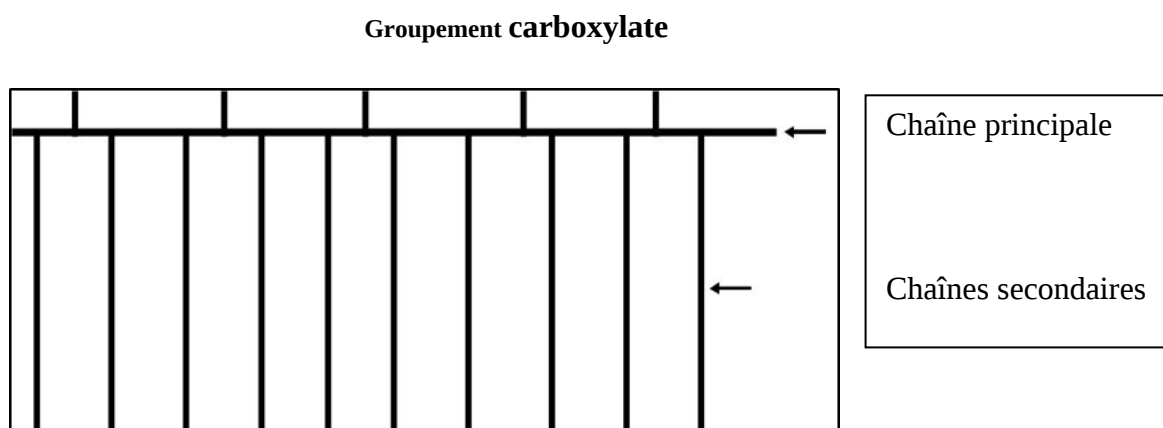


Figure1.3. Synthèse des sels de PNS [10].

### 1.4.2 Superplastifiants à base de carboxylates

Les superplastifiants à base de Polycarboxylates ont été mis au point après les poly sulfonâtes et sont pour cette raison communément appelés superplastifiants de nouvelle génération.

La molécule d'un superplastifiant de type Polycarboxylate est composée d'une chaîne principale, qui porte les fonctions carboxylates  $\text{—COO}^-$  et sur laquelle sont greffées de nombreuses chaînes secondaires. Elle est représentée schématiquement à la Figure I.4. Cette structure spécifique des Polycarboxylates rappelle la forme d'un peigne, c'est pourquoi ces superplastifiants sont souvent qualifiés de polymères de type « peigne ». Les Polycarboxylates présentent une structure chimique modulable par rapport aux polycondensats précédemment définis, ce qui conduit à une large variété de nouveaux produits avec des propriétés très variables. Différentes générations de Polycarboxylates sont donc apparues au cours des ans. Ces matériaux peuvent être synthétisés pour des applications précises. Cette propriété a contribué à l'importance acquise par ces produits aux cours des dernières années [10].



**Figure1.4. Structure schématique d'un superplastifiant de type Polycarboxylate, polymère de type « peigne » [9].**

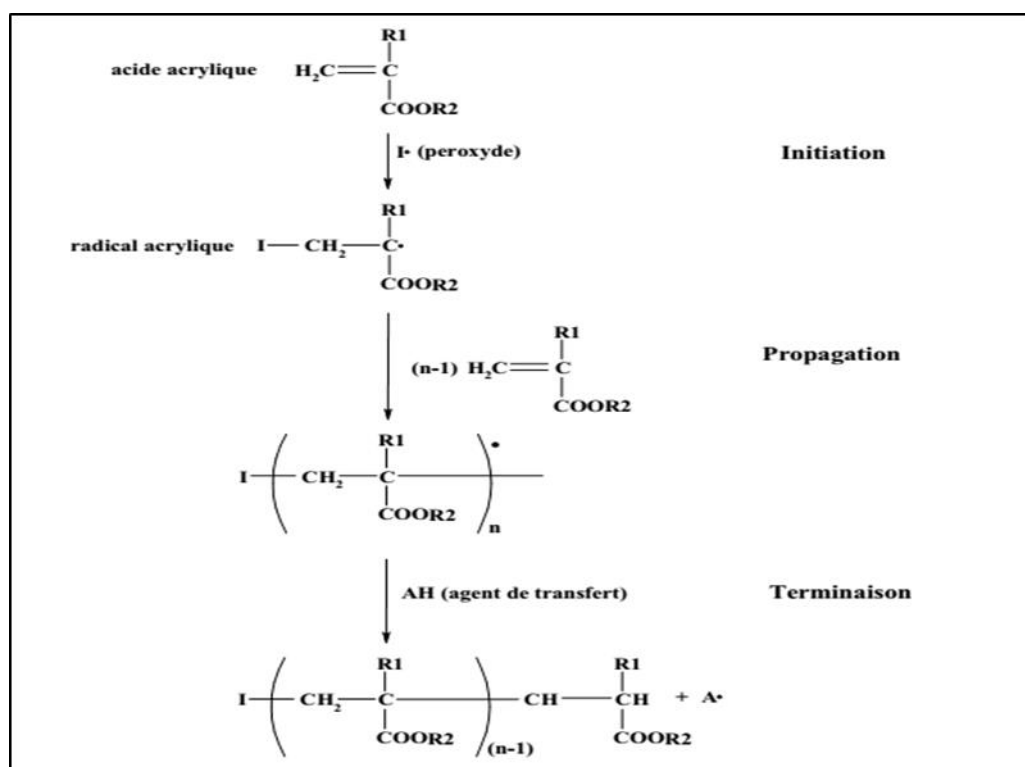
Les Polycarboxylates sont synthétisés par une polymérisation radicalaire à partir de monomères acryliques. Aussi ces matériaux sont encore connus sous le nom de polyacrylates. La synthèse de ces polymères comprend trois étapes différentes, lesquelles seront résumées la FigureI.5.

Initiation : La réaction radicalaire est initiée à partir d'un radical libre, appelé initiateur, lequel réagit avec un acide acrylique pour former un radical acrylique. Les

peroxydes, comme  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ , sont les plus communément utilisés à cet effet. La quantité d'initiateur utilisée détermine la masse molaire moyenne du polymère final. Plus sa concentration est élevée, plus la masse molaire moyenne du polymère est faible.

**Propagation :** Le radical acrylique libre réagit avec un autre monomère pour former un radical dimère, lequel réagit à nouveau avec un monomère pour former un radical trimère, et ainsi de suite.

**Terminaison :** La réaction en chaîne de polymérisation est interrompue au moyen d'un régulateur. Le régulateur est un composé volontairement introduit dans le milieu réactionnel pour permettre le transfert d'un atome d'hydrogène sur le polymère et limiter ainsi la longueur de la chaîne de monomère [11].



**Figure1.5. Synthèse des Polycarboxylates ( $\text{R1} = \text{H}$  ou  $\text{CH}_3$  ;  $\text{R2} = \text{H}$  ou oxyde de polyéthylène) [9].**

Des améliorations successives ont été apportées à la structure chimique des superplastifiants de type Polycarboxylate délivrant ainsi plusieurs générations de produits.

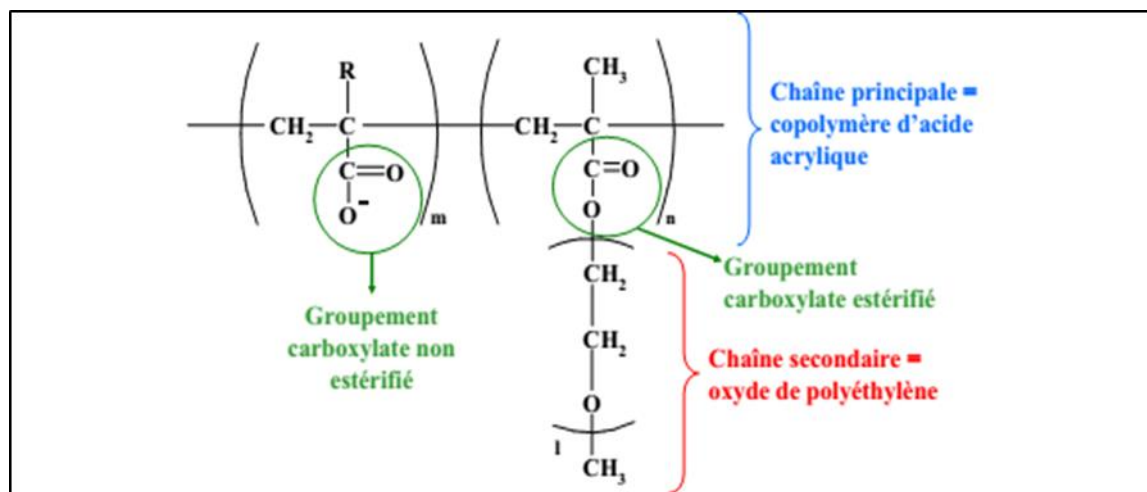
#### 1.4.2.1 Polycarboxylates de première génération

La **première génération** de superplastifiants de type Polycarboxylate a été mise au point en 1986 par la société japonaise Nippon Shokubai en collaboration avec Nisso Master Builder. Ces matériaux sont des polymères anioniques et ramifiés obtenus par copolymérisation entre un acide carboxylique insaturé et un ester d'acide carboxylique et de méthacrylate polyéthylène glycol (MPEG).

Les monomères constitutifs de la chaîne principale sont des acides carboxyliques. Les composés les plus fréquemment utilisés sont l'acide acrylique, l'acide méthacrylique et l'acide maléique.

Les chaînes secondaires sont constituées de polyéthers, plus fréquemment appelés oxydes de polyéthylène. Ils sont synthétisés séparément par estérification entre l'acide méthacrylique et le MPEG. Ils sont ensuite introduits dans la réaction de polymérisation en tant que macromonomère.

La structure chimique générale des Polycarboxylates de première génération est reproduite à la Figure I.6.

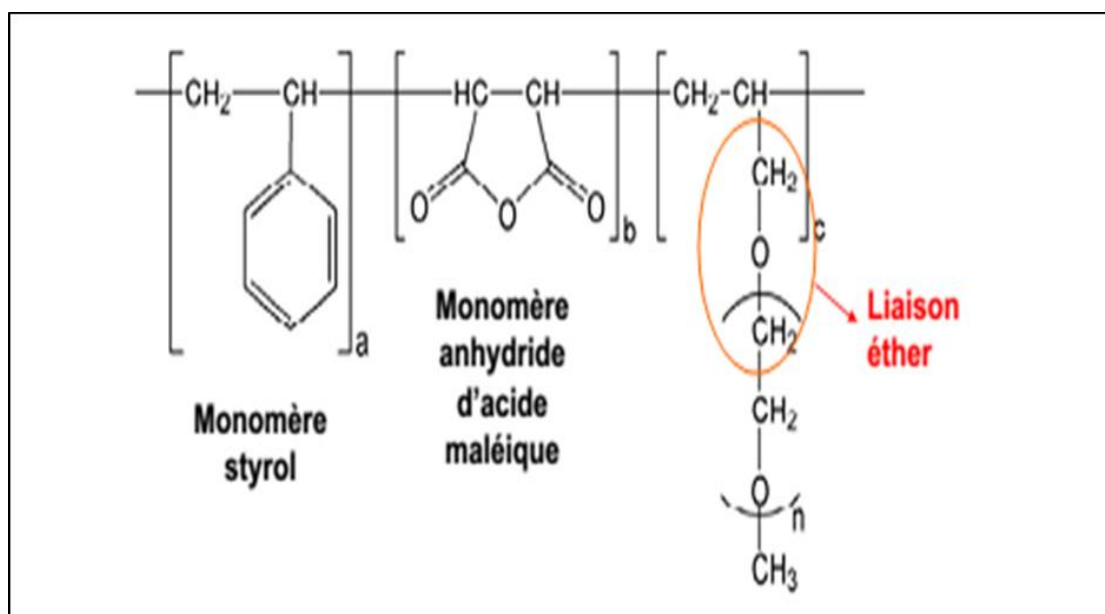


**Figure 1.6. Structure chimique d'un Polycarboxylate de première génération [12] ( $R = H, CH_3$ ).**

#### 1.4.2.2 Polycarboxylates de deuxième et troisième génération

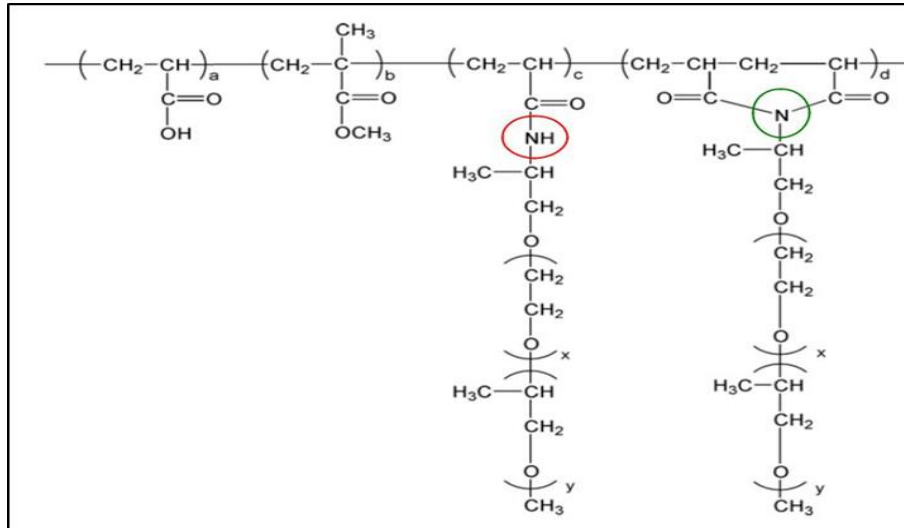
En 1989, deux nouveaux types de Polycarboxylates ont été développés en modifiant la nature des liaisons des chaînes secondaires à la chaîne principale. [9]

La société TakemotoOil& Fat a mis au point un Polycarboxylate au sein duquel les chaînes secondaires sont greffées à la chaîne principale par des liaisons éthers. La chaîne principale se compose de monomères relativement simple comme l'acide acrylique, l'anhydride d'acide maléique, le styrol... Les chaînes secondaires sont formées par des éthers d'allyle ou de vinyle, lesquels garantissent un polymère alternant car chacun de ces éthers insaturés ne peut pas se polymériser avec lui-même. La présence des liaisons éther font que ces matériaux sont insensibles à l'hydrolyse et exceptionnellement stables par rapport à la température. Un exemple de ce type de Polycarboxylate est reproduit à la Figure I.7.



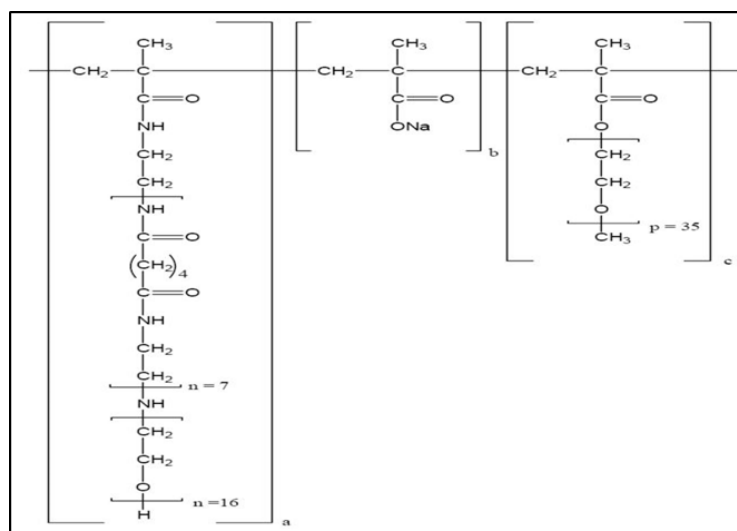
**Figure1.7. Structure chimique d'un Polycarboxylate de deuxième génération de type éther d'allyle [12].**

La même année, la société américaine W.R. Grace a élaboré un Polycarboxylate où les chaînes secondaires sont rattachées à la chaîne principale par des liaisons amide ou imine. L'originalité de ces produits est que leur synthèse ne nécessite pas de préparation préalable de macro monomères. La Figure I.8 expose une représentation schématique de ce genre de matériau.



**Figure1.8. Structure chimique d'un Polycarboxylate de deuxième génération développé par W.R. Grace [12].**

En 2000, une dernière génération de Polycarboxylate est née d'une collaboration entre la société suisse Sika et la société japonaise TOHO. Ces polymères portent des fonctions carboxylate sur leur chaîne principale et des fonctions amine sur leurs chaînes secondaires ; ils sont donc capables d'être soit un polymère anionique soit un polymère cationique. Ces Polycarboxylates se distinguent par leur effet fluidifiant exceptionnel pour des rapports E/C extrêmement faibles allant jusqu'à 0,12.



*Figure1.9. Structure chimique d'un Polycarboxylate de troisième génération [12].*

Le domaine d'application de ces matériaux est, par conséquent, la conception de bétons à ultra hautes performances en raison des résistances mécaniques exceptionnellement

grandes pouvant être atteintes à un rapport E/C de 0,15. Un exemple de structure de cette classe de superplastifiants est représenté à la Figure1.9.

## 1.5 Modes d'action des superplastifiants

Le pouvoir fluidifiant des superplastifiants s'exerce par une combinaison de phénomènes physiques se produisant instantanément (à  $t = 0$ ) [13]. Ces processus sont l'adsorption des superplastifiants, la répulsion électrostatique et l'encombrement stérique. La dispersion des particules de ciment par les superplastifiants conduit à une évolution des propriétés rhéologiques des pâtes et mortiers de ciment.

### 1.5.1 Adsorption des superplastifiants sur les grains de ciment

Les superplastifiants sont généralement introduits dans l'eau de gâchage avant le mélange avec le ciment. Au moment où les grains de ciment entrent en contact avec l'eau, les molécules de superplastifiant participent à la saturation des charges de surface au même titre que les autres ions présents en solution. D'après JOLICOEUR C. [14], les superplastifiants empêchent la formation néfaste des agglomérats (Figure1.10). Les molécules du superplastifiant se fixent par adsorption sur l'interface entre les grains de ciment et l'eau de gâchage.

Une fois adsorbé, le superplastifiant forme une charge négative autour de chaque grain de ciment qui se repousse les uns des autres. La dispersion qui en résulte réduit la viscosité de la pâte de ciment et augmente l'ouvrabilité.



(a) floculée (sans superplastifiant)



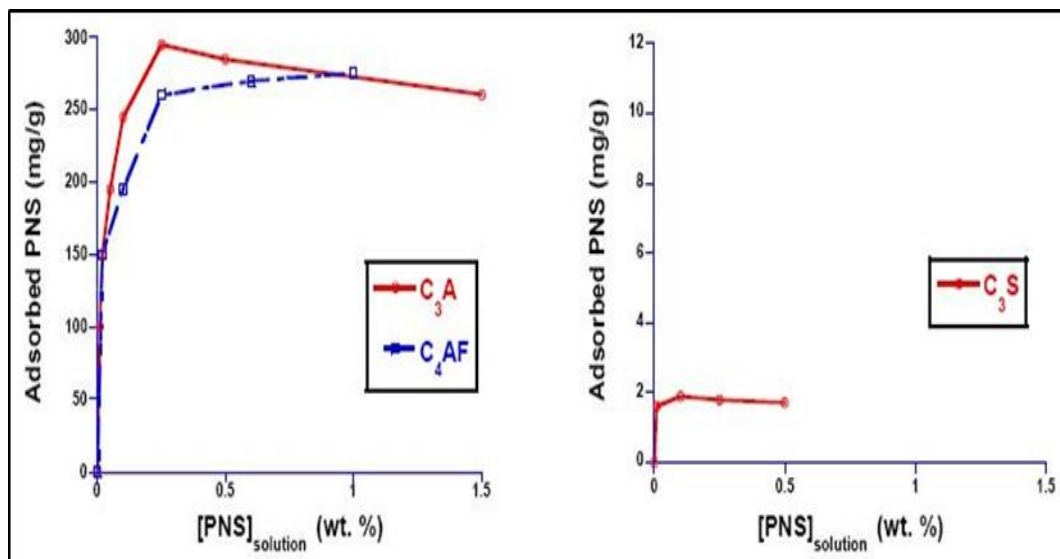
(b) dispersée (avec superplastifiant)

**Figure1.10. Schéma de la structure d'une pâte de ciment [15]**

Yoshioka et al. [16] ont également étudié l'adsorption de quatre types de superplastifiants sur les différentes phases pures. Ils ont montré qu'une plus grande quantité

de polymère s'adsorbait sur les phases aluminates ( $C_3A$  et  $C_4AF$ ) que sur les phases silicates ( $C_3S$  et  $C_2S$ ). De même, l'isotherme d'adsorption d'un PNS sur le  $C_3A$ ,  $C_4AF$  et  $C_2S$  synthétisés montre que les quantités saturées d'adsorption sur le  $C_3A$  et le  $C_4AF$  étaient très élevées, environ 300 mg/g, tandis que celle sur le  $C_3S$  n'était que de 2 mg/g [17]. D'autres travaux avec de l'acide salicylique ont confirmé que la quantité d'adsorption sur les différents minéraux de ciment étaient dans l'ordre de  $C_3A > C_4AF > C_3S$  [18].

La Figure 1.11 présente les résultats [16] d'adsorption d'un superplastifiant de type PNS sur les phases pures de ciment ( $C_3A$ ,  $C_4AF$  et  $C_3S$ ) pour des rapports eau/solide de 0,5. Ces résultats montrent que le polymère s'adsorbe préférentiellement sur les phases aluminates et peu sur les phases silicates.



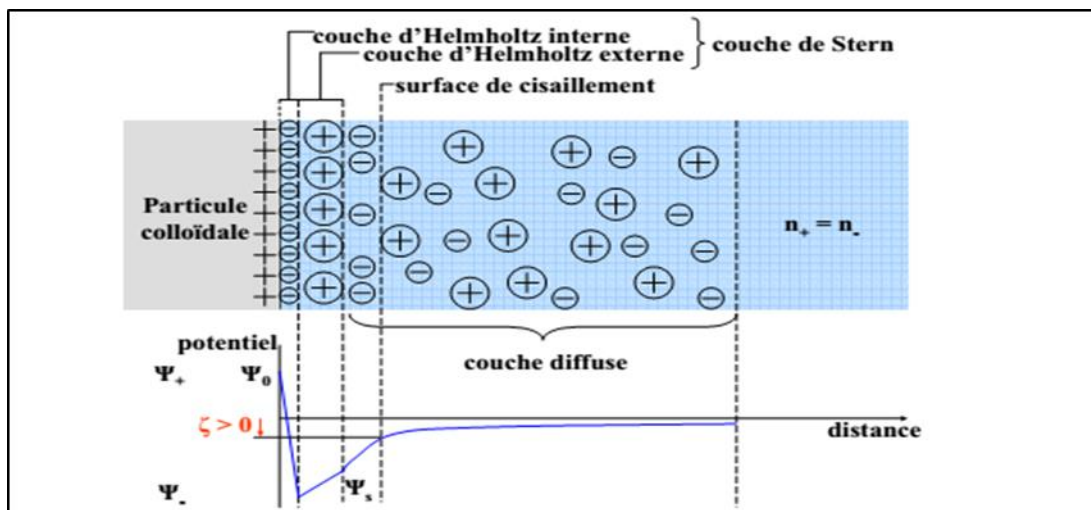
**Figure 1.11. Isothermes d'adsorption d'un superplastifiant de type PNS sur les phases pures de ciment, eau/solide = 0,5 [19].**

Il a été constaté que la viscosité des pâtes de ciment augmente sensiblement dans le ciment ayant un faible rapport de  $C_3S/C_2S$  ou de  $C_3A/C_4AF$ , surtout lorsqu'un superplastifiant de type PNS est employé [18]. Cette étude montre que la teneur en  $C_3A$  et la finesse de ciment sont les facteurs les plus influents sur le comportement rhéologiques des pâtes de ciments. Plus la teneur en  $C_3A$  et la finesse de ciment sont élevées, plus l'effet de fluidification du superplastifiant diminue [20]. Ces résultats ont été confirmés par Boragafio et al. [21] en comparant les propriétés rhéologiques de trois types de ciment d'où l'effet de fluidification diminue lorsque le rapport  $C_3A/CaSO_4$  augmente. De plus, l'action des superplastifiants devient plus importante lorsque la taille des particules de ciment est inférieure à 10  $\mu m$  [22].

Cet effet sur les particules fines a également été étudié par Nawa et al. [17] où la viscosité des pâtes de ciment accrue avec la fraction fine ( $\leq 10 \mu\text{m}$ ) de ciment. Cela est dû à l'augmentation du montant de superplastifiant adsorbé lorsque la finesse du ciment augmente.

L'étude de l'effet dispersant des superplastifiants, menée par Flatt et al. [23] sur des suspensions modèles, a montré que seuls les superplastifiants adsorbés contribuaient à la dispersion. Les molécules de superplastifiant doivent d'abord s'adsorber à la surface des grains de ciment et, seulement après, elles peuvent exercer leur pouvoir fluidifiant.

Une pâte de ciment peut être envisagée comme une dispersion de particules colloïdales dans l'eau. La surface des grains de ciment porte des charges électriques, lesquelles ont pour origine des imperfections de la structure cristalline, des liaisons dissociées ou des ions adsorbés [24]. Cette charge confère à la particule un potentiel de surface, appelé potentiel de Nernst et noté  $\psi_0$ . Les électrolytes, présents dans la phase aqueuse, vont alors former une couche autour de la particule afin de neutraliser ce potentiel électrostatique [25] et stabiliser ainsi la dispersion. Cette couche est appelée la double couche électrochimique. La structure de la double couche électrochimique est décrite ci-dessous d'après le modèle de Stern pour une particule portant une charge de surface positive. Elle est représentée de façon schématisée à la Figure 1.12.



**Figure 1.12. Double couche électrochimique d'une particule colloïdale positivement chargée et évolution du potentiel électrostatique [26].**

La particule est entourée par une couche fixe de molécules d'eau et d'ions adsorbés sous l'effet de l'attraction électrostatique. Cette couche est appelée couche de Stern, elle se

divise en deux couches distinctes : les couches d'Helmholtz interne et externe. La couche d'Helmholtz interne est formée d'anions non solvates. La couche d'Helmholtz externe est constituée par une monocouche de cations solvates. En raison de leur taille relativement importante, les ions ne peuvent pas neutraliser complètement la charge de la particule colloïdale. La compensation est réalisée au sein de la couche diffuse. Dans cette couche, les ions sont mobiles et leurs concentrations évoluent avec la distance, de telle façon qu'à la fin de la couche diffuse, l'électro neutralité est atteinte.

Expérimentalement, la mesure directe du potentiel de surface des particules colloïdales est impossible. Par contre, il est possible de mesurer la différence existant entre le potentiel à la surface de cisaillement dans la couche diffuse et le potentiel de la solution. Cette différence de potentiel est appelée le potentiel [26].

L'adsorption des polymères organiques des superplastifiants à la surface des grains de ciment repose sur l'attraction électrostatique entre les groupements anioniques de l'adjuvant ( $\text{—SO}_3^-$ ,  $\text{—COO}^-$ ) et les domaines positivement chargés de la double couche électrochimique. Il s'agit ainsi d'un mécanisme de physisorption. Ce processus montre un plateau d'adsorption, lequel est appelé point de saturation de surface [27] et correspond grossièrement à la quantité de superplastifiant permettant la fluidité optimale.

L'adsorption des superplastifiants est influencée par les caractéristiques physico-chimiques du ciment. Il a été rapporté que l'adsorption des polymères est meilleure lorsque la finesse du ciment est élevée [28]. Par ailleurs, les différentes phases cimentaires n'adsorbent pas les mêmes quantités de superplastifiant. Cela a pour origine les différents potentiels (de ces composés. D'après Yoshioka et al. [28], les phases silicates,  $\text{C}_3\text{S}$  et  $\text{C}_2\text{S}$ , ont un potentiel négatif de l'ordre de -5 à -10 mV. Par contre, les phases aluminates,  $\text{C}_3\text{A}$  et  $\text{C}_4\text{AF}$ , ont un potentiel (situé entre 5 et 10 mV. Les superplastifiants négativement chargés ont donc une plus grande affinité pour les phases aluminates.

En ce qui concerne le superplastifiant, les différents paramètres de sa structure chimique, groupement anionique, densité de charge et longueur des chaînes carbonées, ont des répercussions sur le processus d'adsorption ; elles sont décrites ci-dessous.

Le groupement anionique :

L'ancrage des polymères sur les grains de ciment a lieu par l'intermédiaire des groupements anioniques. Hirsch[9] rapporte, à ce sujet, que les groupements carboxylate s'adsorbent plus fortement que les groupements sulfonât.

La densité de charges :

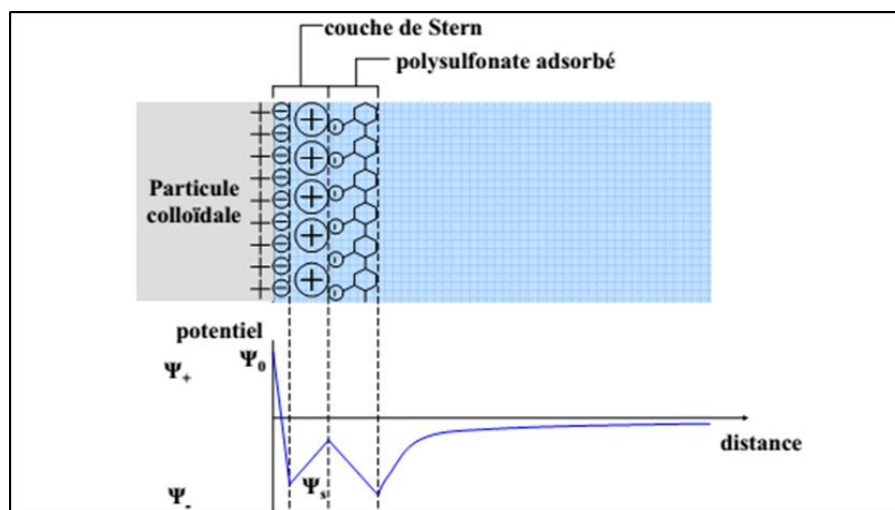
Plus le nombre de groupement chargé par molécule est important, meilleure est l'adsorption.

La longueur des chaînes carbonées :

D'après Blask[29], les Polycarboxylates ayant une longue chaîne principale et de courtes chaînes secondaires présentent l'adsorption la plus importante. D'une part, le nombre de groupes  $\text{—COO}^-$  augmente avec l'allongement de la chaîne principale et, d'autre part, l'encombrement stérique généré par les longues chaînes secondaires peut gêner l'adsorption.

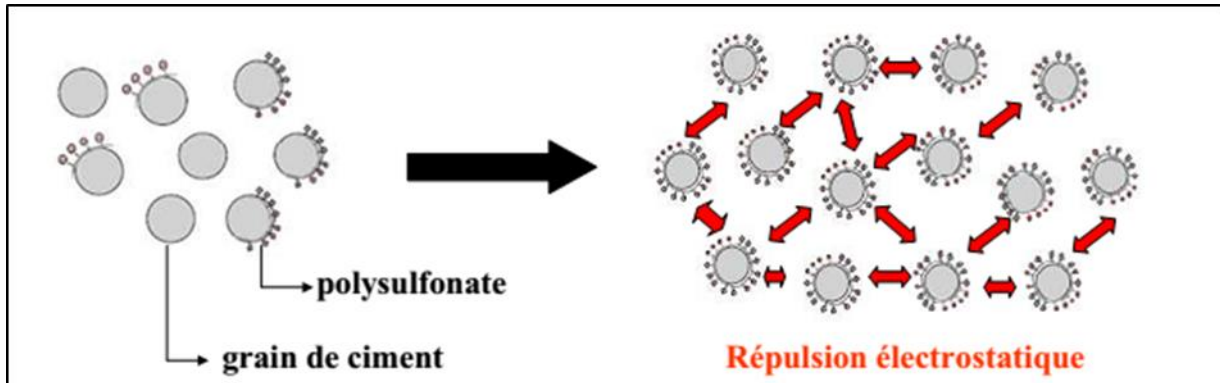
**1.5.2 La répulsion électrostatique**

La dispersion engendrée par les superplastifiants de type Polysulfonate est majoritairement due à la répulsion électrostatique [30]. Les superplastifiants s'adsorbent à la surface des particules de ciment par des interactions coulombiennes, des forces de Van der Waals ou des liaisons hydrogènes [9]. En se fixant sur les grains de ciment, les polymères anioniques changent la charge des particules de ciment, comme le montre la Figure1.13.



**Figure1.13. Évolution du potentiel lors de l'adsorption de superplastifiants de type Polysulfonate (d'après [31]).**

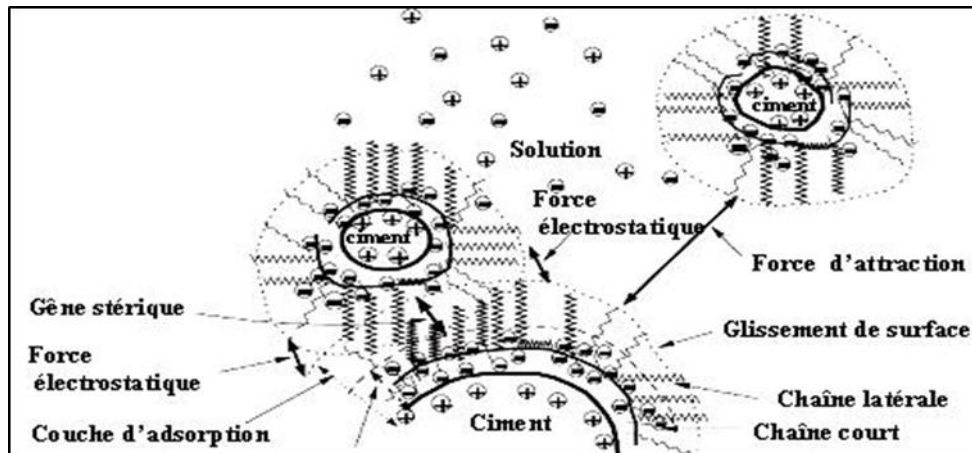
Entre chaque grain de ciment occupé par les polymères, une force répulsive se forme en raison des charges identiques. Cette force provoque une forte dispersion des particules et empêche ainsi la coagulation [10]. La dispersion des grains de ciment est représentée schématiquement Figure1.14.



**Figure1.14. Dispersion des grains de ciment par la répulsion électrostatique.**

Le potentiel (représente une valeur approchée de la force électrostatique et permet ainsi d'étudier la stabilité d'une suspension de ciment. Il a ainsi été avancé que l'intensité de la force répulsive est intimement liée à la structure moléculaire de l'adjuvant. Uchikawa et al. [32] ont montré de cette façon que plus le nombre de groupements anioniques est élevé, plus le potentiel (est important et donc plus la répulsion est forte.

Plusieurs résultats de recherche [33] ont confirmé l'effet des forces répulsives électrostatiques induites par le superplastifiant sur la fluidité des pâtes. Il a été montré que l'addition du superplastifiant de PNS augmente le potentiel négatif zêta des particules de ciment causant ainsi des forces répulsives plus importantes entre les particules. Les polymères de grand poids moléculaire mènent à courte portée des forces répulsives, tandis que les polymères de faible poids moléculaire exhibent habituellement une faible réduction de l'eau et une baisse fluidité de la pâte. D'après Colle pardi et al. [33], plus le dosage du PNS est élevé plus le montant de PNS adsorbé sur les particules de ciment est élevé, et plus la fluidité des pâtes de ciment est importante. Ce phénomène est basé sur le fait que l'adsorption de PNS peut transmettre une charge électrique négative sur la surface des particules de ciment. La Figure1.15. Illustre une répulsion électrostatique entre trois grains de ciment [34].

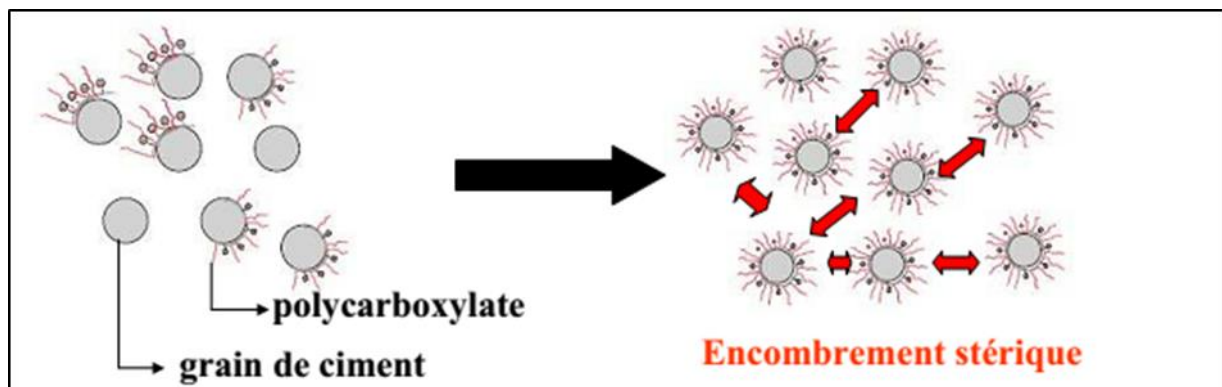


**Figure1.15. Schématique de l'adsorption et de la répulsion pour des particules de ciment**

### 1.5.3 L'encombrement stérique

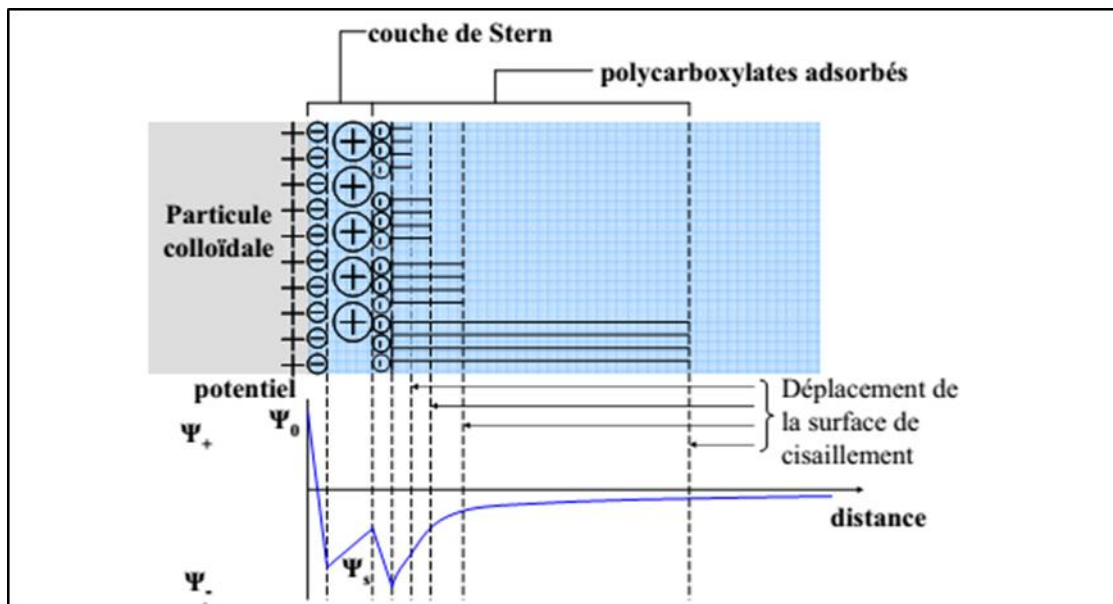
L'encombrement stérique est le type de répulsion créée par les superplastifiants de type Polycarboxylate[29]. Les polymères anioniques s'adsorbent à la surface des particules et les chaînes secondaires s'étendent aux alentours. Lors du rapprochement de deux grains de ciment, les couches d'adsorption des superplastifiants se chevauchent. La densité de chaînes augmente et les molécules d'eau vont s'accumuler dans la solution. Cela a pour conséquence l'apparition d'une pression osmotique, laquelle maintient les particules séparées l'une de l'autre [9]. L'encombrement stérique apparaît dès que la distance entre les polymères adsorbés est inférieure à deux fois l'épaisseur des polymères [35].

