

## Effet de la fume de silice sur la rhéologie des mortiers en présence d'un superplastifiant

M. Adjoudj<sup>1, 2</sup>, K. Ezziane<sup>2</sup>, El. Kadri<sup>3</sup>

Affiliations:

- <sup>1.</sup> Centre universitaire de Tissemsilt, 38000 Tissemsilt (Algérie)
- <sup>2.</sup> Laboratoire Géomatériaux, Université Hassiba Benbouali Chlef, Algérie
- <sup>3.</sup> Laboratoire L2MGC, Université de Cergy Pontoise, France

### RÉSUMÉ

L'étude des propriétés rhéologiques des pâtes de ciment et des bétons est largement documentée dans la littérature depuis les années 90 [1]. Relativement, peu d'études fondamentales traitant l'effet des additions minérales et organiques sur la rhéologie des matrices cimentaires ont toutefois été menées. La majorité de ces travaux concernent surtout la comparaison des maniabilités des pâtes ou bétons contenant des additions. Pourtant, il reste encore beaucoup de points à élucider et à comprendre. Aujourd'hui, il est encore difficile de connaître, à partir des seules propriétés d'un nouveau matériau, son effet sur le comportement du béton frais lorsqu'il est ou non couplé à un superplastifiant. Les résultats montrent que l'ouvrabilité du béton est très sensible à la nature du couple superplastifiant/liant et que la fumée de silice agit favorablement sur la rhéologie et sur la perte d'affaissement du mortier au cours du temps, lorsqu'elle est ajoutée en teneur voisine de 10%. Ceci permettra de sélectionner les dosages optimaux pour les ciments les plus performants, aussi bien du point de vue ouvrabilité que du point de vue durabilité.

**Mots-clés :** *Rhéologie, Ciment, Seuil de cisaillement, Viscosité, Additions minérales, Superplastifiant*

### I. Introduction

Il semble que le comportement rhéologique des pâtes et des bétons de ciment contenant de la fumée de silice dépend largement de l'état physique du produit utilisé, c'est-à-dire du fait que l'addition ait été préalablement densifiée ou non. Ainsi, plusieurs études montrent qu'il existe un taux optimum de remplacement du ciment par la fumée de silice non densifiée; généralement compris entre 10 et 25%. Zhang et Han [2] ont étudié l'effet d'un certain nombre d'additions minérales fines sur la rhéologie des pâtes de ciment en utilisant l'équation de Casson. Avec 10% de fume de silice et 5% de superplastifiant, ils ont constaté que la viscosité et la limite élastique diminuent par rapport à la pâte d'un ciment pur. Park et al. [3] ont constaté que la limite d'élasticité et la viscosité plastique du modèle Bingham ont fortement augmenté avec l'augmentation du pourcentage de la fumée silice dans les ciments ayant un rapport E/L constant lorsqu'un superplastifiant PNS est

employé. Selon les résultats d'Aitcin et al. [4], la viscosité augmente rapidement en fonction du dosage en fumée de silice sans l'utilisation de superplastifiant. Cependant, lorsque le superplastifiant étant dosé à saturation, l'introduction de fumée de silice n'augmente que légèrement la viscosité. Par ailleurs, les viscosités des coulis contenant de la fumée de silice augmentent beaucoup plus rapidement avec le temps que celles des coulis sans fumée de silice. La granulométrie de la fumée de silice semble avoir également une influence considérable sur la rhéologique. Buil et al. [5] ont trouvé que les fumées de silice de granulométrie plus étendue sont plus favorables au maintien de la maniabilité des bétons. Selon ACI 238.1R-08. [6], il existe une valeur seuil du taux de substitution du CSF au dessous de laquelle l'addition de CSF produit peu de changement dans la limite d'élasticité, mais réduit la viscosité plastique et au-dessus de laquelle l'addition de CSF augmente à la fois la limite d'élasticité et la viscosité plastique. Faroug et al. [7] ont observé que l'addition de

CSF en remplacement du ciment pourrait avoir des effets bénéfiques ou néfastes sur la rhéologie du béton et du mortier, selon le niveau de remplacement.

