

Septième édition des Journées scientifiques
du Regroupement francophone pour la recherche et la formation sur le béton
(RF)²B

Toulouse, France
19-20 juin 2006

INDICE DE SERRAGE DES PÂTES DE CONSISTANCE NORMALE

A. Lecomte, J.-M. Mechling, C. Diliberto
LCISM UMR 7555, Équipe Matériaux pour le Génie Civil, Université Henri Poincaré, Nancy, France

RÉSUMÉ : Les calculs de compacités granulaires réalisés avec le Modèle d'Empilement Compressible nécessitent de connaître les compacités virtuelles de chaque constituant du mélange. Elles sont déduites de mesures de compacité réelle réalisées selon des modes opératoires spécifiques, caractérisés chacun par un indice de serrage K. Pour les poudres, la technique actuelle, plutôt subjective, consiste à repérer par ajouts d'eau l'apparition d'une pâte lisse dans un malaxeur en mouvement (K=6.7). La méthode alternative proposée est basée sur l'essai de consistance normale pratiqué en cimenterie. Des mesures réalisées sur mélanges binaires de ciments et de cinq additions minérales, avec ou sans superplastifiant, ont permis de proposer un indice K=4.8 pour cet essai. La demande en eau qui confère la consistance normale suffit alors pour calculer les compacités virtuelles. En revanche, l'essai doit être réalisé lorsqu'un superplastifiant est prévu. Son dosage de saturation peut être déterminé aussi avec le même essai.

1. INTRODUCTION

On rappelle ici que la compacité réelle Φ d'un granulat, i.e. son volume solide dans le volume unité, dépend directement du mode de mise en place des grains. Ainsi, pour un échantillon sec d'étendue granulaire donnée, l'expérience montre que sa compacité augmente lorsqu'on le pique avec une tige, le vibre, puis le comprime. Pour qu'il atteigne sa compacité maximale ou compacité virtuelle γ , il faudrait, en théorie, arranger ses grains un à un, de façon déterminée.

Plusieurs modèles permettent aujourd'hui la prévision de la compacité d'un mélange granulaire (Golterman et al., 1997, Dewar, 1999, de Larrard, 2000). Le Modèle d'Empilement Compressible (MEC), proposé par de Larrard, se réfère à un indice de serrage K pour caractériser le mode de mise en place. La relation entre Φ et K est :

$$K = \sum_{i=1}^n \frac{y_i/\beta_i}{\frac{1}{\Phi} - \frac{1}{\gamma_i}} \quad (1)$$

où y_i et β_i désignent respectivement la proportion volumique et la compacité virtuelle des n classes granulaires élémentaires constituant le mélange. γ_i est la compacité virtuelle du mélange lorsque la classe i est considérée dominante.

Dans ce modèle, l'indice de serrage K est une fonction croissante qui résulte de la sommation des indices de serrage partiels K_i des classes individualisées, définis par :

$$K = \sum_{i=1}^n K_i = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\frac{\Phi_i}{\Phi_i^*}}{1 - \frac{\Phi_i}{\Phi_i^*}} \right) \quad (2)$$

avec Φ_i le volume réel de la classe i et Φ_i^* le volume maximum que les grains de cette même classe peuvent occuper, compte tenu de la présence des autres grains. La relation 2 montre que lorsque la

compacité $\Phi = \sum_{i=1}^n \Phi_i$ augmente et tend vers la compacité virtuelle γ , l'indice de serrage K croît et tend

vers l'infini. Il existe donc pour toute valeur de Φ une valeur unique de K qui caractérise le mode de mise en place des grains. Les expressions de γ_i et Φ_i^* sont données dans l'ouvrage de référence (de Larrard, 2000).

Ce modèle est capable de prédire avec une très bonne précision la compacité réelle d'un mélange formé d'un nombre quelconque de granulats, de nature et de granulométrie quelconque. Sa pertinence résulte notamment du recours aux compacités virtuelles β_i , qui prennent en compte la morphologie et la texture des grains de chaque classe élémentaire. Ces compacités virtuelles sont déterminées grâce à des mesures de compacité réelle Φ réalisées sur les constituants solides du mélange, dans des conditions de serrage reproductibles et calibrées (i.e. pour lesquelles l'indice de serrage K est connu). Ainsi, pour un granulat dur dépourvu de grains fins (tailles $> 80\mu\text{m}$), la mesure est réalisée dans un cylindre soumis à des chocs, sous une contrainte de 10 kPa (de Larrard et al., 2003). L'indice de serrage correspondant est $K=9$. Pour des granulats plus tendres, d'autres méthodes ont été proposées (Lecomte, 2006). Connaissant Φ et K , les valeurs de β_i sont déduites de l'équation (1), selon un principe de déconvolution.

Pour les poudres (tailles < 80 microns), la technique actuelle consiste à fabriquer des mélanges humides dans un malaxeur en mouvement, et à repérer celui qui passe de l'état de terre humide à l'état de pâte lisse en fin de cycle normalisé (Sedran, 1999). La compacité Φ est déduite de la quantité d'eau utilisée. L'indice de serrage associé est $K=6,7$. La difficulté principale de cet essai réside dans l'appréciation du changement d'état, notamment lorsque la consistance évolue de façon plutôt progressive, comme c'est souvent le cas avec les ciments et les additions minérales utilisées dans les bétons. Un autre problème est qu'un excès d'eau conduit toujours à l'obtention d'une pâte lisse (avant la fin du cycle de malaxage toutefois). Enfin, en présence d'un superplastifiant, la poudre sèche se transforme brusquement en une pâte très fluide (effet de l'adjuvant) après un certain temps de malaxage. La quantité d'eau juste nécessaire à la formation de la pâte lisse est alors plus délicate à apprécier, en particulier si l'opérateur ajoute de l'eau prématurément pour obtenir la coalescence... Des essais croisés ont montré que, sans superplastifiant, une différence de 1% sur la quantité d'eau n'était pas exceptionnelle. Cette différence se traduit par un écart de l'ordre de 4 % sur les compacités réelles Φ et virtuelles β_i (considérées uniformes). En présence de superplastifiant dosé à saturation, le même écart entre compacité réelle conduit à des différences de compacités virtuelles de plus de 5 %. Ces variations ont des conséquences évidentes sur la précision de certains modèles de performances des bétons associés au MEC (Sedran et al., 2000)...