L'encombrement stérique est donc une force purement répulsive, qui n'agit que si les molécules sont très proches [29]. La Figure1.16 donne une représentation schématique de cette interaction dans une suspension de ciment.



**Figure1.16. Dispersion des grains de ciment par l'encombrement stérique.**

Yamada et al. [6] ont fourni les premières indications expérimentales de l'effet stérique des Polycarboxylates. Ils ont mené une étude comparative des potentiels (de pâtes de ciment contenant différents types de superplastifiant. Il est ainsi apparu qu'en présence de Polysulfonâtes, le potentiel (est négatif, alors qu'avec des Polycarboxylates, le potentiel (est nul voire positif. Ces différences ont été expliquées par Plank et al. [36] à partir de la structure de la double couche électrochimique lors de l'adsorption de Polycarboxylates. Une représentation est proposée à la Figure1.17.



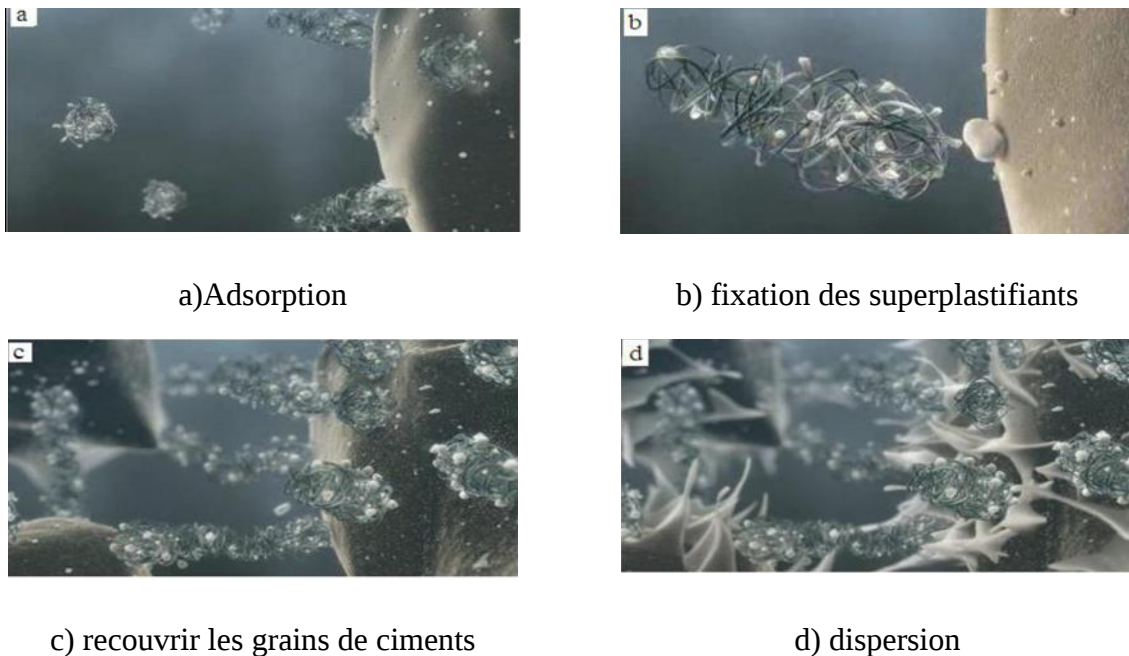
**Figure1.17. Évolution du potentiel lors de l'adsorption de superplastifiants de type Polycarboxylate (d'après Plank et al. [31]).**

L'adsorption des superplastifiants de type Polycarboxylate provoque un élargissement de la couche de diffusion et/ou un déplacement de la surface de cisaillement. Pour de courtes chaînes secondaires, la répulsion engendrée est, dans ces conditions, semblable à celle créée par les polysulfonates. Lorsque les chaînes secondaires s'allongent, le potentiel (devient nul puis positif [37]. Le potentiel (fournit ainsi une évaluation approximative des proportions électrostatique et stérique dans la dispersion des Polycarboxylates [37]. Elles dépendent, par conséquent, de la longueur des chaînes secondaires et de la densité de charges anioniques de la chaîne principale [37].

L'effet stérique apparaît quand les molécules adsorbées forment une structure multicouche autour des particules où elles ne peuvent pas physiquement s'approcher très étroitement comme illustré sur la Figure1.18. A ce propos, beaucoup de chercheurs ont essayé

de clarifier l'importance relative des forces électrostatiques et stériques en dispersant les particules de ciment. Selon les résultats de Neubauer et al. [38], la dispersion des grains de ciment observée est principalement due aux répulsions stériques ; cette répulsion s'explique par la difficulté pour les chaînes de polymères de s'enchevêtrer lorsque les particules s'approchent. Cela résulte de la perte d'entropie engendrée lorsque les chaînes s'entremêlent et de la pression osmotique créée par l'augmentation de la concentration en polymères entre deux particules. Les molécules de superplastifiants constituent alors de Barrières physiques entre les particules pour empêcher la coagulation. Une augmentation de l'épaisseur de la couche adsorbée et de la densité des chaînes des polymères améliore la dispersion. Ainsi, les polymères de grande masse moléculaire accentuent la répulsion stérique.

Les forces répulsives stériques induites par des molécules de superplastifiant sont également importantes comme mécanisme de dispersion [39]. Plus récemment, l'importance relative des effets électrostatiques et stériques a été considérée dans la répulsion de particule-particule par Uchikawa et al. [40]. Leurs conclusions sont que les forces électrostatiques jouent un rôle important dans le mécanisme de dispersion pour des superplastifiants de type PNS et PMS tandis que les forces stériques sont critiques pour un superplastifiant de type PC.



**Figure1.18. Répulsion stériques selon plusieurs degrés d'adsorption [40]**

## **1.6 Applications des superplastifiants**

Depuis leur apparition, les superplastifiants ont trouvé de nombreuses applications dans l'industrie de la construction. Dans un premier temps, les performances technologiques réalisées dans la fabrication du béton sont expliquées. Dans un deuxième temps, les nouveaux bétons développés, entre autres, grâce à l'essor des superplastifiants, sont décrits. Enfin, les avantages économiques et écologiques directement et indirectement issus de l'emploi des superplastifiants sont présentés.

### **1.6.1 Performances technologiques des superplastifiants**

L'emploi des superplastifiants permet de nombreuses améliorations techniques et technologiques tout au long du processus de fabrication du béton.

La maniabilité élevée associée à une bonne cohésion du matériau facilite les différentes étapes de la mise en œuvre :

Si la quantité d'eau n'est pas trop diminuée, le pompage du béton peut être réalisé avec des vitesses plus rapides, sur des distances plus longues et à des hauteurs plus élevées, tout en diminuant la pression de 20 à 30 %.

La mise en place nécessite moins de vibrations, voir aucune dans le cas des bétons autocompactants ou autoplaçants, d'où une économie de temps, de main d'œuvre et de matériel.

Le béton peut être placé dans des endroits difficiles d'accès grâce à sa grande fluidité obtenue, ce qui serait impossible avec un béton classique.

Des avantages sont aussi apportés sur le long terme :

Les armatures sont parfaitement enrobées, même dans les éléments qui en possèdent un taux élevé, ce qui réduit considérablement les risques de corrosion.

Les résistances mécaniques et la durabilité des bétons sont augmentées du fait de la faible porosité du matériau produit avec un volume réduit d'eau de gâchage. Les différents superplastifiants présentent des performances différentes lorsqu'ils sont utilisés en présence d'un même ciment. Les réductions d'eau moyennes et maximales attendues selon la nature des polymères dispersant sont présentées dans le Tableau 1.1. La supériorité des superplastifiants de type Polycarboxylate y apparaît clairement.

**Tableau 1.1. Réduction d'eau pour les différents superplastifiants [41].**

| Superplastifiant | Réduction d'eau (%) |          |
|------------------|---------------------|----------|
|                  | Moyenne             | Maximale |
| Lignosulfonate   | 5 – 15              | 20       |
| PNS              | 10 – 25             | 30       |
| PMS              | 10 – 25             | 30       |
| Polycarboxylate  | 20 – 30             | 40       |

### 1.6.2 Avantages économiques et écologiques

L'utilisation des superplastifiants contribue, directement et indirectement, à la réduction des coûts économiques et environnementaux de la production des bétons. D'après Perche [42], les avantages obtenus sont les suivants :

Réduction de la consommation d'eau :

L'emploi de superplastifiant, lors de la fabrication d'un béton, permet de diminuer la quantité d'eau de gâchage nécessaire. Cette économie, qui peut aller jusqu'à 30 %, représente près de 300 millions de mètre cube d'eau par an [43]. Cette contribution directe peut se révéler décisive, dans les cas de construction d'ouvrage en béton dans les pays en voie de développement, où l'acheminement de l'eau est souvent problématique.

Valorisation des coproduits industriels :

Les Lignosulfonates modifiés sont fabriqués à partir de produits résiduels de l'industrie du papier. La valorisation de ces coproduits industriels est ici directement liée à la production de superplastifiants.

D'une façon plus indirecte, d'autres matériaux ont pu être utilisés lors de la fabrication du béton grâce à l'essor des superplastifiants. Une partie du ciment est remplacé par des additions minérales, toutes produites dans une autre branche industrielle [43] : la fumée de silice provient de l'industrie du silicium, les cendres volantes sont filtrées des fumées de combustion des centrales thermiques, les laitiers de haut fourneau sont issus de la métallurgie de la fonte... Ces coproduits industriels n'auraient pas été aussi facilement valorisés en matériau de construction sans les superplastifiants.

Diminution des émissions de CO<sub>2</sub> :

La consommation de ciment Portland est diminuée lorsqu'il y a substitution du ciment par des coproduits. Ainsi, les superplastifiants participent indirectement à la réduction des

émissions de CO<sub>2</sub> associées à la fabrication du ciment Portland. La production annuelle de ciment Portland se monte à 2 milliards de tonnes et répand à peu près la même quantité de CO<sub>2</sub> dans l'atmosphère. Remplacer 20 % du ciment revient à abaisser de 200 millions de tonnes les émissions annuelles de CO<sub>2</sub>[43]. Cependant, la fabrication des superplastifiants engendre également une émission de CO<sub>2</sub>, laquelle ne doit pas être omise dans le bilan global.

#### Économies d'énergie :

Les superplastifiants donnent lieu, indirectement, à une limitation de l'énergie consommée pour la fabrication du ciment (broyage, clinkérisation, etc.). En revanche, ils contribuent directement à diminuer les énergies dépensées pour la mise en œuvre du béton (malaxage, pompage, vibration) en lui conférant une fluidité élevée.

Les superplastifiants apportent des avantages et des améliorations dans la majorité des secteurs de la production du béton. Ces matériaux seront donc vraisemblablement de plus en plus utilisés dans le futur. Une bonne compréhension des mécanismes d'interaction entre le ciment et ces polymères organiques est donc indispensable pour se prémunir des cas d'incompatibilité. En effet, les désagréments engendrés par ce type de situation peuvent se répercuter sur l'ensemble des utilisateurs du béton et ils sont donc à éviter.

Les superplastifiants pouvant être introduits dans un béton afin d'augmenter sa fluidité ou de diminuer son rapport E/C sont nombreux et variés. Pour pouvoir exercer leur pouvoir dispersant, ces polymères doivent d'abord s'adsorber à la surface des grains et ensuite, selon leur nature et leur structure, produire une force répulsive de type électrostatique ou stérique. Le raidissement des mélanges cimentaires peut donc mettre en jeu soit un défaut de l'adsorption des superplastifiants soit une neutralisation de la force répulsive. Dans les deux cas, le pouvoir fluidifiant disparaît et les systèmes voient se détériorer leurs propriétés rhéologiques.

## **1.7 Conclusion**

De nos jours, il est impossible de confectionner un béton sans l'introduction des superplastifiants conduisant à améliorer certaines de ses propriétés. Sont d'une grande diversité structurale. La façon dont ils vont fluidifier les pâtes de ciment est fortement influencée par le type et la structure des produits utilisés. Les additions organiques disponibles doivent être caractérisées et sélectionnées pour apporter leurs contributions sur l'amélioration des propriétés rhéologiques. Certains superplastifiants sont déjà commercialisés, ce qui conduit à lancer une étude expérimentale pour déterminer les effets de ces produits sur les paramètres rhéologiques des matériaux cimentaires.

## Chapitre 2 . Notions de base sur la rhéologie

### 2.1 Introduction

La rhéologie est l'étude du changement de la forme et de l'écoulement d'une mixture. Elle donne une meilleure définition des propriétés d'écoulement des matériaux cimentaires et fournit les grandeurs rhéologiques fondamentales (seuil d'écoulement, viscosité plastique) qui permettent de tracer des courbes d'écoulement caractéristiques des différents types de mélanges. L'étude des phénomènes physiques mis en jeu, dans l'étude des écoulements des mortiers et bétons revêt une importance particulière dans le domaine de la rhéologie. De telle approche, a pour but d'expliquer et d'analyser les propriétés rhéologiques macroscopiques du béton frais à partir du comportement des phases constitutives. L'organisation de ces différentes phases telles que la viscosité du fluide suspendant, la forme et la taille des grains solides ainsi que leurs activités régissent le comportement rhéologique global de l'écoulement des matériaux cimentaires.

### 2.1 Importance de l'étude rhéologique

Bien que les propriétés du béton à l'état durci soient plus évoquées pour les bétons d'aujourd'hui, il s'avère que si un béton ne peut ne pas être mis en place correctement, ses propriétés désirées ne seront pas obtenues. Pour chaque application, les caractéristiques requises pour le béton frais sont différentes et définissent si un béton a de bonnes propriétés à l'état frais telles que les besoins de finition, de mise en place, de palpabilité, de résistance à la ségrégation etc. Aujourd'hui, le développement des nouveaux bétons intensifie le besoin de caractériser encore mieux le comportement du béton et son écoulement. De nombreux ajouts cimentaires et adjuvants organiques ont fait leur apparition et viennent apporter des modifications importantes au béton. L'importance de la maniabilité et de sa mesure ont pris du même coup une importance primordiale. Auparavant, un béton plus fluide était automatiquement associé aux problèmes de ségrégation et une faible résistance à la compression. De nos jours, il est maintenant possible de produire un béton très fluide ayant d'excellentes propriétés mécaniques [44].

Les tests empiriques conventionnels ne suffisent plus pour certains cas à bien caractériser le comportement lors de l'écoulement et de la mise en place du béton frais. Le développement de nouveaux appareils basés sur une approche plus fondamentale et

rhéologique donne des résultats plus adéquats et reflète bien l'aptitude physique du matériau à se déplacer sous son propre poids.

## 2.2 Concepts fondamentaux en rhéologie

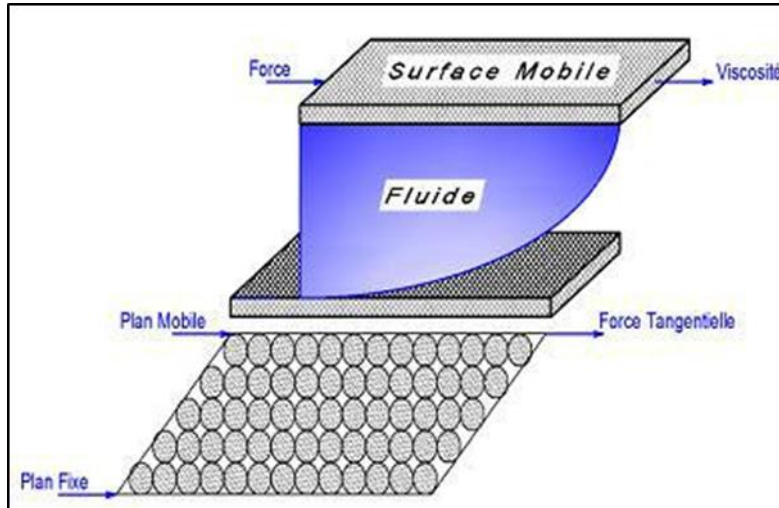
La rhéologie est définie comme la science qui étudie la déformation et l'écoulement de la matière sous l'effet des contraintes appliquées. En fait, la rhéologie est une extension des disciplines fondamentales telles que la résistance des matériaux et la mécanique des fluides. Il est possible de classer les matériaux en fonction de leurs comportements rhéologiques en matériau à comportement visqueux, élastique ou viscoélastique. Un fluide visqueux peut se déformer de manière irréversible sous l'action d'un effort de cisaillement. Ce type de fluide obéit à la loi de Newton. Par contre, un solide est capable de résister de manière élastique à un tel effort en respectant la loi de Hooke, du moins tant que l'intensité ne dépasse pas un certain seuil. Le comportement viscoélastique linéaire est intermédiaire entre le comportement d'un solide élastique et d'un liquide visqueux.

Avec la tendance actuelle vers l'utilisation de bétons de plus en plus fluides, et par le biais de la rhéologie, les recherches tentent d'évaluer et de prédire par la suite la maniabilité du béton. Le béton peut être décrit comme une suspension de particules de différentes tailles, constitué d'une phase solide et d'une phase liquide. La définition des phases solides et liquides peut varier selon l'échelle de la taille des particules. Par exemple, le gravier (phase solide) et le mortier (phase liquide) ou à une échelle différente, le granulats et de la pâte peuvent être considérés. Lorsque la rhéologie de la pâte est étudiée, l'ensemble des fines (phase solide) baignant dans l'eau (phase liquide) peut être considérée. Ainsi, le comportement rhéologique peut être étudié à différents niveaux : le béton, le mortier, la pâte et le fluide (mélange de l'eau et des adjuvants chimiques).

### 2.2.1 Paramètres rhéologiques

#### 2.2.1.1 Viscosité

On considère idéalement un liquide au repos comme un ensemble de couches moléculaires parallèles soumise à une contrainte tangentielle. Si une des couches du liquide se déplace par rapport à celle qui lui est sous-jacente (Figure 2.1), en raison du frottement permanent sur les molécules de la seconde couche, le mouvement est transmis partiellement à cette dernière en même temps que la vitesse de déplacement de la première couche diminue.



**Figure 2.1. Schéma glissement des couches.**

Cet effet de retard, provoqué par la friction interne des molécules de la couche sous-jacente sur celle de la couche supérieure, est appelé viscosité  $\mu$  [Pa.s]. Donc, la viscosité peut être définie comme la résistance à l'écoulement d'un système soumis à une contrainte tangentielle. Elle est caractérisée par un coefficient de viscosité qui joue un rôle essentiel dans la rhéologie des fluides. Pour certains fluides, sa connaissance suffit à caractériser de façon précise son comportement rhéologique [44]. Il existe quatre types de viscosité énumérés dans le Tableau 2.1 [45].

**Tableau 2.1. Définitions des viscosités [45].**

| Type de viscosité                            | Définition                                                                                                                                                                    | Expression                                                                                                                                                        | Dépendance                                                                                            |
|----------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>Viscosité dynamique <math>\eta</math></b> | Résistance au mouvement du fluide due aux frottements moléculaires internes, résistance que les molécules de ce fluide opposent aux forces de dissociation et au mouvement.   | Pour un fluide idéal, la loi de Newton donne:<br>$\tau = \eta \dot{\gamma}$ (Pa.s)<br>Pour les fluides dits non newtoniens la grandeur est la viscosité apparente | Essentielle-ment de la cohésion et du taux de trans-fert de quantité de mouvement entre les molécules |
| <b>Viscosité cinétique <math>\mu</math></b>  | Doit son origine à l'utilisation des Viscosimètres capillaires utilisant le temps d'écoulement sous l'effet de la pesanteur, qui intègre la masse spécifique de la substance. | Temps d'écoulement<br>$\nu = \eta / \rho$<br>avec $\rho$ la densité du liquide et $\eta$ sa viscosité (en stokes ou $m^2/s$ )                                     | De la densité du liquide et de sa viscosité                                                           |

|                                                    |                                                                                                         |                          |  |
|----------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------|--|
| <b>Viscosité relative <math>\eta_R</math></b>      | Correspond au rapport de la viscosité dynamique de cette solution sur la viscosité dynamique du solvant | $\eta_R = \eta / \eta_s$ |  |
| <b>Viscosité spécifique <math>\eta_{sp}</math></b> | Correspond à la viscosité d'une dispersion colloïdale diluée de particules sphériques                   | $\eta_{sp} = \eta_R - 1$ |  |

### 2.2.1.2 Contrainte de cisaillement

Au cours d'un mouvement laminaire de cisaillement, les couches sont animées d'un mouvement relatif les unes par rapport aux autres. Il en résulte l'apparition de contraintes  $\tau$  [Pa], qui s'exerce tangentiellement à la surface de la couche [46]. Donc, on peut dire que la contrainte de cisaillement est la force que l'on exerce par unité de surface du fluide :

$$\tau = \frac{dF}{dS} \dots\dots\dots (2-1)$$

Où :

$dF$  : projection de la force de frottement tangentielle.

$dS$  : surface élémentaire d'une couche cisailée.

### 2.2.1.3 Vitesse de cisaillement

Considérons un matériau comme un ensemble de couches moléculaires parallèles, emprisonné entre deux plans parallèles de surface  $S$  (séparés d'une distance  $dz$ ). Un des plans est fixe, et le second est déplacé d'une distance  $dx$  à une vitesse constante de norme  $V_0$  (Figure 2.2).

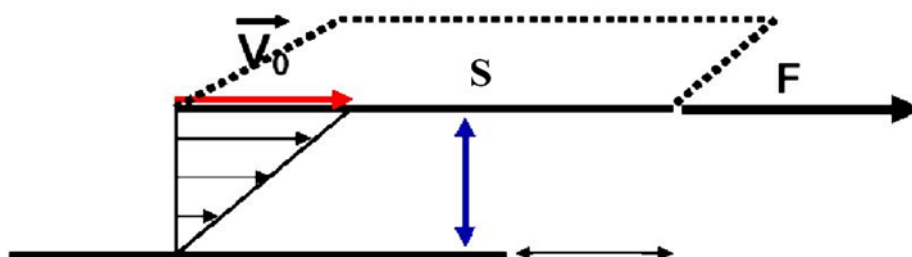


Figure 2.2. Schéma de vitesse de cisaillement.

Sous l'effet de la force tangentielle, la première couche moléculaire se déplace à la même vitesse. Les couches inférieures vont se mouvoir dans la même direction mais avec des vitesses de plus en plus petites. Il se crée un gradient de vitesse entre les deux plans. Le

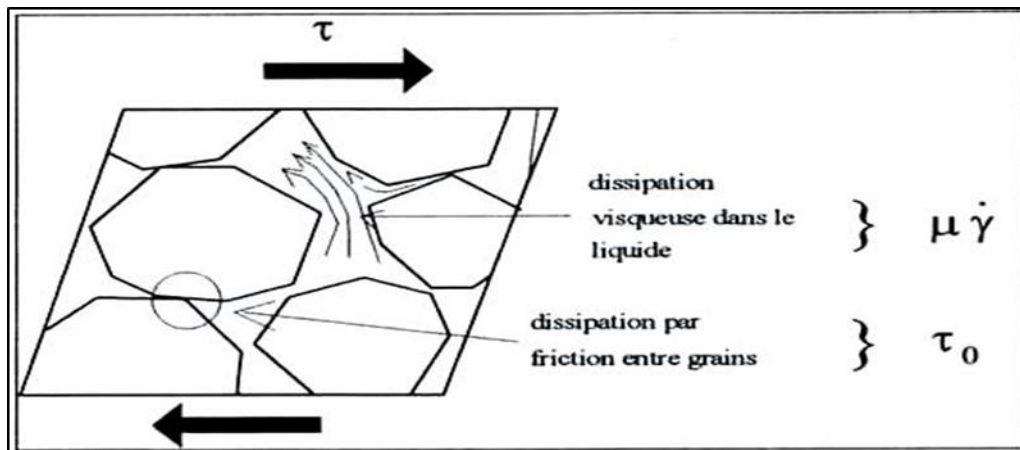
déplacement entre les deux plans est défini comme la déformation, symbole  $\gamma$  suivant la relation :

$$\gamma = \frac{dx}{dz} \dots\dots\dots (2-2)$$

La norme du gradient de vitesse constant dans tout l'échantillon est définie comme la vitesse de cisaillement, appelée également vitesse de déformation ou taux de cisaillement. Il s'agit de la vitesse de déformation entre deux couches successives voisines du fluide cisailé. Elle est souvent présentée comme étant la dérivée par rapport au temps de la déformation de cisaillement. [44]

#### 2.2.1.4 Seuil de cisaillement

Le seuil de cisaillement  $\tau_0$  est défini comme étant la contrainte de cisaillement minimale à atteindre pour qu'un fluide soumis à une déformation de cisaillement s'écoule. En dessous de cette valeur, cette mixture se comporte comme un pseudo-solide (pas de déformations permanentes). De Larrard et al. [45] ont considéré que le seuil de cisaillement  $\tau_0$  [Pa] est la manifestation macroscopique du frottement entre les grains composant le squelette granulaire du béton y compris les grains de ciment et les particules ultrafines (Figure2.3).



**Figure2.3. Contributions de la phase solide et de la phase liquide à la résistance au cisaillement du béton [45].**

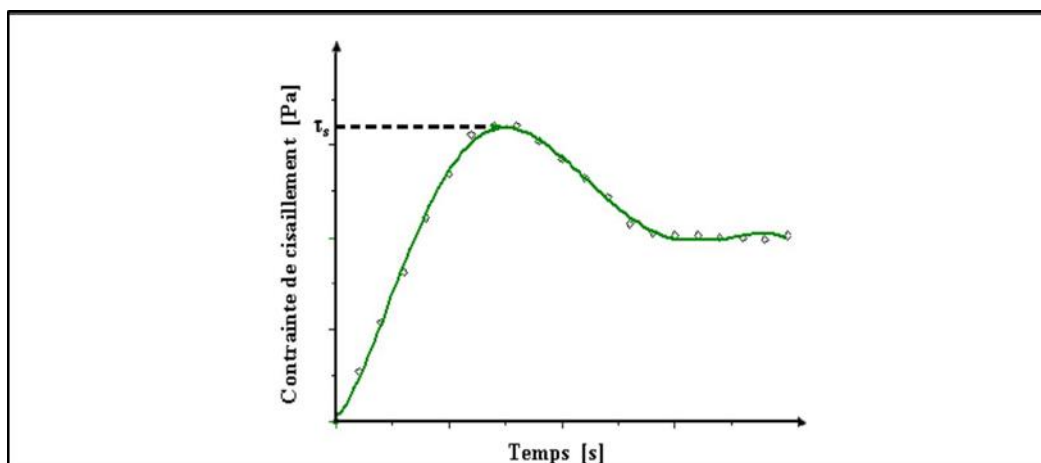


Figure 2.4. Mesure de  $\tau_s$

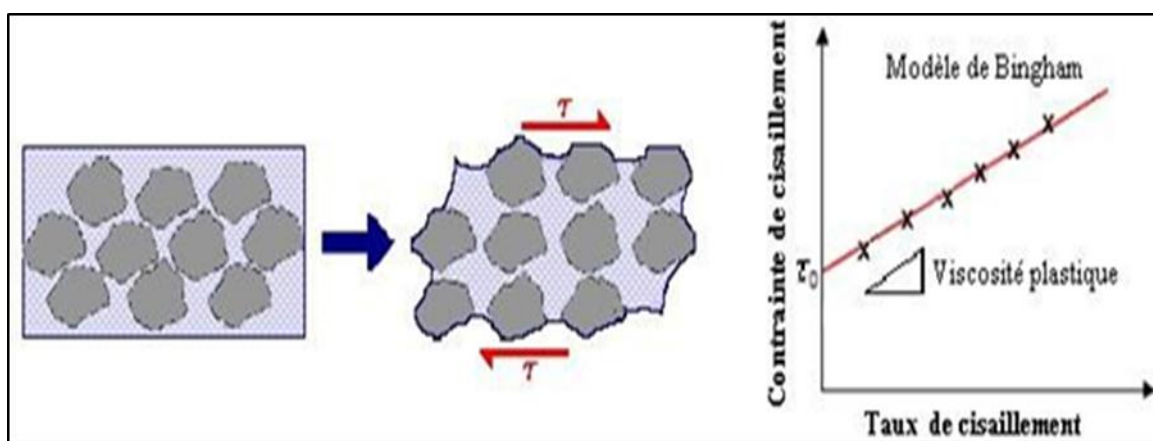


Figure 2.5. Mesure de  $\tau_0$

## 2.3 Différents comportements rhéologiques

Il existe plusieurs types de comportements rhéologiques qui se divisent en deux grandes familles : les fluides newtoniens et les fluides non-newtoniens.

### 2.3.1 Fluides newtoniens

Un fluide est dit newtonien lorsque les gradients de vitesse de sa déformation en mouvement sont linéairement proportionnels aux contraintes de cisaillement appliquées (Figure 2.6), d'où on peut écrire la relation qui décrit son comportement rhéologique comme suit :

$$\tau = \mu \dot{\gamma} \quad \dots\dots\dots(2-3)$$

Avec :

$\mu$  : la viscosité [Pa.s]

$\tau$  : la contrainte de cisaillement [Pa]

$\dot{\gamma}$  : le taux de cisaillement [1/s]

### 2.3.2 Les fluides non-newtoniens

Un fluide est dit non newtonien lorsque le tenseur des contraintes visqueuses n'est pas une fonction linéaire du tenseur des taux de déformation. Dans la famille des fluides non-newtoniens, on distingue plusieurs comportements tels que les fluides à seuil (Binghamien), les rhéofluidifiants, les fluides rhéoépaississants, etc... [46]

#### a) Fluide Binghamien

Ces types de fluides sont les plus simples des fluides anormaux caractérisés par leur comportement rhéologique particulier. Tandis qu'un fluide newtonien s'écoule sous l'action d'une force de cisaillement infiniment faible, un fluide Binghamien exige une force minimale pour provoquer son écoulement (Figure2.6) [47]. Pour des forces inférieures à ce seuil, la mixture se comporte comme un solide. On appelle limite d'écoulement, ou résistance au cisaillement, ou seuil de rigidité, la tension de cisaillement à laquelle le fluide commence à s'écouler. Un fluide Binghamien se comporte ensuite comme un fluide normal. Il répond donc à l'équation ci-dessous :

$$\tau = \tau_0 + \mu \dot{\gamma} \dots\dots\dots (2-4)$$

Avec :

$\tau_0$  et  $\mu$  représentent respectivement le seuil de cisaillement et le coefficient de viscosité.

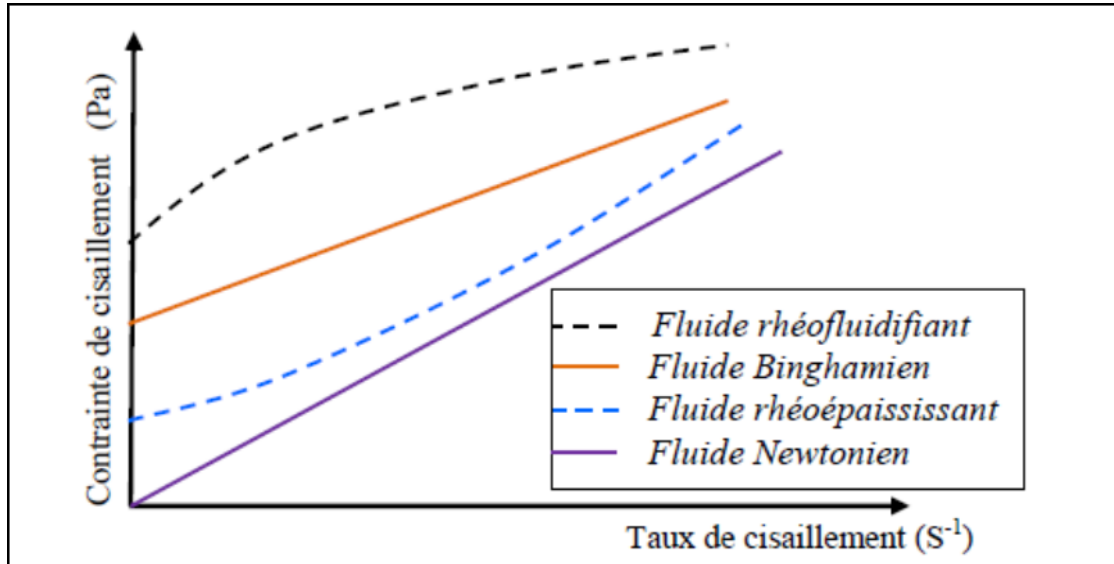
Généralement, les coulis de ciment, les mortiers et les bétons ont approximativement le comportement d'un fluide Binghamien, avec un seuil de cisaillement  $\tau_0$ , et une viscosité  $\mu$  [47].

#### b) Fluide rhéofluidifiant

Le fluide rhéofluidifiant, appelé pseudo-plastique, est représenté par un rhéogramme dont la concavité est tournée vers le bas. Pour ces fluides la viscosité décroît lorsque le cisaillement augmente. Ainsi, le liquide devient moins visqueux et donc plus fluide lorsque le cisaillement augmente (Figure2.6).

### c) *Fluide rhéoépaississant*

Le fluide rhéoépaississant, appelé dilatant, est représenté par un rhéogramme dont la concavité est tournée vers le haut. Ainsi, le liquide devient plus visqueux et donc plus épais lorsque le cisaillement augmente (Figure2.6).



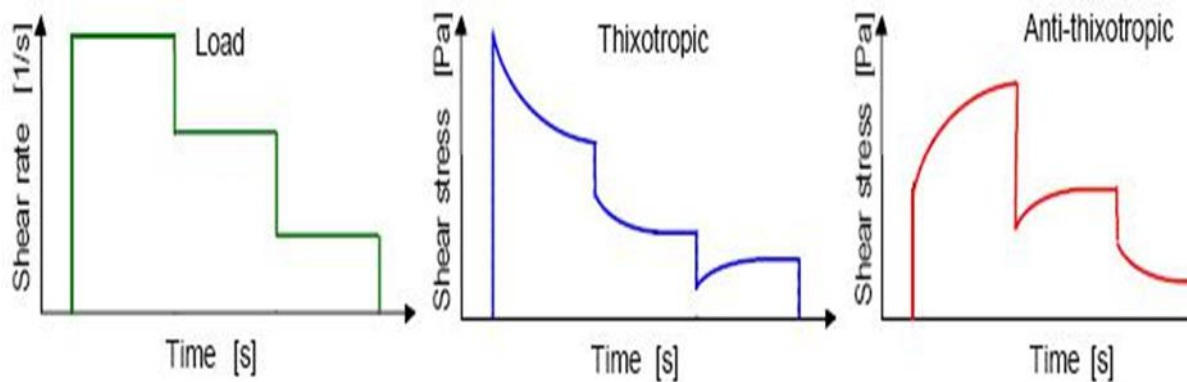
**Figure2.6. Le comportement rhéologique des fluides.**

### 2.3.3 Thixotropie et anti-thixotropie

Certains fluides non newtoniens peuvent avoir un écoulement dont les caractéristiques rhéologiques dépendent des traitements antérieurs. La mesure de cisaillement, et donc la viscosité, peut augmenter ou diminuer avec le temps de cisaillement. Ces changements peuvent être réversibles ou irréversibles. Ces fluides sont définis comme des fluides thixotropiques ou anti-thixotropiques. Si la viscosité est une fonction décroissante de la durée d'écoulement pour un taux de cisaillement constant et que sa structure initiale se régénère après un temps de repos suffisant, il s'agit de la thixotropie. Le rhéogramme issu d'une telle mesure rhéologique présente une boucle d'hystérésis. Le phénomène inverse, qui est le comportement anti-thixotropique, se traduit par une augmentation de la viscosité apparente avec la durée d'écoulement [48].

La thixotropie se produit toujours dans le cas des fluides rhéofluidifiants (dans le sens que la viscosité diminue avec l'augmentation de  $\tau$ ) et l'anti-thixotropie se produit dans le cas des fluides rhéoépaississants [49].

Les effets de la thixotropie et de l'anti-thixotropie sont illustrés sur la Figure 2.7.