## II. Détermination des propriétés rhéologiques

Les mesures brutes obtenues sont représentées sous la forme des courbes : couple de cisaillement moyen  $M(Nm)$  – Vitesse de rotation imposée  $N(tour/s)$ . Pour exprimer  $\tau$  en fonction de  $\dot{\gamma}$  à partir des mesures brutes ( $M$  en fonction de  $N$ ), la relation contrainte-vitesse de cisaillement dans une géométrie couette est établie en considérant localement le fluide en écoulement comme étant un fluide de Bingham [8]. Pour un tel fluide, l'expression de la vitesse de cisaillement dépend du régime d'écoulement dans l'entrefer. Ainsi, la vitesse de cisaillement s'exprime par les équations (1) et (2), lorsque respectivement le fluide est partiellement cisailé, complètement cisailé dans l'entrefer.

$$\dot{g} = 2M \frac{d\Omega}{dM} \quad (1)$$

$$\dot{g} = 2 \frac{M \frac{d\Omega}{dM} - \Omega - M \frac{d\Omega}{dM}}{\left(1 - \frac{R_b}{R_c}\right) - \frac{R_b}{R_c}} \quad (2)$$

Où  $R_b(m)$  et  $h(m)$  désignent le rayon et la hauteur du croisillon, et  $R_c(m)$  est le rayon du récipient.  $W(rad/s)$  et  $M(N.m)$  représentent respectivement la vitesse de rotation du croisillon et son couple. Le principe de maximisation de la dissipation d'énergie au sein de l'écoulement permet de distinguer la vitesse de cisaillement caractéristique entre les équations (1) et (2), sans une évaluation préalable du seuil d'écoulement du matériau lorsque celui-ci en possède un. Le taux de cisaillement à vitesse  $\Omega_j$  peut donc être calculé comme l'équation (3) :

$$\dot{g}_i = \max(\dot{g}_{i[1]}; \dot{g}_{i[2]}) \quad (3)$$

$$\text{avec } \frac{d\Omega_{j+1} - \Omega_{j-1}}{M_{j+1} - M_{j-1}}; i = j \text{ et } j = \overline{1, n}$$

Ainsi la contrainte correspondante à la vitesse  $\dot{\gamma}_i$  peut donc être calculée comme l'équation (4)

$$t_i = \frac{1}{2}(t_{j-1} + t_{j+1}) \text{ avec } t_j(M) = \frac{M_j}{2\mu h R_c^2} \quad (4)$$

Les équations [3] et [4] permettent de passer des points de mesure ( $M_i - \dot{\gamma}_i$ ) à des points ( $t_i - g_i$ )

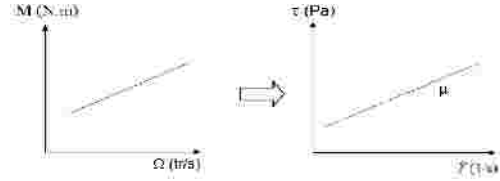


Fig. 1. Représentation graphique du modèle binghamien.

La courbe de tendance obtenue à partir des points  $(t_i - g_i)$  permet d'estimer la viscosité (la pente) et le seuil de cisaillement du mortier.

### II.1. Matériaux utilisés

Des essais sur la rhéologie du mortier ont été effectués à l'Université de Cergy pontoise (France). Le ciment utilisé pour la confection des mortiers est de type CEM I 52.5 N CP2 distribué par la société ciments Calcia. Il est essentiellement constitué de 98% de Clinker et 2% de fines de cru. Les principales caractéristiques physiques, mécanique et la composition minéralogique de ce ciment sont données dans le tableau I.

Deux types de superplastifiants ont été utilisés, Conforme à la norme EN 206 1. Ils sont fournis par l'entreprise BASF(France) et commercialisés sous les noms : GLYNUM SKY 456 à base de polycarboxylate noté SP1, et le POZZOLITH 390 N à base de Lignosulfonate noté SP2, le tableau II présente quelques caractéristiques de ces produits.

La fume de silice (CSF) utilisée est la fumée (CONDENSIL S95 DM) qui contient 89% de silice pure ; sa densité est de 2,1 ; sa Masse volumique apparent de 600 Kg/m<sup>3</sup> et sa surface spécifique BET est de 1820 cm<sup>2</sup>/g, sa composition chimique est présentée au tableau I.

Le sable utilisé est un sable normalisé conforme à la norme NF P 15-403 qui est un

sable naturel, siliceux notamment dans ses fractions les plus fines. Il est propre, les grains sont de forme généralement isométrique et arrondie. Il est séché, criblé offrant toutes garanties de qualité et de régularité, contrôlé par le laboratoire d'essais des matériaux de la ville de paris (L.E.M.V.P), confectionné dans des sacs en plastique de poids net égal à  $1350 \pm 5$ gr.