Ce texte décrit une alternative à l'essai de pâte lisse. Elle consiste à fabriquer des pâtes de consistance normale, telle que définie par la norme EN 196-2 relative aux ciments (Lecomte et al., 2006). Dans cet essai, la consistance est repérée par la pénétration verticale d'une sonde dans la pâte fraîche (arrêt de l'enfoncement à 6 mm \pm 1 mm du fond du moule). Une très faible variation de la quantité d'eau autour de la valeur optimale provoque une variation radicale de l'enfoncement, ce qui élimine toute subjectivité. Un autre avantage est que cet essai est pratiqué régulièrement par les cimenteries, dans le cadre de la normalisation des ciments. La valeur du rapport massique eau/ciment (e/c), qui confère la consistance normale et qui sert au calcul de la compacité réelle Φ , est alors donnée sur la fiche technique du produit. Seul un essai de vérification suffit, le cas échéant. Par contre, si un superplastifiant est utilisé, l'essai doit être réalisé en présence du produit. Mais, dans tous les cas, pour pouvoir déterminer les compacités virtuelles des poudres (et utiliser le MEC), il faut connaître l'indice de serrage K associé à ce procédé. Sa détermination fait l'objet des travaux présentés.

La démarche retenue a consisté à réaliser un certain nombre de mélanges binaires de consistance normale, i.e. de serrage identique, à partir de plusieurs poudres et d'eau. Il faut alors opérer par itérations en faisant une hypothèse sur l'indice de serrage K pour calculer les compacités virtuelles élémentaires β_i des deux produits, et retrouver avec le MEC, et pour une bonne précision, les compacités réelles Φ mesurées pour chaque combinaison (mélange binaire).

Deux ciments de type CEM I et cinq additions minérales ont été utilisés dans ces essais ; deux fillers siliceux, un filler calcaire, une cendre volante et une fumée de silice. Les consistances normales ont été recherchées tout d'abord sans superplastifiant, puis avec un superplastifiant dosé à saturation. La détermination du dosage de saturation a été réalisée également par des essais de consistance normale.

Le texte rappelle tout d'abord le principe de la fabrication des pâtes normales et l'adaptation retenue pour les mélanges superplastifiés. Les calculs des dosages et de la compacité réelle sont également donnés. Les propriétés des matériaux utilisés (granulométrie, densité, etc.) sont décrites ensuite, ainsi que les principaux résultats obtenus. Ils permettent de proposer un indice de serrage unique décrivant le mode de mise en place des pâtes de consistance normale, avec ou sans superplastifiant.

2. PRINCIPE DES MESURES

On rappelle ici les termes de la norme EN 196-2 qui fixe le mode opératoire pour l'obtention d'une pâte de consistance normale. Les opérations sont réalisées avec un malaxeur normalisé EN 196-1 et avec un appareil de Vicat muni de la sonde de consistance de diamètre 10 mm. La pâte est placée dans un moule tronconique, en caoutchouc dur, de hauteur 40 mm et de diamètres intérieurs, inférieur et supérieur, de 80 mm et 70 mm, respectivement. Le moule repose sur une plaque de base plane en verre. Les opérations doivent se dérouler dans une pièce à 20 °C.

Lorsqu'une formule est établie, le ciment, plus l'addition le cas échéant, sont pesés dans un récipient. L'eau est ensuite pesée précisément dans la cuve du malaxeur préalablement humidifiée et essuyée. Cette cuve est placée sur le malaxeur. La pale, elle aussi humidifiée et essuyée, est fixée à l'appareil et la poudre est déversée dans la cuve, en un temps compris entre 5 et 10 secondes. Un chronomètre est démarré (instant zéro) avec la mise en marche de l'appareil à vitesse lente pendant 90 secondes. Après l'arrêt, dans les 15 secondes qui suivent, les fractions de pâte qui échappent au malaxage sont réintroduites dans le mélange, à l'aide d'une spatule. Le malaxeur est remis en marche pendant 90 secondes, à vitesse lente. La pâte obtenue est introduite immédiatement dans le moule préalablement graissé, sans vibration ni tassement excessifs. Le surplus de pâte est enlevé par un mouvement de va-et-vient effectué avec une truelle. Le moule est placé dans l'axe de la sonde qui est amenée au contact de la pâte. À 4 minutes après l'instant zéro, la sonde est libérée. La lecture de l'enfoncement est effectuée après 30 secondes. Il faut répéter les opérations avec des pâtes ayant des teneurs en eau différentes, jusqu'à ce qu'il s'en trouve une donnant une distance de $6 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ entre la sonde et la plaque de base. La consistance de cette pâte est qualifiée de « normale ».