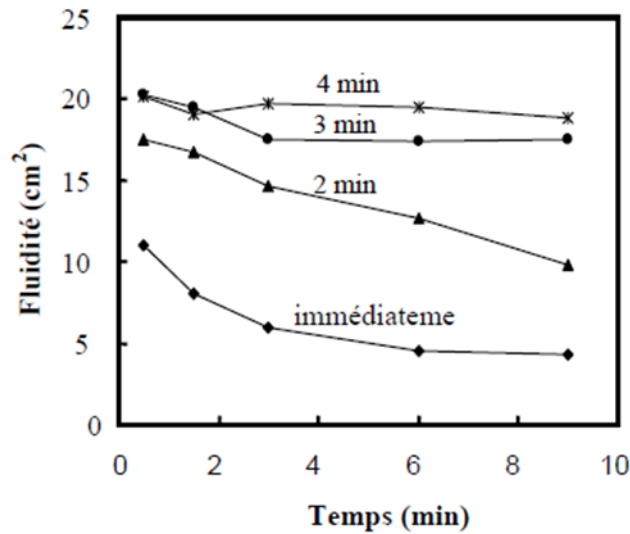
**Figure 2.7.** Représentation schématique des réponses des matériaux thixotropiques et anti-thixotropiques [49].

## 2.4 Effet du superplastifiant sur la rhéologie

### 2.4.1 Effet du mode d'introduction

Le moment d'introduction d'un superplastifiant a occupé l'esprit de plusieurs chercheurs afin d'optimiser l'effet de dispersion. Chiocchio et al. [49] ont montré que le meilleur moment pour ajouter un superplastifiant est au début de la période d'induction où toute introduction avant la première période d'hydratation de  $C_3A$ , entraîne sa la adsorption par les premiers hydrates de la phase d'aluminate. L'effet d'addition retardée suppose que le mélange est adsorbé à un moindre degré quand on l'ajoute quelques minutes après le malaxage, de sorte qu'il y ait assez de mélange laissé dans la solution pour favoriser la dispersion des phases de silicate et pour abaisser la viscosité des pâtes de ciment [50]. La Figure 2.7 montre des résultats d'essai d'affaissement où l'introduction de superplastifiant a été divisée en deux parties; une moitié lors du contact avec de l'eau de gâchage et l'autre moitié quelques minutes après le malaxage. Les résultats obtenus montrent que la fluidité initiale a été considérablement augmentée, et que la perte de fluidité a été beaucoup réduite lorsque la deuxième moitié du superplastifiant a été ajoutée 3 minutes après le début du malaxage. L'étude de l'influence du temps d'introduction des superplastifiants sur les propriétés rhéologique des pâtes de ciment montre que les superplastifiants à base de naphthalène et de mélamine augmentent les propriétés rhéologiques des pâtes de ciment à court et à long termes. La réduction du seuil de cisaillement et de la viscosité plastique dépend de la

composition du ciment et du temps d'introduction du superplastifiant dont le temps optimal était de 10 à 15 min après le début du malaxage [51].



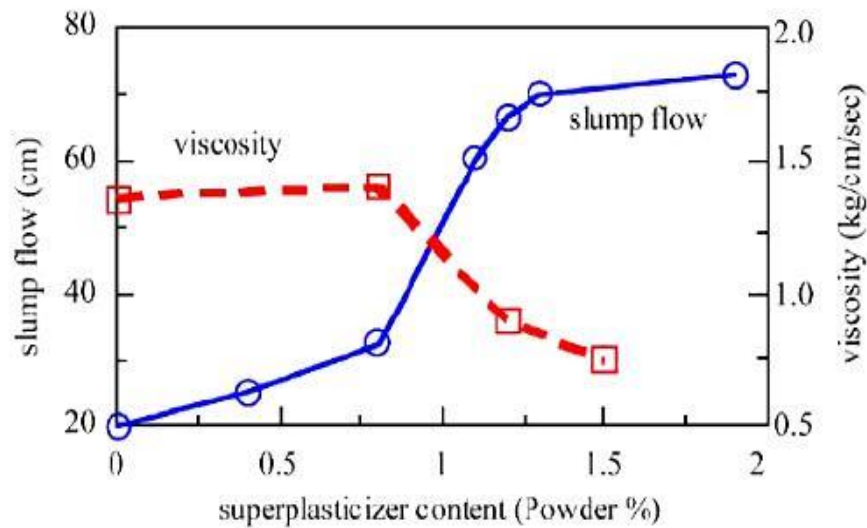
*Figure 2.8. Variation de la fluidité d'un coulis pour plusieurs modes d'introduction [51].*

#### 2.4.2 Effet du dosage en superplastifiant

Plusieurs chercheurs [48] envisagent que plus le dosage en superplastifiant et le rapport E/C sont élevés, plus le comportement rhéologique se maintient dans le temps. De même, Aïtcin[52] a montré que lorsqu'on utilise un superplastifiant à très forts dosages, cet effet enveloppant peut retarder l'hydratation des grains de ciment, quelle que soit la nature du superplastifiant, du type de ciment ou la dimension moyenne de ses grains. En revanche, la présence de superplastifiant en excès permet en effet de compenser la consommation du polymère par les grains de ciment et ses hydrates [53].

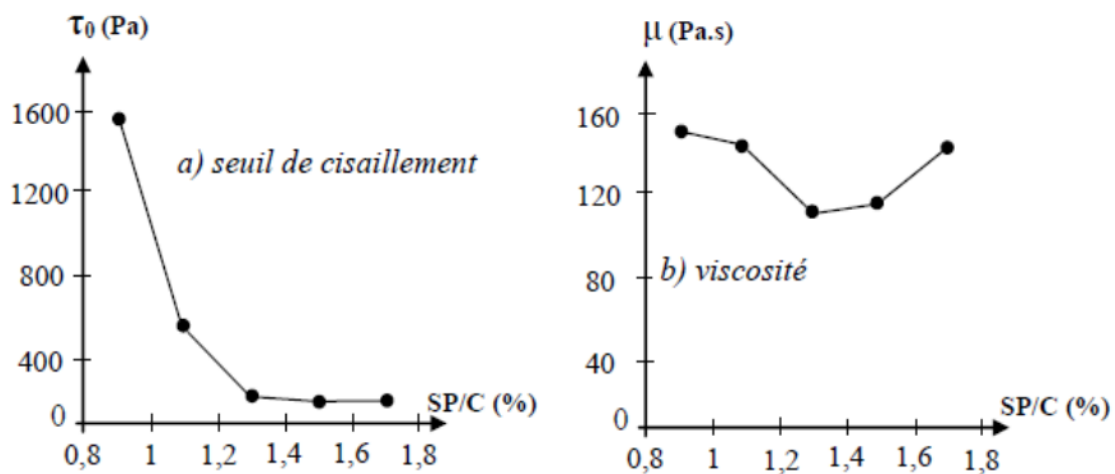
Sugamata et al. [54] ont étudié l'influence de différents superplastifiants et de leurs dosages sur le maintien du comportement rhéologique d'un mortier. Leurs résultats montrent que l'augmentation du dosage d'un superplastifiant n'a plus d'influence sur la fluidité du mortier à partir d'une certaine valeur. De même Shindoh and Matsuoka[55] a aussi montré que l'ajout d'un superplastifiant aide à diminuer la viscosité (Figure 2.9) à partir d'un certain dosage. Cette caractéristique est maintenant bien connue, il s'agit du dosage de saturation, c'est-à-dire le dosage au-delà duquel l'adjuvant ne permet plus de modifier de façon significative la rhéologie du mélange. Actuellement, les superplastifiants sont utilisés à des

dosages proches des dosages de saturation afin de limiter le phénomène de perte de rhéologie dans le temps.



**Figure 2.9.** Influence de la quantité de superplastifiant sur l'étalement et la viscosité d'un béton [55].

Hu [56] a étudié l'effet du dosage en superplastifiant sur les paramètres rhéologiques d'un béton à dosage en eau constant. Les résultats représentés sur la Figure 2.10 montrent que le superplastifiant diminue le seuil de cisaillement et la viscosité plastique, par contre son effet sur la viscosité reste modeste après un certain dosage.



**Figure 2.10.** Effet du dosage en superplastifiant sur les paramètres rhéologiques [56].

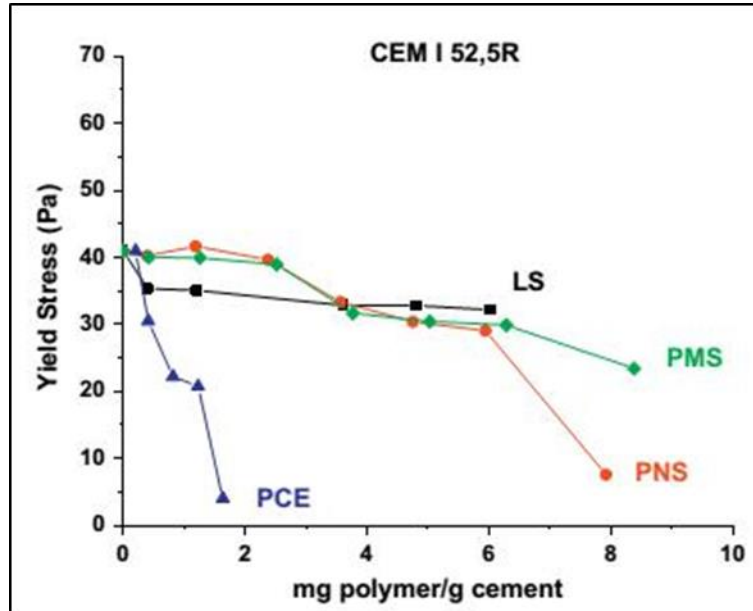
### 2.4.3 Effet du type de superplastifiant

La nature chimique du superplastifiant joue un rôle capital de son adsorption sur les grains de ciment. Malhotra et al. [57] ont constaté que dans le but d'augmenter l'affaissement de 50 à 260 mm, il a été nécessaire d'ajouter 0,6% de PMS ou de MLS, alors que ceci pourrait être accompli avec seulement 0,4% de PNS. Des résultats similaires ont confirmé que le superplastifiant de type PNS est plus performant que le PMS [58]. Une autre étude comparative [59], de l'effet du PNS et du Lignosulfonate (LS) sur les propriétés des pâtes confectionnées avec huit différents ciments, a montré que les pâtes de ciment contenant du PNS sont plus fluides que celles contenant du LS en raison de la forte affinité du PNS aux grains de ciment. En étudiant les performances des superplastifiants à base de Polycarboxylates, Falikman et al. [60] ont montré que ces superplastifiants assuraient les mêmes performances rhéologiques et mécaniques avec des dosages de 2.7 à 3.3 fois plus inférieurs que les superplastifiants conventionnels à base de Polynaphtalène.

Dans une autre étude [61], il a été montré, après avoir malaxé avec l'eau de gâchage, que le seuil de cisaillement de la pâte de ciment contenant du AS (Aminosulfonique) est le plus faible et augmente dans l'ordre avec l'utilisation du PNS, PC, et de LS. Cependant la viscosité plastique des pâtes de ciment avec le PNS et le LS est plus élevée que celle du PC et de l'AS. Lachemi et al. ainsi que Khayat[62] ont étudié l'effet de plusieurs agents de viscosité et épaississants (polysaccharides d'origine microbienne tels que la gomme welan, copolymères à base d'acrylique.) sur les propriétés rhéologiques des mortiers. Cette catégorie d'adjuvants augmente la viscosité apparente des matériaux car, selon les auteurs, ils diminuent la ségrégation entre les différents composés du mortier.

Une étude de l'influence des superplastifiants sur le comportement rhéologique des mortiers de ciment à l'état frais en utilisant un rhéomètre rotationnel a été menée par Golaszewski et Szwabowski[63]. Il a été constaté que les superplastifiants à base de Polycarboxylate étaient plus efficaces que les superplastifiants à base de naphtalène sur l'amélioration des propriétés rhéologiques des mélanges. D'autres travaux de l'effet des additions minérales sur les propriétés rhéologiques des pâtes de ciment ont confirmé que le seuil de cisaillement et la viscosité plastique diminuent lorsqu'un superplastifiant PNS est employé [64]. En mesurant le seuil de cisaillement de différents types de superplastifiant, Burgos-Montes et al. [65] ont trouvé que l'ajout de superplastifiant réduit le seuil de cisaillement et l'interaction entre les floccs de ciment. Une réduction du seuil de cisaillement

de 90% a été enregistrée avec seulement 0,2% de Polycarboxylate (PCE) alors que des dosages allant jusqu'à 8% de naphthalènes sulfonates (PNS) sont nécessaires pour l'obtention d'une telle diminution comme l'illustre la Figure 2.11.



**Figure 2.11. Effet du type de superplastifiant sur le seuil de cisaillement des pâtes de ciment [64].**

## 2.5 Autres facteurs affectant la rhéologie

Comme toutes les caractéristiques du béton, ses paramètres rhéologiques dépendent fortement de sa composition et des propriétés physico-chimiques de ses composants. Le Tableau 2.2 présente des ordres de grandeur des paramètres rhéologiques pour pâte, mortier et béton [66].

**Tableau 2.2. Ordres de grandeur des paramètres rhéologiques pour différents types de Matériau**

| Paramètres                        | Pâte   | Mortier | BAP    | Béton fluide | Béton ordinaire |
|-----------------------------------|--------|---------|--------|--------------|-----------------|
| Seuil de cisaillement $\tau$ (Pa) | 10-100 | 80-100  | 50-200 | 100-400      | 500-2000        |
| Viscosité plastique $\mu$ (Pa.s)  | 0,01-1 | 1-3     | 20-100 | 20-100       | 50-100          |

### 2.5.1 Additions minérales

Les substances minérales utilisées comme ajouts en cimenterie ou additifs lors de la confection du béton contribuent par leur activité physique, hydraulique et pouzzolanique à améliorer le comportement des ciments à l'état frais ainsi qu'à l'état durci. Plusieurs types d'ajouts sont bien connus tels que les pouzzolanes naturelles, les cendres volantes, les laitiers

des hauts fourneaux ainsi que la fumée de silice. Ces produits deviennent plus actifs dans les solutions alcalines du ciment et donnent naissance à de nouveaux hydrates qui confèrent aux bétons une plus grande résistance mécanique et une meilleure durabilité. Par leur activité de surface et leur distribution granulaire, ils jouent un rôle fondamental dans le comportement rhéologique du béton.

#### 2.5.1.1 Types d'additions minérales

Les ajouts minéraux se substituant au ciment peuvent être classés en fines actives telles que la fumée de silice et la pouzzolane naturelle et en fines inertes telles que le calcaire. Par ailleurs, le cadre normatif français propose six matériaux minéraux répondant

A la définition « additions pour béton hydraulique » à savoir :

- Additions de type I selon la norme EN 206-1
  - Les additions calcaires (NF P 18-308),
  - Les additions siliceuses (NF P 18-509),
  - Les fillers (NF P 18-501),
- Additions de type II selon la norme EN 206-1 :
  - La fumée de silice (NF P 78-502),
  - Les cendres volantes de houille (NF P 18-505),
  - Le laitier vitrifié moulu de haut fourneau (NF P 18-506)
  - La pouzzolane naturelle (EN 197-1)

#### 2.5.1.2 Effet des additions minérales

Les additions minérales engendrent des modifications significatives sur les propriétés rhéologiques des matériaux cimentaires à l'état frais et durci. A l'état frais, la présence des additions minérales modifie la structure du squelette granulaire et les frictions entre les composants solides dans la phase liquide. Au cours de la prise et du durcissement, les particules des additions minérales interagissent dans le processus d'hydratation du ciment en modifiant la structure des produits hydratés. En plus, certaines additions peuvent réagir chimiquement en milieu cimentaires pour former de nouveaux produits hydratés qui présentent un caractère liant supplémentaire. Zhang et Han [67] étudient l'effet des additions ultrafines sur les propriétés rhéologiques des pâtes de ciment et constatent que le seuil de cisaillement augmente avec la quantité d'addition ultrafine incorporée tandis que la viscosité de la pâte varie avec la nature et la quantité d'addition.

### 2.5.1.3 Pouzzolane naturelle

La pouzzolane est une roche naturelle correspondant à des projections volcaniques, scoriacées, essentiellement stromboliennes et basiques, c'est-à-dire d'une composition basaltique, sa couleur varie généralement du noir au rouge selon le degré d'oxydation du fer, présent respectivement sous forme de magnétique ou d'hématite.

L'incorporation de la pouzzolane naturelle au ciment à des avantages sur les propriétés rhéologiques du béton à l'état frais. La pouzzolane participe à l'obtention d'une ouvrabilité satisfaisante avec une légère perte pour des taux élevés comme le montrent les résultats illustrés sur le Tableau 2.3 [68]. L'utilisation croissante de la pouzzolane naturelle entraîne une diminution des diamètres d'étalement, cette diminution de l'étalement est due à la forte demande en eau et en superplastifiant de la pouzzolane utilisée. Ce résultat peut être traduit par la finesse élevée de cette addition minérale par rapport à la finesse du ciment, et aussi par la présence d'alumine ( $Al_2O_3$ ) dans la pouzzolane naturelle. Ce composant chimique a une influence sur la consommation du superplastifiant qui a pénalisé l'étalement [69].

**Tableau 2.3. Caractérisation des bétons d'étude à l'état frais. [69].**

| Bétons                 |                                 | BT   | B1    | B2    | B3    | B4    | B5    | B6    |
|------------------------|---------------------------------|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Essais                 |                                 | (0%) | (10%) | (15%) | (20%) | (25%) | (30%) | (35%) |
| Etalement              | Ø (cm)                          | 70   | 70    | 69.5  | 69    | 68.5  | 68.5  | 68    |
|                        | T <sub>50</sub> (sec)           | 2.3  | 2.3   | 2.3   | 2.3   | 2.1   | 2.1   | 2     |
| Boite en L             | H <sub>1</sub> /H <sub>2</sub>  | 0.81 | 0.81  | 0.81  | 0.82  | 0.83  | 0.83  | 0.83  |
|                        | T <sub>20</sub> (sec)           | 1.1  | 1.1   | 1.1   | 1     | 1     | 1     | 1     |
|                        | T <sub>40</sub> (sec)           | 3.5  | 3.5   | 3.5   | 3.2   | 3.1   | 3.1   | 3.1   |
|                        | T <sub>60</sub> (sec)           | 5.8  | 5.8   | 5.7   | 5.6   | 5.6   | 5.6   | 5.6   |
| Stabilité au tamis (%) |                                 | 7.66 | 7.87  | 7.96  | 8.34  | 8.67  | 8.86  | 9.07  |
| J-Ring                 | 2h <sub>r</sub> -h <sub>m</sub> | 11.1 | 11.07 | 11.67 | 10.46 | 10.34 | 10.26 | 10.08 |
| Essai de ressuage(‰)   |                                 | 1.12 | 1.07  | 1.07  | 1.05  | 1.05  | 1.04  | 1.02  |

### 2.5.1.4 Poudre de marbre

La poudre de marbre c'est un déchet résultant de coupage, façonnage et lustration des pierres de marbre. Comme tous les ajouts incorporé dans le mortier, béton elle influencé les propriétés rhéologique.

La substitution de la poudre de marbre apporté un effet bénéfique sur le comportement rhéologique

Belaidi et al. [70] a étudié l'incorporation de la poudre de marbre dan le mortier auto plaçant. Il a conclu que la substitution du ciment aves des teneurs de poudre de marbre de 5

à 30% conduit non seulement à une diminution du seuil de cisaillement, mais aussi la viscosité plastique

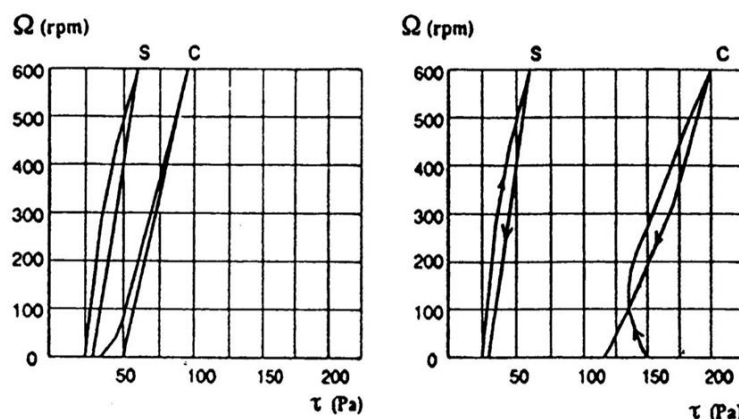
#### 2.5.1.5 Métakaolin

L'augmentation du taux de remplacement du ciment par le MK (de 2% à 15%) a engendré une importante augmentation du seuil de cisaillement. Par exemple, le seuil de cisaillement est 2 fois plus important en présence du PNS. Pour ces mêmes pourcentages et en présence du PC, le seuil de cisaillement est de 3 et 4 fois plus importante. La présence des poudres fines (MK) a augmenté la surface spécifique des particules de la matrice cimentaire.

#### 2.5.2 Effet du temps

Le temps occupe une place particulière étant donné qu'il s'agit du seul facteur qui ne fait pas intrinsèquement partie de la composition du béton. La durée de la période où le béton frais reste suffisamment maniable est limitée dans le temps à cause du processus d'hydratation. Quand cette limite est dépassée, le béton perd sa maniabilité et son comportement rhéologique est modifié.

La Figure 2.12 montre que le seuil de cisaillement de deux pâtes différentes après 5 et 60 minutes. On constate qu'à 5 minutes ces pâtes présentent un même comportement (Binghamien). Après 60 minutes la courbe du ciment (C) se différencie complètement de celle du quartz (S). Le seuil de cisaillement ciment (C) a augmenté. Il a fallu briser des liaisons chimiques pour atteindre ensuite un comportement Binghamien par contre la courbe du quartz (S) reste identique et n'est pas affectée par le temps [71].

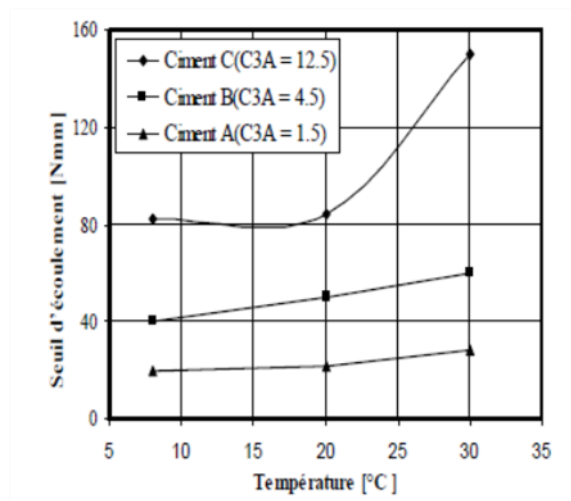


Pâte E/C=0,4 S: Quarts (pâte inerte), C: Ciment (pâte active) [69].

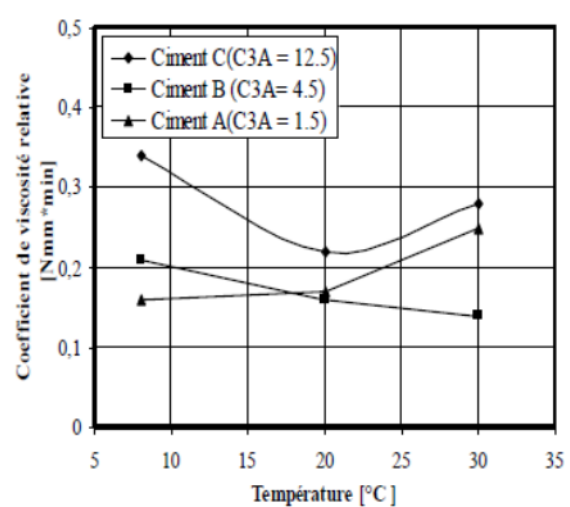
**Figure 2.12. Évolution du comportement rhéologique en fonction du temps**

### 2.5.3 Effet de la température.

L'effet de la température sur la viscosité des pâtes de ciment est directement lié à leurs compositions chimiques. Les travaux de Griesser[72] illustrés sur la Figure2.13 montrent que les ciments riches en  $C_3A$  se manifestent par un plus fort seuil d'écoulement. En général, le seuil de cisaillement augmente avec la température, cette dépendance est plus prononcée en cas du ciment C riche en  $C_3A$  (12.6%) où sa valeur double lorsque la température passe de 20 à 30°C. Le coefficient de viscosité relative a tendance à diminuer avec l'élévation de température et semble relié au type de superplastifiant utilisé comme le montre la Figure2.14. La viscosité augmente au cours du temps et autant plus si la température ambiante est élevée surtout entre 20 et 30° C. Golaszewki et Szwabowski[63] observent une forte influence de l'élévation de la température sur le comportement rhéologique des mortiers accompagné d'une augmentation du seuil d'écoulement et une diminution de la viscosité plastique. Avec l'élévation de la température la contrainte de cisaillement diminue, cette diminution est beaucoup plus marquée en présence d'un superplastifiant Polycarboxylate[72].



**Figure2.13. Variation du seuil d'écoulement en fonction de la température pour différentes pâtes de ciments [72].**



**Figure2.14. Coefficient de viscosité relative en fonction de la température et le dosage en superplastifiant [72].**

## **2.6 Conclusion**

L'étude du comportement rhéologique des matériaux cimentaires occupe un intérêt particulier pour la mise en œuvre du béton. La mesure des paramètres rhéologiques doit intégrer les nouvelles composantes du béton telles que les adjuvants organiques et les additions minérales. De plus, il faut tenir compte des paramètres externes relatifs au type d'appareillage utilisé, effet de climat, effet du temps.

## Chapitre 3 . Matériaux et méthodes expérimentales

### 3.1 Introduction

Le but de ce travail est d'étudier les performances des superplastifiants sur le comportement rhéologique des matériaux cimentaires à base des additions minérales à différente température, afin de contribuer à minimiser les facteurs influençant les bétons frais, par conséquent attribuer à optimiser les performances mécanique et la durabilité aux bétons durcis.

Ce chapitre présente dans un premier temps les caractéristiques des différents constituants utilisés. Puis, une description de la méthode de formulation, la procédure de malaxage ainsi que les essais de rhéologie et d'ouvrabilité qui ont été réalisés sur les mortiers, à l'état frais. L'étude expérimentale a été réalisée au niveau du laboratoire du Génie Civil de l'université de Laghouat sous des conditions climatiques variables.

### 3.1 Matériaux utilisés

#### 3.1.1 Ciment

Le ciment Portland utilisé est de type CEM I 42,5/ES (NF P 15-301), commercialisé par la cimenterie de Biskra (Figure 3.1). Les principales propriétés chimiques, physiques et minéralogiques de ce ciment sont données dans le Tableau 3.1 et 3.2.

**Tableau 3.1. Caractéristiques minéralogique du ciment CEM I 42.5/ES**

| Eléments                  | Teneur % | Garanties           |
|---------------------------|----------|---------------------|
| SO <sub>3</sub>           | 2.30     | (NA 237) < 3.5%     |
| CL                        | 0.028    | (NA 5080) ≤ 0.1%    |
| P.A.F                     | 2.04     | (NA 237) ≤ 5%       |
| C <sub>3</sub> S clinker  | 62       | Calculé selon Bogue |
| C <sub>2</sub> S clinker  | 13       | Calculé selon Bogue |
| C <sub>3</sub> A clinker  | 1.5      | Calculé selon Bogue |
| C <sub>4</sub> AF clinker | 17       | Calculé selon Bogue |

**Tableau 3.2. Caractéristiques physiques du ciment CEM I 42.5**

| Désignation                                    | Mesures | Garanties             |
|------------------------------------------------|---------|-----------------------|
| Surface spécifique Blaine (cm <sup>2</sup> /g) | 3420    | (NA231)               |
| Début de prise (min)                           | 180     | (NA233) $\geq 60$ min |
| Expansion à chaud (min)                        | 0.5     | $\leq 10$ mm (NA232)  |
| Consistance (%)                                | 25.7    | T(NA290)              |

**Figure 3.1 Ciment CEM I 42.5 /ES**

### 3.1.2 Additions minérales

Face à l'impact environnemental du ciment, nous cherchons à valoriser d'autres matériaux de substitution aptes à fournir des bétons de même qualité voire meilleure. Parmi ces matériaux, des additions minérales de finesse et de natures minéralogiques différentes disponibles comme gisements naturels ou sous-produits industriels.

Pour donner à l'étude un caractère pertinent et assez généralisé Trois additions minérales ont été utilisées. A savoir, la poudre de marbre (PM), le métakaolin (MK), et la pouzzolane naturelle (PZ).

#### 3.1.2.1 Poudre de marbre (PM)

La poudre de marbre est un déchet résultant de coupage, façonnage et lustration des pierres de marbres. Cette poudre a été fournie par la société MCAG (Marbre Carrelage et Agglo-marbre). La densité spécifique de la poudre de marbre a été mesurée par le densimètre

le Chatelier (Figure3.2). Alors que la valeur déterminée est  $= 2,67 \text{ g/cm}^3$ . Les propriétés physico-chimiques de la poudre de marbre sont données dans le Tableau3.3.



**Figure 3.2. Essai de la densité spécifique des additions**

**Tableau 3.3. Les caractéristiques minéralogiques de poudre de marbre.**

| Analyse (%)                                    | Poudre de marbre |
|------------------------------------------------|------------------|
| CaO                                            | 55.6             |
| SiO <sub>2</sub>                               | 0.6              |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                 | 0.4              |
| Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                 | 0.2              |
| MgO                                            | 0.1              |
| NaCO <sub>3</sub>                              | 90               |
| CL                                             | 0.1              |
| LOI                                            | 43               |
| Densité                                        | 2.67             |
| Surface spécifique Blaine (cm <sup>2</sup> /g) | 2126             |

#### 3.1.2.2 Métakaolin (MK)

Le métakaolin est obtenu par calcination d'argile Kaolinique traitée et commercialisée par la société algérienne des kaolins (SOALKA) à une température de 850° C. La calcination entraîne une déshydroxylation et une destruction de la structure cristalline initiale de la kaolinite (kaolinite calcinée). La durée de traitement thermique est de trois heures. Nous avons utilisé l'appareil de micro Deval pour broyer le métakaolin, avec une quantité des billes pesant 2 kg et 1 kg de métakaolin à broyer dans chaque compartiment pendant 20 h, le métakaolin broyée a été tamisé en utilisant un tamis 80 µm.

Nous avons déterminé la densité spécifique à travers l'essai de densimètre le Chatelier (Figure3.2). Alors que la valeur déterminée est = 2,608 g/cm<sup>3</sup> et une surface spécifique de 8000 cm<sup>2</sup>/g.

### 3.1.2.3 Pouzzolane (PZ)

La pouzzolane utilisée dans la formulation du mortier est une pouzzolane naturelle de provenance du gisement de Béni-Saf. Cette pouzzolane est fournie sous forme de roches concassées. Elle est essentiellement composée de silice et d'alumine (Tableau 3.4). Nous avons utilisé l'appareil de micro Deval pour broyer la pouzzolane, avec une quantité des billes pesant 2 kg et 1 kg de pouzzolane à broyer dans chaque compartiment pendant 6 h, après séchage à l'étuve à 105°C, la pouzzolane broyée a été tamisée en utilisant un tamis 80 µm.

Au fur et à mesure nous avons déterminé la densité spécifique à travers l'essai de densimètre le Chatelier (Figure3.2). D'où nous avons le rempli jusqu'au niveau 0 avec l'éthanol et on verse dedans une masse de 64 g de pouzzolane broyé et tamisé pesé par une balance à grande précision, nous avons agité et laissé incliné à 45°C pendant 15 mm pour éliminer l'air entraîné par la poudre de pouzzolane lorsque le liquide est stabilisé nous avons lu sur la graduation le volume du pouzzolane introduite et calculé la densité Nous avons trouvé la densité spécifique de pouzzolane = 2,69 g/cm<sup>3</sup>.

**Tableau 3.4. Les caractéristiques minéralogique de pouzzolane naturelle.**

| S <sub>i</sub> O <sub>2</sub>       | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | CaO                       | M <sub>g</sub> O | Na <sub>2</sub> O                | K <sub>2</sub> O | SO <sub>3</sub> | PAF  | Total        |
|-------------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|---------------------------|------------------|----------------------------------|------------------|-----------------|------|--------------|
| 46.40                               | 17.50                          | 10.50                          | 10.50                     | 3.80             | 3.40                             | 1.50             | 0.40            | 4.31 | <b>98.31</b> |
| Caractéristiques Physico-Mécaniques |                                |                                |                           |                  |                                  |                  |                 |      |              |
| Densité                             | Taux de verre                  |                                | Surface Spécifique Blaine |                  | Résistance Mécanique (Granulats) |                  |                 |      |              |
| 2.69                                | 15%                            |                                | 3200 cm <sup>2</sup> /g   |                  | 33.2 kg/cm <sup>2</sup>          |                  |                 |      |              |

### 3.1.3 Superplastifiants

Pour la présente étude, deux types de superplastifiants ont été utilisés, conforme à la norme EN 206-1. Ils sont fournis par l'entreprise algérienne GRANITEX et commercialisés sous les noms MEDAFLOW (30) à base de Polycarboxylate noté (PC) et leMEDAPLASTSP (40) à base de Polynaphtalène noté (PNS). Le Tableau3.5 présente quelques caractéristiques de ces produits.

**Tableau 3.5. Caractéristiques physico-chimiques des superplastifiants.**

| Superplastifiant      | PC                                                                                | PNS                                                                                 |
|-----------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Teneur en extrait sec | 30%                                                                               | 40%                                                                                 |
| Forme                 | Liquide                                                                           | Liquide                                                                             |
| Couleur               | Brun                                                                              | Marron                                                                              |
| PH                    | 7                                                                                 | 8.2                                                                                 |
| Masse volumique       | 1,07 g/cm <sup>3</sup>                                                            | 1,20 g/cm <sup>3</sup>                                                              |
| Dosage recommandé     | 0,2% à 3,0%                                                                       | 0,3% à 2.5%                                                                         |
| Nature chimique       | Polycarboxylate                                                                   | Polynaphtalène                                                                      |
| Conditionnement       |  |  |

### 3.1.4 Granulats

Le sable utilisé est un sable alluvionnaires (0/5 mm) qui provient d'Oued M'ZI (Laghout), les graviers calcaires utilisés sont de deux classes (3/8 mm et 8/15 mm) proviennent de la carrière de concassage (Ouazzane, Laghouat). Leurs Caractéristiques physiques sont présentées ci-dessous

#### a) Masse volumique apparente

C'est la masse de l'unité de volume apparent du matériau, déterminée selon la norme NEF 18-555 par la relation suivante :

$$\rho_{app} = \frac{M_1 - M_0}{V_{app}} \dots \dots \dots (3-1)$$

Avec :

$\rho_{app}$  : masse volumique apparente du matériau [g/cm<sup>3</sup>].

$M_1$  : masse du récipient plein du matériau [g].

$M_0$  : masse du récipient vide [g].

$V_{app}$  : volume du récipient [cm<sup>3</sup>]. ( $V_{app}=1000\text{cm}^3$ )

b) Masse volumique absolue

C'est la masse de l'unité de volume absolue sans vides du matériau, déduction faite de tous les vides, aussi bien des vides entre les grains que des vides à l'intérieur des grains. Déterminée selon la norme NEP 18-555 par la relation suivante :

$$\rho_{\text{abs}} = \frac{M}{V_2 - V_1} \dots \dots \dots (3-2)$$

Avec :

$\rho_{\text{abs}}$  : masse volumique absolue du matériau [g/cm<sup>3</sup>].

$M$  : masse d'agrégats[g].

$V_2$  : volume total [cm<sup>3</sup>].

$V_1$  : volume de vide [cm<sup>3</sup>].

c) Coefficient d'absorption

- Sable

Il est défini comme étant le rapport de l'augmentation de la masse de l'échantillon du sable après imbibition par l'eau, à sa masse sèche. Cette imbibition est obtenue par immersion de l'échantillon dans l'eau pendant 24 heures à 20°C.

Après imbibition dans l'eau pendant 24 heures, étaler l'échantillon sur une surface plane non absorbante et le soumettre à un flux d'air chaud, tout en le remuant afin que la surface externe des grains sèche. En plaçant le matériau dans un moule tronconique, posé sur une surface plane non absorbante, et en le compactant légèrement, on vérifie que celui-ci s'écoule en démoulant. Le coefficient d'absorption est déterminé selon les normes NF P 18-554.

$$A_b = \frac{(M_h - M_s)}{M_s} \dots \dots \dots (3-3)$$

Avec :

$A_b$  : coefficient d'absorption [%].

$M_s$  : masse de l'échantillon sec après passage à l'étuve à 105°C [g].

$M_h$ : masse de l'échantillon imbibé à surface sèche [g].

- Graviers

Il s'agit d'immerger l'échantillon dans l'eau pendant 24h à 20° à la pression atmosphérique, en suite peser l'échantillon après l'avoir épongé soigneusement avec un chiffon absorbant.

Le coefficient d'absorption sera calculé en utilisant la même équation (3) donnée précédemment.

d)Equivalent de sable

L'équivalent de sable (Es) permet de contrôler la propreté d'un sable et de déterminer le pourcentage des poussières nuisibles. Il a été réalisé conformément à la norme NF P 18-598. Cet essai consiste à plonger une masse définie de sable dans une éprouvette normalisée remplie par une solution lavante, après agitation, on laisse décanter le mélange pendant 20 minutes, ensuite on mesure la hauteur du sédiment ( $h_1$ ) et du sédiment + flocculant ( $h_2$ ). L'équivalent de sable est donné par la relation suivante :

$$E_s = 100 \cdot \frac{h_1}{h_2} \dots \dots \dots (3-4)$$

L'équivalent de sable de notre sable est de 86,8 sous-pression dont la norme  $E_{sv} \geq 85$  et de 88,5 avec piston dont la norme  $E_s \geq 80$  ce qui signifie que le sable est très propre. Le Tableau 3.6, regroupe les résultats des propriétés physiques des agrégats utilisés.

**Tableau 3.6. Propriétés physiques des agrégats utilisés.**

| Caractéristique des agrégats                  | Norme d'essai | Granulats |          |       |
|-----------------------------------------------|---------------|-----------|----------|-------|
|                                               |               | Sable     | Graviers |       |
|                                               |               | 0/5       | 3/8      | 8/15  |
| Masse volumique apparente ( $\text{g/cm}^3$ ) | NF P 18-554   | 1.564     | 1.319    | 1.255 |
| Masse volumique absolue ( $\text{g/cm}^3$ )   |               | 2.62      | 2.66     | 2.61  |
| Coefficient d'absorption (%)                  |               | 0.51      | 2.08     | 2.49  |
| Equivalent de sable $E_{sv}$                  |               | 88.5      | --       |       |

e) Analyse granulométrique des granulats

L'essai consiste à déterminer la répartition granulaire des granulats supérieurs à 80 microns par tamisage à sec, réalisé selon la norme NF EN 933-1.