TABLE AU I  
CARACTERISTIQUES DU CIMENT CEM I 52.5 N CP2

Caractéristiques		Ciment	FS
Composition chimique	SiO <sub>2</sub>	20.3	89
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5.20	0,3
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3.1	0,9
	CaO	64.0	0,3
	SO <sub>3</sub>	3,1	0,3
	MgO	0,9	1,5
	K <sub>2</sub> O	0.8	1,7
	Na <sub>2</sub> O	0,21	0,6
Minéralogique	C <sub>3</sub> S	41.8	
	C <sub>2</sub> S	33.3	
	C <sub>3</sub> A	5.1	
	C <sub>4</sub> AF	10.7	
Masse volumique	3.11g/cm <sup>3</sup>		
Surface spécifique	4300g/cm <sup>3</sup>		
Besoin en eau	29%		
Stabilité	0.5mm		

TABLE AU II  
CARACTERISTIQUES DU SUPERPLASTIFIANT

Caractéristiques	SP1	SP2
Molécules	polycarboxylate	Lignosulfonate
Extrait sec	20 %	39 %
Dosage recommandé	0,2% à 3,0%	0,3% à 1,2%
Mode d'action	effet stérique	effet électrostatique

## II.2. Matériels utilisés

Parmi les appareils utilisés à l'université de Cergy pontoise pour le malaxage des coulis de ciment, on cite le malaxeur de type Hobart, avec une capacité de 5 litres. Cet appareil normalisé (EN 196-1) et ASTM c305, sur lequel se basent pratiquement toutes les normes pour la

préparation du coulis. Il est caractérisé par deux vitesses de rotation selon le coulis désiré. Une balance électronique avec une précision de 0.1g a été utilisée pour mesurer les ingrédients et la préparation des différents mortiers et un mini cône est employé pour évaluer l'ouvrabilité des mortiers à la fin du malaxage.

Pour déterminer expérimentalement le comportement rhéologique des mortiers, on a utilisé un rhéomètre rotatif à cylindres coaxiaux Heidolph- RZR 2102 Control Z, présenté sur la figure 1.

Agitateur de marque Heidolph- RZR 2102 Control Z (Figure 2.a), Croisillon de dimension  $d_{xh} = 5 \times 10$  cm, (Figure 2.b), Récipient de dimension  $D \times H = 10 \times 13$  cm, (Figure 2.c).

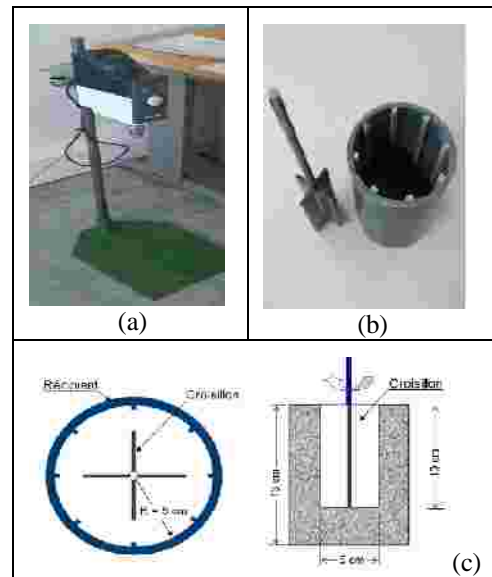


Fig. 2. Rhéomètre à mortier

## II.3. Protocole d'essai de rhéomètre

Le rhéomètre Heidolph- RZR 2102 Control Z, peut fonctionner en imposant des taux de cisaillement appliqués sur le mortier où on obtient les contraintes de cisaillement. À partir de la courbe qui représente les contraintes de cisaillement en fonction des taux de cisaillement, on peut déterminer le comportement rhéologique de chaque mortier.

Le Heidolph- RZR 2102 Control Z est piloté avec un logiciel à l'aide d'un ordinateur. Ensuite il faut régler la température manuellement et la garder constante pour tous les essais. On verse le

mortier préparé dans le récipient et on le fixe dans l'ascenseur du rhéomètre. Une fois le récipient et le croisillon sont fixés, on remonte l'ascenseur pour que le croisillon pénètre dans le mortier, il faut s'assurer que l'extrémité supérieure des ailes du croisillon se situe à l'arasé du coulis. Démarrer le croisillon à l'aide du logiciel et l'essai rhéométrique est réalisé en suivant le profil de vitesse représenté sur la figure 3.