La présence d'un superplastifiant conduit à un comportement différent, puisque, comme signalé précédemment, le mélange forme initialement une poudre granuleuse sèche. L'expérience a montré que si cette poudre se transforme en pâte avant la fin du malaxage, celle-ci est toujours trop fluide (la sonde tombe directement au fond du moule !). La solution retenue est d'imposer un second cycle de malaxage au matériau d'apparence sèche, à l'issue duquel la formation de la pâte doit se réaliser, si la quantité d'eau est correctement ajustée. Toutefois, l'arrêt précis de la sonde à $6 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ du fond du moule n'est généralement pas obtenu, en raison du comportement rhéologique des pâtes superplastifiées. Mais, comme une très faible variation du dosage en eau, par rapport à l'optimum, donne soit une pâte ferme, soit une pâte fluide, il est finalement facile d'encadrer précisément la consistance normale recherchée. Le rapport e/p de la pâte de consistance normale permet de calculer la compacité réelle Φ du squelette minérale selon la relation :

$$\Phi = \frac{1}{1 + \rho_p \frac{e}{p}} \quad (3)$$

où ρ_p est la densité réelle de la poudre. Pour un mélange binaire, ρ_p est la moyenne pondérée des densités ρ_c et ρ_a du ciment et de l'addition, de pourcentage volumique respectif y_c et y_a dans le mélange, soit : $\rho_p = y_c \cdot \rho_c + y_a \cdot \rho_a$ avec $y_c + y_a = 1$

Par souci d'homogénéité, tous les mélanges réalisés durant ces travaux ont été formulés sur la base du même volume de pâte de 250 cm³. Le volume d'air n'est pas pris en compte à ce stade. Les propriétés physiques des matériaux ont été mesurées en amont selon les normes en vigueur : densités réelles ρ_c du ciment et ρ_a de l'addition ; absorption Ab_a de l'addition ; teneur en eau ω_a de l'addition (si elle est humide ou si elle se présente sous forme densifiée) ; pourcentage ES d'extrait sec, densité ρ_{SP} de l'extrait sec et teneur en eau ω_{SP} du superplastifiant. L'établissement d'une formule demande alors de fixer les proportions volumiques respectives y_c et y_a des constituants, la quantité d'eau e et le pourcentage x_c et x_a de superplastifiant liquide prévu pour chaque constituant, le cas échéant (pourcentages exprimés par rapport à la masse sèche de chaque constituant respectif). Le calcul de la masse de chaque ingrédient à peser est rappelé ci-après, à titre indicatif. Il s'opère par étape :

1. volume réel total (cm³) de poudre sèche à malaxer :
$$V_p = \frac{250 - e}{1 + (y_c \cdot \rho_c \cdot x_c + y_a \cdot \rho_a \cdot x_a) \frac{ES}{\rho_{SP}}}$$
2. masse de ciment $c = V_p \cdot y_c \cdot \rho_c$ et d'addition $a = V_p \cdot y_a \cdot \rho_a \cdot (1 + \omega_a)$ (grammes)
3. masse de superplastifiant (grammes) : $SP = c \cdot x_c + a \cdot x_a$
4. masse d'eau de fabrication (grammes) : $e_f = e - \omega_{SP} \cdot SP \cdot ES + a \cdot Ab_a$

3. MATÉRIAUX

Les propriétés physiques des matériaux retenus pour les essais sont résumées dans le Tableau 1. Un premier ciment CEM I 52,5 N, repéré C1, provenant d'une usine lorraine, a été utilisé pour les mélanges sans superplastifiant. Il a été substitué par un autre ciment C2 (CEM I 42,5 R), provenant de l'usine luxembourgeoise, en raison d'un problème d'incompatibilité avec le superplastifiant retenu (fausse prise durant le malaxage). L'essai de pâte normale confirme ainsi sa pertinence pour le repérage des éventuelles incompatibilités liant-superplastifiant. Le fillers siliceux FIR est un produit élaboré utilisé pour l'essai d'indice de rupture des émulsions de bitume. Sa granulométrie est très resserrée. Le fillers siliceux FSI provient des passants à 160 microns de nombreux échantillons d'un même gravillon siliceux soumis à l'essai Los Angeles. Ce fillers a été homogénéisé avant utilisation. Ses grains sont particulièrement anguleux et sa granulométrie comporte un certain pourcentage d'éléments de tailles inférieures à 30 microns. Le fillers calcaire FC est un produit plutôt fin couramment utilisé dans les bétons. La roche mère poreuse présente une certaine absorption d'eau. Celle du fillers a été mesurée par évaporométrie (Mechling et al., 2002) et elle a été prise en compte dans les calculs. Les cendres volantes CV sont des produits commercialisés en sacs, de qualité régulière et contrôlée. Enfin, les fumées de silice FS sont grises en non densifiées. Les granulométries des produits ont été mesurées au granulomètre laser (figure 1). Toutefois, pour les fumées de silice, en raison de difficultés avec les particules les plus fines du produit (problème de dilution de la suspension), la courbe a été déduite de la surface spécifique BET donnée par le fournisseur, en assimilant les grains à des sphères et en visant la taille moyenne des particules ($\approx 0.1 \mu\text{m}$). Les mélanges ont été réalisés avec de l'eau distillée. Le superplastifiant SP retenu est un polycarboxylate. Son extrait sec ES est de 0.306, ce qui donne, compte tenu de sa densité, une densité de l'extrait sec ρ_{SP} de 1.205 et une teneur en eau ω_{SP} de 227 % (par rapport à l'extrait sec).

Réf.	Nature	Densité	A _b	SS (m ² /g)
C1	CEM I	3.170	-	
C2	CEM I	3.150	-	
FIR	Fillers siliceux	2.650	-	
FSI	Fillers siliceux	2.650	-	
FC	Fillers calcaire	2.390	0.057	
CV	Cendre volante	2.313	-	
FS	Fumées silice	2.213	-	≈ 35
SP	Superplastifiant	1.055		