- **Sable**

L'analyse granulométrique réalisée sur un échantillon de 2000 g du sable alluvionnaire (Tableau 3.7) permet de déterminer la grosseur et les pourcentages pondéraux respectifs des différentes familles de grains constituant l'échantillon.

**Tableau 3.7. Résultats de l'analyse granulométrique du sable.**

| Provenance : Carrière de oued M'zi Laghouat.      |                   |                  |                 |             |
|---------------------------------------------------|-------------------|------------------|-----------------|-------------|
| Ech : sable alluvionnaire. Poids initial : 2000 g |                   |                  |                 |             |
| Tamis (mm)                                        | Refus Partiel (g) | Refus Cumulé (g) | RefusCumulé (%) | Passant (%) |
| 6.300                                             | 0                 | 0                | 0               | 100         |
| 5.000                                             | 26                | 26               | 1.3             | 98.7        |
| 4.000                                             | 26                | 52               | 2.6             | 97.4        |
| 2.500                                             | 52                | 104              | 5.2             | 94.8        |
| 1.000                                             | 166               | 270              | 13.5            | 86.5        |
| 0.500                                             | 440               | 710              | 35.5            | 64.5        |
| 0.315                                             | 956               | 1666             | 83.3            | 16.7        |
| 0.125                                             | 296               | 1962             | 98.1            | 1.9         |
| 0.080                                             | 20                | 1982             | 99.1            | 0.9         |
| Fond                                              | 16                | 1998             | 99.9            | 0.1         |

Module de finesse

A partir de l'analyse granulométrique, on peut déduire le module de finesse de sable, la norme (NF EN 933-1), [38], qui est défini comme le 1/100 de la somme des refus cumulés exprimés en pourcentage sur les tamis de la série suivante : 0.16 ; 0.315 ; 0.63 ; 1.25 ; 2.5 ; 5 mm, d'où on a trouvé que le module de finesse de notre sable égal à 2.45.

- Graviers :

Les résultats de l'analyse granulométrique des graviers 3/8 et 8/15 sont regroupés sur le (Tableau3.8) et le (Tableau3.9) et présenté dans (la Figure3.6).

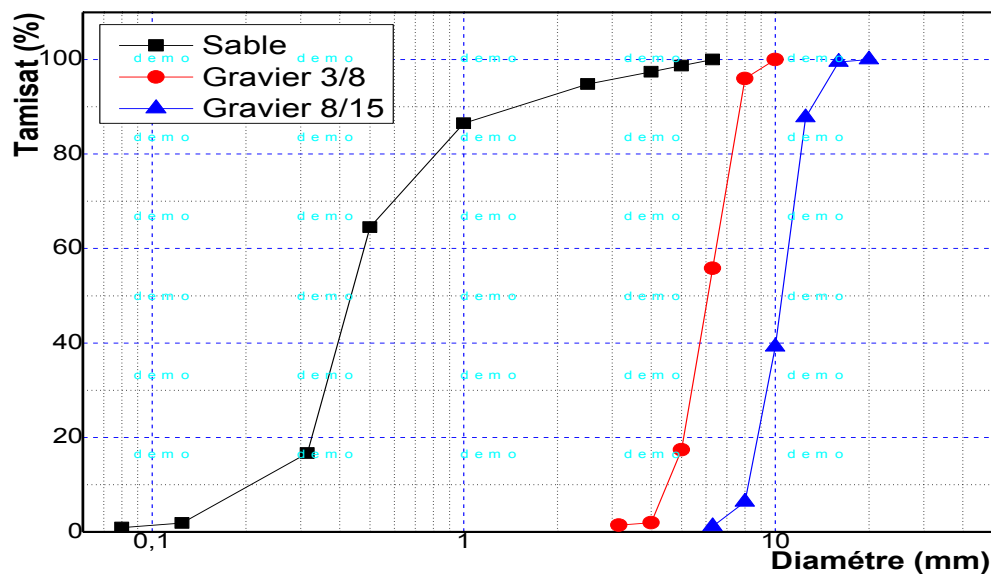
**Tableau 3.8. Analyse granulométrique du gravier 3/8.**

| Provenance : Carrière de oued M'zi Laghouat.     |                   |                  |                 |             |
|--------------------------------------------------|-------------------|------------------|-----------------|-------------|
| Ech :Graviercalcaire 3/8. Poids initial : 3000 g |                   |                  |                 |             |
| Tamis (mm)                                       | Refus Partiel (g) | Refus Cumulé (g) | RefusCumulé (%) | Passant (%) |
| 10                                               | 00                | 00               | 00              | 100         |
| 8,0                                              | 120               | 120              | 4               | 96          |
| 6,3                                              | 1206              | 1326             | 44.2            | 55.8        |
| 5,0                                              | 1152              | 2478             | 82.6            | 17.4        |
| 4,0                                              | 464               | 2942             | 98.06           | 1.94        |
| 3,15                                             | 16                | 2958             | 98.60           | 1.4         |
| Fond                                             | 40                | 2998             | 99.93           | 0.07        |

**Tableau 3.9. Analyse granulométrique du gravier 8/15.**

| Provenance : Carrière de oued M'zi Laghouat.       |                   |                  |                  |             |
|----------------------------------------------------|-------------------|------------------|------------------|-------------|
| Ech :Gravier calcaire 8/15. Poids initial : 3000 g |                   |                  |                  |             |
| Tamis (mm)                                         | Refus Partiel (g) | Refus Cumulé (g) | Refus Cumulé (%) | Passant (%) |
| 20                                                 | 00                | 00               | 00               | 100         |
| 16                                                 | 16                | 16               | 0.53             | 99.47       |
| 12.5                                               | 352               | 368              | 12.26            | 87.74       |
| 10                                                 | 1456              | 1824             | 60.8             | 39.2        |
| 8                                                  | 986               | 2810             | 93.66            | 6.34        |
| 6.3                                                | 154               | 2964             | 98.8             | 1.2         |
| Fond                                               | 17.6              | 2981.6           | 99.38            | 0.61        |

La figure suivante regroupe les résultats de l'analyse granulométrique de sable et des graviers 3/8 et 8/15



**Figure 3.3. Analyse granulométrique des granulats.**

Pour les deux graviers, le pourcentage de la quantité perdu au cours de l'essai est de  $0.07\% < 2\%$  et de  $0.61\% < 2\%$  respectivement, de ce fait, les résultats de ces analyses sont acceptés. Les graviers concassés adhèrent bien à la pâte de ciment et offrent au béton de bonnes caractéristiques mécaniques.

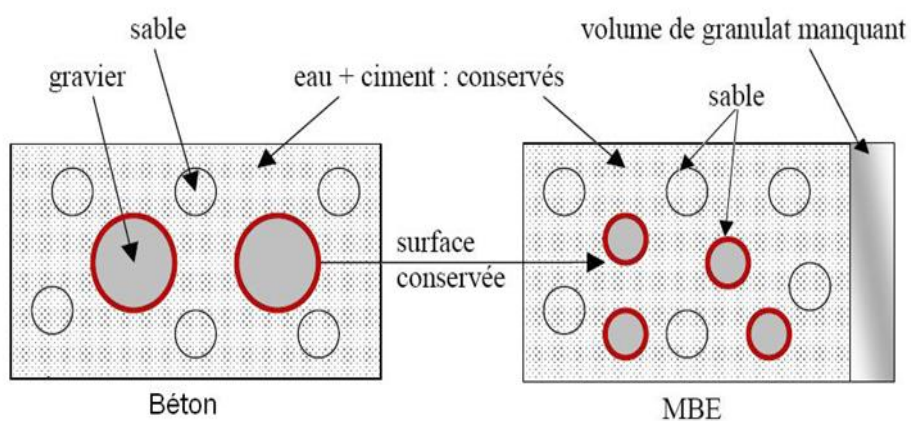
### 3.1.5 Eau de gâchage

L'eau potable du robinet est utilisée pour la confection des mortiers. Cette eau est potable et propre à la consommation. De plus, elle renferme toutes les prescriptions de la norme P18-303.

## 3.2 Méthode expérimentale

### 3.2.1 Principe de la méthode de béton équivalent (MBE)

Afin de généraliser l'étude des performances des superplastifiants à base de PC et PNS sur le comportement rhéologique des bétons et des mortiers à faible impact environnemental, il s'avère nécessaire d'utiliser la méthode de mortier de béton équivalent (MBE). Elle constitue une méthode rapide et fiable pour la mise au point des bétons adjuvants et permet de détecter les éventuels incidents rhéologiques pouvant survenir sur chantier. Son principe est basé sur l'existence d'une corrélation simple reliant les propriétés rhéologiques d'un béton au mortier qui le compose. Ce dernier peut être obtenu expérimentalement en tamisant le béton frais au tamis de 5 mm, ou bien à partir d'une composition théorique conduisant aux mêmes propriétés que celles du mortier tamisé (Schwartzentruber 2000). Le MBE consiste à remplacer les graviers du béton par du sable dont la surface spécifique des grains est égale à celle du gravier que l'on a écarté (Figure 3.4).



**Figure 3.4. Passage du béton au MBE**

La composition théorique est déduite directement de celle du béton en corrigeant la quantité de sable de manière à ce que la surface granulaire unitaire du MBE soit la même que celle du béton. Le MBE doit donc être composé en utilisant le sable du béton comme correcteur granulaire.

Les propriétés rhéologiques du MBE sont mesurées à l'aide d'un mini-cône (Figure 3.5) dont les dimensions sont une réduction de celles du cône d'Abrams (rapport d'homothétie de deux). Le mini-cône permet de mesurer l'affaissement ainsi que l'étalement du MBE étudié.



**Figure 3.5. Mini cône.**

### 3.2.2 Formulation de mortier de béton équivalent (MBE)

Dans un premier lieu, il est nécessaire de formuler un béton initial. Il existe de nombreuses méthodes de formulation de bétons, comme par exemple celles de Dreux-Gorisses, de Bolomey, de Faury, d'Abrams, de Vallette et de Joisel. Elles sont de nature empirique. La méthode la plus pratiquée est celle de Dreux-Goriss.

Il s'agit d'un béton plastique (affaissement au cône d'Abrams  $A = 7 \pm 2$  cm). L'étude de la composition du béton consiste à définir le mélange optimal des différents granulats ainsi que le dosage en ciment et en eau afin de réaliser un béton dont les qualités soient celles recherchées. Par la suite a été reconduit avec l'utilisation des superplastifiants (SP).

La formule de béton, trouvées théoriquement par la méthode de Dreux-Goriss (voir annexe), a été réalisée expérimentalement, dont ces proportions sont présentées dans le Tableau 3.10.

**Tableau 3.10. Composition de béton**

| G/S  | E/C | Sable<br>(kg/m <sup>3</sup> ) | Gravier 3/8<br>(kg/m <sup>3</sup> ) | Gravier 8/15<br>(kg/m <sup>3</sup> ) | Ciment<br>(kg/m <sup>3</sup> ) | Eau<br>(kg/m <sup>3</sup> ) | Affaissement<br>(cm) |
|------|-----|-------------------------------|-------------------------------------|--------------------------------------|--------------------------------|-----------------------------|----------------------|
| 0.76 | 0.5 | 689.2                         | 159.7                               | 898.3                                | 357                            | 219.9                       | 7                    |

Face aux progrès techniques, à l'apparition des nouvelles gammes de bétons, à l'emploi fréquent des adjuvants et à l'utilisation des additions minérales - telles que la poudre de marbre, la pouzzolane naturelle et le métakaolin on se trouve confronter à un nombre croissant de variables non maîtrisées par la méthode de formulations déjà citées. Il nous est donc apparu nécessaire de recourir à des méthodes de formulation plus rationnelles, comme celle de MBE.

La formulation de MBE a été faite directement à partir de la composition du béton initiale. Les mêmes constituants et les mêmes dosages ont été conservés, excepté les gravillons qu'ils ont été retiré. Toutefois, il faut considérer que les quantités de pâte et de particules fines de sable qui adhèrent aux gravillons sont proportionnelles à la surface des gravillons.

Donc Les surfaces développée des sables et des gravillons utilisés ont été déterminés et présenter dans le Tableau3.11 et Tableau3.12.

**Tableau 3.11. La surface développée du mélange des graviers.**

|                                      |                     |                     |                     |                     |                     |                     |                     |                     |
|--------------------------------------|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| T <sub>mi</sub>                      | 0.5                 | 1.25                | 2.5                 | 5                   | 6.3                 | 8                   | 10                  | 12.5                |
| T <sub>Mi</sub>                      | 1.25                | 2.5                 | 5                   | 6.3                 | 8                   | 10                  | 12.5                | 16                  |
| d <sub>i</sub> (mm)                  | 0.875               | 1.875               | 3.75                | 5.65                | 7.15                | 9                   | 11.25               | 14.25               |
| M <sub>ui</sub> (g)                  | 4.567               | 74.165              | 36.843              | 836.529             | 191.743             | 17.876              | 110.491             | 202.836             |
| v <sub>i</sub> (mm <sup>3</sup> )    | 0.351               | 3.450               | 27.598              | 94.390              | 191.292             | 381.510             | 745.137             | 1 514.339           |
| s <sub>i</sub> (mm <sup>2</sup> )    | 2.404               | 11.039              | 44.156              | 100.237             | 160.525             | 254.340             | 397.406             | 637.616             |
| μ <sub>i</sub> (kg/ m <sup>3</sup> ) | 39.10 <sup>-5</sup> | 39.10 <sup>-5</sup> | 39.10 <sup>-5</sup> | 39.10 <sup>-5</sup> | 39.10 <sup>-5</sup> | 39.10 <sup>-5</sup> | 39.10 <sup>-5</sup> | 39.10 <sup>-5</sup> |
| V <sub>i</sub> (mm <sup>3</sup> )    | 0.002               | 0.029               | 0.029               | 0.326               | 0.075               | 0.007               | 0.043               | 0.079               |
| N <sub>i</sub>                       | 5080.811            | 8384.545            | 1048.068            | 3456.383            | 390.919             | 18.274              | 57.830              | 52.238              |
| S <sub>i</sub> (mm <sup>2</sup> )    | 12214.586           | 92557.521           | 46278.760           | 346456.267          | 62752.147           | 4647.804            | 22982.107           | 33307.829           |
| SD (mm <sup>2</sup> )                | 621197.021          |                     |                     |                     |                     |                     |                     |                     |

**Tableau 3.12. La surface développée de sable**

|                                      |              |             |             |             |           |          |       |
|--------------------------------------|--------------|-------------|-------------|-------------|-----------|----------|-------|
| T <sub>mi</sub>                      | 0.08         | 0.16        | 0.315       | 0.63        | 1.25      | 2        | 5     |
| T <sub>Mi</sub>                      | 0.16         | 0.315       | 0.63        | 1.25        | 2         | 5        | 6.3   |
| d <sub>i</sub> (mm)                  | 0.12         | 0.2375      | 0.4725      | 0.94        | 1.625     | 3.5      | 5.65  |
| M <sub>ui</sub> (g)                  | 26.948       | 141.148     | 226.885     | 202.211     | 53.551    | 27.844   | 0     |
| v <sub>i</sub> (mm <sup>3</sup> )    | 0.001        | 0.007       | 0.055       | 0.435       | 2.246     | 22.438   | 0     |
| s <sub>i</sub> (mm <sup>2</sup> )    | 512006.680   | 345924.816  | 276606.086  | 123925.389  | 25141.822 | 3909.886 | 0     |
| μ <sub>i</sub> (kg/ m <sup>3</sup> ) | 2 620        | 2 620       | 2 620       | 2 620       | 2 620     | 2 620    | 2 620 |
| V <sub>i</sub> (mm <sup>3</sup> )    | 0.010        | 0.054       | 0.086       | 0.077       | 0.020     | 0.011    | 0     |
| N <sub>i</sub>                       | 11323573.071 | 7650495.748 | 1561726.054 | 176777.512  | 9061.736  | 471.550  | 0     |
| S <sub>i</sub> (mm <sup>2</sup> )    | 512006.680   | 345924.816  | 276606.086  | 123 925.389 | 25141.822 | 3909.886 | 0     |
| SD (mm <sup>2</sup> )                | 1287514.679  |             |             |             |           |          |       |

Donc la quantité du sable nécessaire (S') dans le mortier est : **19087.117 cm<sup>2</sup>**

Après le calcul des surfaces développées, on a déduit la composition de mortier de béton équivalent. Les proportions du mélange de MBE pour 1,5 L sont présentées dans le Tableau 3.13

**Tableau 3.13. Proportion des MBE pour 1.5 litres**

| Sable (g)     | Ciment (g)   | Eau (g)      | Affaissement (cm) |
|---------------|--------------|--------------|-------------------|
| <b>2073.1</b> | <b>964.7</b> | <b>382.7</b> | <b>3.5</b>        |

### 3.2.3 Plan expérimental

Afin de pouvoir étudier la performance des superplastifiants à base de PC et PNS sur le comportement rhéologique des MBE destiné ci-dessus. Cette étude est effectuée avec deux superplastifiants à 3 variations de température 10°, 20° et 30°C. Pour réduire l'impact environnemental et la chaleur d'hydratation, la pouzzolane naturelle (PZ), la poudre de marbre (PM) et le métakaolin (MK) ont été ajoutés en tant que addition minérale en substitution au ciment en masse dont les proportions de mortier à 5%, 10%, 15%, 20%, 30% et 40% sont indiquées dans les Tableaux 3.14 et 3.15

**Tableau 3.14. Composition des MBE avec superplastifiant à base de Polycarboxylate PC**

| Composition MBE (g) |     |          | Ciment CEMI42.5 (g) | Sable Oued M'zi 0/5 mm (g) | Eau Totale (g) | SP (g) | SP (%) |
|---------------------|-----|----------|---------------------|----------------------------|----------------|--------|--------|
| 100% ciment (g)     |     |          | 961.7               | 2066.6                     | 381.5          | 2.89   | 0.3    |
| PM                  | 5%  | 48.0 (g) | 912.1               | 2063.1                     | 380.9          | 2.74   |        |
|                     | 10% | 95.8     | 862.6               | 2059.6                     | 380.2          | 2.59   |        |
|                     | 15% | 143.5    | 813.3               | 2056.1                     | 379.6          | 2.44   |        |
|                     | 20% | 191.0    | 764.1               | 2052.6                     | 378.9          | 2.29   |        |
|                     | 30% | 285.6    | 666.4               | 2045.7                     | 377.6          | 2.00   |        |
|                     | 40% | 379.5    | 569.3               | 2038.3                     | 376.4          | 1.71   |        |
| PZ                  | 5%  | 48.0     | 912.1               | 2063.3                     | 380.9          | 2.74   |        |
|                     | 10% | 95.9     | 862.7               | 2059.9                     | 380.3          | 2.59   |        |
|                     | 15% | 143.6    | 813.5               | 2056.6                     | 379.7          | 2.44   |        |
|                     | 20% | 192.1    | 764.4               | 2053.3                     | 379.1          | 2.29   |        |
| MK                  | 5%  | 48.0     | 911.8               | 2062.5                     | 380.8          | 2.74   |        |
|                     | 10% | 95.8     | 862.1               | 2058.4                     | 380.0          | 2.59   |        |
|                     | 15% | 143.4    | 812.6               | 2054.3                     | 379.2          | 2.44   |        |
|                     | 20% | 191.0    | 764.1               | 2052.6                     | 378.9          | 2.29   |        |

**Tableau 3.15. Composition des MBE avec superplastifiant à base de Polynaphtalène sulfonate PNS**

| Composition MBE (g) |     |          | Ciment CEMI42.5 (g) | Sable Oued M'zi 0/5 mm (g) | Eau Totale (g) | SP (g) | SP (%) |
|---------------------|-----|----------|---------------------|----------------------------|----------------|--------|--------|
| 100% ciment         |     |          | 961.7               | 2066.6                     | 381.5          | 2.89   | 0.3    |
| PM                  | 5%  | 48.0 (g) | 912.4               | 2063.8                     | 381.0          | 2.74   |        |
|                     | 10% | 95.9     | 862.9               | 2060.3                     | 380.3          | 2.59   |        |
|                     | 15% | 143.6    | 813.6               | 2056.7                     | 379.7          | 2.44   |        |
|                     | 20% | 191.1    | 764.4               | 2053.2                     | 379.0          | 2.29   |        |
|                     | 30% | 285.7    | 666.6               | 2046.2                     | 377.8          | 2.00   |        |
|                     | 40% | 379.6    | 569.4               | 2039.2                     | 376.5          | 1.71   |        |
| PZ                  | 5%  | 48.0     | 912.5               | 2064.0                     | 381.0          | 2.74   |        |
|                     | 10% | 95.9     | 863.00              | 2060.6                     | 380.4          | 2.59   |        |
|                     | 15% | 143.6    | 813.8               | 2057.3                     | 379.8          | 2.44   |        |
|                     | 20% | 192.2    | 764.7               | 2053.9                     | 379.2          | 2.29   |        |
| MK                  | 5%  | 48.0     | 912.1               | 2063.2                     | 380.9          | 2.74   |        |
|                     | 10% | 95.8     | 862.4               | 2059.1                     | 380.1          | 2.59   |        |
|                     | 15% | 143.4    | 812.9               | 2055.0                     | 379.4          | 2.44   |        |
|                     | 20% | 190.9    | 763.5               | 2050.9                     | 378.6          | 2.29   |        |

### 3.3 Préparation des mortiers

#### 3.3.1 Malaxage

Les propriétés rhéologiques varient énormément selon le mode de malaxage et le dosage des constituants employés. Avant tout travail, le mode de malaxage doit être désigné selon les moyens disponibles et la quantité de mortiers à préparer. Le malaxeur disponible au niveau de laboratoire de recherche en génie civil est utilisé pour la confection des mortiers de ciment. Cet appareil normalisé (EN 196-1), sur lequel se basent pratiquement toutes les normes pour la préparation du mortier, est caractérisé par deux vitesses de rotation selon le mode de préparation choisi.

La procédure de malaxage et le mode d'introduction de l'adjuvant utilisé pour fabriquer les mortiers sont décrits ci-dessous. Chaque type de mortier a été confectionné en suivant les étapes suivantes :

1. Introduire en premier le ciment, le sable et l'addition dans la cuve du malaxeur et mélanger à sec pendant 1min à vitesse lente.

2. Ajouter les 2/3 de l'eau de gâchage et malaxer pendant 1 min à vitesse lente.
3. Introduire le 1/3 de l'eau de gâchage plus la quantité du superplastifiant progressivement en malaxant pendant 1 minute.
4. Malaxer pendant 2 minutes à vitesse rapide.
5. Préparer le mortier à l'essai d'affaissement et de rhéologie.

### 3.4 Caractérisation des MBE

Tous les MBE sont caractérisés à l'état frais, l'affaissement et le temps d'écoulement sont déterminées par le mini cône, et le maniabilimètre (LCPC), La caractérisation des MBE se termine par des essais rhéométriques à différents temps 5, 30, 60 et 90 mn et différents températures 10, 20 et 30°C, les essais de caractérisation est présentée ci-dessous.

#### 3.4.1 Essai au mini cône

Un mini cône est employé pour évaluer l'ouvrabilité des mortiers à la fin du malaxage. Ce mini cône, présenté sur la Figure 3.5, possède une hauteur de 150 mm avec un diamètre de la base de 100 mm et un diamètre supérieur de 50 mm.

Le cône est placé au centre d'une plaque en acier puis rempli avec du mortier. Immédiatement après le remplissage, le mini cône est enlevé, le mortier se répand sur la table et le diamètre moyen (en cm) de l'étalement ou l'affaissement sont mesurés.

#### 3.4.2 Essai au Maniabilimètre (LCPC) Type B

L'essai d'écoulement effectué selon la norme NF P18-452. Le temps d'écoulement est mesuré à l'aide d'un maniabilimètre à mortier de dimensions (180x90x90mm) disponible au niveau du laboratoire de génie civil de l'université de Laghouat. Il s'agit du temps nécessaire à un volume de mélange frais pour atteindre un trait repère tracé sur le maniabilimètre sous l'effet des vibrations entraînées par un moteur.



**Figure 3.6** Maniabilimètre LCPC type B

### 3.4.3 Essai au rhéomètre

Pour déterminer, expérimentalement, le comportement rhéologique des mortiers, on a utilisé un rhéomètre rotatif ; Heidolph-RZR 2102 Control Z. Ce rhéomètre présenté sur la (Figure3.7) est composé d'un agitateur, un croisillon de dimensions 5x10 cm et d'un récipient cylindrique de dimension 10x15 cm.

L'essai rhéologique s'effectue avec un profil de vitesse de rotation décroissante. Au début de l'essai, la vitesse maximale est appliquée pour éliminer l'influence de la thixotropie plus rapidement. Toutes les secondes, le logiciel enregistre le moment de rotation ( $M$ ) correspondant à la vitesse de rotation ( $\Omega$ ) imposée.

L'essai rhéologique se déroule selon les étapes suivantes :

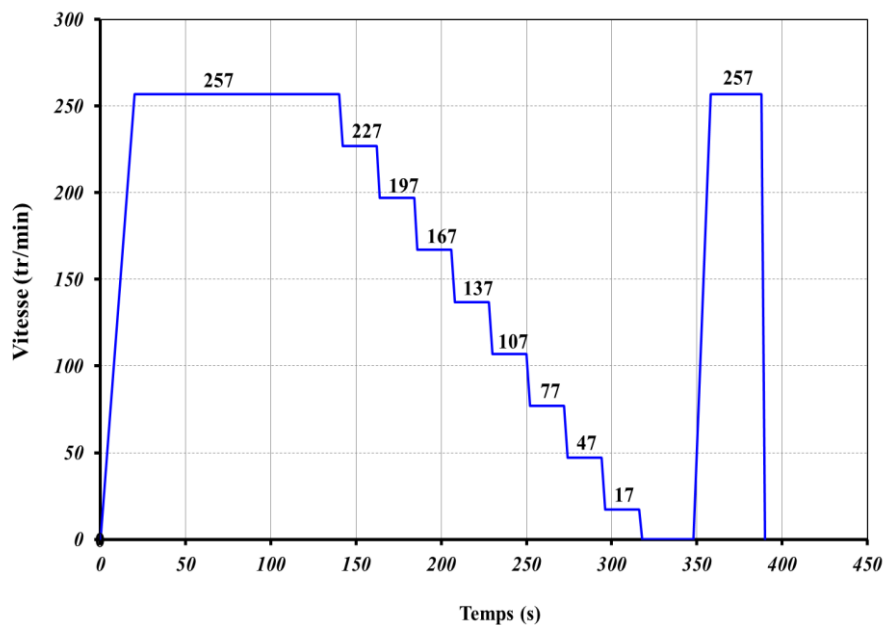
- 1<sup>ère</sup> étape : mesure des couples à vide ( $M$  vide). Ils correspondent aux couples à imposer pour maintenir les vitesses en phase de palier lorsque le récipient est vide.
- 2<sup>ème</sup> étape : positionnement de la pale. Elle est centrée (suivant le diamètre du récipient) puis plongée au milieu la pale jusqu'à l'arase du MBE.
- 4<sup>ème</sup> étape : mesure des couples totaux ( $M$  total). Ils correspondent aux couples à imposer pour maintenir les vitesses en phase de palier lorsque le récipient est rempli.
- 5<sup>ème</sup> étape : calculs des couples finaux ( $M$ ). Les couples finaux s'obtiennent par la différence entre les couples totaux et les couples à vides pour chaque palier de vitesse.
- 6<sup>ème</sup> étape : exploitation des mesures et calculs des paramètres rhéologiques.



**Figure 3.7. Rhéomètre utilisé**

#### 3.4.4 Profil de vitesse imposée.

Le profil de vitesse utilisé est choisi sur la base d'une série d'essai qui consiste à trouver le profil de vitesse permettant d'avoir les mesures les plus stables en minimisant le phénomène de ségrégation. Le profil utilisé doit avoir suffisamment de points pour pouvoir bien caractériser le comportement du mortier. Les paliers de vitesse imposés doivent être espacés pour bien distinguer les différentes paires ( $\Omega$ ,  $M$ ). La Figure 3.8 illustre le profil choisi pour le déroulement des essais.



*Figure 3.8. Profil de vitesse utilisé.*

### 3.5 Conclusion

Dans notre travail, des matériaux disponibles dans le marché Algérien sont utilisés pour la préparation des mortiers à bétons équivalent (MBE).

Pour formuler les MBE, des essais préliminaires ont été effectués pour déterminer la teneur en sable les caractéristiques des granulats et des additions minérales et le dosage en superplastifiant.

L'effet de pouzzolane, le métakaolin et la poudre de marbre sur la rhéologie des MBE a été étudié à travers l'essai d'étalement au mini-cône, l'essai d'écoulement et les essais rhéologique avec le rhéomètre.

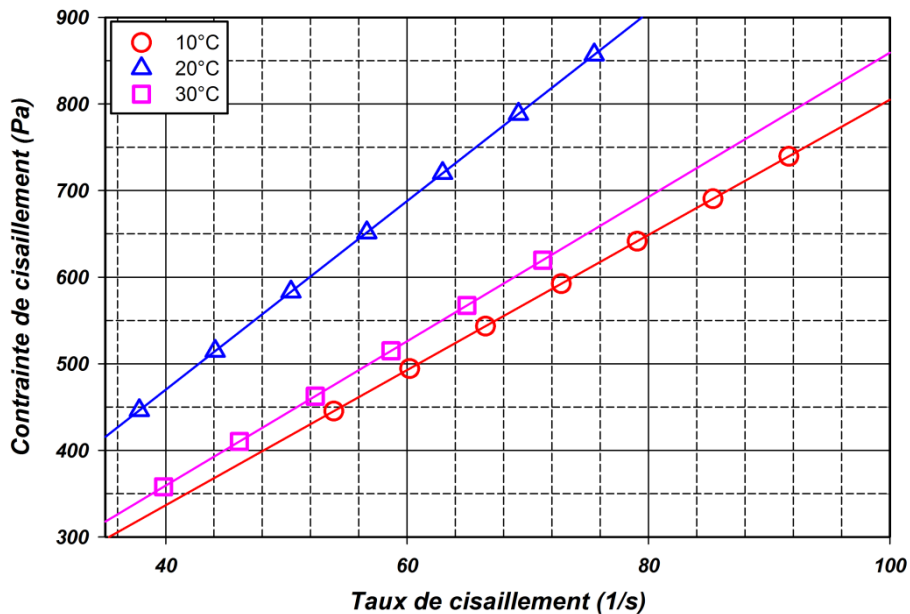
Les paramètres rhéologiques des différents mortiers sont mesurés par un rhéomètre récemment développé. L'ouvrabilité et le comportement rhéologique du mortier sont testés en variant le type de l'adjuvant ainsi que le type et le taux de substitution de l'addition minérale tout on prit comme référence un mortier à base de 100% ciment. Les résultats de ces essais seront présentés dans le chapitre IV où une discussion des résultats obtenus sera donnée, afin de comprendre la contribution de chaque superplastifiant sur le comportement rhéologique du mortier et son interaction avec les différentes additions minérales.

## Chapitre 4 . Résultats et Interprétations

### 4.1 Étude rhéologique de mortier MBE de référence

Afin d'analyser l'influence de superplastifiants PC et PNS, sur l'ouvrabilité des MBE à l'état frais, deux compositions a été testé MBE-PC et MBE-PNS sans l'utilisation des additions.

Les Figures 4.1 et 4.2 représentent l'évolution de taux de cisaillement et la contrainte de cisaillement desMBEs de référence (OPC) avec un superplastifiant de type Polycarboxylate et Polynaphtalène. On constate que la ligne de comportement suit une loi Binghamien.



**Figure 4.1.** Rhéogramme des mortiers MBEs de référence avec PC à différentes températures.

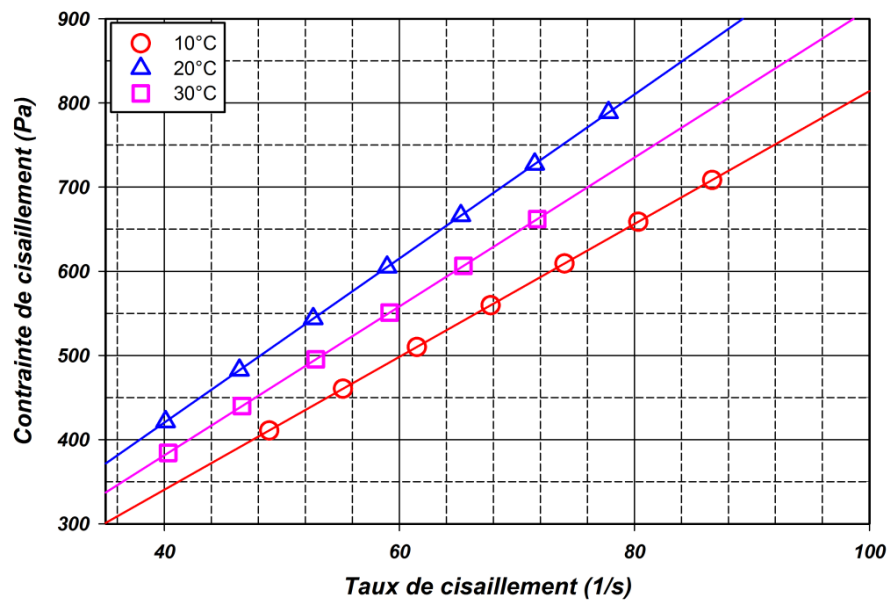


Figure 4.2. Rhéogrammes des mortiers MBE de référence avec PNS à différentes températures.

#### 4.1.1 Les paramètres rhéologiques des mortiers de références

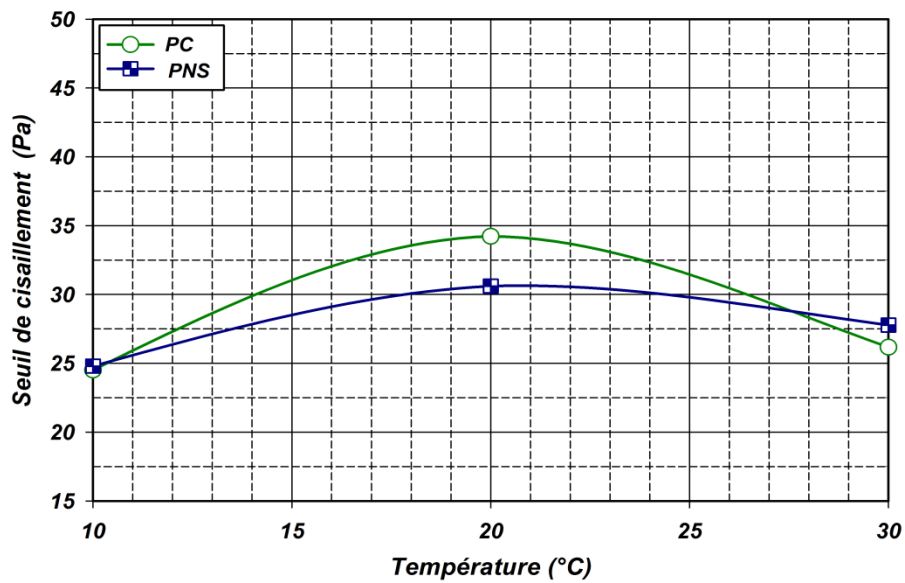
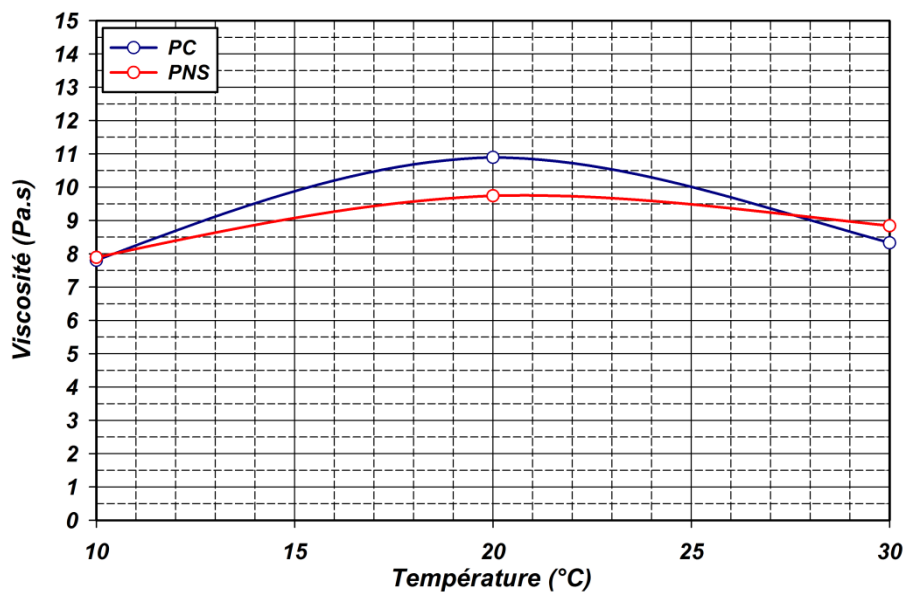


Figure 4.3. Influence des superplastifiants sur le seuil de cisaillement des MBE de référence en fonction de température.

La Figure4.3 représente l'influence des superplastifiants à base Polycarboxylate et Polynaphtalène sur le seuil de cisaillement des MBE référence (OPC) en fonction des températures.

Les résultats montrent d'une part que les MBE confectionnés à base de superplastifiant type PC donnent un seuil de cisaillement plus que celle confectionnée à base de superplastifiants type PNS avec une différence de l'ordre 5 Pa à une température ambiante de 20°C. D'autre part dans des températures basses de 10°C on trouve des résultats similaires de seuil de cisaillement de l'ordre de 25 Pa cela due probablement à l'effet de température qui ralentisse l'hydratation. Pour de température élevée de 30°C, il est remarquable que le PC a un effet positif sur le seuil de cisaillement par rapport à l'effet de PNS.