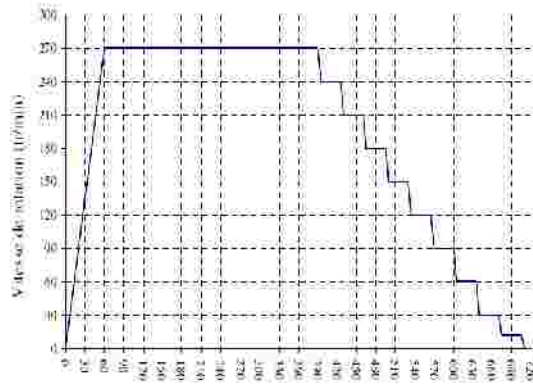


Fig. 3. Profil de vitesse

**II.4. Compositions des mortiers de ciment**

Les coulis sont réalisés à partir des mélanges comportant des teneurs variables en fumée de silice (10, 20 et 30%) et deux types de superplastifiants (SP1, SP2) utilisés avec des dosages variant de 0, 0.2, et 0.4% du poids de ciment. La fumée de silice est ajoutée en substitution du ciment avec un rapport E/C=0.55. La température adoptée pour cette étude est de 20C°. En supposition que les mesures rhéologiques sont effectuées avant tout dégagement de chaleur d'hydratation des différentes phases du ciment. Le tableau III donne les compositions des différents mortiers sur lesquels des mesures ont été effectuée.

TABLEAU III  
COMPOSITIONS DES DIFFERENTS MORTIERS

	Composition					
	SP	E/C	C	FS	Eau	Sable

	%		%		
Mt0			63 0	0	
MFS0	0		56 7	10	
			50 4	20	
			44 1	30	
Mt0,2			63 0	0	
MFS0,2	0,2	0,5 5	56 7	10	350
			50 4	20	
			44 1	30	
Mt0,4			63 0	0	1890
MFS0,4	0,4		56 7	10	
			50 4	20	
			44 1	30	

**III. Résultats et Interprétations**

**III.1. Effet du couplage fumée de silice-superplastifiants**

Les couplages ciment-fine-adjuvant, qui sont d'ailleurs les cas les plus susceptibles de se présenter dans la réalité des bétons modernes, se font donc avec apparition d'interactions significatives. Les figure 4 et 5 illustrent l'effet de la fumée de silice introduite en remplacement de 10 ,20 et 30% du ciment dans des pâtes adjuvantées à 0, 0,2 et 0,4% de SP1et SP2 sur la valeur du seuil de cisaillement. On observe que les additions minérales agissent suivant un mécanisme différent de celui du superplastifiant. La pente des droites demeure constante. Par contre, ces droites subissent des translations traduisant par un accroissement de la demande en eau (fumée de silice (FS)). Le cas particulier de la fumée de silice dosée à 30% représente l'exception pour laquelle la pâte mixte se comporte comme une pâte de ciment seul très peu adjuvanté. En outre, On constate que la pente de ces droites croît avec le dosage en superplastifiant, ce qui est probablement la conséquence de la défloculation des grains de

ciment et le cheminement vers la saturation en adjuvant.