Tableau 1 : Propriétés physiques des matériaux

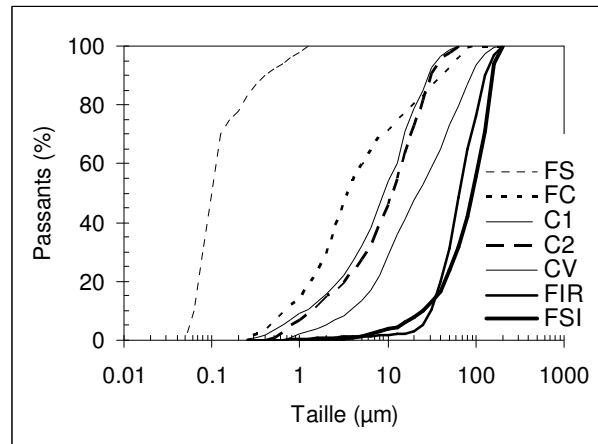


Figure 1 : Granulométrie des matériaux

3. RÉSULTATS

3.1 Mélanges sans superplastifiant

Ces essais ont été réalisés avec le ciment C1. Une première pâte a été fabriquée avec le ciment seul et la quantité d'eau déduite du rapport e/c annoncé sur la fiche technique du produit. Elle a bien donné la consistance normale¹. Sept mélanges binaires ont alors été réalisés avec chaque addition, en faisant varier les proportions volumiques y_c et y_a respectives par pas régulier de 12.5%, soit : 87.5 – 12.5, 75 – 25, 62.5 – 37.5, 50 – 50, 37.5 – 62.5, 25 – 75 et 12.5 – 87.5. Le dosage massique des ingrédients a été calculé selon les relations précédentes (§ 2). Pour chaque mélange, de deux à quatre essais ont été nécessaires en général pour trouver la consistance normale. La compacité Φ de ces mélanges a été calculée selon la relation (3). Les résultats sont reportés dans le Tableau 2. La compacité de l'addition seule (0 – 100) a été extrapolée linéairement des deux premiers points, car les produits purs présentent souvent un ressuage important qui fausse la mesure (cas des fillers siliceux notamment). De plus, ces produits ont des comportements différents selon le pH ; leur compacité, en présence de ciment, peut différer sensiblement de celle mesurée sur une pâte formée de l'addition uniquement.

L'étape suivante a consisté à déterminer les compacités virtuelles élémentaires β_i (supposées uniformes) de chaque constituant, à partir de leur compacité réelle Φ et d'une hypothèse sur l'indice de serrage K (relation 1). Dans une démarche inverse, les compacités Φ_{sj} des mélanges binaires ont été simulées avec le même indice de serrage, et l'écart total ϵ_t , égal à la somme des valeurs absolues

$$\text{des écarts partiels } \epsilon_j \text{ a été cherché : } \epsilon_t = \sum_{j=1}^{7 \times 5} \epsilon_j = \sum_{j=1}^{35} |\Phi_{sj} - \Phi_j|$$

Les calculs ont été réitérés jusqu'à trouver l'indice de serrage K qui donne le plus faible écart total (ϵ_{tmin}). Il caractérise la consistance normale, sous réserve toutefois que l'écart minimum ϵ_{tmin} pour chaque type de mélange (ou couple ciment-addition) soit bien obtenu avec cette valeur de K ou une valeur très voisine. A titre d'exemple, la Figure 2a, qui concerne les mélanges binaires C1-FIR, montre (symboles) l'évolution de la compacité mesurée en fonction du titre volumique en ciment ($c/c+a$), et l'évolution de la compacité simulée Φ_s pour différentes valeurs de K (lignes). En regard, la valeur de l'écart total est donné pour ce couple de produits (ϵ_{tm}), en fonction de K (Figure 2b) :

$$\epsilon_{tm} = \sum_{j=1}^7 \epsilon_j = \sum_{j=1}^7 |\Phi_{sj} - \Phi_j|$$

¹ Ce ciment a été utilisé avec deux additions seulement (FIR et FC). Une seconde fourniture du même ciment a nécessité une quantité d'eau légèrement plus faible pour obtenir la consistance normale. Elle a servi pour les trois autres additions (Tableau 2).

L'indice de serrage qui correspond à ϵ_{\min} est ici de 4.8. Le Tableau 3 donne les valeurs des compacités virtuelles β_i trouvées pour les différents K. Cet exemple permet de constater l'excellente aptitude du CPM à prédire les compacités. Il montre aussi la nécessité de déterminer précisément l'indice de serrage K associé à la mesure de Φ , compte tenu des variations de β_i observées (Tableau 3).

Mélange	C1 - FIR		C1 - FSI		C1 - FC		C1 - CV		C1 - FS	
ϵ_{\min}	0.012		0.012		0.005		0.016		0.191	
K	4.8		4.85		4.6		5		5	
β_i C1	0.437		0.447		0.441		0.444		0.444	
β_i addition	0.516		0.682		0.519		0.524		0.242	
$y_c - y_a$	Φ	Φ_s	Φ_m	Φ_s	Φ_m	Φ_s	Φ_m	Φ_s	Φ_m	Φ_s
0 - 100	0.504	0.504	0.672	0.672	0.592	0.592	0.636	0.636	0.230	0.230
6.75 - 93.25	-	-	0.676	0.678	-	-	-	-	-	-
12.5 - 87.5	0.525	0.527	0.680	0.680	0.586	0.586	0.620	0.619	0.270	0.253
25 - 75	0.546	0.548	0.672	0.673	0.580	0.579	0.604	0.603	0.310	0.281
37.5 - 62.5	0.558	0.561	0.654	0.651	0.570	0.570	0.590	0.587	0.348	0.317
50 - 50	0.562	0.563	0.626	0.623	0.558	0.559	0.574	0.571	0.383	0.362
62.5 - 37.5	0.554	0.554	0.594	0.594	0.546	0.546	0.560	0.556	0.417	0.419
75 - 25	0.540	0.539	0.568	0.566	0.532	0.533	0.540	0.542	0.453	0.490
87.5 - 12.5	0.518	0.522	0.541	0.540	0.518	0.518	0.526	0.528	0.482	0.535
100 - 0	0.503	0.503	0.515	0.515	0.503	0.503	0.515	0.515	0.515	0.515

Tableau 2 : Principales caractéristiques des mélanges binaires sans superplastifiant

K	3	4	4.8	6	7
β_i C1	0.506	0.459	0.437	0.415	0.402
β_i FIR	0.582	0.537	0.516	0.494	0.482

Tableau 3 : Évolution des compacités virtuelles β_i pour différentes valeurs de K. Mélange C1-FIR