Griesser[72], Observent une diminution de seuil de cisaillement Avec l'élévation de la température.

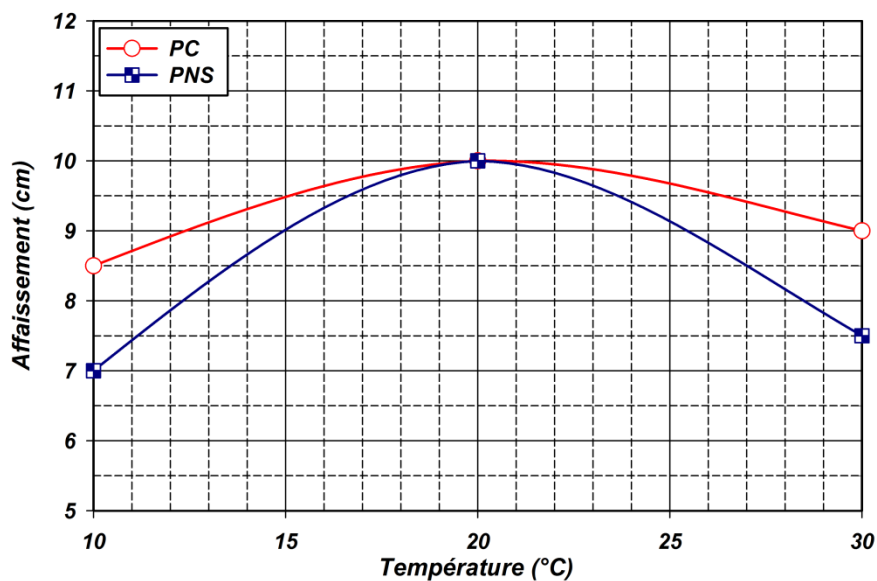


**Figure4.4. Influence des superplastifiants sur la viscosité des MBE de référence en fonction de température.**

Influence des deux superplastifiants sur la viscosité en fonction des différentes températures sont donnés dans la Figure 4.4. D'après les résultats en signale que les valeurs de viscosité des mortiers à base de PC sont supérieures à celles des mortiers à base de PNS à 20°C. Plus la température augmente (30°C) on remarque l'inverse. Notant ici que la diminution de la température donne des paramètres rhéologiques similaires pour les deux types des superplastifiants.

Golaszewski et Szwabowski[63] observent une forte influence de l'élévation de la température sur le comportement rhéologique des mortiers accompagné d'une diminution de la viscosité plastique. Avec l'élévation de la température la contrainte de cisaillement diminue, cette diminution est beaucoup plus marquée en présence d'un superplastifiant Polycarboxylate[72].

#### 4.1.2 L'affaissement au mini cône

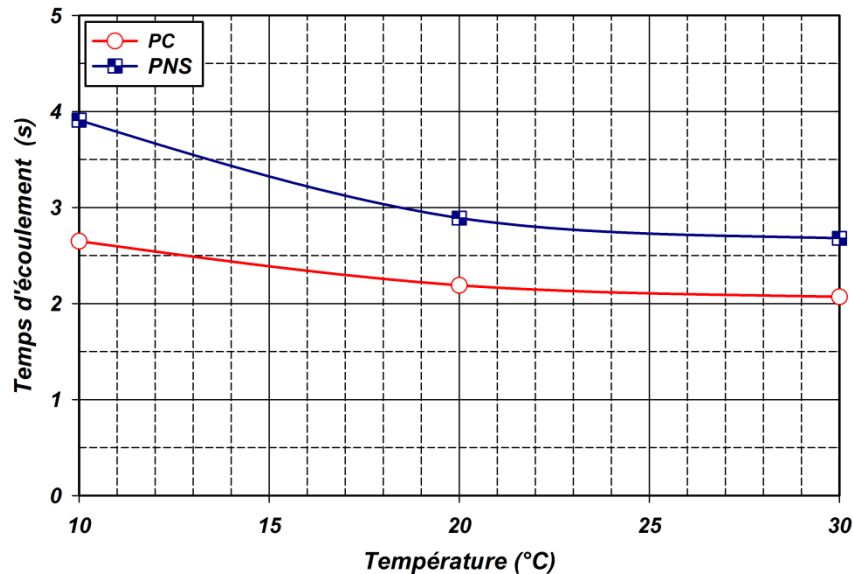


**Figure4.5. Influence des superplastifiants sur l'affaissement des MBE de référence en fonction de température.**

La Figure4.5 présente la variation d'affaissement en mini cône des MBE de référence (OPC) en fonction de température avec deux types de superplastifiants.

Les résultats montrent que les meilleurs affaissements sont obtenus à une température standard de 20°C, avec une valeur de 10 cm d'affaissement. Pour les mélanges formulés par un superplastifiant de type PC, on observe une légère diminution de l'affaissement quel que soit la température (10°C et 30°C). Par contre, on remarque une diminution importante de la valeur d'affaissement de l'ordre de 1.5 cm pour les MBE-PNS par rapport au MBE-PC, cela est remarqué à des températures de 10°C et 30°C.

### 4.1.3 Temps d'écoulement



**Figure4.6. Influence des superplastifiants sur le temps d'écoulement des MBE de référence en fonction de température.**

L'effet des deux superplastifiants sur le temps d'écoulement des MBE est représenté par la Figure4.6. Les résultats obtenus à travers des essais à maniabilimètre, montrent clairement que les compositions des mortiers confectionnées à base de liant contenant le ciment et Polycarboxylate, présentent des temps des écoulements situés dans la fourchette 3 à 2s par contre une fourchette de 4 à 2.5s pour des mortiers confectionnées à base Polynaphtalène. Tout d'abord l'augmentation de température affecte à la fois de façon positive sur le temps d'écoulement.

## 4.2 Effet des additions sur le comportement rhéologique des MBE

### 4.2.1 Effet de la poudre de marbre

Afin d'analyser l'influence de la poudre de marbre sur l'ouvrabilité des MBE à l'état frais, également nous avons testé six compositions des MBEs. Ces dernières ont été confectionnées à base deux superplastifiants (PC et PNS), de ciment et de la poudre de marbre. Notons que la poudre de marbre a été introduite par substitution au ciment avec un taux variant entre 5% à 40 %. Le Tableau4.1 donne les compositions et les résultats de 6 mélanges de MBE 1 jusqu'à MBE 6 ces mortiers sont confectionnés avec de superplastifiant de type PC en comparant avec le mortier de référence (MBE-PC) qui ne contient pas d'ajout.

**Tableau4.1. Résultats des MBE-PM avec superplastifiant de type PC.**

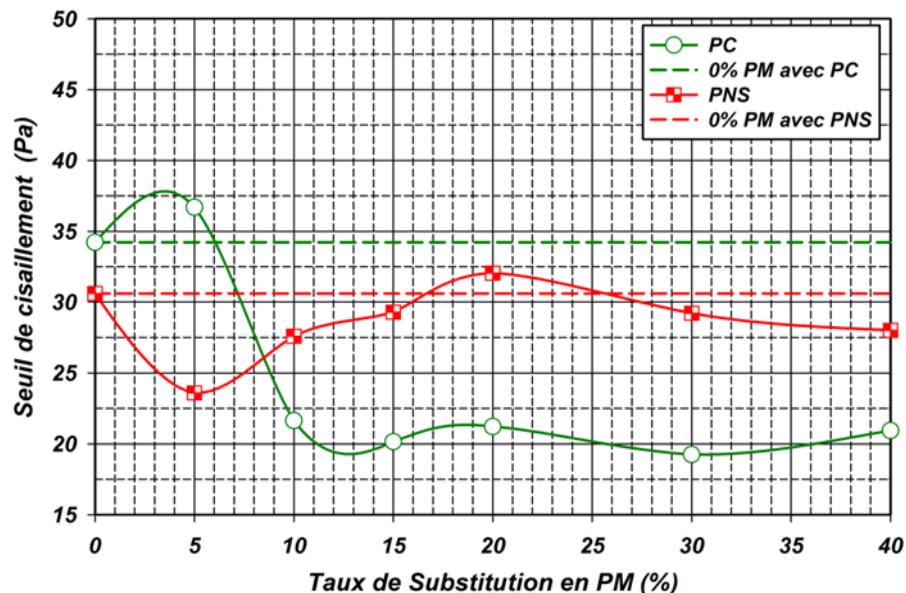
| Mélanges                   | MBE<br>PC | MBE<br>PM1 | MBE<br>PM2 | MBE<br>PM3 | MBE<br>PM4 | MBE<br>PM5 | MBE<br>PM6 |
|----------------------------|-----------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|
| Poudre de marbre (%)       | 0         | 5          | 10         | 15         | 20         | 30         | 40         |
| Etalement (cm)             | 10        | 11.5       | 12         | 13         | 13.5       | 11         | 11         |
| Temps d'écoulement (sec)   | 2.09      | 1.42       | 1.36       | 1.23       | 0.86       | 1.44       | 1.68       |
| Seuil de cisaillement (Pa) | 34.22     | 36.69      | 21.64      | 20.15      | 21.23      | 19.25      | 20.94      |
| Viscosité (Pa.s)           | 10.89     | 11.68      | 6.68       | 6.41       | 6.75       | 6.19       | 6.66       |

Le Tableau4.2 donne aussi les compositions et les résultats de 6 autres mélanges de MBE7à MBE12, mais cette fois les mortiers sont confectionnés en utilisant un superplastifiant type PNS en comparant avec le mortier de référence (MBE-PNS) qui ne contient pas d'ajout.

**Tableau4.2. Résultats des MBE -PM avec superplastifiant de type PNS.**

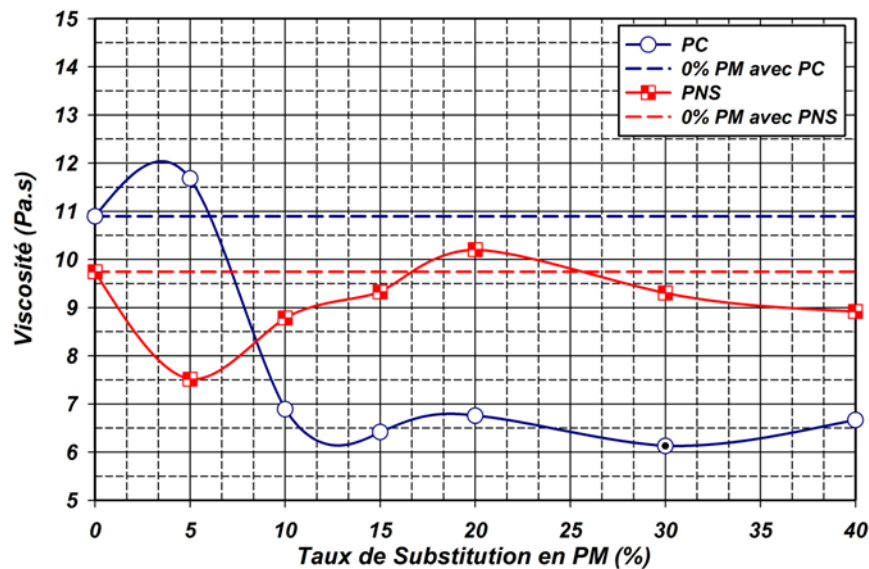
| Mélanges                   | MBE<br>PNS | MBE<br>PM7 | MBE<br>PM8 | MBE<br>PM9 | MBE<br>PM10 | MBE<br>PM11 | MBE<br>PM12 |
|----------------------------|------------|------------|------------|------------|-------------|-------------|-------------|
| Etalement (cm)             | 10         | 10.5       | 10.5       | 11         | 12.5        | 8           | 8           |
| Temps d'écoulement (sec)   | 2.89       | 2.28       | 1.44       | 1.36       | 1.32        | 2.84        | 3.56        |
| Seuil de cisaillement (Pa) | 30.60      | 23.60      | 27.59      | 29.29      | 32.05       | 29.22       | 28.01       |
| Viscosité (Pa.s)           | 9.74       | 7.51       | 8.78       | 9.32       | 10.20       | 9.30        | 8.91        |

#### 4.2.1.1 Les paramètres rhéologiques des mortiers à base de poudre de marbre

**Figure4.7. Influence de la poudre de marbre sur le seuil de cisaillement des MBE-PC ou PNS à 20°C.**

D'après la Figure4.7 on peut remarquer que le seuil de cisaillement diminue avec l'augmentation de taux de substitution de la poudre de marbre par rapport aux deux mortiers de référence à base de PC et PNS.

D'une part, l'incorporation de la poudre de marbre dans un MBE-PNS-PM elle conduit à une baisse considérable spécifiquement pour le pourcentage de 5%, une légère diminution est observé pour les autres pourcentages 10, 15, 30, 40%. A l'exception, de mélange avec 20% qui présente une augmentation du seuil de cisaillement par rapport au mortier de référence. D'autre part, l'introduction de la poudre de marbre avec une teneur de 10% à 40% dans les mélanges MBE-PM-PC, on remarque une diminution importante de 60% du seuil de cisaillement en comparaison avec MBE-PM-PNS. Notant ici que 5% PM donne des paramètres rhéologiques comparables à celle de référence.



**Figure 4.8. Influence de la poudre de marbre sur la viscosité des MBE-PC ou PNS à 20°C.**

La Figure4.8 présente l'effet de la substitution par la poudre de marbre sur la variation de la viscosité. On remarque que le mélange est fluidifié par l'introduction de la poudre de marbre et cela est dû à l'effet de dilution assuré par les fillers de type inertes (Fillers calcaires). Une teneur de 30% pour les MBE-PC et 5% pour les MBE-PNS nous présentent une diminution de la viscosité de l'ordre de 43% et 23% respectivement.

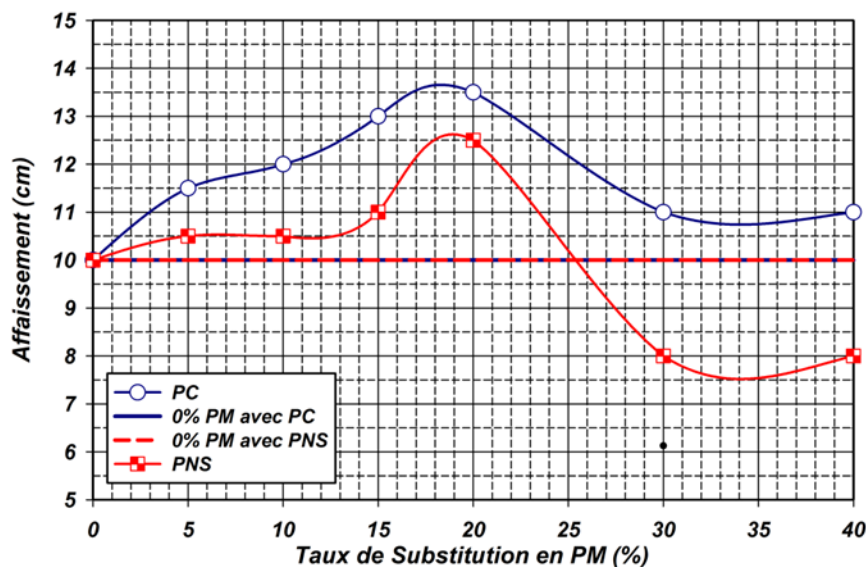
La poudre de marbre a une influence positive sur l'état frais en raison de sa capacité à remplir et créer un effet de roulement, entre les grains de ciment, qui les rendent plus mobiles.

De plus, leur activité inerte, à ce stade de l'hydratation, libère une partie d'eau de gâchage qui va contribuer à la lubrification des grains et à améliorer l'ouvrabilité.

Belaidi et al. [70] ont conclu que la substitution du ciment avec des teneurs de poudre de marbre de 5 à 30% conduit non seulement à une diminution du seuil de cisaillement, mais aussi la viscosité plastique.

#### 4.2.1.2 L'affaissement au mini cône

La Figure 4.9 montre la variation d'affaissement du mortier en fonction de la teneur en poudre de marbre. Les résultats montrent que les meilleurs affaissements sont obtenus pour les deux MBE qui contiennent une quantité de poudre de marbre de 20%.

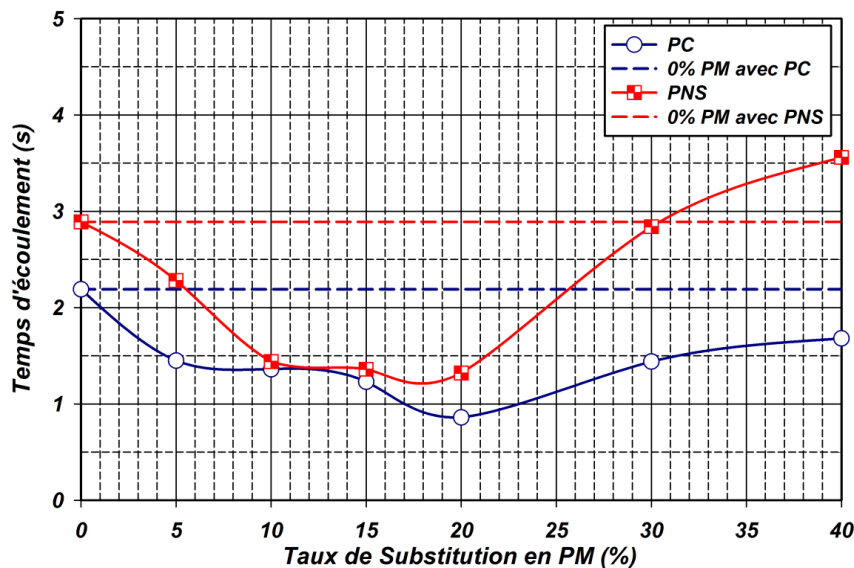


**Figure 4.9. Influence de la poudre de marbre sur l'affaissement des MBE-PC ou PNS à 20°C.**

Selon les résultats on remarque que l'affaissement varie dans l'intervalle de 12cm à 13.5cm lorsque le pourcentage poudre de marbre augmente de 10 à 20% respectivement, ces valeurs montrent l'effet bénéfique de la poudre de marbre sur le plan gain d'ouvrabilité. Ce qui se traduit par la croissance d'affaissement. Au-delà de ces valeurs le risque de perte d'ouvrabilité pour les MBE-PNS est remarquable. Par contre l'effet bénéfique est assuré pour tous les mélanges MBE-PC-PM.

#### 4.2.1.3 Temps d'écoulement

L'effet de dosage de la poudre de marbre sur le temps d'écoulement des MBE est représenté par la Figure 4.10. Les résultats obtenus à travers l'essai de maniabilimètre, montrent clairement que les compositions des mortiers confectionnées à base de liant contenant le ciment et la poudre de marbre, présentent des temps des écoulements diminués par rapport au temps obtenu par le mortier de référence. Tout d'abord l'augmentation de taux de substitution du ciment par la poudre de marbre affecte à la fois de façon comparable le temps d'écoulement et l'affaissement des mortiers. A l'exception de mortier qui contient 40% de poudre de marbre confectionné à base de superplastifiant type PNS qui présente un temps d'écoulement supérieur à celui de référence.



**Figure 4.10. Influence de la poudre de marbre sur le temps d'écoulement des MBE-PC ou PNS à 20°C.**

Selon Belaidi et al[70], Le temps d'écoulement par le mini V-funnel pour les mortiers autoplaçants diminue avec l'augmentation de la poudre de marbre. Ces variations montrent que la poudre de marbre diminue la viscosité des mortiers ce qui apporte une amélioration des caractéristique rhéologique des mortiers.

#### 4.2.2 Effet de la de la pouzzolane

Afin d'évaluer les modifications induites par la pouzzolane naturelle sur les mortiers à bétons équivalents. Nous avons testé 4 compositions des MBE confectionnés à base de la pouzzolane naturelle pour chaque type de superplastifiants utilisés, avec des taux de substitution de ciment par la pouzzolane variant entre 5 à 20 %. Notons que le dosage du

superplastifiant et constant pour les deux types de superplastifiants Polycarboxylate et Polynaphtalène.

Les différentes compositions et résultats des MBE-PC-PZ et MBE-PNS-PZ sont donnés dans le Tableau4.3 et 4.4.

Les compositions référencées MBE-PZ1 au MBE-PZ4 sont les résultats des essais rhéologique des MBE confectionné avec superplastifiant PC, ils ont comparé au mortier de référence MBE-PC. Et les compositions référencées MBE-PZ5 au MBE-PZ8 sont les résultats des essais rhéologique des MBE confectionné avec superplastifiant PNS, ils ont comparé aussi au mortier de référence MBE-PNS.

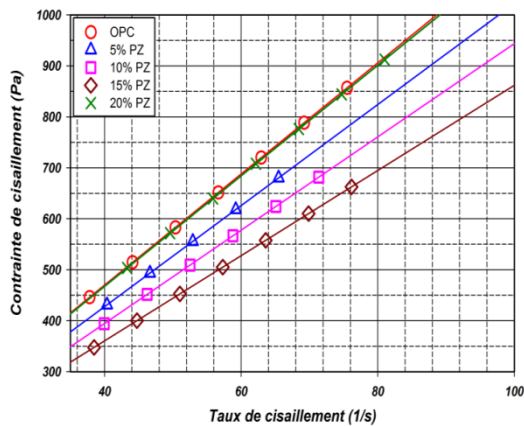
Les propriétés rhéologiques basant sur seuil de cisaillement  $\tau_0$  et la viscosité plastique  $\mu$  mesuré par le rhéomètre, l'étalement au mini cône ainsi que le temps d'écoulement en maniabilimètre montrent ce qui suit.

**Tableau4.3. Résultats des MBE –PZ avec superplastifiant de type pc.**

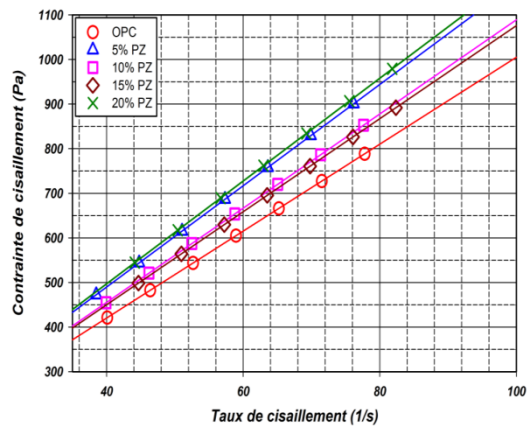
| Mélanges                   | MBE<br>PC | MBE<br>PZ1 | MBE<br>PZ2 | MBE<br>PZ3 | MBE<br>PZ4 |
|----------------------------|-----------|------------|------------|------------|------------|
| Pouzzolane naturelle (%)   | 0         | 5          | 10         | 15         | 20         |
| Etalement (cm)             | 10        | 8.5        | 9          | 9          | 7.5        |
| Temps d'écoulement (sec)   | 2.19      | 2.88       | 1.63       | 4.16       | 6.08       |
| Seuil de cisaillement (Pa) | 34.22     | 31.13      | 28.73      | 26.25      | 34.05      |
| Viscosité (Pa.s)           | 10.89     | 9.91       | 9.14       | 8.35       | 10.83      |

**Tableau 4.4. Résultats des MBE -PZ avec superplastifiant de type pns.**

| Mélanges                   | MBE<br>PNS | MBE<br>PZ5 | MBE<br>PZ6 | MBE<br>PZ7 | MBE<br>PZ8 |
|----------------------------|------------|------------|------------|------------|------------|
| Pouzzolane naturelle (%)   | 0          | 5          | 10         | 15         | 20         |
| Etalement (cm)             | 10         | 8          | 4          | 2.5        | 1.5        |
| Temps d'écoulement (sec)   | 2.89       | 3.94       | 3.44       | 3.40       | 6.16       |
| Seuil de cisaillement (Pa) | 30.6       | 35.66      | 33.16      | 32.76      | 36.19      |
| Viscosité (Pa.s)           | 9.34       | 11.35      | 10.55      | 10.48      | 11.52      |



(a) avec PC



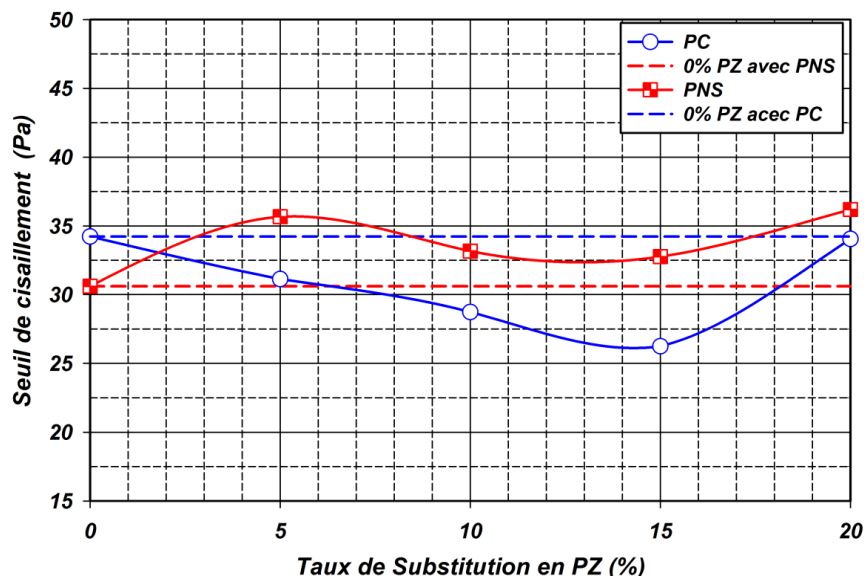
(b) avec PNS

**Figure 4.11. Rhéogramme des MBEs à base de pouzzolane naturelle.**

Les Figures 4.11 (a) et 4.11 (b) présentent les rhéogrammes de comportement rhéologiques des MBE-PC-PZ et MBE-PNS-PZ. On constate que toujours les mélanges suivent une loi de comportement Binghamien.

#### 4.2.2.1 Les paramètres rhéologiques des mortiers à base de pouzzolane naturelle

Les résultats obtenus représentés graphiquement sur la Figure 4.12 montrent que le seuil de cisaillement diminue par l'introduction de la pouzzolane naturelle jusqu'à 15% de substitution pour les MBE-PC-PZ.



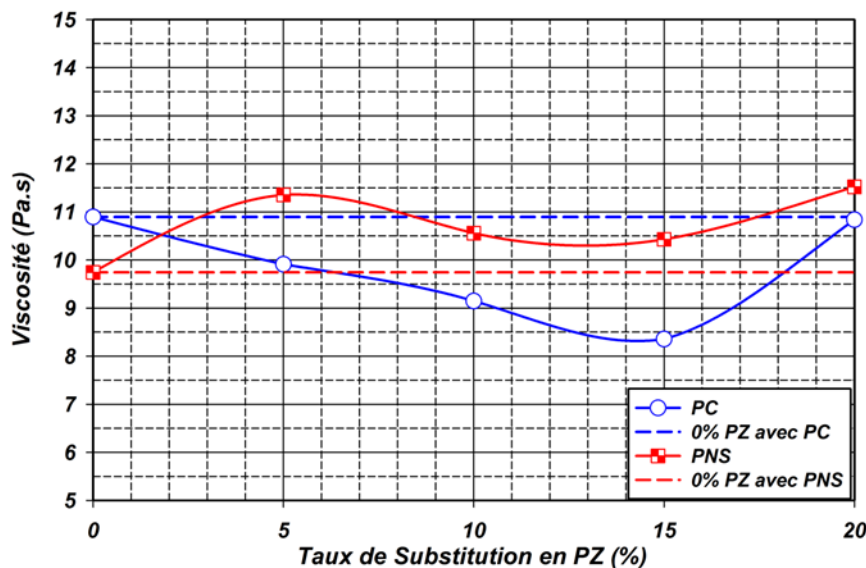
**Figure 4.12 Influence de la pouzzolane naturelle sur le seuil de cisaillement des MBE-PC ou MBE-PNS à 20°C.**

Au-delà de cette valeur de substitution ce dernier reprend l'augmentation jusqu'à avoir les mêmes propriétés de MBE-PC de référence. Donc l'incorporation de la pouzzolane naturelle au ciment a des avantages sur les propriétés rhéologiques du mortier à l'état frais.

Krachaïet al. La pouzzolane participe à l'obtention d'une ouvrabilité satisfaisante avec une légère perte pour des taux élevés [68].

Par contre l'ajout de pouzzolane avec un taux de 5% à 20% dans les mortiers MBE-PNS-PZ diminue la fluidité du mélange car une élévation du seuil de cisaillement a été engendrée ainsi que l'augmentation du dosage de l'ajout jusqu'à 20% a été capable de changer le comportement rhéologique par rapport au mélange de référence MBE-PNS.

Une diminution du seuil de cisaillement est due à la forte demande en eau et en superplastifiant par la pouzzolane naturelle utilisée. Ce résultat peut être traduit aussi par l'effet strique des superplastifiants de type Polycarboxylates, cette effet est absent dans les superplastifiants de type Polynaphtalène.



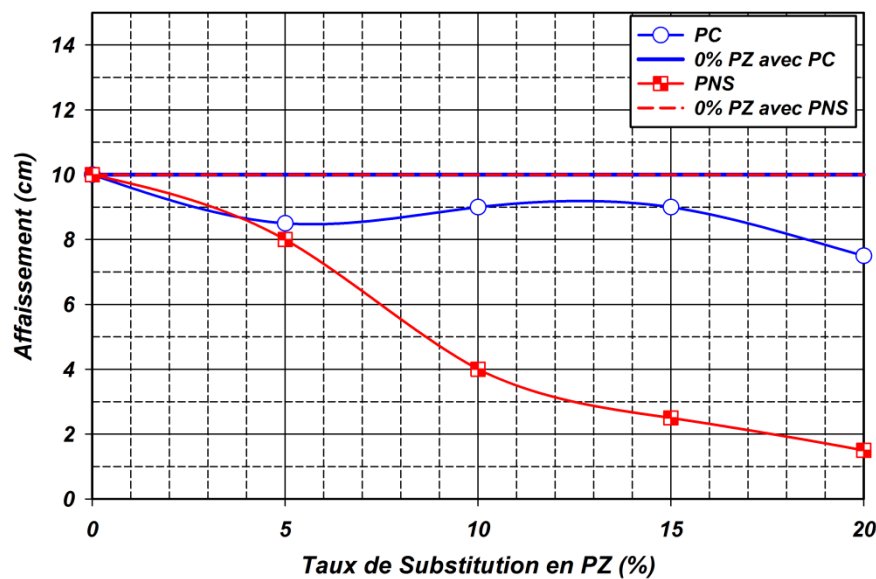
**Figure 4.13 Influence de la pouzzolane naturelle sur la viscosité des MBE-PC ou MBE-PNS à 20°C.**

A cet effet on résulte que l'augmentation de seuil de cisaillement est établie par l'augmentation de la viscosité, des résultats similaires au seuil de cisaillement possèdent une viscosité plastique accrue avec le taux de substitution pour les mélanges MBE-PNS-PZ. L'incorporation de la pouzzolane naturelle au ciment a des avantages sur les propriétés

rhéologiques du béton à l'état frais pour les mélanges MBE-PC-PZ et cela me semble dû à l'efficacité de ce type de superplastifiant. La pouzzolane participe à l'obtention d'une ouvrabilité satisfaisante avec un superplastifiant de type PC.

#### 4.2.2.2 L'affaissement au mini cône

Effet de dosage de pouzzolane naturelle sur l'affaissement des MBE est présenté par la Figure 4.14. Les compositions des MBE testées ont des valeurs d'affaissements inférieurs à celle correspondante au MBE-PC ou PNS.

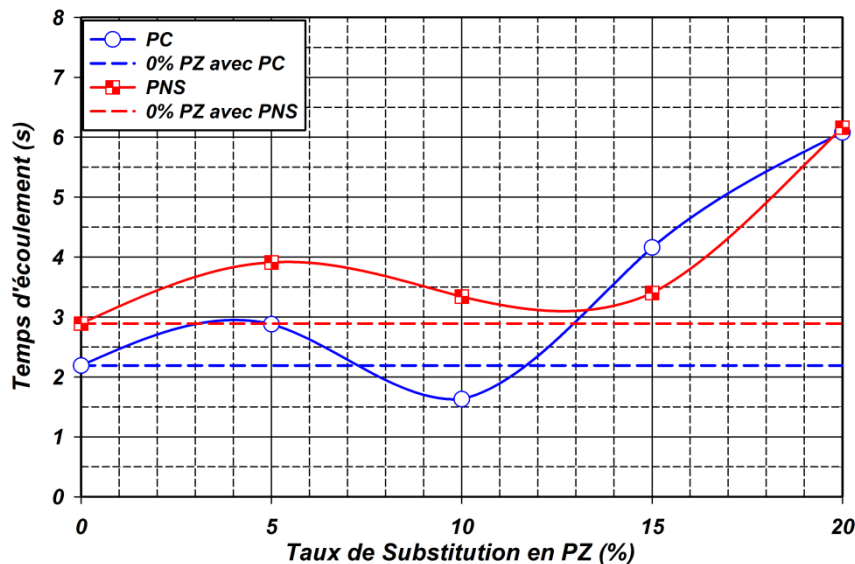


**Figure 4.14 Influence de la pouzzolane naturelle sur l'affaissement des MBE-PC ou MBE-PNS à 20°C.**

On note ici qu'une légère diminution d'affaissement par le mini cône est dans l'intervalle de 1 à 2,5 cm pour les MBE-PC-PZ. Par contre une perte d'ouvrabilité complète a été observée pour les mélanges MBE-PNS-PZ. L'utilisation croissante de la pouzzolane naturelle entraîne une diminution de l'affaissement, cette diminution d'affaissement est due à la forte demande en eau et en superplastifiant de la pouzzolane utilisée. Et aussi par la présence d'alumine ( $Al_2O_3$ ) dans la pouzzolane naturelle. Ce composant chimique a une influence sur la consommation du superplastifiant qui a pénalisé l'affaissement [69]. Donc une augmentation de seuil de cisaillement a généré la réduction de l'affaissement vers la limite inférieure (voir Figure 4.11).

#### 4.2.2.3 Temps d'écoulement

L'effet de dosage de pouzzolane sur le temps d'écoulement des MBE-PC-PZ et MBE-PNS-PZ sont représentés dans la Figure 4.15.



**Figure 4.15 Influence de la pouzzolane naturelle sur le temps d'écoulement des MBE-PC ou MBE-PNS à 20°C.**

Les résultats obtenus à travers l'essai de maniabilimètre, montrent clairement que toutes les compositions des mortiers confectionnées à base de pouzzolane, présentent des temps des écoulements élevé par rapport au temps obtenu par le mortier de référence. A l'exception de mortier MBE-PC-10%PZ. La substitution du ciment par la pouzzolane naturelle a affecté négativement le temps d'écoulement des mortiers. << On constate l'effet bénéfique d'avoir les paramètres rhéologiques tel que le seuil de cisaillement et la viscosité pour comprendre mieux le comportement à l'état frais des MBEs. On remarque aussi que les essais classique d'ouvrabilité présente un vrai handicap pour juger le comportement à l'état frais >>.

#### 4.2.3 Effet du Métakaolin

Pour évaluer les modifications induites par le métakaolin sur les mortiers à bétons équivalents. Nous avons testé 4 compositions des MBE confectionnés à base de ciment et du métakaolin, avec un taux de substitution métakaolin variant entre 5 à 20 %. Notons que le dosage du superplastifiant est constant pour les deux types de superplastifiants de type

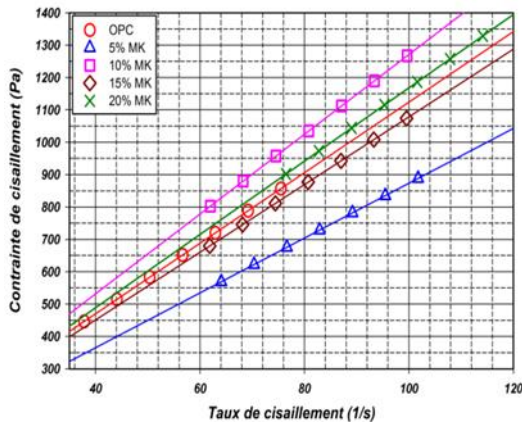
Polycarboxylate et Polynaphtalène. Les différentes compositions et résultats des MBE-PC-MK et MBE-PNS-MK sont donnés dans le Tableau 4.5 et 4.6.

**Tableau 4.5 résultats des MBE –MK avec superplastifiant de type pc.**

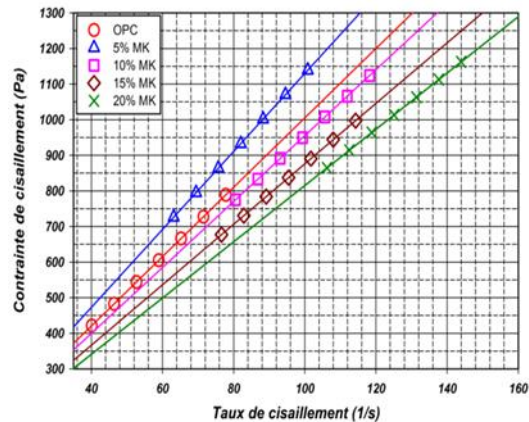
| Mélanges                   | MBE<br>PC | MBE<br>MK1 | MBE<br>MK2 | MBE<br>MK3 | MBE<br>MK4 |
|----------------------------|-----------|------------|------------|------------|------------|
| Métakaolin (%)             | 0         | 5          | 10         | 15         | 20         |
| Étalement (cm)             | 10        | 3.2        | 2          | 0          | 0          |
| Temps d'écoulement (sec)   | 2.19      | 5.09       | 18.47      | 30.59      | 90.50      |
| Seuil de cisaillement (Pa) | 34.22     | 26.59      | 38.71      | 32.84      | 35.57      |
| Viscosité (Pa.s)           | 10.89     | 8.46       | 12.32      | 10.45      | 11.32      |

**Tableau 4.6 résultats des MBE -MK avec superplastifiant de type pns.**

| Mélanges                   | MBE<br>PNS | MBE<br>MK5 | MBE<br>MK6 | MBE<br>MK7 | MBE<br>MK8 |
|----------------------------|------------|------------|------------|------------|------------|
| Métakaolin (%)             | 0          | 5          | 10         | 15         | 20         |
| Étalement (cm)             | 10         | 0.5        | 0          | 0          | 0          |
| Temps d'écoulement (sec)   | 2.89       | 12.43      | 15.72      | 63.4       | 120.08     |
| Seuil de cisaillement (Pa) | 30.60      | 34.40      | 29.09      | 26.67      | 24.81      |
| Viscosité (Pa.s)           | 9.74       | 10.95      | 9.25       | 8.49       | 7.90       |



(a) avec PC



(b) avec PNS

**Figure 4.16. Rhéogramme des MBE à base de Métakaolin.**

La Figure 4.16 représente l'évolution de taux de cisaillement et de la contrainte de cisaillement des MBE-PC-MK et MBE-PNS-MK. D'après ces Figures les mélanges à base de métakaolin suivent une loi de comportement Binghamien, ces résultats sont similaires à ceux de la poudre de marbre et de pouzzolane naturelle avec une différence dont l'ordre de grandeur.