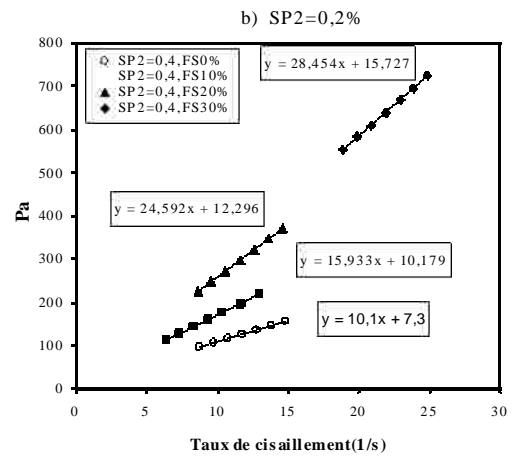
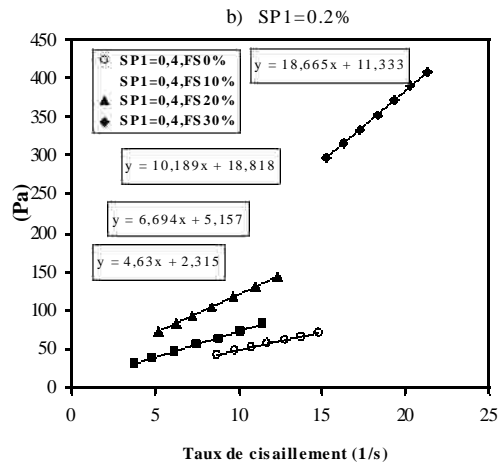
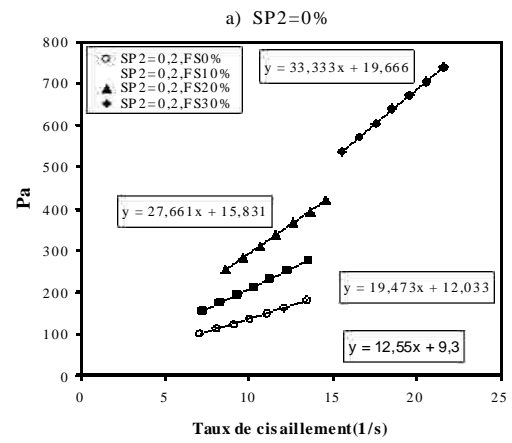
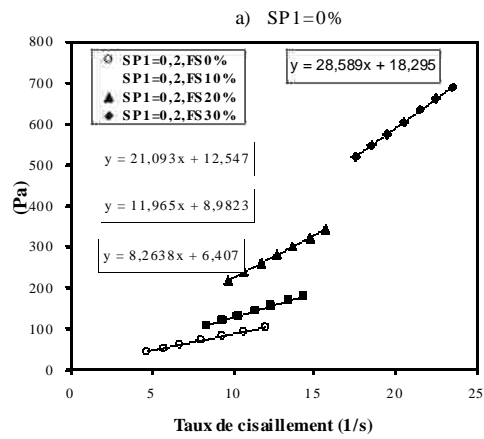
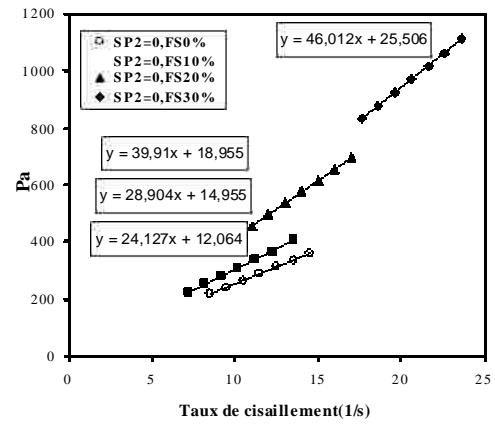
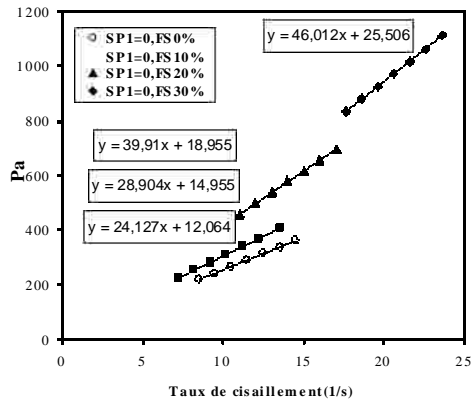


Fig. 4. Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement pour les mortiers contenant la fume de silice et adjuvantes en superplastifiant (SP1)

Fig. 5. Variation de la contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement pour les mortiers contenant la fume de silice et adjuvantes en superplastifiant (SP2)

Fig. 6. Mesures rhéologiques en fonction du dosage en superplastifiant (SP1)

### III.2. Effet des Mesures rhéologiques

Les résultats obtenus dans les figures 6 et 7 montrent que, une dose modérée en fumée de silice diminue la viscosité et le seuil de cisaillement du mortier. On observe que cette diminution est considérable, en particulier pour des mortiers fortement adjuvants. Par ailleurs, les résultats montrent que le seuil est très sensible à la nature du couple superplastifiant/liant et que la fumée de silice agit favorablement sur la rhéologie, lorsqu'elle est ajoutée en teneur voisine de 10%.