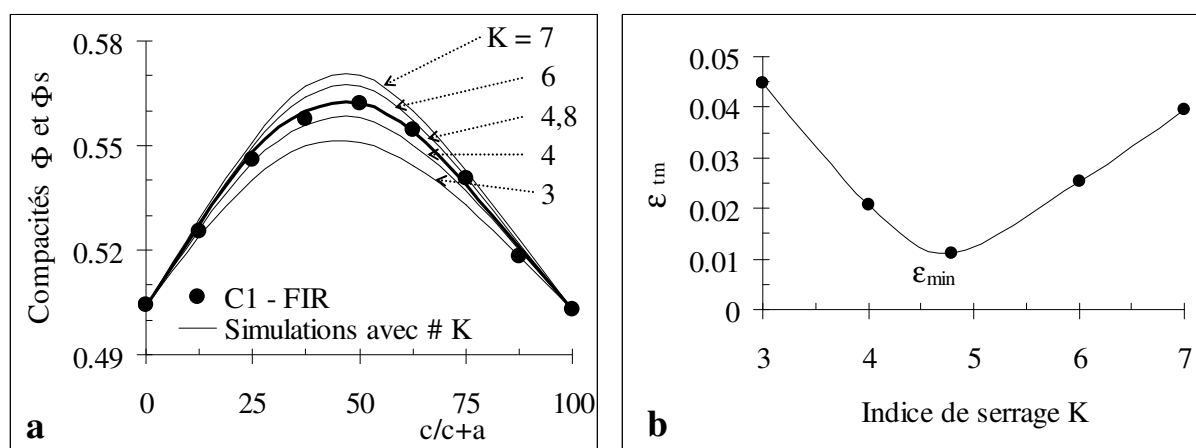


Figure 2 : Mélanges binaires C1-FIR. Évolution de la compacité pour différents indices de serrage K (Figure 2a). Écarts absolus entre compacités mesurées et simulées (Fig. 2b).

Le Tableau 2 donne pour chaque couple de produit la valeur de ϵ_{\min} et les valeurs de K associées, les compacités virtuelles élémentaires β_i des deux produits, ainsi que les compacités réelles mesurées Φ et simulées Φ_s des différents mélanges binaires. Les points expérimentaux (symboles vides) et les courbes correspondantes (traits pleins) sont présentés Figures 3. Pour l'ensemble des mesures, l'écart minimum ϵ_{\min} est obtenu pour un indice de serrage K= 4.8. Cette valeur caractérise donc la consistance des pâtes normales non superplastifiées.

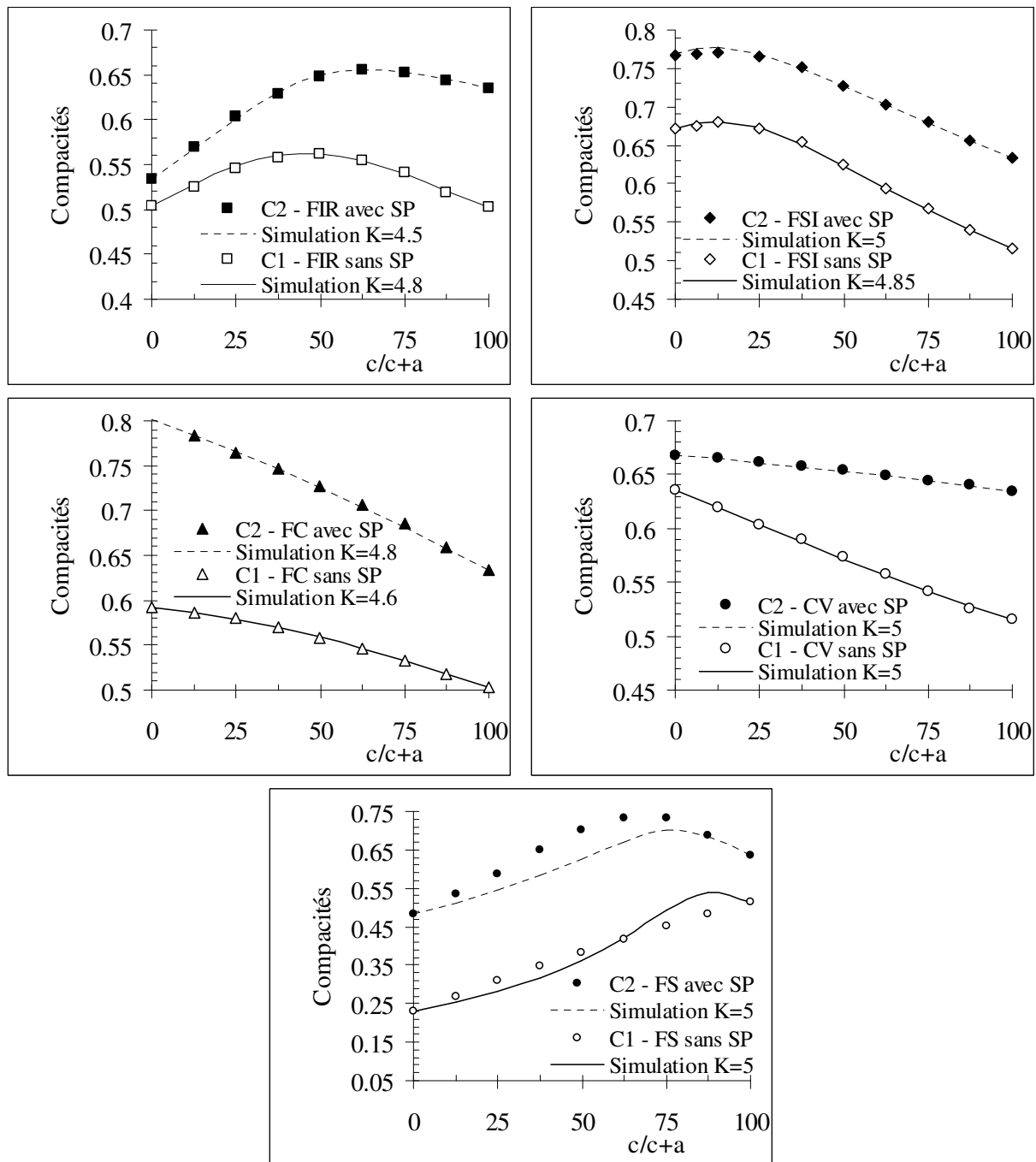


Figure 3 : Compacités mesurées et simulées pour les différents mélanges binaires.