#### 4.2.3.1 Les paramètres rhéologiques des mortiers à base de métakaolin

La Figure 4.17 représente les résultats de seuil de cisaillement en fonction de taux de substitution dans l'environnement standard à 20°C.

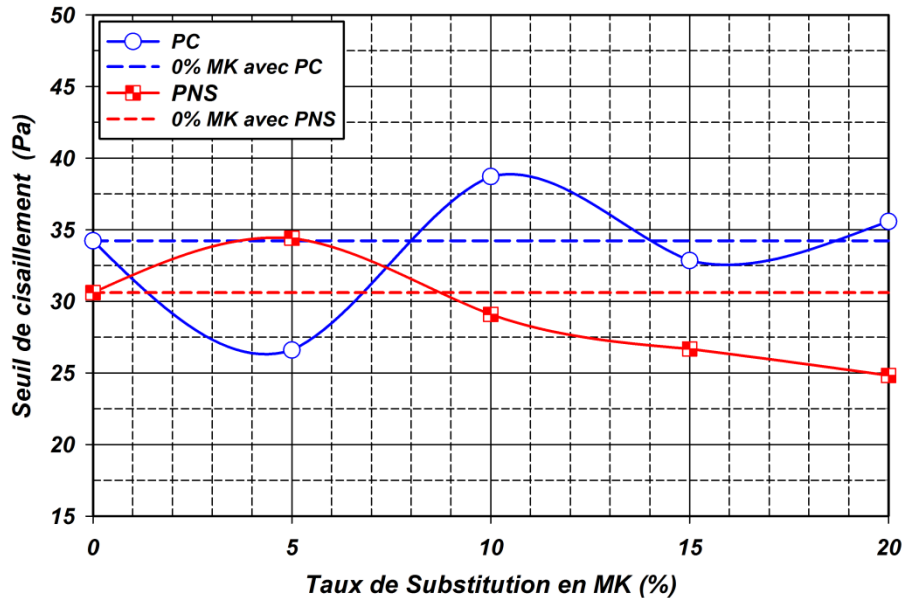


Figure 4.17. Influence de métakaolin sur le seuil de cisaillement des MBE-PC ou MBE-PNS à 20°C.

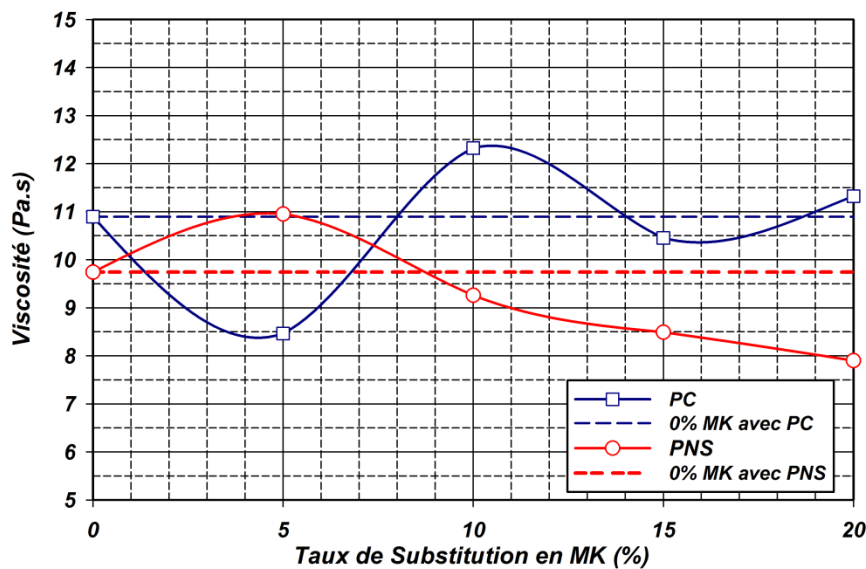


Figure 4.18. Influence de métakaolin sur la viscosité des MBE-PC ou MBE-PNS à 20°C.

En ajoutant le premier pourcentage de 5% du métakaolin au mélange MBE-PC-MK on peut voir l'effet bénéfique, cet effet est présente par une diminution relative de la viscosité et le seuil de cisaillement par rapport au mélange témoin (Figures 4.17 et 4.18). Le comportement inverse a été constaté si on n'augmente la proportion de l'addition à 10 %, Ce qui le rend

moins polyvalent par rapport au mélange d'origine et donc une augmentation de seuil de cisaillement et de la viscosité, En continuant à modifier les rapports des additions en passant de 15% à 20% MK, on remarque un comportement contradictoire à celle prévu, on constate une diminution de seuil de cisaillement et de la viscosité on augmentent la quantité de métakaolin, << mais cela est dû essentiellement à l'effet de la force centrifuge de l'agitateur qui repousse le matériau ferme vers le paroi de récipient, ce qui résulte un vide entre la pâle et le matériau. Ce qui nous donne des résultats de seuil de cisaillement et de la viscosité plus faible qu'on attend (Figure 4.19). >>

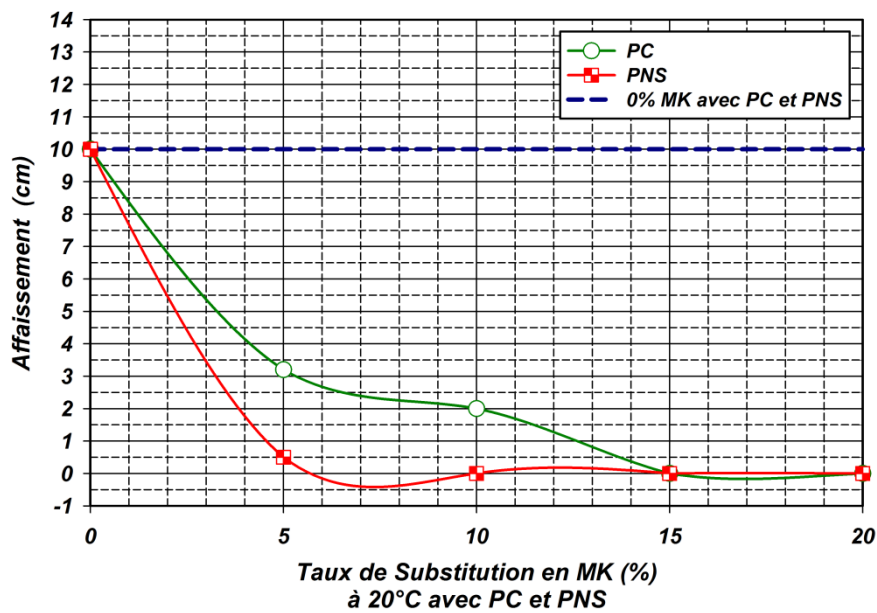


**Figure 4.19. L'effet de 15% et 20% MK sur la mesure des paramètres rhéologiques des MBE-PC**

Par rapport au mélange de référence la substitution de ciment par 5% de métakaolin pour les MBE-PNS-MK, a influe négativement sur les propriétés rhéologiques. Au-delà de cette valeur de métakaolin le même phénomène est constaté dans les MBE-PC-MK.

#### 4.2.3.2 L'affaissement au mini cône

Effet de métakaolin sur l'affaissement des MBE-PC-MK et MBE-PNS-MK est présenté par la Figure4.20. Les compositions des MBE-PC-MK et MBE-PNS-MK testées ont des valeurs d'affaissements nettement inférieurs à celle correspondante au MBE-PC ou MBE-PNS.



**Figure 4.20. Influence de métakaolin sur l'affaissement des MBE-PC ou MBE-PNS à 20°C.**

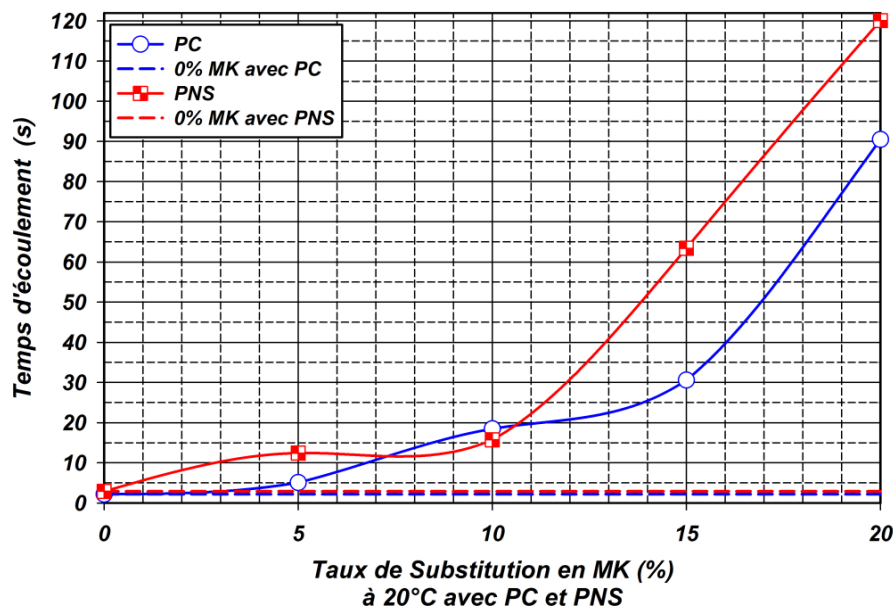
On remarque que la variation d'affaissement en mini cône en fonction de dosage de métakaolin additionné a affecté négativement l'ouvrabilité des MBE d'une manière considérable est rendre les mélanges très ferme surtout les mélanges MBE-PNS-MK, ce type de superplastifiant (PNS) est moins performant que le superplastifiant PC.

Une perte d'ouvrabilité a été subie en remplacement du ciment par des pourcentages du métakaolin. D'une part à partir 5% une perte d'ouvrabilité complète pour les mélanges formulés par Polynaphtalène (PNS). D'autre part une perte d'ouvrabilité importante pour les mélange formulé par Polycarboxylate (PC) de l'ordre de 70 à 80% pour MBE-PC5%MK et MBE-PC-10%MK.

La substitution du métakaolin par des taux élevé attendre un affaissement nul et cela peut expliquer par l'augmentation de seuil de cisaillement due à la forte demande en eau à cause de la grande finesse du métakaolin qui augmente la surface spécifique des particules de la matrice cimentaire. Est-ce n'est pas le cas dans nos résultats des paramètres rhéologiques pour ce type d'addition.

#### 4.2.3.3 Temps d'écoulement

L'effet de dosage de métakaolin sur le temps d'écoulement des MBE-PC-MK et MBE-PNS-MK sont représentés dans la Figure 4.21.



**Figure 4.21. Influence de métakaolin sur le temps d'écoulement des MBE-PC ou MBE-PNS à 20°C.**

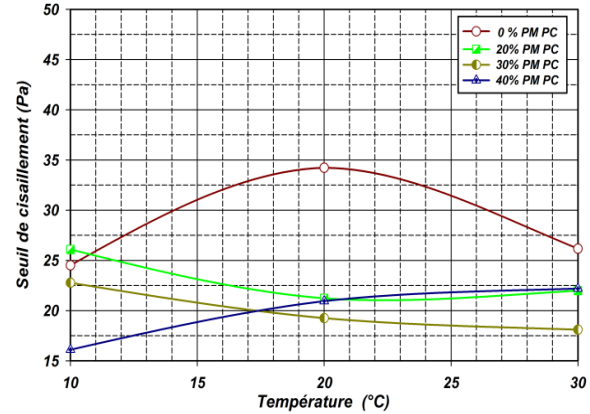
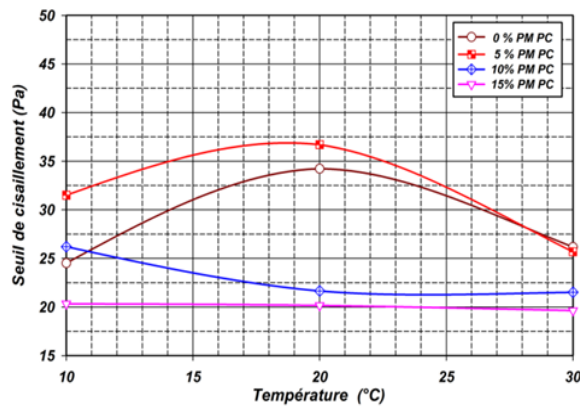
Les résultats obtenus à travers l'essai de maniabilimètre, montrent clairement que les compositions des mortiers MBE-PC-MK et MBE-PNS-MK présentent des temps des écoulements élevés par rapport au temps obtenu par le mortier de référence jusqu'à l'ordre de 60 fois pour MBE-PNS-MK et 45 fois pour MBE-PC-MK à un taux de 20% de métakaolin.

### 4.3 Effet de la température sur le comportement rhéologique des MBEs

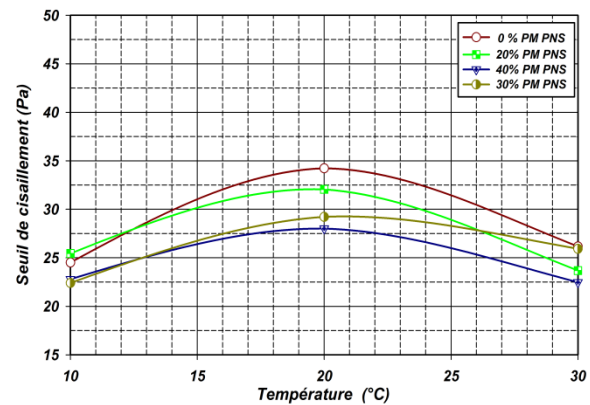
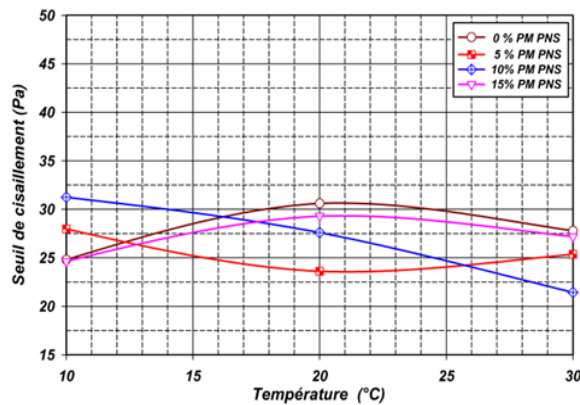
#### 4.3.1 Mortiers MBE-PM

##### 4.3.1.1 Les paramètres rhéologiques des mortiers à base de poudre de marbre

La Figure 4.22 représente la variation de seuil de cisaillement en fonction de température et le type de superplastifiant utilisé. L'effet de la température avec l'utilisation de deux types de superplastifiants est bénéfique pour la température standard 20°C. Au-delà de 20°C les mortiers à base de Polycarboxylates MBE-PC-PM qui donnent les meilleurs résultats de seuil de cisaillement. À l'exception du mortier MBE-PC-5%PM qui présente des seuils de cisaillements à 10°C et 20°C supérieurs à celle de référence.



(a) PC



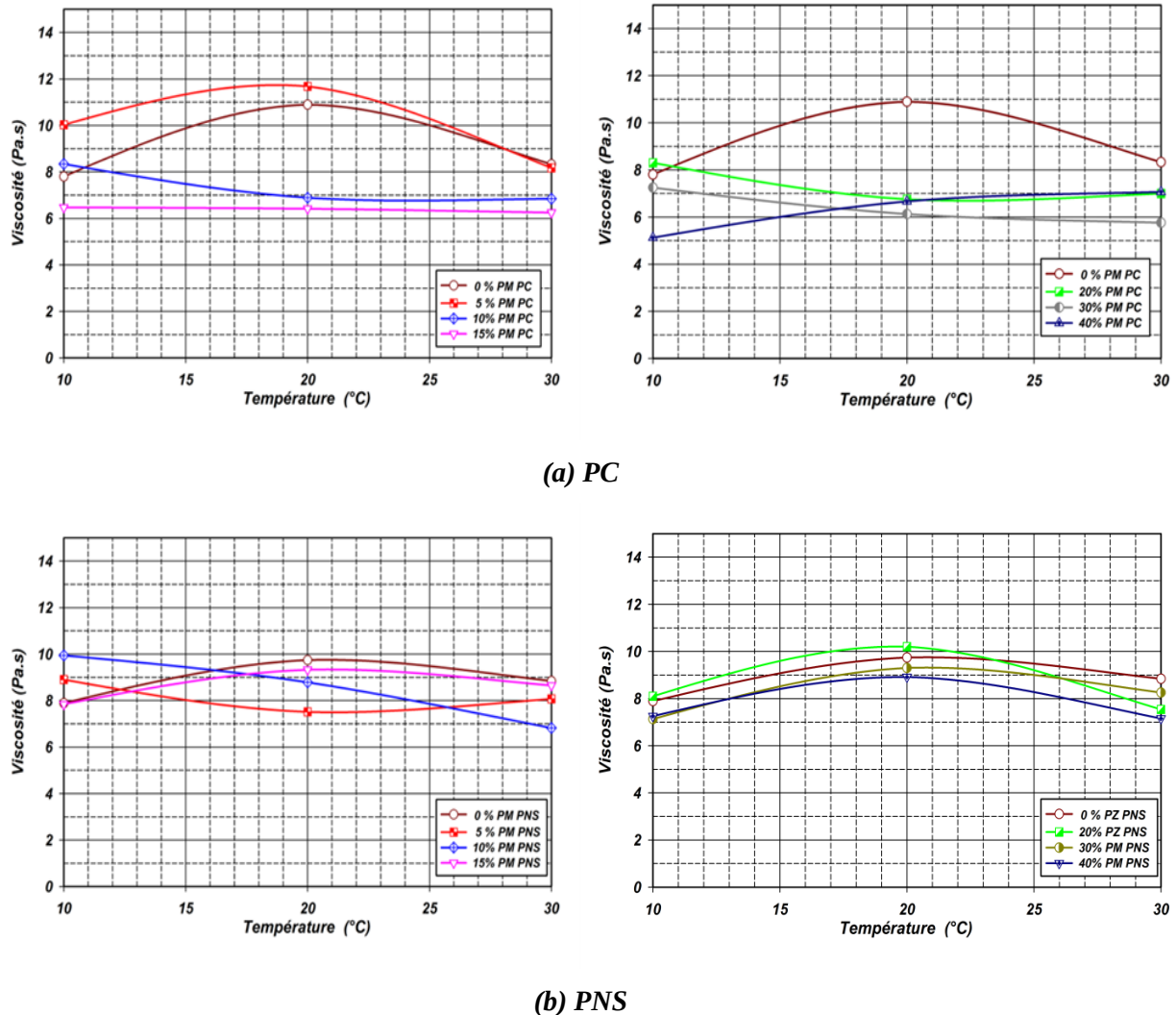
(b) PNS

**Figure4.22. Effet de la température sur le seuil de cisaillement des MBEs-PM.**

En passant aux MBE-PNS-PM on remarque que ce type de superplastifiant est moins performant par rapport au superplastifiant de type Polycarboxylates, on remarque que les valeurs de seuil de cisaillement se rapprochent beaucoup de mortier de référence à toutes les températures. On remarque aussi que les mortiers à base de Polynaphtalène sulfonates avec 5% et 10% présentent un seuil de cisaillement supérieur à celui de référence à 10°C.

La Figure 4.23 représente la variation de viscosité en fonction de température et le type de superplastifiant utilisé.

Un comportement similaire de la viscosité à celle de seuil de cisaillement qui confirme notre constatation, les MBE-PC-PM ont un effet positif de la température de 20°C à 30°C pour tous les mélanges. Toujours le mortier MBE-PC-5%PM donne une viscosité supérieure à celle de référence.



**Figure4.23.Effet de la température sur la viscosité des MBEs-PM.**

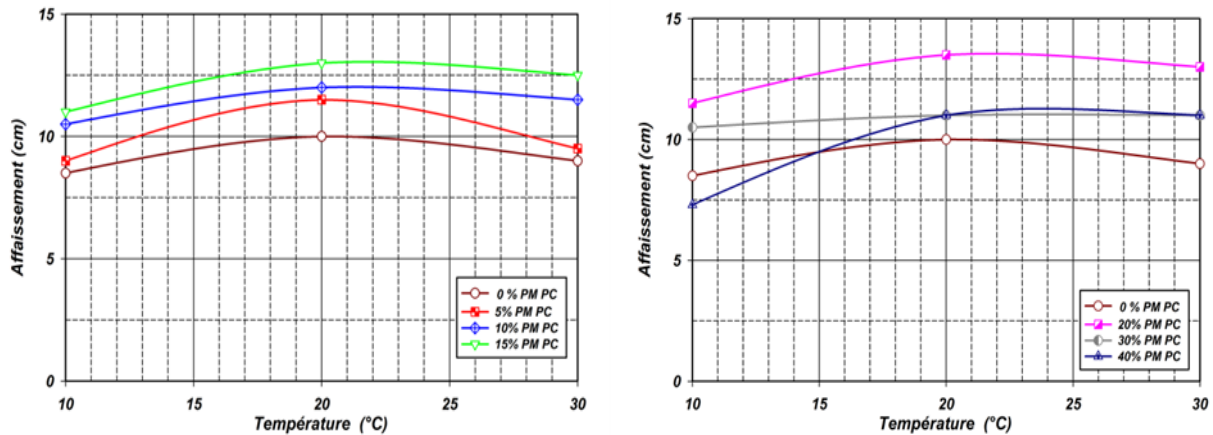
Pour les mortiers MBE-PNS-PM, la température n'a pas influé d'une manière considérable la viscosité pour tous les mélanges à différents températures, et cela est dû à l'effet de dilution assuré par la poudre de marbre.

#### 4.3.1.2 L'affaissement au mini cône

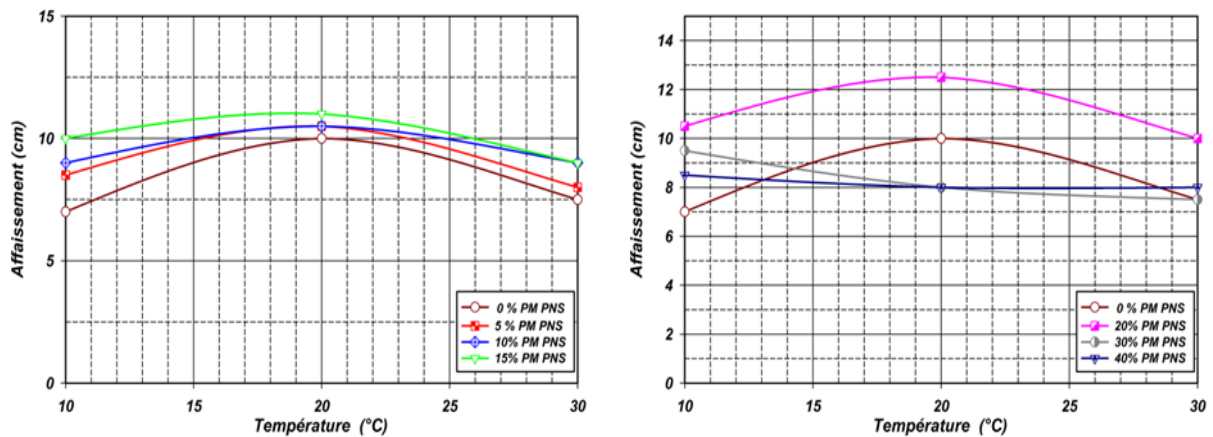
LaFigure4.24 représente la variation de l'affaissement en fonction de température et le type de superplastifiant utilisé.

Un effet positive de la température sur l'affaissement est remarqué pour les MBE-PM si on compare avec le mortier de référence, les meilleures valeurs de l'affaissement sont enregistrée pour la température standard de 20°C, Pour les deux types de superplastifiants

utilisés, à l'exception des mortiers MBE-PNS-30%PM et MBE-PNS-40%PM. L'effet positif de la haute et faible température reste toujours avec remarquer pour tous les mélanges. Donc on peut conclure que la température influe positivement sur l'affaissement quel que soit le type de superplastifiant et les conditions climatiques.



(a) PC



(b) PNS

**Figure 4.24. Effet de la température sur l'affaissement des MBEs-PM.**

#### 4.3.1.3 Temps d'écoulement

La Figure 4.25 représente la variation de temps d'écoulement en fonction de température et le type de superplastifiant utilisé.

Avec l'utilisation de deux types de superplastifiants PC-PNS, les MBE-PM sont influencés positivement par l'augmentation de la température de 10 °C à 30 °C car une diminution du temps d'écoulement s'accompagne avec cette variation de température, un comportement contradictoire à celui de précédent pour les taux de substitutions élevés 30 et

40 % qui oblige une consommation de superplastifiant de type PNS ce changement favorise le superplastifiant de type PC qui influe beaucoup plus avec ce changement climatique

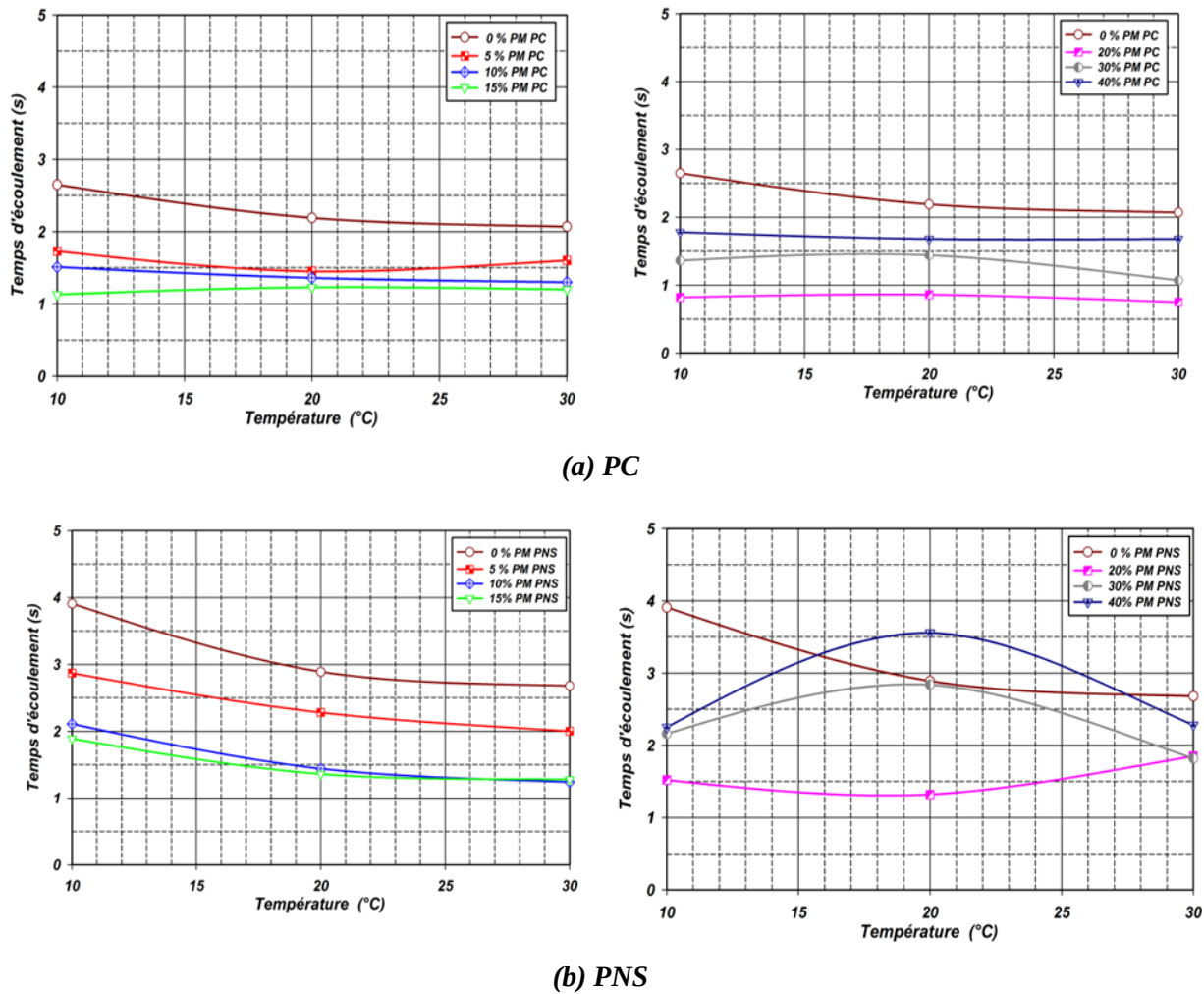
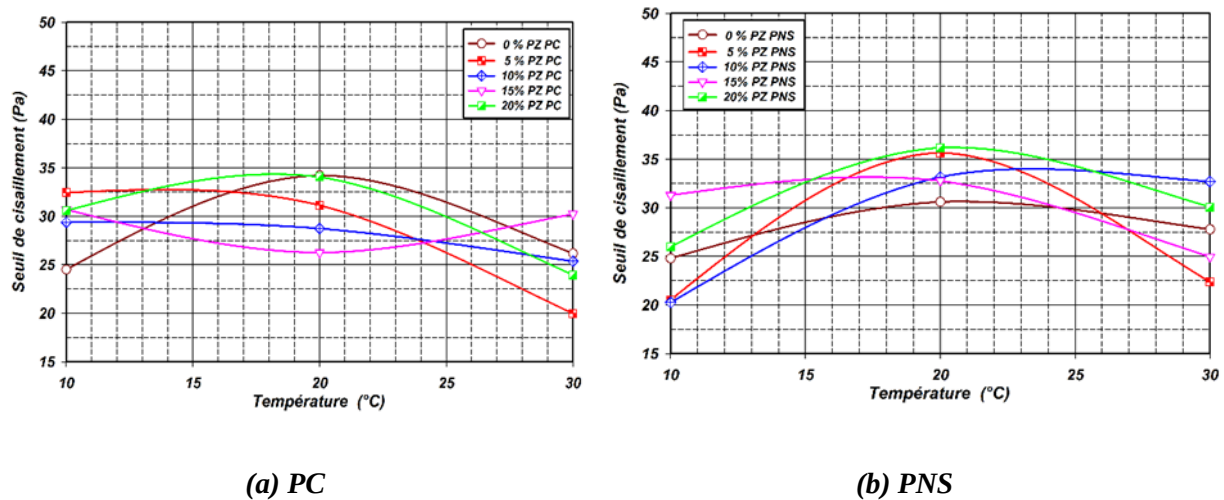


Figure 4.25. Effet de la température sur le temps d'écoulement des MBE-PM.

### 4.3.2 Mortiers MBE-PZ

#### 4.3.2.1 Les paramètres rhéologiques des mortiers à base de pouzzolane naturelle

La Figure 4.26 représente la variation de seuil de cisaillement en fonction de température et le type de superplastifiant utilisé.



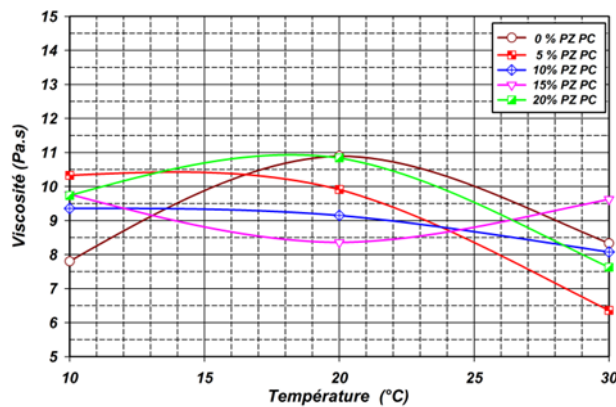
**Figure 4.26. Effet de la température sur le seuil de cisaillement des MBE-PZ.**

L'utilisation des deux types de superplastifiants PC ou PNS pour les MBEs, montrent leurs efficacités des superplastifiants à basse et haut température 10°C et 30°C. Par contre une température de 20°C présente un effet négatif sur le seuil de cisaillement. A l'exception des mélanges qui contiennent des pourcentages de 10% et 15% de pouzzolane naturelle confectionner par un superplastifiant type PC, ces mélanges présentent un comportement contradictoire à celle des autres, et cela est dû essentiellement par l'effet de pouzzolane naturelle qui joue un rôle de lubrifiant des granulats.

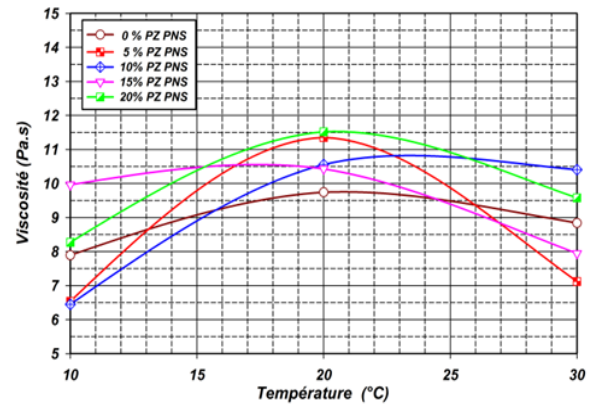
Ces résultats sont confirmés par d'autres chercheurs Yoshioka K. [30]. Avec l'élévation de la température la contrainte de cisaillement diminue, cette diminution est beaucoup plus marquée en présence d'un superplastifiant.

La Figure 4.27 représente la variation de la viscosité en fonction de température et le type de superplastifiant utilisé.

En présence d'un superplastifiant de type Polycarboxylate et un autre de type Polynaphthalène à basse et haut température 10°C et 30°C, les deux types de superplastifiants PC ou PNS influe clairement pour les MBEs, un effet positive a été remarquer pour tous les mélanges à une température de 10°C et 30°C, cette constatation est similaire de celle de seuil de cisaillement. A 20°C la viscosité des mélanges présente un effet négatif.



(a) PC



(b) PNS

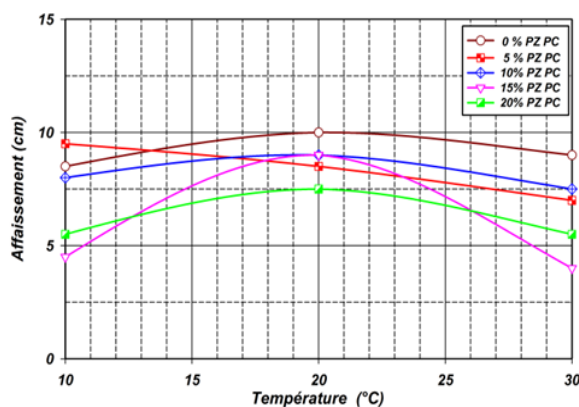
**Figure4.27. Effet de la température sur la viscosité des MBE-PZ.**

Les pourcentages de 10%et 15% de pouzzolane naturelle confectionner par superplastifiant de type PC présente un comportement positif par la diminution de la viscosité en fonction de température, et cela est dû essentiellement par l'effet de l'addition.

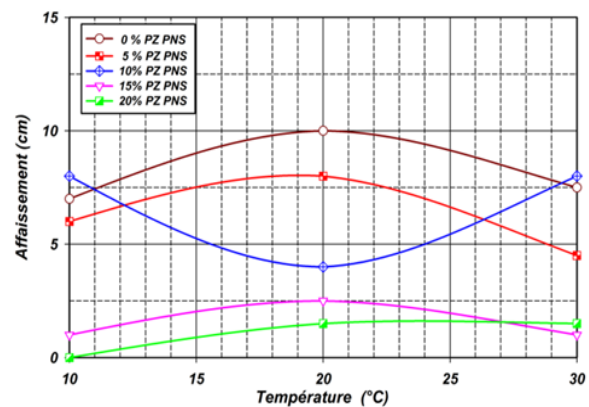
D'aprèsYoshioka K et al[30].Le coefficient de viscosité relative a tendance à diminuer avec l'élévation de température et semble relié au type de superplastifiant utilisé.

#### 4.3.2.2 L'affaissement au mini cône

LaFigure4.28 représente la variation de l'affaissement en fonction de température et le type de superplastifiant utilisé.



(a) PC



(b) PNS

**Figure4.28. Effet de la température sur l'affaissement des MBE-PZ.**

Les résultats montrent que les meilleurs affaissements sont obtenus à la température ambiante 20°C pour les mélanges formulés par des superplastifiants de type PC et PNS, on observe une diminution de l'affaissement quel que soit le degré de la température 10°C et 30°C. Sauf que le mélange de 10% formulé par un superplastifiant PNS présente un comportement différent à 20°C qui semble être favorable par rapport à 10°C et 30°C. Les mélanges formulés par un PNS donnent une diminution importante de la valeur d'affaissement pour les MBE-PNS-PZ par rapport au MBE-PC-PZ avec le changement de température, donc on peut noter que le type PNS influence négativement l'affaissement si on compare avec le superplastifiant type PC.

#### 4.3.2.3 Temps d'écoulement

La Figure 4.29 montre la variation de temps d'écoulement en fonction de température et le type de superplastifiant utilisé.