### III.3. Corrélation

L'essai au mini cône d'Abrams est en effet un essai essentiellement statique, ce qui suppose intuitivement que l'affaissement est fortement lié au seuil de cisaillement de l'échantillon, mais qu'il ne dépend guère de sa viscosité plastique [9]. Selon les résultats des figures 8 et 9, on remarque que les diagrammes reliant slump, seuil et viscosité pour des mortiers fortement adjuvants présentent une nette corrélation. Les plages de grandeurs dans les diagrammes sont les suivantes: de 1 à 15 cm pour la valeur du slump; de 2 à 25 Pa pour celle du seuil; et de 40 à 50 Pa pour celle de la viscosité.

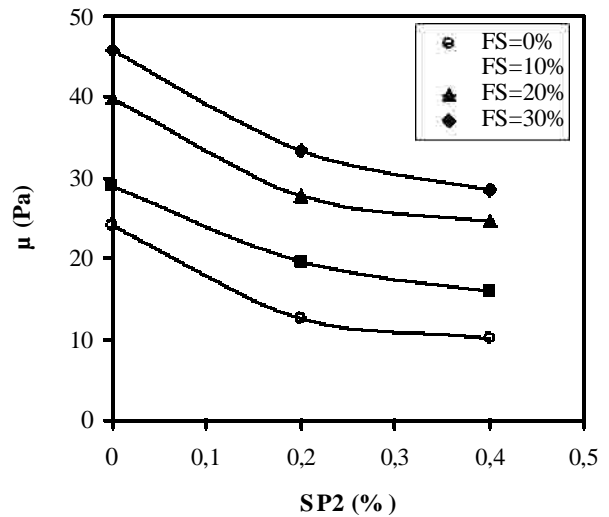
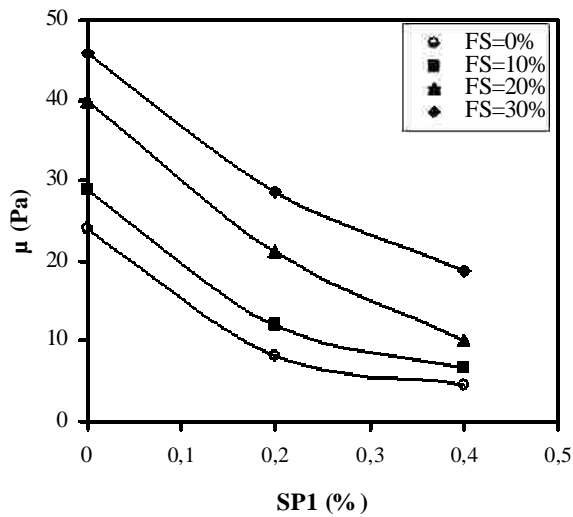
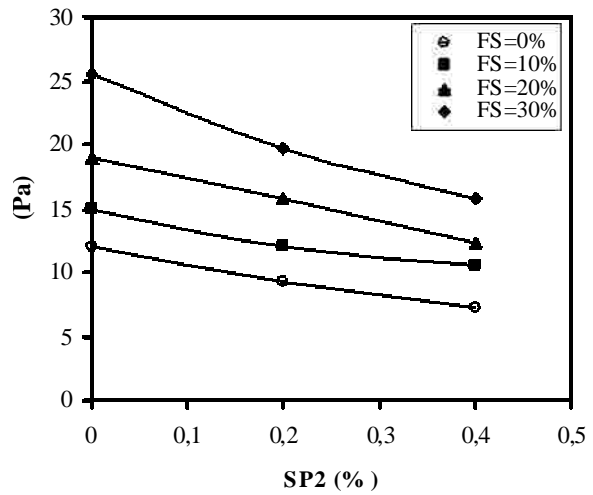
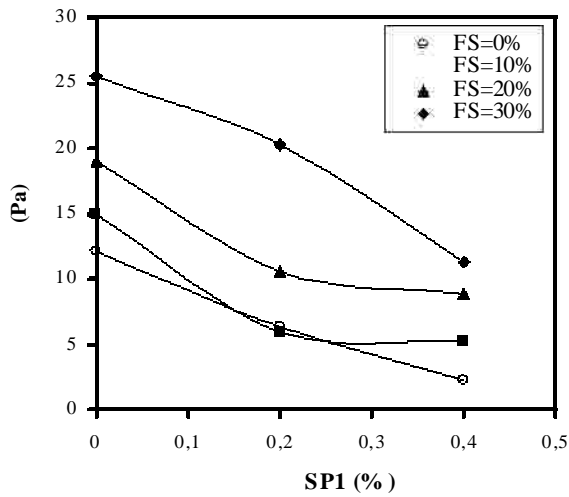


Fig. 7. Mesures rhéologiques en fonction du dosage en superplastifiant (SP2)

En outre, Selon les résultats expérimentaux obtenus dans la figure 10 il existe de bonnes corrélations aussi entre la viscosité et le seuil de cisaillement où le coefficient de corrélation est de 0,92 .