Parallèlement à ces essais, des mesures de compacité ont été réalisées avec FIR sec, selon la technique de l'échantillon comprimé dans un cylindre soumis à des chocs (de Larrard et al., 2004). Cet essai a pu être réalisé car le matériau a un comportement similaire à celui d'un sable fin. Une compacité moyenne $\Phi=0.549$ a été obtenue. Les compacités virtuelles calculées avec un indice de serrage $K=9$ sont $\beta_i=0.514$, c'est-à-dire la même valeur (0.516) que celle déduite de l'essai de consistance normale, d'indice de serrage $K=4.8$ (Tableau 3). Ces mesures, basées sur un indice de serrage de référence, apportent une validation complémentaire à la démarche adoptée.

Enfin, les essais réalisés avec les fumées de silice FS non densifiées ont montré certaines difficultés. Ces produits utilisés sans superplastifiant présente une très forte demande eau, de sorte que la compacité du produit pur, et les compacités virtuelles associées, sont particulièrement faibles. Les simulations ne parviennent alors pas à restituer convenablement les comportements observés, malgré plusieurs hypothèses sur la granulométrie du produit au sein des mélanges. Une hypothèse vraisemblable serait la formation d'amas compacts de FS, dont le nombre et la taille dépendraient de

la quantité de ciment présente dans le mélange. La courbe granulométrique initiale ne donnerait donc pas une image représentative de l'état réellement dispersé des grains dans les différents mélanges, en absence de superplastifiant notamment...

3.2 Mélanges superplastifiés

Le dosage de saturation en superplastifiant d'un ciment est généralement recherché par la méthode des coulis (de Larrard et al., 1997). Son principe consiste à observer le temps d'écoulement au travers d'un cône de Marsh d'un mélange initialement ferme, auquel on ajoute du superplastifiant par doses graduelles, chaque essai correspondant à une préparation nouvelle. La dose de saturation est celle pour laquelle le temps d'écoulement ne diminue plus significativement. L'observation de la consistance dans le temps permet aussi de vérifier la compatibilité liant-superplastifiant. Cet essai a été conçu pour les bétons à hautes performances, à partir du coulis extrait du béton désiré (consistance et volume de pâte fixés). Dans un autre contexte, il présente des limites qu'il faut considérer à ce stade, telle la diminution du volume de pâte qui joue sur le volume et la composition granulaire (effet réducteur d'eau de l'adjuvant) ou la stabilisation du temps d'écoulement lorsque la viscosité devient faible et comparable à celle d'un liquide newtonien de même densité (temps de vidange minimum du cône). En d'autres termes, avec cette méthode, le dosage de saturation n'est pas indépendant du rapport e/c fixé au départ de l'essai (i.e. un mélange initialement « fluide » donnera une dose plus faible qu'un mélange initialement « ferme » et, à fortiori, qu'un mélange ferme contenant déjà une certaine part de superplastifiant).

Dans le cadre de ces travaux, la dose de saturation des produits a été déterminée avec la sonde de consistance, en observant l'évolution de la compacité de différentes pâtes normales contenant chacune une part croissante de superplastifiant. Comme toutes les pâtes ont la même consistance (le même indice de serrage, a priori), la dose de saturation s'apparente alors plus à une valeur « absolue ». En pratique, pour un ciment, la méthode consiste à tracer l'évolution de Φ en fonction du rapport SP/c. La courbe obtenue peut être décrite par une branche de parabole, comme d'ailleurs déjà proposé pour estimer une dose intermédiaire de superplastifiant (de Larrard, 2000), sur la base de l'essai de pâte lisse. La dose de saturation retenue correspond, par convention, à la valeur qui permet d'atteindre 90% de l'augmentation de la compacité, la valeur maximale étant déterminée par le sommet de la parabole. La figure 5 montre, à titre d'exemple, les comportements obtenus avec deux ciments (dont C2). Pour ces deux produits, la dose de saturation x_c est approximativement la même, soit 1.75 % (Tableau 4).

	C2	FIR	FSI	FC	VC	FS
x_c OU x_a	1.75	1.2	1.3	1.7	2	4.6
Φ_{init}	0.502	0.532	0.697	0.695	0.641	0.280
Φ_{sat}	0.636	0.57	0.771	0.78	0.665	0.533
$\Delta\Phi$ (%)	27	7	11	12	4	90
en présence de 12.5 % de C2						

Tableau 4 : Dosage de saturation x_c et x_a avec le superplastifiant utilisé. Compacité initiale Φ_{init} et à saturation Φ_{sat} avec 12.5% de C2. Augmentation de la compacité $\Delta\Phi$