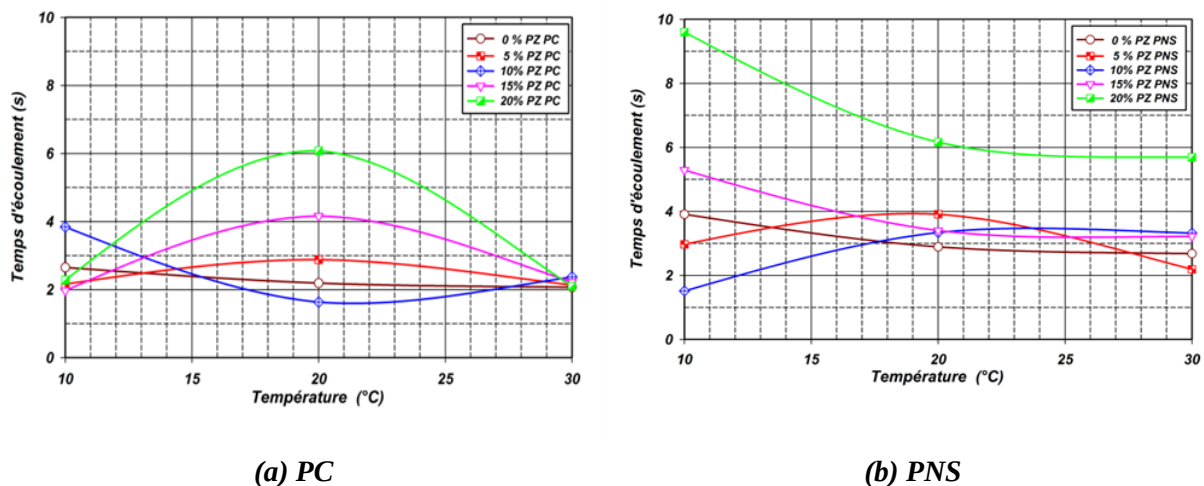


Figure 4.29. Effet de la température sur le temps d'écoulement des MBE-PZ.

L'utilisation de superplastifiants de type PC pour les MBEs à base de pouzzolane naturelle, montre leur efficacité, un comportement similaire à celle de l'affaissement a été trouvé à basse et haute température 10°C et 30°C. Par contre la température 20°C présente un effet négatif sur le temps d'écoulement. Le mélange confectionné avec 10 % de pouzzolane naturelle et avec un superplastifiant de type PC présente un comportement à l'écoulement meilleur par rapport aux autres mélanges.

Pour les mélanges avec le superplastifiant de type PNS un effet négatif à 10°C a été observé pour les mélanges avec 15% et 20% PZ. Par contre un effet bénéfique pour les

mélanges avec 5% et 10%. L'augmentation de la température au-delà de 10°C me semble être bénéfique pour tous les mélanges.

### 4.3.3 Mortiers MBE-MK

#### 4.3.3.1 Les paramètres rhéologiques des mortiers à base de métakaolin

La Figure 4.30 montre la variation de seuil de cisaillement en fonction de température et le type de superplastifiant utilisé pour les mélanges à base de métakaolin.

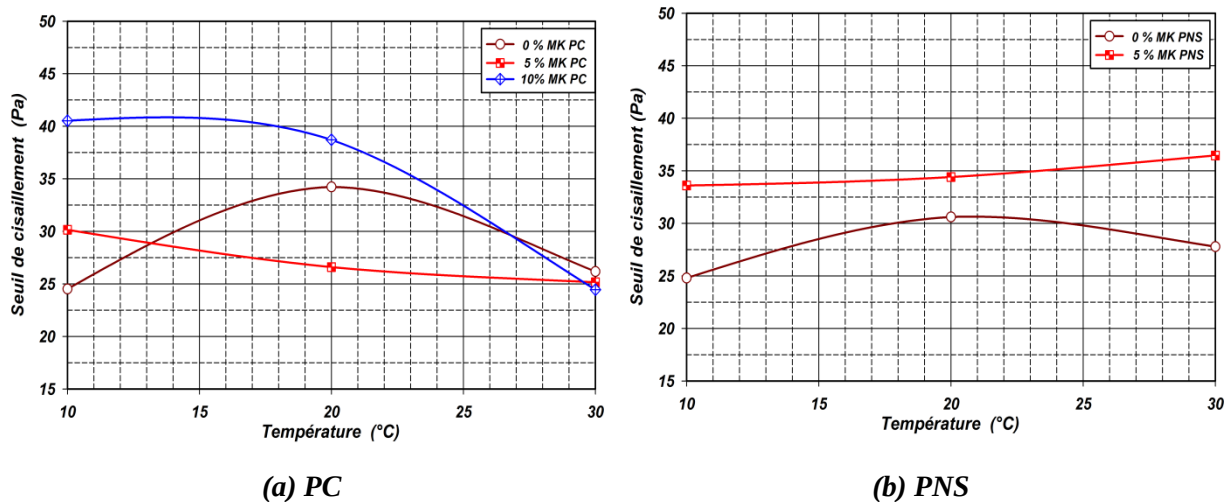


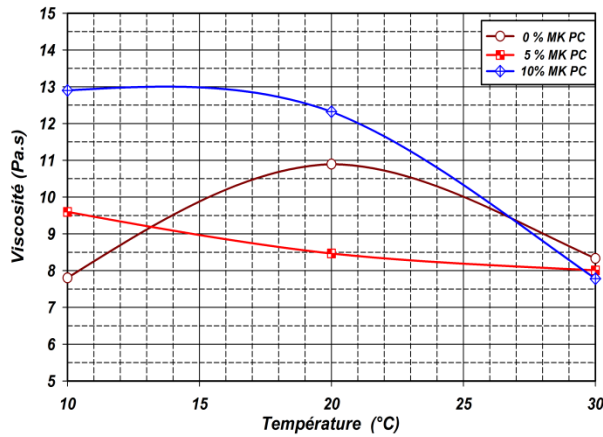
Figure 4.30. Effet de la température sur le seuil de cisaillement des MBE-MK.

A cause de phénomène constaté pour ce type d'addition, les mesures de rhéologiques à l'aide de rhéomètre sont limitées pour les deux mélanges de 5% MK et 10% MK si en utilise un superplastifiant type PC et un seul mélange avec 5% MK si on utilise un superplastifiant type PNS.

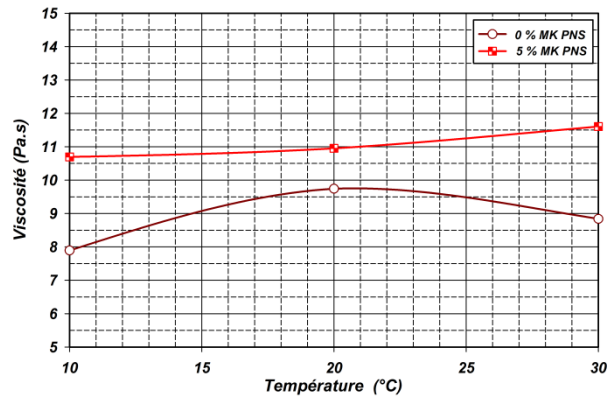
Pour le premier type de SP (PC), l'utilisation de 5% et 10% semble être bénéfique à des températures supérieures à 10°C. Par contre à 10°C ce type d'addition semble être défavorable pour le seuil de cisaillement (Figure 4.30-a).

Pour le SP (PNS) l'utilisation de 5% MK à différentes températures présente un effet négatif sur le seuil de cisaillement, et cela et du probablement à l'effet combiner de l'addition et le type de superplastifiant (Figure 4.30-b).

La Figure 4.31 représente la variation de la viscosité en fonction de température et le type de superplastifiant utilisé.



(a) PC



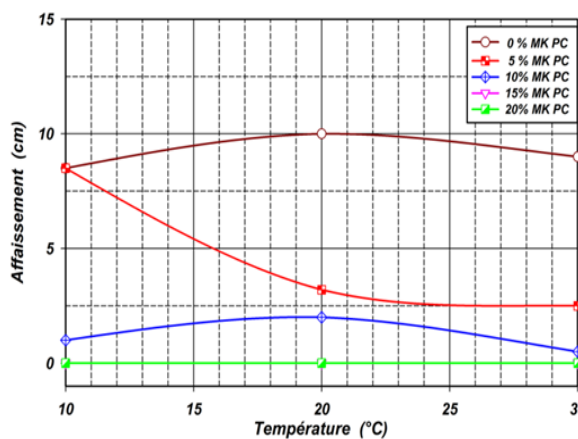
(b) PNS

**Figure 4.31. Effet de la température sur la viscosité des MBE-MK.**

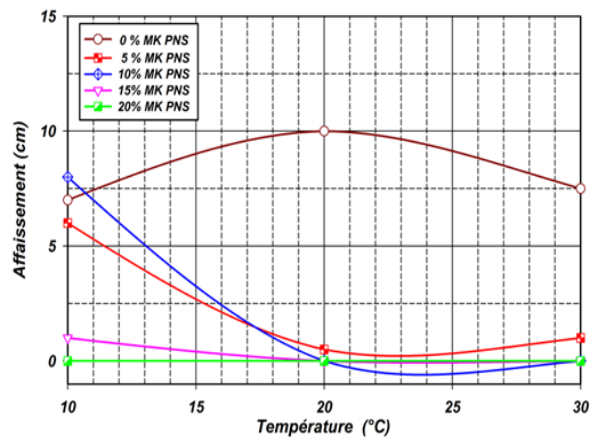
La variation de viscosité en fonction de température et le type de superplastifiant et représenté par la Figure 4.31. Des résultats similaires aux résultats de seuil de cisaillement qui confirme l'effet d'utilisation ce type d'addition et ces types des superplastifiants à base de Polynaphtalène et Polynaphtalène aux différentes températures.

#### 4.3.3.2 L'affaissement au mini cône

La Figure 4.32 représente la variation de l'affaissement en fonction de température et le type de superplastifiant utilisé pour les mélanges à base de métakaolin.



(a) PC



(b) PNS

**Figure 4.32. Effet de la température sur l'affaissement des MBE-MK.**

Les résultats montrent que la température a influé négativement avec l'utilisation de métakaolin et deux superplastifiants à base Polycarboxylate et Polynaphtalène car une diminution de la valeur de l'affaissement en fonction de la température 10°C, 20°C et 30°C, par

rapport au mortier de référence. La température, l'addition et le type de superplastifiants joue un rôle primordiale dans le comportement finale des mélanges.

#### 4.3.3.3 Temps d'écoulement

La Figure 4.33 représente la variation de seuil de cisaillement en fonction de température et le type de superplastifiant utilisé pour les mélanges à base de métakaolin.

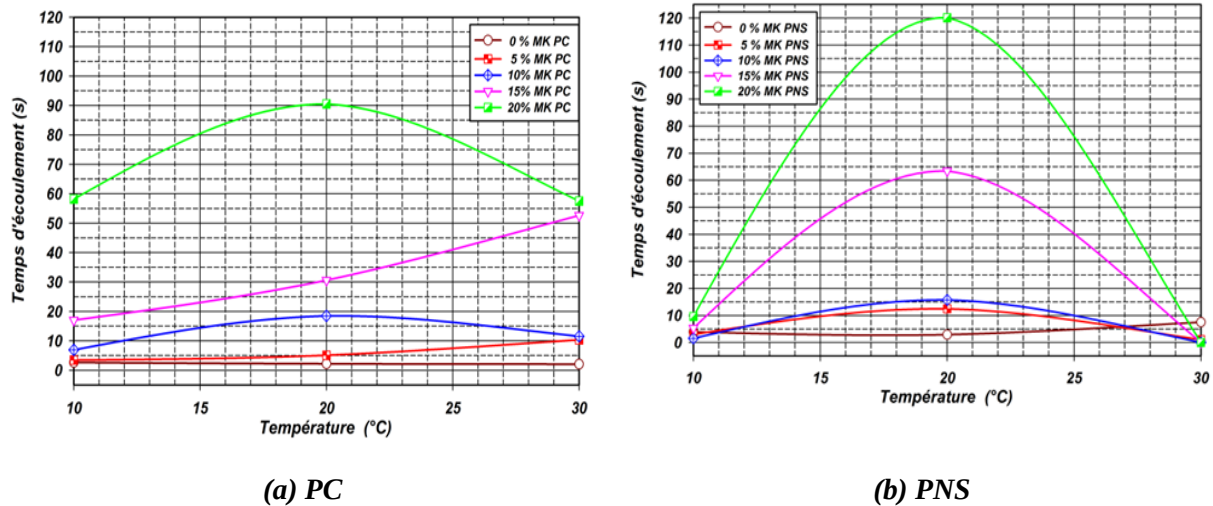


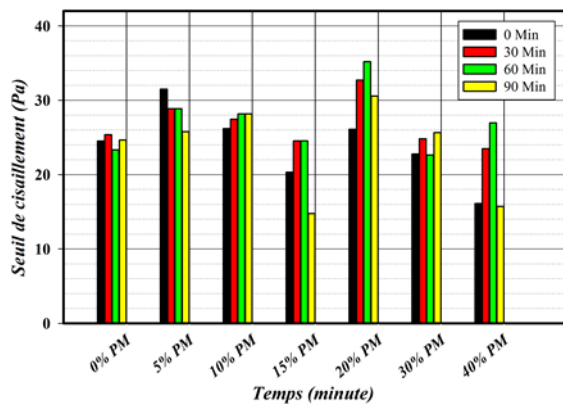
Figure 4.33. Effet de la température sur le temps d'écoulement des MBE-MK.

En remarque toujours la même allure de comportement si qui confirme les résultats de l'affaissement, on constate que la température influe négativement le temps d'écoulement par maniabilimètre LCPC, par rapport au mortier de référence. On constate aussi la température de 20°C présente l'environnement la plus défavorable pour les deux types de superplastifiants.

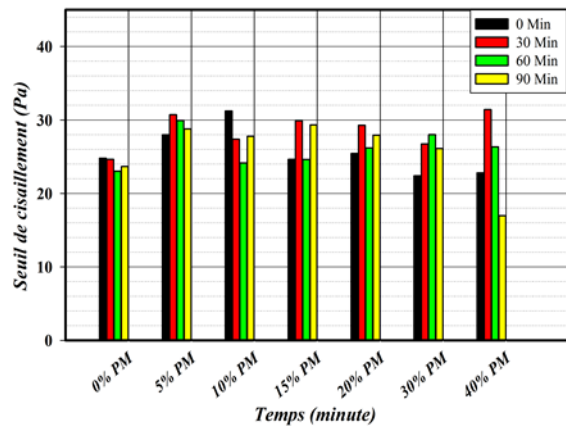
## 4.4 Maintien des paramètres rhéologiques dans le temps

### 4.4.1 Mortiers MBE-PM

Dans l'objectif de faire une simulation du transport des bétons à l'aide des camions de malaxage, ces essais fait l'objet d'étudier le maintien des paramètres rhéologiques des MBEs en fonctions du temps. Dans notre cas on a fait les mesures des paramètres rhéologiques après 30, 60 et 90 min.

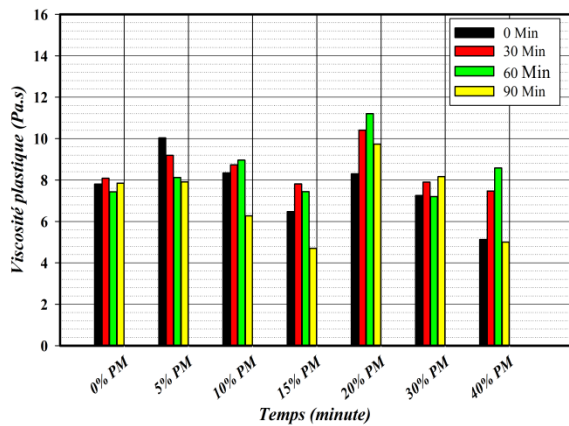


(a) PC

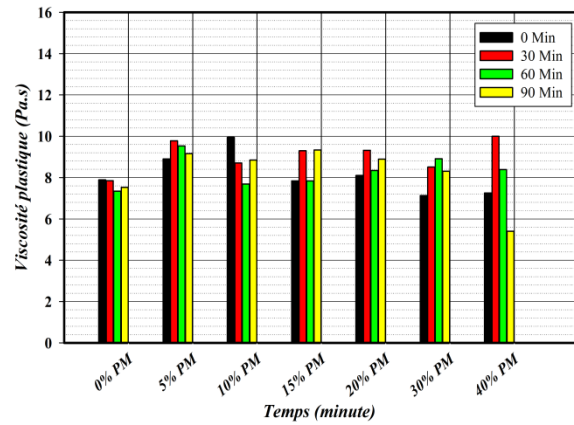


(b) PNS

Figure 4.34. Effet du temps sur le seuil de cisaillement des MBE-PM à 10°C.



(a) PC



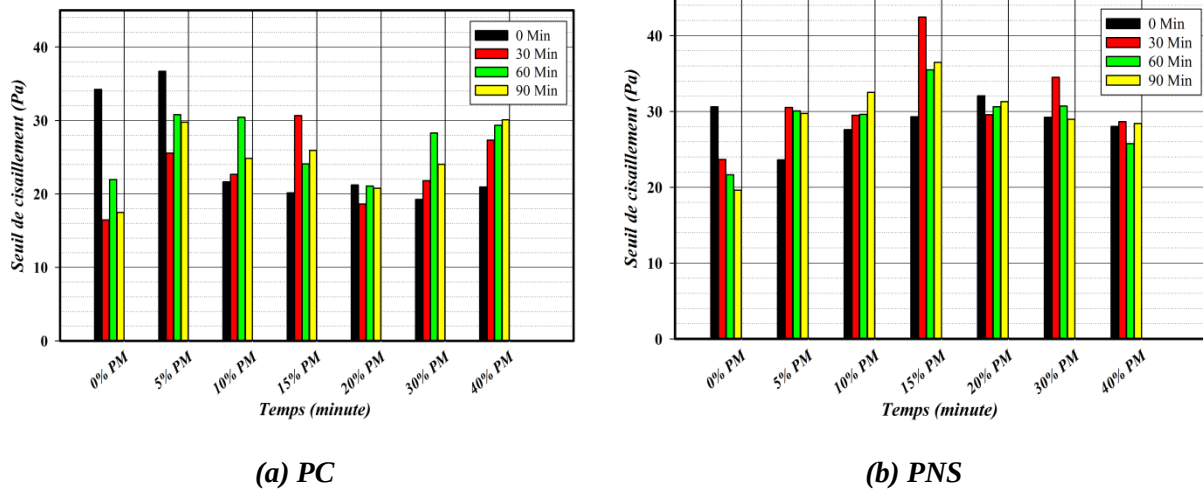
(b) PNS

Figure 4.35. Effet du temps sur la viscosité des MBE-PM à 10°C.

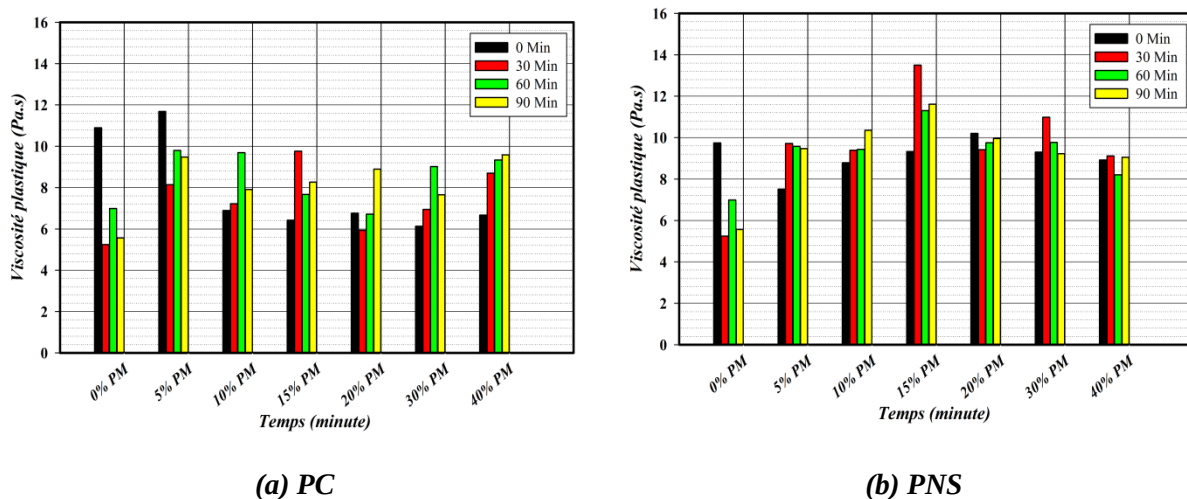
Les Figures 4.34 et 4.35 montrent l'effet du temps sur le seuil de cisaillement et la viscosité des deux MBE-PM formulé avec deux types de superplastifiant un PC et un PNS à une température de 10°C. En constate que les MBE-PC-PM, présente un maintien d'ouvrabilité jusqu'à 90 min pour les mélanges avec 5% et 10% de poudre de marbre. Au-delà de 10% de poudre de marbre les superplastifiants perte leur efficacité et cela est dû probablement par le manque du ciment.

Pour les MBE-PNS-PM un comportement similaire a été observé, la viscosité et le seuil de cisaillement augmente au-delà de 10%. Donc ce type de superplastifiant perd leur performance après 10% de poudre de marbre. Ces résultats est dû premièrement à l'effet de la

poudre de marbre puis à l'efficacité de superplastifiant avec une supériorité pour le PC, et finalement la température basse qui joue le rôle d'un retardateur d'hydratation.



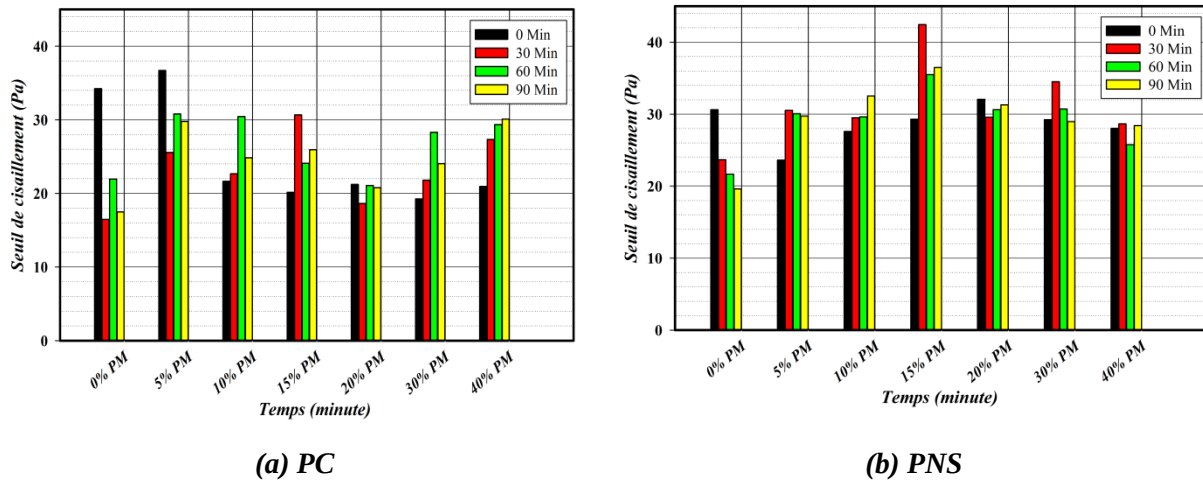
**Figure 4.36. Effet du temps sur le seuil de cisaillement des MBE-PM à 20°C**



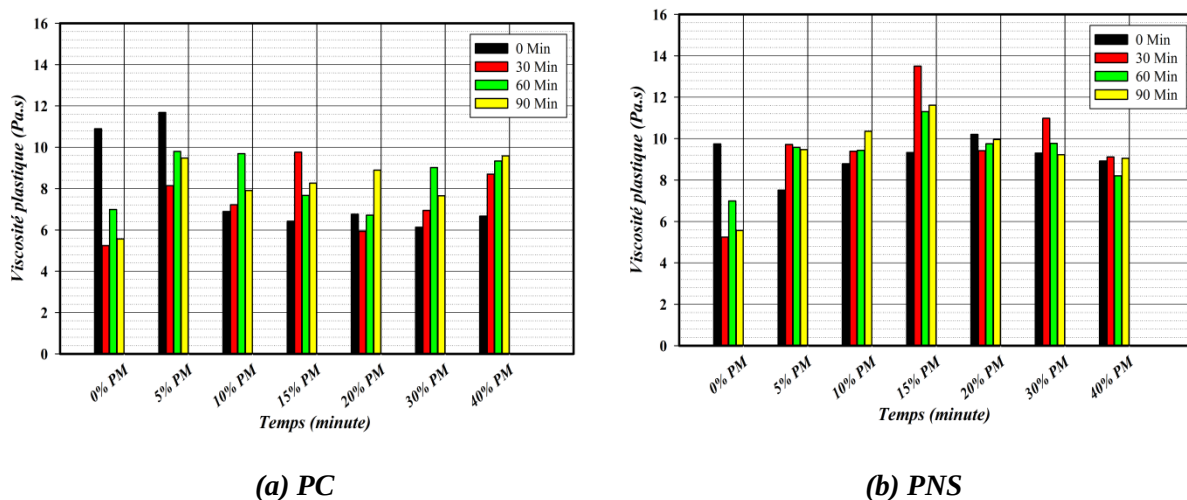
**Figure 4.37. Effet du temps sur la viscosité des MBE-PM à 20°C.**

Les Figures 4.36 et 4.37 montrent l'effet du temps sur le seuil de cisaillement et la viscosité des deux MBE-PM formulé avec deux types de super plastifiant un PC et un PNS à une température standard de 20°C. Avec l'augmentation de la température à 20°C l'effet de temps est devenu plus claire par une augmentation remarquable des valeurs de seuil de cisaillement et de viscosité pour les MBE-PC-PM et plus clairement pour les MBE-PNS-PM. Une perte d'ouvrabilité après les premiers 30min pour les mélanges qui contient plus de 5% de poudre de marbre et à base de superplastifiant type PC. Par contre pour les mortiers MBE-PNS-PM, et à cette température il me semble le superplastifiant à base de

Polynaphtalènes sulfonâtes prouve leur faible performance. A cette température l'hydratation accélère plus par rapport à 10°C qui affecte négativement l'ouvrabilité en fonction de temps.



**Figure4.38. Effet du temps sur le seuil de cisaillement des MBE-PM à 30°C**



**Figure4.39. Effet du temps sur le seuil de cisaillement des MBE-PM à 30°C**

Les Figures 4.38 et 4.39 présentent l'effet du temps sur le seuil de cisaillement et la viscosité des deux MBE-PM formulé avec deux types de superplastifiant un PC et un PNS à une température qui simule le climat chaud de 30°C. Le même comportement est observé à 20°C est répéter pour la température de 30°C, avec une augmentation des valeurs de la viscosité et le seuil de cisaillement. Les mélanges avec 5% de poudre de marbre semblent être performant avec le superplastifiant de type PC, par contre le superplastifiant de type PNS présente une performance moins visible par rapport au superplastifiant type PC.

#### 4.4.2 Mortiers MBE-PZ

Les Tableaux 4.7, 4.8, 4.9 et 4.10 donnent les résultats de maintien d'ouvrabilité des MBE-PC-PZ et MBE-PNS-PZ à différentes températures et après 30, 60 et 90 min de moment de malaxage.

En remarque que la pouzzolane naturelle favorise le maintien d'ouvrabilité jusqu'à 30 min pour les mélanges à base de Polycarboxylates. On remarque aussi le phénomène de thixotropie pour certains mélanges après 90 min de malaxage.

**Tableau 4.7. Maintien de seuil de cisaillement en fonction du temps pour MBE-PC-PZ**

| Temps (min) | Seuil de cisaillement de MBE à base d'additions minérale et PC à différentes température |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|-------------|------------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|             | 10°C                                                                                     |       |       |       | 20°C  |       |       |       | 30°C  |       |       |       |
|             | 5%PZ                                                                                     | 10%PZ | 15%PZ | 20%PZ | 5%PZ  | 10%PZ | 15%PZ | 20%PZ | 5%PZ  | 10%PZ | 15%PZ | 20%PZ |
| 0           | 32.44                                                                                    | 29.39 | 30.69 | 30.58 | 31.14 | 28.74 | 26.25 | 34.05 | 19.97 | 25.37 | 30.23 | 23.95 |
| 30          | 31.83                                                                                    | 28.87 | 37.73 | 34.96 | 32.31 | 32.31 | 31.45 | 28.62 | 29.00 | 26.65 | 33.72 | 43.75 |
| 60          | 34.65                                                                                    | 31.04 | 33.15 | 31.67 | 27.78 | 27.78 | 29.83 | 31.94 | 26.34 | 26.85 | 31.41 | 34.39 |
| 90          | 31.48                                                                                    | 43.67 | 33.36 | 26.94 | 32.05 | 32.05 | 29.92 | 31.62 | 28.82 | 10.31 | 32.43 | 28.75 |

**Tableau 4.8. Maintien de viscosité en fonction du temps pour MBE-PC-PZ**

| Temps (min) | Viscosité de MBE à base d'additions minérale et PC à différentes température |       |       |       |       |       |       |       |      |       |       |       |
|-------------|------------------------------------------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|------|-------|-------|-------|
|             | 10°C                                                                         |       |       |       | 20°C  |       |       |       | 30°C |       |       |       |
|             | 5%PZ                                                                         | 10%PZ | 15%PZ | 20%PZ | 5%PZ  | 10%PZ | 15%PZ | 20%PZ | 5%PZ | 10%PZ | 15%PZ | 20%PZ |
| 0           | 10.33                                                                        | 9.36  | 9.77  | 9.73  | 9.91  | 9.15  | 8.36  | 10.84 | 6.36 | 8.07  | 9.62  | 7.62  |
| 30          | 10.13                                                                        | 9.19  | 12.01 | 11.13 | 10.28 | 9.65  | 10.01 | 9.11  | 9.23 | 8.48  | 10.73 | 13.93 |
| 60          | 11.03                                                                        | 9.88  | 10.55 | 10.08 | 8.84  | 8.97  | 9.49  | 10.17 | 8.38 | 8.94  | 10.00 | 10.95 |
| 90          | 10.02                                                                        | 13.90 | 16.62 | 8.57  | 10.20 | 9.11  | 9.52  | 10.07 | 9.17 | 3.28  | 10.32 | 9.15  |

**Tableau 4.9. Maintien de seuil de cisaillement en fonction du temps pour MBE-PNS-PZ**

| Temps (min) | Seuil de cisaillement de MBE à base d'additions minérale et PNS à différentes température |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|-------------|-------------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|             | 10°C                                                                                      |       |       |       | 20°C  |       |       |       | 30°C  |       |       |       |
|             | 5%PZ                                                                                      | 10%PZ | 15%PZ | 20%PZ | 5%PZ  | 10%PZ | 15%PZ | 20%PZ | 5%PZ  | 10%PZ | 15%PZ | 20%PZ |
| 0           | 20.53                                                                                     | 20.26 | 31.29 | 25.98 | 35.67 | 33.17 | 32.77 | 36.19 | 22.36 | 32.69 | 24.96 | 30.08 |
| 30          | 26.93                                                                                     | 21.31 | 35.95 | 26.26 | 32.15 | 32.44 | 36.11 | 39.94 | 27.44 | 29.44 | 35.84 | 34.26 |
| 60          | 34.53                                                                                     | 20.71 | 34.84 | 31.10 | 30.38 | 31.85 | 41.79 | 33.89 | 29.44 | 28.51 | 38.99 | 29.87 |
| 90          | 31.48                                                                                     | 21.57 | 27.73 | 30.93 | 33.07 | 29.94 | 25.73 | 41.25 | 24.44 | 25.04 | 27.21 | 28.98 |

**Tableau 4.10. Maintien de viscosité en fonction du temps pour MBE-PNS-PZ**

| Temps (min) | Viscosité de MBE à base d'additions minérale et PNS à différentes température |       |       |       |       |       |       |       |      |       |       |       |
|-------------|-------------------------------------------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|------|-------|-------|-------|
|             | 10°C                                                                          |       |       |       | 20°C  |       |       |       | 30°C |       |       |       |
|             | 5%PZ                                                                          | 10%PZ | 15%PZ | 20%PZ | 5%PZ  | 10%PZ | 15%PZ | 20%PZ | 5%PZ | 10%PZ | 15%PZ | 20%PZ |
| 0           | 6.54                                                                          | 6.45  | 9.96  | 8.27  | 11.35 | 10.56 | 10.43 | 11.52 | 7.12 | 10.40 | 7.94  | 9.58  |
| 30          | 8.57                                                                          | 6.78  | 11.44 | 8.36  | 10.23 | 10.33 | 11.50 | 12.71 | 8.73 | 9.37  | 11.41 | 10.90 |
| 60          | 10.99                                                                         | 6.59  | 11.09 | 9.90  | 9.67  | 10.14 | 13.30 | 10.79 | 9.37 | 9.08  | 12.41 | 9.51  |
| 90          | 10.02                                                                         | 6.87  | 8.83  | 9.85  | 10.53 | 9.53  | 8.19  | 13.13 | 7.78 | 7.97  | 8.66  | 9.23  |

#### 4.4.3 Mortiers MBE-MK

Les Tableaux 4.11, 4.12, 4.13 et 4.14 donnent les résultats de maintien d'ouvrabilité des MBE-PC-MK et MBE-PNS-MK à différentes températures et après 30, 60 et 90 min de moment de malaxage.

Notre constatation résume d'une manière générale que le métakaolin défavorise le maintien d'ouvrabilité quel que soit le type de superplastifiant soit à base de Polycarboxylates ou bien à base de Polynaphtalène sulfonates. Avec un léger avantage pour le superplastifiant type PC par rapport au superplastifiant type PNS.

**Tableau. 4.11. Maintien de seuil de cisaillement en fonction du temps pour MBE-PC-MK**

| Temps (min) | Seuil de cisaillement de MBE à base d'additions minérale et PC à différentes température |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|-------------|------------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|             | 10°C                                                                                     |       |       |       | 20°C  |       |       |       | 30°C  |       |       |       |
|             | 5%Mk                                                                                     | 10%Mk | 15%Mk | 20%Mk | 5%Mk  | 10%Mk | 15%Mk | 20%Mk | 5%Mk  | 10%Mk | 15%Mk | 20%Mk |
| 0           | 30.15                                                                                    | 40.53 | 31.06 | 29.63 | 26.60 | 38.71 | 32.84 | 35.58 | 25.15 | 24.44 | 27.20 | 17.41 |
| 30          | 32.23                                                                                    | 30.29 | *     | *     | 33.12 | 27.68 | *     | *     | 28.61 | 25.04 | *     | *     |
| 60          | 26.90                                                                                    | 29.48 | *     | *     | 29.28 | 23.29 | *     | *     | 28.76 | 25.88 | *     | *     |
| 90          | 29.77                                                                                    | 23.10 | *     | *     | 30.00 | 31.04 | *     | *     | 22.28 | 24.19 | *     | *     |

(\*) : Paramètre rhéologique non mesurable d'une perte totale d'ouvrabilité et le mélange devient très ferme.

**Tableau. 4.12. Maintien de viscosité en fonction du temps pour MBE-PC-MK**

| Temps (min) | Viscosité de MBE à base d'additions minérale et PC à différentes température |       |       |       |       |       |       |       |      |       |       |       |
|-------------|------------------------------------------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|------|-------|-------|-------|
|             | 10°C                                                                         |       |       |       | 20°C  |       |       |       | 30°C |       |       |       |
|             | 5%Mk                                                                         | 10%Mk | 15%Mk | 20%Mk | 5%Mk  | 10%Mk | 15%Mk | 20%Mk | 5%Mk | 10%Mk | 15%Mk | 20%Mk |
| 0           | 9.60                                                                         | 12.90 | 9.89  | 9.43  | 8.47  | 12.32 | 10.45 | 11.32 | 8.01 | 7.78  | 8.66  | 5.54  |
| 30          | 10.28                                                                        | 9.64  | *     | *     | 10.54 | 8.81  | *     | *     | 9.11 | 7.97  | *     | *     |
| 60          | 8.5                                                                          | 9.38  | *     | *     | 9.32  | 7.41  | *     | *     | 9.16 | 8.24  | *     | *     |
| 90          | 9.48                                                                         | 7.35  | *     | *     | 9.55  | 9.88  | *     | *     | 7.09 | 7.70  | *     | *     |

(\*) : Paramètre rhéologique non mesurable d'une perte totale d'ouvrabilité et le mélange devient très ferme.

**Tableau. 4.13. Maintien de seuil de cisaillement en fonction du temps pour MBE-PNS-MK**

| Temps (min) | Seuil de cisaillement de MBE à base d'additions minérale et PNS à différentes température |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|-------------|-------------------------------------------------------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|             | 10°C                                                                                      |       |       |       | 20°C  |       |       |       | 30°C  |       |       |       |
|             | 5%Mk                                                                                      | 10%Mk | 15%Mk | 20%Mk | 5%Mk  | 10%Mk | 15%Mk | 20%Mk | 5%Mk  | 10%Mk | 15%Mk | 20%Mk |
| 0           | 33.60                                                                                     | 28.04 | 24.66 | 20.81 | 34.41 | 29.09 | 26.68 | 24.82 | 36.46 | 24.97 | 24.97 | 16.36 |
| 30          | 28.43                                                                                     | *     | *     | *     | 32.59 | *     | *     | *     | 28.54 | *     | *     | *     |
| 60          | 32.98                                                                                     | *     | *     | *     | 33.12 | *     | *     | *     | 18.09 | *     | *     | *     |
| 90          | 29.77                                                                                     | *     | *     | *     | 29.66 | *     | *     | *     | 20.19 | *     | *     | *     |

(\*) : Paramètre rhéologique non mesurable d'une perte totale d'ouvrabilité et le mélange devient très ferme.

**Tableau. 4.14. Maintien de viscosité en fonction du temps pour MBE-PNS-MK**

| Temps (min) | Viscosité de MBE à base d'additions minérale et PNS à différentes température |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|-------------|-------------------------------------------------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|             | 10°C                                                                          |       |       |       | 20°C  |       |       |       | 30°C  |       |       |       |
|             | 5%Mk                                                                          | 10%Mk | 15%Mk | 20%Mk | 5%Mk  | 10%Mk | 15%Mk | 20%Mk | 5%Mk  | 10%Mk | 15%Mk | 20%Mk |
| 0           | 10.70                                                                         | 8.93  | 7.85  | 6.62  | 10.95 | 9.26  | 8.49  | 7.90  | 11.61 | 7.95  | 7.94  | 5.21  |
| 30          | 9.05                                                                          | *     | *     | *     | 10.37 | *     | *     | *     | 9.09  | *     | *     | *     |
| 60          | 10.57                                                                         | *     | *     | *     | 10.54 | *     | *     | *     | 5.76  | *     | *     | *     |
| 90          | 9.48                                                                          | *     | *     | *     | 9.44  | *     | *     | *     | 6.43  | *     | *     | *     |

(\*) : Paramètre rhéologique non mesurable d'une perte totale d'ouvrabilité et le mélange devient très ferme.