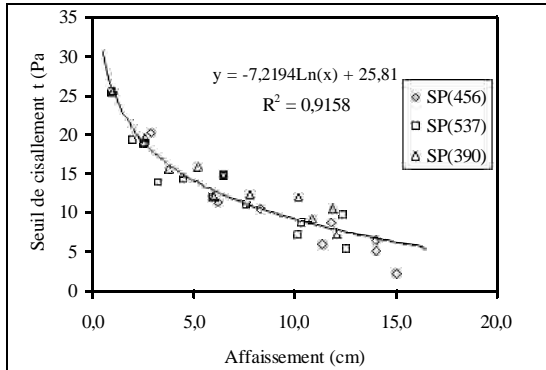


Fig. 8. corrélation entre le seuil de cisaillement et l'affaissement

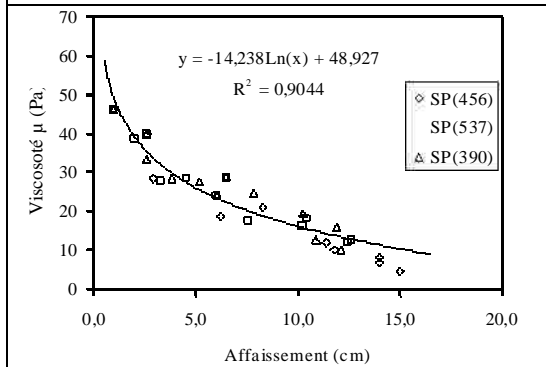
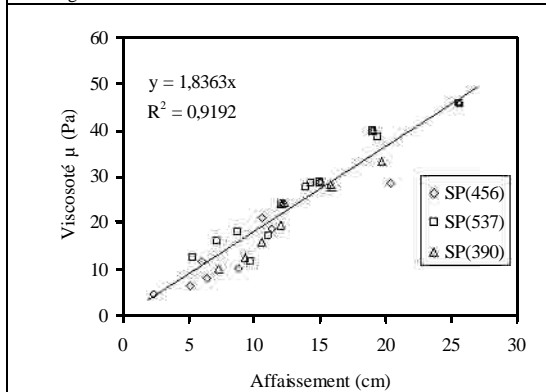


Fig. 9. corrélation entre la viscosité et l'affaissement



10. corrélation entre la viscosité et le seuil de cisaillement

#### IV. Discussions

Les résultats sont toutefois différents lors de l'ajout de l'adjuvant SP1 (figure 3 et 4), la pente de la droite étant pratiquement égale à celle des mélanges non adjuvés : l'effet stérique (SP1), à court terme, est donc différent de l'effet électrostatique (SP2). Il s'apparente, dans les suspensions concentrées, à celui d'une simple augmentation de teneur en eau dans une suspension faiblement concentrée. Ce phénomène pourrait par contre évoluer avec le temps car les mélanges contenant l'adjuvant SP1 ont tendance à présenter une meilleure maniabilité. L'effet du superplastifiant est très important sur la baisse du seuil de cisaillement, comme spécifié dans la littérature [10]. En outre, la fumée de silice, pour des taux supérieurs à 10%, reste quand même un cas particulier. Les figures 3 et 4 qui illustrent la variation du seuil de cisaillement pour quatre types de mélanges, passant de 0 à 30% de fumée de silice et qui montrent que l'allure des courbes ressemble à celle d'une pâte de ciment sans fluidifiant. Les pâtes contenant plus de 10% de fumée de silice semblent donc se comporter comme des suspensions floculées. Il pourrait donc s'agir d'une non saturation en superplastifiant (structure floculante retenant un volume d'eau), ou encore de la présence importante de très fines particules ayant des interactions colloïdales non négligeables, plus importantes que pour les autres additions et compensant en partie l'effet dispersant du superplastifiant. La diminution de la viscosité et du seuil de cisaillement du mortier dans les figures 5 et 6 traduit le fait que les particules de la fumée de silice, étant très petites devant celle du ciment, remplissent en partie les interstices entre les particules de ciment et lubrifient ainsi ces dernières pendant l'écoulement. Concernant Les résultats de corrélation entre slump, seuil et viscosité obtenus dans les figures 7, 8 et 9 montrent le coefficient de corrélation est égal à 0,92, alors que l'erreur relative est inférieure à 20%. Ce résultat est donc très encourageant pour sélectionner des dosages optimaux pour les ciments les plus performants, aussi bien du point de vue ouvrabilité que du point de vue durabilité.