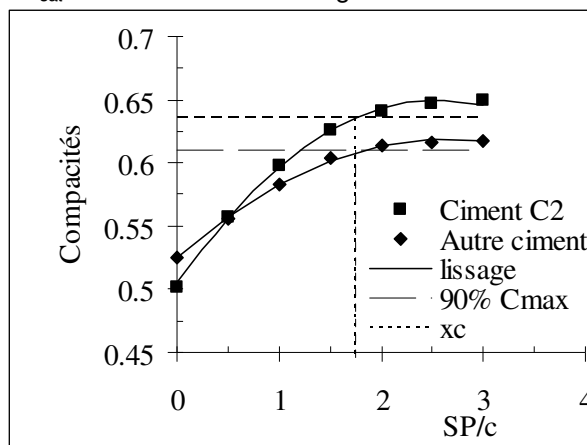
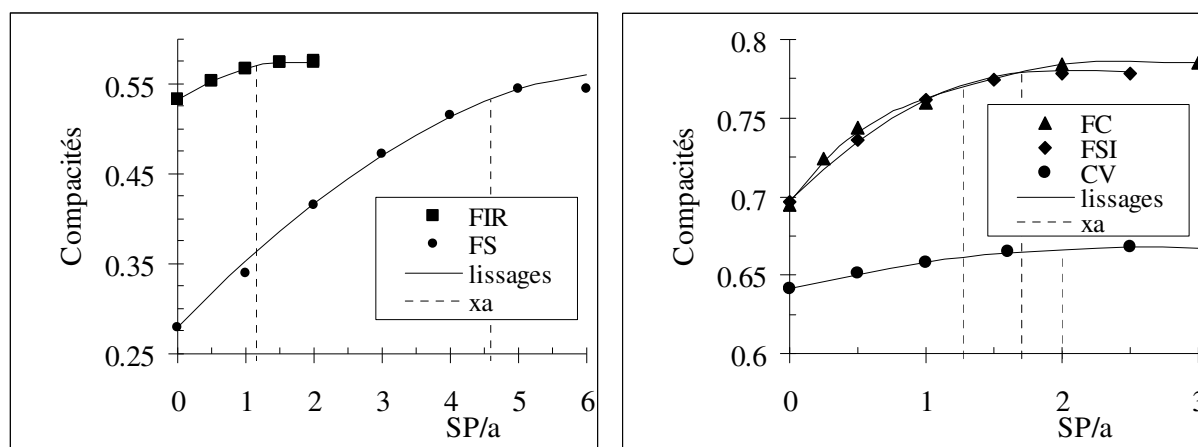


Figure 5 : Détermination du dosage de saturation en superplastifiant des ciments

Notons accessoirement que les essais ont révélé une incompatibilité flagrante entre le ciment C1 et le superplastifiant sélectionné. Elle s'est manifestée par un raidissement des préparations, d'autant plus prématuré que la dose de superplastifiant était importante (sitôt la fin du malaxage pour une dose $SP/c=1.5\%$). Ainsi, l'essai de consistance normale se révèle être particulièrement pertinent pour détecter ce phénomène, en raison vraisemblablement de la faible quantité d'eau utilisée, qui réduit les interdistances granulaires et exacerbe les réactions. Cet essai permet aussi de suivre dans le temps la tenue rhéologique d'un mélange contenant ou non un superplastifiant, par mesure de l'enfoncement à diverses échéances, après un nouveau malaxage du produit conservé à l'abri de la dessiccation.



Les additions consomment elles aussi une part de superplastifiant, variable selon leur nature. La détermination de leur dose de saturation x_a a été réalisée selon une démarche similaire, en observant l'évolution de la compacité Φ de mélanges de consistance normale contenant chacun une part croissante de superplastifiant exprimée par rapport à la masse de l'addition, soit SP/a . Pour les mêmes raisons qu'évoquées précédemment, les mélanges ont été réalisés en présence de 12.5% de ciment C2 (pourcentage du volume solide). La dose de saturation en superplastifiant de ce ciment a été systématiquement ajoutée aux mélanges. Les courbes obtenues sont présentées sur la figure 6 et les résultats sont donnés dans le tableau 4. On constate que les différentes additions consomment une part non négligeable de SP (entre 1.2 et 2%), comparable à celle des ciment, pour une augmentation généralement faible de la compacité (entre 4 et 12 % ; les valeurs de $\Delta\Phi = (\Phi_{sat} - \Phi_{init})/\Phi_{init}$ sont données dans le tableau 4). En particulier, les cendres volantes CV mobilisent 2 % de produit, pour une augmentation marginale de Φ ($\Delta\Phi \approx 4\%$). Dans un béton superplastifié, l'utilisation (abondante) d'une telle addition, sans prise en compte de sa demande en SP, peut donc conduire à une perte rapide de maniabilité et à une moindre compacité, par « neutralisation » partielle de l'adjuvant initialement dosé pour le ciment. Enfin, les fumées de silice FS consomment une quantité très importante de SP (4.6 %) et l'augmentation de leur compacité est radicale (90%).

Mélange	C2 - FIR		C2 - FSI		C2 - FC		C2 - CV		C2 - FS	
ε_{\min}	0.010		0.020		0.012		0.005		0.308	
K	4.5		4.8		4.8		5		5	
β_i C2	0.583		0.573		0.573		0.567		0.567	
β_i addition	0.557		0.799		0.783		0.558		0.520	
$y_c - y_a$	Φ	Φ_s	Φ_m	Φ_s	Φ_m	Φ_s	Φ_m	Φ_s	Φ_m	Φ_s
0 - 100	0.534	0.534	0.768	0.768	0.801	0.801	0.668	0.668	0.482	0.482
6.75 - 93.25	-	-	0.769	0.775	-	-	-	-	-	-
12.5 - 87.5	0.570	0.568	0.771	0.777	0.783	0.784	0.665	0.665	0.534	0.512
25 - 75	0.604	0.601	0.766	0.769	0.765	0.766	0.662	0.661	0.587	0.546
37.5 - 62.5	0.628	0.630	0.751	0.750	0.746	0.747	0.657	0.657	0.651	0.583
50 - 50	0.648	0.649	0.728	0.727	0.728	0.726	0.654	0.653	0.701	0.625
62.5 - 37.5	0.655	0.655	0.704	0.706	0.706	0.704	0.649	0.649	0.734	0.669
75 - 25	0.652	0.653	0.681	0.679	0.685	0.681	0.645	0.644	0.732	0.700
87.5 - 12.5	0.644	0.645	0.657	0.656	0.658	0.658	0.640	0.639	0.687	0.685
100 - 0	0.634	0.634	0.634	0.634	0.634	0.634	0.634	0.634	0.634	0.634