## **Conclusion Générale**

L'objectif principal de cette recherche est d'examiner l'effet de la nature de superplastifiant sur le comportement rhéologique des mortiers à des bétons équivalent, ainsi que la substitution duciment avec la poudre de marbre (MP), la pouzzolane naturelle (PZ), et le métakaolin (MK) sur les propriétés rhéologiques des mortiers (MBE). Le ciment Portland Ordinaire (CPA) a été partiellement remplacé par différents pourcentages de la poudre de marbre (5-40%), de la pouzzolane naturelle (5-20%) et de métakaolin (5-20%). Les différents essais rhéologiques réalisés tel que la détermination de la viscosité et de seuil de cisaillement à l'aide d'un rhéomètre, l'essai d'affaissement par le mini-cône, l'essai de temps d'écoulement par LCPC type B, ont permis d'une part de mettre en évidence le comportement à l'état frais des mortiers et d'autre part de confirmer les possibilités d'élaborer des MBE à base de matériaux locaux en particulier la poudre de marbre, la pouzzolane naturelle et métakaolin dans différentes températures 10°C, 20°C et 30°C.

D'après les résultats obtenus, les conclusions suivantes peuvent être tirées sur les performances des superplastifiants et des additions minérales sur le comportement rhéologiques des mortiers (MBE) à faible impact environnementale.

- ❖ Le superplastifiant à base de Polycarboxylate utilisé semble plus efficace qu'un superplastifiant à base Polynaphtalène sulfonâtes.
- ❖ Les superplastifiants sont plus efficace en présence du poudre de marbre et perdre un peu de son efficacité avec la pouzzolane naturelle et du métakaolin.
- ❖ Les superplastifiants sont plus performant à température élevée 30°C spécifiquement le Polycarboxylate par rapport à 10°C et 20°C. Par contre le superplastifiant à base de Polynaphtalène sulfonâtes semble moins efficace que les Polycarboxylates.
- ❖ Le mode d'action des superplastifiants à base de Polycarboxylates avec une répulsion électrostatique et un effet strique montre un gain d'ouvrabilité par rapport au superplastifiant de type Polynaphtalènes sulfonâtes qui a un effet de répulsion électrostatique seulement.
- ❖ La viscosité varie sensiblement avec chaque addition minérale et dépend de ses propriétés et de son interaction avec le superplastifiant et les grains du ciment. La viscosité des mortiers augmente avec la présence de la pouzzolane naturelle et du

métakaolin par contre poudre de marbre entraînent une diminution de ces paramètres, est cela est dû essentiellement à la nature actif de ces additions et la demande en eau vus que la surface spécifique est élevée de ces additions.

- ❖ L'effet de la pouzzolane naturelle et le métakaolin n'est pas appréciable; le taux de cisaillement du mortier est considérablement augmenté avec l'augmentation du taux de substitution, par contre la poudre de marbre a un effet bénéfique sur l'ouvrabilité est cela et dû principalement à l'effet de dilution assuré par les fillers calcaires.
- ❖ Le maintien d'ouvrabilité est beaucoup plus assuré par le superplastifiant de type (PC) et avec l'utilisation de la poudre de marbre et un peu par la pouzzolane naturelle, par contre le métakaolin influe négativement sur le maintien d'ouvrabilité pour les deux types de superplastifiants utilisés.

## **Recommandations et perspectives**

Cette recherche a été limitée à l'étude des performances des superplastifiants sur le comportement rhéologique des mortiers (MBE) à faible impact environnemental. D'autres aspects restent à élucider et enrichir dans des futurs travaux de recherche, nous recommandons ce qui suit :

- Etude rhéologique des MBE avec des ciments ternaires et quaternaires ;
- Faire une étude rhéologique avec l'utilisation des plans d'expériences pour avoir un modèle de comportement rhéologique qui estime les paramètres rhéologiques en fonction de la nature et la température ;
- L'augmentation de la température vers 40°C et 50°C ;
- Réaliser des essais à l'état durci, et faire une étude sur la durabilité des MBE ;
- Etude sur la tribologie des MBE-PM et MBE-PZ et MBE-MK pour évaluer la pompabilité de ce type des mortiers ;

## Annexes

### Formulation de béton (METHODE DE DREUX-GORISS)

| Caractéristiques <i>des granulats</i>   | Sable | Gravette | gravier | Caractéristique du ciment :                                     |
|-----------------------------------------|-------|----------|---------|-----------------------------------------------------------------|
| Forme (Roulé - concassé)                | R     | C        | C       | Dénomination : CEMI42.5                                         |
| Qualité (Excellente - Bonne - Passable) | B     | B        | B       | Classe Vraie ( $\sigma'_c$ ) : 42.5MPa                          |
| Coefficient d'absorption                | 0.51% | 2.08     | 2.49    | Masse volumique absolue ( $\rho_s$ ) : 3157.89Kg/m <sup>3</sup> |
| Modula de finassa : Mf                  | 2.45  |          |         | Caractéristiques des adjuvants : SP30-SP40                      |
| Massa volumique absolue: $\rho_s$       | 2628  | 2660     | 2610    | Dénomination : CEMI42.5                                         |

$$F_{c28} = 25 \text{ MPa}$$

Cahier *des charges*

AFF= 7cm vibration : normal

$$\sigma'_{28} = 28.75 \text{ MPa}$$

$$D_{\max} = 16 \text{ mm}$$



Détermination de C/E

Détermination du dosage en ciment

Détermination du dosage en eau

$$C/E = 1.75$$

$$C_{\text{opt}} = 350 \text{ Kg/m}^3$$

$$C_{\text{avant correction}} = 350 \quad . \quad E_{\text{avant correction}} = 200.1 \text{ L}$$

Correction sur le dosage de pate% = 4%

C= 357

E=204.42



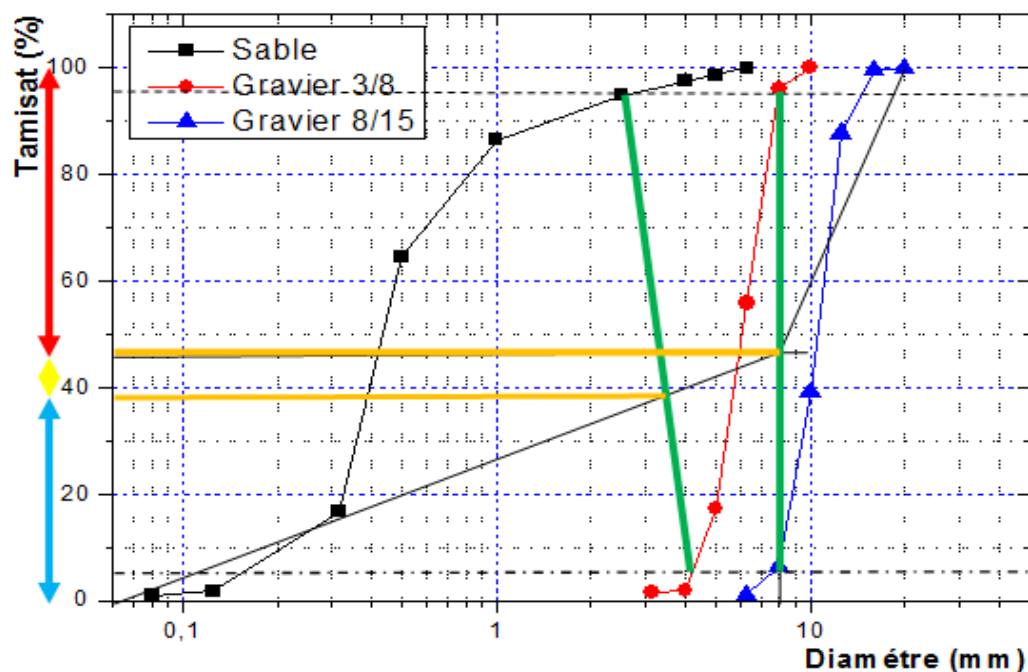
## Détermination de la droite brisée de Dreux

X = 8mm

$$k = +1$$
$$K' = -0.44$$
$$k_s = -1.44$$
$$Y = 45.56$$
$$k_p = 0(\text{pompable})$$


### Détermination des pourcentages en volume absolu de matériau

Pour détermination des pourcentages en volume absolue de matériau en trace les Courbes granulométriques (sable +gravier 3/8 +gravier 8/15).



 **Sable 0/5 : 39.4%**

 **Gravier 3/8 : 9%**

 **Gravier 8/15 : 51.6%**

**Figure IV.10 :** Courbes granulométriques (sable 0/5 +gravier3/8 +gravier 8/15).

Sable 0/5 = 39.4%

Gravier 3/8 = 9%

Gravier 8/15 = 51.6%



Détermination de la compacité du béton

$C = 0.813$

$C_0 = 0.819$

$C_1 = -0.01$

$C_2 = 0$

$V_c = 0.121 \text{ m}^3$

$V = 0.692 \text{ m}^3$   $C_3 = 0.003954$



Détermination des masses de granulats

$V_s = 0.26306 \text{ m}^3$

$S = 689.2 \text{ Kg}$

$V_g = 0.06003 \text{ m}^3$

$g = 159.7 \text{ Kg}$

$V_G = 0.34417 \text{ m}^3$

$G = 898.3 \text{ Kg}$



Formulation théorique du béton

$E_{eff} = 204.1 \text{ L}$

$E_{ab} = 15.9 \text{ L}$

$E_{tot} = 219.98$

$E_{tot}/C = 0.62$   $(G+s)/s = 1.66$

Formule :

$C = C_0 + C_1 + C_2 + C_3$

$V_c = C / \rho_{ps(c)}$

$V_s = v \cdot s\% \dots \dots \dots s = v \cdot s\% \cdot \rho_{ps(g)}$

D'après la correction et vérification, on a abouti à la formulation suivante (Tableau IV.12).

**Tableau:** Formulation de béton Après la correction.

| S/G  | E/C  | Sable<br>(kg/m <sup>3</sup> ) | Gravier<br>3/8(kg) | Gravier<br>8/15 (kg) | Ciment<br>(CEM I)<br>(kg) | Eau<br>(L) | Affaissement<br>(cm) |
|------|------|-------------------------------|--------------------|----------------------|---------------------------|------------|----------------------|
| 0.76 | 0.57 | 689.2                         | 159.7              | 898.3                | 357                       | 219.9      | 7                    |

**L'approche basée sur l'utilisation du mortier du béton équivalent MBE :**

#### **Calcul des surfaces développées par les granulats**

Au niveau des granulats il convient de considérer les différents cas pouvant se présenter:

- **Cas 1** - Les différents gravillons présentent des masses volumiques très voisines (écart inférieur ou égal à 0,05 kg/dm<sup>3</sup>)
- **Cas 2** - Les différents gravillons présentent des masses volumiques différentes (écart supérieur à 0,05 kg/dm<sup>3</sup>).
- **Cas 3** - Le cas des sables.
- Notre cas : **Cas 1** - Les différents gravillons présentent des masses volumiques très voisines (écart inférieur ou égal à 0,05 kg/dm<sup>3</sup>)

#### **A) cas des gravillons de masses volumiques voisines**

Dans ce cas, il devient possible de calculer directement la surface développée dans le béton par les grains du mélange de tous ces gravillons. Dans ce contexte, le calcul de cette surface développée est organisé chronologiquement comme suit :

- 1/ Calcul de la granulométrie du mélange des gravillons du béton.
- 2/ Définition des tranches granulaires successives dans ce mélange.
- 3/ Calcul de la masse de chaque tranche granulaire.
- 4/ Calcul du diamètre de la particule moyenne dans chaque tranche.
- 5/ Calcul du volume de la particule moyenne dans chaque tranche.
- 6/ Calcul de la surface développée de la particule moyenne dans chaque tranche.
- 7/ Calcul du volume massique de la matrice du gravillon du mélange.
- 8/ Calcul du volume total de l'ensemble des particules dans chaque tranche granulaire.

9/ Calcul du nombre de particules moyennes dans chaque tranche granulaire.

10/ Calcul de la surface développée par les particules moyennes dans chaque tranche granulaire.

11/ Somme de l'ensemble des surfaces calculées pour chaque tranche granulaire du mélange de gravillons.

**A1) calcul de la granulométrie du mélange des gravillons du béton**

Gravillons G3 et G4, qui présentent les caractéristiques suivantes :

| Caractéristiques des gravillons du béton |                      |                 |                     |
|------------------------------------------|----------------------|-----------------|---------------------|
| gravillon                                | dosage dans le béton | masse volumique | refus au tamis (ti) |
| G <sub>3</sub>                           | g <sub>3</sub>       | μ <sub>3</sub>  | Ri <sub>3</sub>     |
| G <sub>4</sub>                           | g <sub>4</sub>       | μ <sub>4</sub>  | Ri <sub>4</sub>     |

En calculant le refus à chacun des tamis couvrant l'ensemble des gravillons à recomposer.

Le passant à chacun de ces tamis est déterminé par la formule :

$$r_i = (g_3 \cdot r_{i3} + g_4 \cdot r_{i4}) / (g_3 + g_4) \quad (1)$$

De même la masse volumique du mélange est déterminée par la relation :

$$\mu_g = (g_3 \cdot \mu_3 + g_4 \cdot \mu_4) / (g_3 + g_4) \quad (2)$$

**A2) définition des tranches granulaires successives dans ce mélange**

Chaque tranche granulaire est limitée par un tamis supérieur [TM<sub>i</sub>] et par un tamis inférieur [Tm<sub>i</sub>]. Les refus correspondant à ces tamis sont respectivement RM<sub>i</sub> et Rm<sub>i</sub>(exprimé en %, par exemple 15 %).

Les tamis à considérer sont les suivants :

20 / 16 / 12,5 / 10 / 8 / 6,3 / 5 / 4 / 3,15 / 2,5 / 1,25 / 0,63 / 0,315 / 0,16 / 0,08 / <0,08 mm

**A3) calcul de la masse de chaque tranche granulaire**

La masse Mi de chaque tranche granulaire est définie par la relation :

$$M_i = (R_{m_i} - R_{M_i}) \times (g_3 + g_4) / 100 \quad (3)$$

#### **A4) calcul du diamètre de la particule moyenne dans chaque tranche**

La particule moyenne de chaque tranche granulaire est définie comme étant la particule considérée sphérique par hypothèse présentant un diamètre ( $d_i$ ) défini par la relation :

$$d_i = ( TM_i + Tm_i ) / 2 \quad (4)$$

#### **A5) calcul du volume de la particule moyenne dans chaque tranche**

Le volume de chaque type de particule moyenne est donné par la relation

$$v_i = ( \pi . d_i^3 ) / 6 \quad (5)$$

Les valeurs des volumes pour chaque type de particules moyennes sont également données en abaque pour chaque tranche granulaire.

#### **A6) Calcul de la surface développée de la particule moyenne dans chaque tranche**

La surface développée pour chaque type de particule moyenne est donnée par la relation

$$s_i = \pi . d_i^2 \quad (6)$$

Les valeurs des surfaces développées pour chaque type de particules moyennes sont également données pour chaque tranche granulaire

#### **A7) Calcul du volume massique de la matrice du gravillon du mélange**

Le volume massique de la matrice du gravillon du mélange est déterminé à partir de la masse volumique du mélange.

$$\omega = 1 / \mu_g \quad (7)$$

#### **A8) Calcul du volume total de l'ensemble des particules dans chaque tranche granulaire**

Le volume total de l'ensemble des particules contenues dans une tranche granulaire est le produit de la masse de la tranche granulaire par le volume massique de la matrice du gravillon.

#### **A9) Calcul du nombre de particules moyennes dans chaque tranche granulaire**

Le nombre de particules moyennes est alors obtenu par le rapport du volume total de l'ensemble des particules de la tranche granulaire au volume unitaire de la particule moyenne ; ces paramètres  $v_i$  et  $V_i$  ont été définis

$$N_i = V_i / v_i \quad (9)$$

**A10) Calcul de la surface développée par les particules moyennes dans chaque tranche granulaire**

La surface développée par les particules moyennes dans chaque tranche granulaire est alors représentée par le produit de la surface développée de la particule moyenne par le nombre de particules moyennes :

$$S_i = N_i \cdot s_i \quad (10)$$

**A11) Calcul de la somme de l'ensemble des surfaces calculées pour chaque tranche granulaire du mélange de gravillon**

La somme de l'ensemble des surfaces calculées pour chaque tranche granulaire du mélange de gravillon représente la surface développée de l'ensemble des gravillons :

$$SD = \sum S_i \quad (11)$$

*i*

## Références bibliographiques

- [1] Julie Hot, «*Influence des polymères de type superplastifiants et agents entraîneurs d'air sur la viscosité macroscopique des matériaux cimentaires* », thèse de doctorat, université de Paris-est, 2013.
- [2] Marjorie Petitpain, «*Béton à faible impact environnemental pour l'industrie du béton : accélération du durcissement des bétons à base de liants ternaires* », thèse de doctorat, université de Lille, 2017.
- [3] Adjoudj M, Ezzian K, « Perte d'efficacité d'un superplastifiant en présence d'un ciment composé sous température élevée », *nature et technologie*, 2012.
- [4] Ohta A., Sugiyamat. Tanakay. « Fluidizing mechanism and application of Polycarboxylate-based superplasticizers ». *Proceedings Fifth CANMET/ACI International Conference, Roma. Superplasticizers and Other Chemical Admixtures in Concrete*, pp. 359-378, 1997. Roma –Italy
- [5] Perche F. «*Adsorption de Polycarboxylates et de Lignosulfonates sur poudre modèle et ciments* ». Thèse de Doctorat, École Polytechnique Fédérale de Lausanne, 2004
- [6] Yamada, K., s. Ogawa, and S. Hanehara, «Controlling of the adsorption and dispersing force Of Polycarboxylate-type superplasticizer by sulfateconcentration in aqueous phase». *Cement and ConcreteResearch*, 2001.31: p. 375-383.
- [7] Uchikawa. H., Hanehara S., Sawaki. D.: « Effect of electrostatic and steric repulsive force of organic admixture on the dispersion of cement particles in fresh cement paste». *Proceedings in10th International Congress of Chemistry of Cement*, Goteborg, 1997
- [8] Ohtaa, Sugiyamat. Tanakay. « Fluidizing mechanism and application of Polycarboxylate-based superplasticizers ». *Proceedings Fifth CANMET/ACI International Conference, Roma. Superplasticizers and Other Chemical Admixtures in Concrete*, pp. 382-389, 1997. Roma – Italy.
- [9] Hirsch C.M.: «*Untersuchungen zur Wechselwirkung zwischen polymeren Fließmitteln Und Zementen bzw. Mineralphasen der frühen Zementhydratation*». *Thèse de Doctorat, Technischen Universität, München*, 2005.
- [10] Ramachandran V.S., Malhotra V.M., Jolicoeur C., Spiratos N. : «Superplasticizers: properties and applications in concrète». *CANMET*, 404 pages, 1998.
- [11] Kantro D.L.: «Influence of water-reducing admixtures on properties of cement paste - A Miniature slump test». *Journal of Cement, Concrète and Aggregates*, Vol. 2, No. 2, pp. 95-102, 1980.
- [12] Rixom R., Mailvaganam N.: «*Chemical Admixtures for Concrète*». *E & FN Spon*, Londres, Royaume-Uni, 1999.
- [13] Plank J., Stephan D., Hirsch C.M. : «*Bauchemie. Dans : Winnacker/Küchler : Chemische Technik – Prozesse und Produkte*». *Wiley – VCH, Weinheim*, pp. 1-168, 2004.
- [14] Jolicoeur C., Nkinamubanzi P.-C., Simard M.-A., Piote, M.: «Progress in understanding the functional properties of superplasticizers in fresh concrete». *Proceedings of 4th CANMET/ACI International Conference on Superplasticizers and Other Chemical Admixtures in Concrete*, ACI SP-148, pp. 63-88, 1994.
- [15] [http://www.dailymotion.com/video/x6s8ia\\_les-superplastifiants-la-magie-du-b\\_tech](http://www.dailymotion.com/video/x6s8ia_les-superplastifiants-la-magie-du-b_tech)
- [16] Yoshika K., Tazawa E., Kawai K., Enhota T., «Adsorption characteristics of superplasticizers on cement components minirals», *Cement and concrete research*, vol. 32, 2002, pp. 1507-1513.
- [17] Nawa T., Eguchi H., «Effect of cement characteristics on the fluidity of cement paste containing an organic admixture», *Proceedings of the 9th International Congress on the*

- Chemistry of Cements*, vol. 4, 1992, pp.597-603.
- [18] Blank B., Rossington D.R., Weinland JR, L.A., «Adsorption of admixtures on portland cement», *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 46, 1963, pp. 395-399.
  - [19] François P., «Adsorption de Polycarboxylates et de lignosulfonates sur poudre modèle et ciment», *Thèse de doctorat à l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne*, 2004, 320p.
  - [20] Rickert J. : «ZumEinflussvonLangzeitverzögerernauf der Basis vonPhosphonsäureauf die Hydratation einzelnerKlinkerphasen, Portland Zementklinkerund Portland zemente». *Schriftenreihe der Zementindustrie*, Heft65/2004, 2004.
  - [21] Regourd M. :« Microstructures et propriétés des ciments, mortiers et bétons. Ciments, Bétons, Plâtres, Chaux, No». 734, pp. 41-48, 1982.
  - [22] Diamond S.: «Cement pastes: rheology, evolution of the properties and structures». *7e Congrès International de la Chimie des Ciments*. Editions Septima Paris, Vol. 4, pp. 113-128, 1980.
  - [23] Flatt Et al. «Superplasticizers and rheology of concrete», *Understanding rheology of concrete, éditionRoussel*, N., p. 144-208. 2012.
  - [24] Kreijger P.C.: «Plasticizers and dispersing admixtures». *International congress on admixtures*, Londres, Royaume-Uni, 1980.
  - [25] Tadmor, R.; Hernáández-Zapata, E.; Chen, N.; Pincus, P.; Israelachvili, J. N.: Debye length and double-layer forces in polyelectrolyte solutions. *Macromolecules*, Vol. 35, No. 6, pp. 2380-2388, 2002.
  - [26] Salmang H., Scholze H.: *Keramik*. 3ème édition, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2007.
  - [27] Houst Y. F., Flatt R. J., Bowen, P., Hofmann H., Maeder U., Widmer J., Sulser U., Buerge T. A. : «Optimization of superplasticizers: From research to application». *Proceeding of the International RILEM Conference on the role of admixtures in High Performance Concrete*, RILEM Publications s.a.r.l., Cachan, France, pp. 121-134, 1999.
  - [28] Yoshioka K., Tazawa E.-I.,Kawai K., Enohata T.:« Adsorption characteristics of superplasticizers on cement component minerals». *Cement and Concrete Research*, Vol. 32, No. 10, pp. 1507-1513, 2002.
  - [29] Blask O.: «ZurRheologie vonpolymermodifizier ten Bindemittelleimen und Mörtelsystemen». *Thèse de Doctorat*, UniversitätGesamthochschule Siegen, 2002.
  - [30] Yoshioka K., Sakai E., Daimon M., Kitahara A.: « Role of steric hindrance in the performance of superplasticizers for concrete». *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 80, No. 10, pp. 2667-2671, 1997.
  - [31] Plank, J.; Schwerd, R.; Vlad, D.; Brandl, A.; Chatziagorastou, P., *Kolloidchemische«AspektezurVerflüssigungvonZementleimenmitPolycarboxylaten*, GDCh-Monographie», Vol. 31, pp. 58 -69, 2004.
  - [32] Uchikawa H., Uchida S., Ogawa K., Hanehara S.: « Influence of CaSO<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O, CaSO<sub>4</sub>.1/2H<sub>2</sub>O and CaSO<sub>4</sub> on the initial hydration of clinker having different burning degree». *Cement and Concrete Research*, Vol. 14, No. 5, pp. 645-656, 1984.
  - [33] Collepardi M., Corradi M., Valente M., « Influence of polymerization of sulfonated naphthalene condensate and its interaction with cement», *In 2nd CANMET/ACI International Conference on Superplasticizers and Other Chemical Admixtures in Concrete*,Ottawa, 1981, SP-68, pp 485-498.
  - [34] Chong-, Z.L, Nai, Q.F., Yong, D.L, Rong, J.C., «Effects of polyethylene oxide chains on the performance of Polycarboxylate-type water-reducers », *Cement and concrete research*, vol. 35, 2005, pp. 867-873.
  - [35] Riesser A.: «Cement-Superplasticizer Interactions at Ambient Temperatures. Rheology, Phase Composition, Pore Water and Heat of Hydration of Cementitious Systems». *Thèse de Doctorat*,

- Swiss Federal Institute of Technology, Zürich, 2002.
- [36] Yamada K., Ogawa S., Hanehara S.: «Controlling of the adsorption and dispersing force of Polycarboxylate-type superplasticizer by sulfate ion concentration in aqueous phase Cement and Concrete Research», Vol. 31, No. 3, pp. 375-383, 2001.
  - [37] Plank, J., «Current Developments on Concrete Admixtures in Europe» *Proceeding of the Symposium on Chemical Admixtures in Concrete, Dalian, Chine, pp. 13-27, 2004*
  - [38] Neubauer CM., Yang M., Jennings HM., "Interparticle potential and sedimentation Behavior of cement suspension: Effects of admixture", *Advanced Cement Based Materials*, vol. 8(1), 1998, pp. 17-27.
  - [39] Banfill PFG., «A discussion of the papers. Rheological properties of cementmixes», by Daimon, and Roy, *Cement and concrete research*, vol. 9(6), 1979, pp. 795–6.
  - [40] Uchikawa H., Hanehara H., Sawaki D., «The role of steric repulsive force in the dispersion of cements particles in fresh paste prepared with organic admixture», *Cement and concrete research*, vol. 27(1), 1997, pp. 37-50.
  - [41] Palacios M., Puertas F.: «Effect of superplasticizer and shrinkage-reducing admixtures on alkali-activated slag pastes and mortars». *Cement and Concète Research*, Vol. 35, No. 7, pp. 1358-1367, 2005.
  - [42] Perche F. : «Adsorption de Polycarboxylates et de lignosulfonates sur poudre modèle et ciments». *Thèse de Doctorat, École Polytechnique Fédérale de Lausanne*, 2004.
  - [43] Spiratos N., Pagé M., Mailvaganam N.P., Malhotra V.M., Jolicoeur C.: «Superplasticizers for Concrete: Fundamentals, Technology, and Practice, Ed». *CANMET*, Ottawa, Canada, 2003.
  - [44] Coussot P., Grossiord J., «Comprendre la rhéologie, de la circulation du sang à la prise du béton», *EDP Science*, 2002.
  - [45] De Larrard F., Belloc A., «L'influence du granulats sur la résistance à la compression des bétons», *Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées* – 219 – janvier –février 1999 – REF, 4246 – PP.41-52.
  - [46] Couarraze G., Grossiord J.L., «Initiation à la rhéologie », Lavoisier. 1983.
  - [47] Ferraris CF., «Measurement of the Rheological Properties of High Performance Concrete: State of the Art Report», *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol*, vol. 104 (5), 1999, pp. 461-478.
  - [48] Barnes H. A., Hutton J. F., Walters, K. «An introduction to rheology», *Elsevier, Amsterdam*.(1993)
  - [49] Esping, 2007 Chiocchio G And Paoilini AE., «Optimum time for adding superplasticizers to portland cement pastes», *Cement and concrete research*, vol. 15, 1985, pp. 901-8.
  - [50] Yen T. Tang CW., Chang CS., Chen KH., «Flow behaviour of high strength high-performance concrete», *Cement and concrete composites*, vol. 21, 1999, pp. 413-24.
  - [51] Kim BJ., «The adsorption behavior of PNS superplasticizer and its relation to fluidity of cement paste», *Cement and concrete research*, vol. 30, 2000, pp. 887-93.
  - [52] Aîtcin PC., «Les Superplastifiants : des Réducteurs d'eau pas comme les autres» *Recueil de conférences présentées à l'Université de Sherbrooke*, 1990.
  - [53] Flatt RJ., Houst YF., «A simplified view on chemical effects perturbing the action of superplasticizer», *Cement and concrete research*, vol. 31, 2001, pp. 1169-76.
  - [54] Sugamata T., Hibino M., Ouchi M., Okamura H., «A study of particle dispersion effect of Polycarboxylate-based superplasticizers», *Transactions of the Japan Concrete Institute*, vol. 21, 1999, pp. 7-14.
  - [55] Shindoh T And Matsuoka Yh., «Developement of combinaison type self compacting concrete and Evaluation test methodes», *Journal of Advanced Concrete Technology*, vol. 1(1), 2003, pp. 26-36.

- [56] Hu C., «Rhéologie des bétons fluides», *Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Etudes et Recherches des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, Paris, France OA16, 1995, 203 p.
- [57] Malhotra VM. Andmalanka D., «Performance of Superplasticizers in Concrete», *Laboratory Investigations—Part I. Intern. Symp. Superplasticizers in Concrete*, Ottawa, Canada. 1978; II: 673-707.
- [58] Lessard M., «Using superplasticizers in high performance concretes», *Proceedings conference, Sherbrooke*, Canada, 1990, pp 65-83.
- [59] Uchikawa H., Hanehara S., Shirasaka T., Sawaki D., «Effect of admixture on hydration of cement, adsorptive behaviour of admixture and fluidity and setting of fresh cement paste», *Cement and concrete research*, vol. 22, 1992, pp. 1115-1129.
- [60] Falikman VR., Sorokin YV., Vainer AY., Bashlykov NF., «New high performance Polycarboxylate superplasticizers based on derivative copolymers of maleinic acid», *Proceedings of the International Conference on Admixtures-enhancing, Concrete performances*, p. 41-46, Skotl and, U.K., 6 july 2005.
- [61] Lachemi M., Hossain KMA., Lambros V., Nkinamubanzi PC., Bouzoubaâ N., «Performance of new viscosity modifying admixtures in enhancing the rheological properties of cement paste», *Cement and concrete research*, vol. 34(2), 2004, pp. 185-193.
- [62] Khayatkh. «Viscosity-enhancing admixtures for cement-based materials - An overview», *Cement and concrete composites*, vol. 20(2-3), 1998, pp. 171-188.
- [63] Golaszewski Jg., Szwabowski J., «Influence of superplasticizers on rheological behaviour of fresh cements mortars», *Cement and concrete research*, vol. 34, 2004, pp. 235-248.
- [64] Park CK., Noh MH., Park TH., «Rheological properties of cementitious materials containing mineral admixtures». *Cement and concrete research*, vol. 35, 2005, pp. 842-49.
- [65] Husson S., «Etude physico-chimique et mécanique des interactions ciment-fillers, Application aux mortiers», *thèse de Doctorat, ENSM Saint-Etienne et INP Grenoble*, mars 1991, 166p.
- [66] Hafid H., «Influence des paramètres morphologiques des granulats sur le comportement rhéologique des bétons frais», *Thèse de doctorat de l'Université Paris paris-est*, 2012, 162p.
- [67] Zhang, L., Glasser, F. P. (2002) «Hydration of calcium sulfoaluminate at less than 24 hours», *Advance in Cement Research*, vol. 14, n° 4, p. 141-165.
- [68] Krachai RM., Bouabdallah MA., Abdelhadi H., Hamou K., «Influence de la pouzzolane de beni-saf sur les performances mecaniques des betons autoplaçants», *1st International Conference on Sustainable Built Environment Infrastructures in Developing Countries ENSET Oran (Algeria)* – October 12- 14, 2009.
- [69] Bellifa S., «Evolution de la porometrie des pates autoplaçantes» *Universite aboubekr belkaid – tlemcen faculte de technologie departement de genie civil, memoire en vue de l'obtention du diplôme de magister en génie civil*, 2012, 75 p.
- [70] Belaidi. A.S.E., « Contribution à l'étude rhéologique et durabilité de béton autoplaçant apport des ajouts cimentaire ternaires et fillers locaux et industriels » *Saad dahleb de Blida*, Blida, (2013).
- [71] Smgh NB et Singh SP. *Journal of Scientific and Industrial Research*, vol. 52, 1993, pp. 661-675.
- [72] Griesser A., «Cement-superplasticizer interactions at ambient temperatures: rehology, phase composition, pore water and heat of hedration of cimentitious systemes», *Thèse de doctorat de l'Institut de Technologie Fédéral, Suisse*; 2002, h147p.



**FACULTE: GENIE CIVIL ET D'ARCHITECTURE**

**DEPARTEMENT : GENIE CIVIL**

**RESUME DE MEMOIRE DE MASTER**

**-Domaine :** science et technologie - **Filière :** génie civil - **Option :** Matériaux de génie civil.

**Thème :** Performance des superplastifiants à base de Polycarboxylates et Polynaphtalène sulfonates sur le comportement rhéologique des mortiers à faible impact environnemental.

**Encadré par:** Mr. BELAIDI Akram Salah Eddine

**Présenté par :** Arradi Djamel Et Kiboub Mohamed Yacine

**ملخص**

تم تحسين تنفيذ وأداء المواد الإسمنتية باستخدام المواد المضافة البوليمرية في الخلطات. ومن بين الإضافات الأكثر استخداماً على نطاق واسع في إعداد الخرسانة، هناك الملدنات، وتفضل لقدرتها على تحسين الخواص الريولوجية للخرسانة وإعطائها سلوك ميكانيكي أفضل من خلال خفض نسبة E/C. كما تعتبر درجة الحرارة واحدة من أهم العوامل التي تؤثر على فعالية الإضافات البوليمرية في خلطات الخرسانة. هاته العلاقة لم يتم شرحها بالكامل بعد. أجري برنامج تجريبي واسع النطاق لتسليط الضوء على أداء نوعين من الملدنات الأولى من النوع بولي كربوكسيلات (PC)، والثاني من النوع بولي نفتالين سلفونات (PNS) على سلوك الريولوجي للمونات ذات التأثير بيئي منخفض. وتمت من خلال هاته الدراسة أيضاً دراسة تأثير ثلاثة إضافات معدنية مختلفة من خلال الأنظمة الثنائية. وبالإضافة لذلك تطرقنا لدراسة ثلاث درجات الحرارة وهي، 10°م، 20°م و 30°م مع إعطاء اهتماماً خاصاً لوقت بعد الخلط على خصائص الريولوجية للمونات وذلك بعد 30 د، 60 د و 90 دقيقة. حيث أظهرت النتائج أن الملدنات من النوع بولي كربوكسيلات تثبت فعاليتها بالمقارنة مع الملدنات النوع بولي نفتالين سلفونات. وذلك من خلال أداء جيد في درجات الحرارة العالية والمنخفضة. بالإضافة إلى ذلك، فإن إضافة مسحوق الرخام في استبدال الإسمنت مفيد حتى 20% كما بينت الدراسة أن البوزولان الطبيعي والميتاكاولان يؤثران سلباً على قابلية التشغيل.

**كلمات مفتاحية:** الإضافات البوليمرية، الخواص الريولوجية، الملدنات، المونات، بولي كربوكسيلات، بولي نفتالين سلفونات

**Résumé**

La mise en œuvre et les performances des matériaux cimentaires ont été améliorées par l'utilisation des adjuvants polymères dans les formulations. Parmi les adjuvants les plus utilisés actuellement dans la préparation du béton, on trouve les superplastifiants, préférés pour leur capacité d'améliorer les propriétés rhéologiques du béton et de lui conférer un meilleur comportement mécanique en diminuant le rapport E/C. La température est l'un des facteurs les plus importants affectant l'efficacité des adjuvants polymères dans le mélange de béton. Cette relation n'est pas encore entièrement expliquée. Un programme expérimental très étendu est mené pour mettre la lumière sur les performances de deux types de superplastifiants, l'un à base de Polycarboxylates (PC), et l'autre à base Polynaphtalène sulfonates (PNS) de sur le comportement rhéologique des mortiers à faible impact environnemental. Ainsi que l'effet de trois différents ajouts minéraux dans des systèmes binaires. Toutefois trois températures sont visées dans cette étude, 10°C, 20°C, et 30°C. Une attention particulière est portée sur l'effet de temps après malaxage 30, 60 et 90 min sur les propriétés rhéologiques des mortiers. Les résultats montrent que le superplastifiant à base Polycarboxylate (PC) prouve son efficacité par rapport aux superplastifiants à base de Polynaphtalène sulfonates (PNS). Cependant leur efficacité est appréciée à haute et basse température. En outre l'ajout de la poudre de marbre en substitution de ciment est bénéfique jusqu'à 20% tandis que la pouzzolane naturelle et le métakaolin ont affecté négativement l'ouvrabilité.

**Mots clé:** adjuvants polymères, superplastifiants, propriétés rhéologiques, Polycarboxylates (PC), Polynaphtalène sulfonates (PNS), la pouzzolane naturelle, le métakaolin, de la poudre de marbre

**Abstract**

The implementation and performance of the cementitious materials have been improved by the use of polymeric additives in the formulations. Among the most commonly used adjuvants in the preparation of concrete are superplasticizers, preferred for their ability to improve the rheological properties of concrete and give it a better mechanical behavior by reducing the ratio W/C. Temperature is one of the most important factors affecting the effectiveness of polymer additives in the concrete mix. This relationship is not yet fully explained.

A very extensive experimental program is conducted to shed light on the performance of two types of superplasticizers, one based on Polycarboxylates (PC), and the other based on Polynaphthalene sulfonates (PNS) on the rheological behavior of mortars with low environmental impact. As well as the effect of three different mineral additions in binary systems. However, three temperatures are targeted in this study, 10°C, 20°C, and 30°C with particular attention being paid to the effect of time after mixing 30, 60 and 90 min on the rheological properties of the mortars. The results show that the superplasticizer based on Polycarboxylate (PC) proves its effectiveness compared to the superplasticizers based on Polynaphthalene sulfonate (PNS). However their effectiveness is appreciated at high and low temperatures. In addition, the addition of marble powder in substitution of cement is beneficial up to 20% while natural pozzolana and metakaolin have negatively affected the workability.

**Key words:** cementitious materials, polymeric additive, rheological properties, superplasticizers, Polycarboxylates (PC), Polynaphthalene sulfonate (PNS).