## V. Conclusion

L'étude de l'influence rhéologique des paramètres de composition du béton est certainement très utile pour mieux maîtriser la formulation du béton. Dans cette recherche, nous avons présenté qualitativement l'influence de deux paramètres (superplastifiant et fumée de silice). Nos résultats expérimentaux indiquent que les mortiers testés respectent le modèle de Bingham, ce qui vérifie l'assertion de Tattersall [11] et d'autres auteurs [12,13], tout au moins dans une certaine plage de gradient de vitesse. Cette conclusion est valable à condition que les bétons restent dans la gamme de consistance de très plastique à fluide, et que ces matériaux restent homogènes pendant l'essai.

La fumée de silice agit favorablement sur la rhéologie et sur la perte d'affaissement du mortier au cours du temps, lorsqu'elle est ajoutée en teneur voisine de 10%.

La viscosité et le seuil de cisaillement des mortiers diminuent avec l'augmentation du dosage en superplastifiant.

Il existe une nette corrélation entre les paramètres rhéologique ( $\tau$  et  $\mu$ ) et l'affaissement ce qui encourage à mieux prédire ces paramètres par un simple essai statique.

## Référence

- [1] Shaughnessy R.S. and Clark P.E, The rheological behavior of fresh cement pastes, *Cement & Concrete Research*, 18 (1988) 327-341.
- [2] Zhang, X. and Han. J, The effect of ultra-fine admixture on the rheological property of cement paste, *Cement & Concrete Research*, 30 (2000) 827-830.
- [3] Park. C.K, Noh. M.H, Park, T.H, Rheological properties of cementitious materials containing mineral admixtures *Cement & Concrete Research*, 35 (2005) 842-849.
- [4] Aïtcin P.C, Ballivy .G. and PARIZEAU.R, The use of condensed silica fume ingrouts, *International Symposium on Innovative Cement Grouting*, ACI, SP 83, (1992)1-18.
- [5] Buil .M, Witier .P, Physicochemical mechanism of the action of the naphthalene sulfonate based superplasticizers on silica fume concretes, *Proceedings of the Second International Conference on "Fly ash*,
- [6] *Silica fume, Slag and Natural Pozzolans in Concrete*", Madrid, ACI, SP 91-46, 2 (1986) 959-971.
- [7] American Concrete Institute ACI 238.1R-08, "Report on Measurements of Workability and Rheology of Fresh Concrete", ACI Committee 238, *American Concrete Institute, Farmington Hills, Feb. 2008*, 70 p, ISBN - 978-0-87031-268-7.
- [8] Faroug .F, Szwabowski .J, Wild. S, Influence of superplasticizers on workability of Concrete, *J Mater Civ Eng*11 (1999)151-157.
- [9] Estellé .P, Lanos .C, Perrot .A, Processing the Couette viscometry data using a Bingham approximation in shear rate calculation. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mech.*, 154, (2008a)31-38
- [10] Young J.F, Effects of chemical admixtures on the rheological properties of fresh concrete, *Concrete Rheology, Materials Research Soc. Symp.* (1982)120-151.
- [11] Bombléd J.P, Rhéologie du béton frais, *Revue des Matériaux de Construction, Ciments et Bétons*, Décembre, (1964)N° 591
- [12] Tattersall G.H, Effect of vibration on the Theological properties of fresh cement pastes and concretes, *Proceedings of the International Conference on , Rheology of Fresh Cement and Concrete, Liverpool, UK, March, (1990) 323-338.*
- [13] Kikukawa. H, Rheological studies on fresh concrete using admixtures, *Proceedings of the international conference on Admixtures for concrete: Improvement of properties, RILEM. Barcelona, May, (1990) 34-50.*
- [14] Smeplass S, Applicability of the bingham model to high strength concrete, *RILEM Workshop Special Concretes : Workability and Mixing, Paisley, March, (1993)145-150.*