Tableau 5 : Principales caractéristiques des mélanges binaires superplastifiés

La consistance normale de chaque mélange binaire réalisé initialement sans superplastifiant a été recherchée une seconde fois en présence de la quantité de SP calculée d'après les masses de ciment C2 et d'addition utilisées, et de la dose de saturation respective des deux produits. Le malaxage a été réalisé selon le protocole spécifique décrit précédemment (deux cycles). Les résultats (compacités Φ) sont reportés dans le tableau 5 et ils complètent les figures 3 (symboles pleins). Comme précédemment, les compacités du ciment et de l'addition (extrapolée linéairement depuis les deux premiers points) ont permis de calculer avec le MEC les compacités virtuelles β_i de chaque produit, à partir d'une hypothèse sur l'indice de serrage K. Les compacités des mélanges binaires ont alors été recherchées pour ce même indice de serrage K. Les figures 3 présentent, pour chaque type de mélange, le résultat pour lequel l'erreur minimale ε_{\min} a été obtenu (traits pointillés). Le tableau 5 donne cette valeur de ε_{\min} et les valeurs correspondantes de K et de β_i du ciment et de l'addition. On obtient globalement une précision comparable à celle des essais précédents, avec une erreur totale minimale ε_i obtenue pour la même valeur de l'indice de serrage que précédemment, soit K=4.8.

Cette valeur caractérise alors la consistance des pâtes normales superplastifiées et, de façon plus générale, la consistance normale déterminée avec la sonde de consistance.

Comme précédemment, pour les fumées de silice, les simulations ne parviennent pas à retrouver des compacités aussi élevées que celles mesurées durant les essais, en particulier pour les mélanges contenant peu de ciment. Le problème peut toujours être la granularité réelle du produit non densifiées (amas, etc.), en présence ici du superplastifiant. A l'inverse, il peut s'agir d'interactions granulaires propres à ces particules très fines (charges de surfaces, floccs...), supplémentaires aux effets de paroi et d'interférence déjà pris en compte par le MEC. Ces effets décompacteraient l'arrangement « normal » des grains fins, de sorte que la compacité réelle mesurée (extrapolé) du produit pur serait plus faible que celle d'un même matériau ne présentant pas cette particularité. Les compacités virtuelles trouvées par le MEC seraient alors trop faibles pour qu'il puisse restituer les compacités mesurées sur les mélanges binaires, notamment ceux riches en fumées de silice... Rappelons qu'en pratique les fumées de silices ne sont utilisées dans les bétons qu'à des dosages n'excédant pas 10% de la masse du ciment, ce qui relativise les conséquences d'une telle hypothèse.

4. CONCLUSION

Le but de ces travaux était de proposer un indice de serrage K associé à la consistance normale des pâtes, telle que mesurée avec la sonde de consistance des ciments. Plus de 300 mélanges binaires ont été réalisés avec deux ciments et cinq additions, en présence ou non d'un superplastifiant, de façon à connaître la compacité expérimentale qui confère la consistance normale à chaque combinaison. Les valeurs obtenues ont permis de trouver par itérations, à l'aide du MEC, pour chaque type de mélange, un indice de serrage qui permet de retrouver les valeurs expérimentales avec une bonne précision. La démarche a consisté à déterminer les compacités virtuelles β_i de chaque produit, pour un indice de serrage K donné, et à retrouver avec cette indice de serrage les compacités

mesurées sur les mélanges binaires. Les essais ont été réalisés tout d'abord sans superplastifiant, puis avec un superplastifiant dosé à saturation, la dose de saturation étant déterminée elle aussi avec la sonde de consistance. La valeur moyenne obtenue pour les dix combinaisons (mélanges superplastifiés ou non superplastifiés) est $K=4.8$. Cet indice permet alors de calculer les compacités virtuelles des ciments et des additions à partir d'un essai plus fidèle que l'essai actuel de la pâte lisse. Un autre intérêt est que la consistance normale est régulièrement repérée sur chaque ciment. La connaissance du rapport e/c qui confère cette consistance suffit alors pour calculer les compacités virtuelles. Il faut toutefois réaliser les mesures si des additions et/ou un superplastifiant sont envisagés.

REFERENCES

- de Larrard F., Bosc F., Catherine C., Deflorenne F. (1997) La méthode AFREM pour la formulation des bétons à hautes performances, *Matériaux et Structures*, 198, 439-446
- de Larrard, F. (2000), traduit de l'anglais par A. Lecomte, *Structures granulaires et formulation des bétons*, Études et recherches, OA 34, LCPC
- de Larrard, F., Ledee, V., Sedran, T., Brochu, F., Ducassou, J.-B. (2003) Nouvel essai de mesure de compacité des fractions granulaires à la table à chocs, *Bull. Labo. P&C*, 246-247, 101-115
- Dewar, J.D. (1999) *Computer Modelling of Concrete Mixture*, E & FN Spon, London
- Goltermann, P., Johansen, V., Palbal, L. (1997) Packing of Aggregate: An Alternative Tool to Determine the Optimal Aggregate, *ACI Material Journal*; 94 (5), 435-443
- Lecomte, A. (2006) The measurement of real and virtual packing density of soft grains, *Materials and Structures*, Published online (www.springerlink.com)
- Lecomte A., Mechling JM., Diliberto C. (2006) *Compaction Index of Cement Paste of Normal Consistency*, article soumis à *Cement and Concrete Research*
- Mechling, J.M., Lecomte, A., Merriaux, K. (2002) Mesure de l'absorption d'eau des additions minérales par évaporométrie, *Matériaux et Structures*, 36, 255, 32-39.
- Sedran, T. (1999) *Rhéologie et rhéométrie des bétons. Application à la formulation des bétons autonivelants*, Thèse ENPC.
- Sedran, T., de Larrard, F. (2000) *BétonlabPro2, logiciel pour la formulation des bétons*, Presses ENPC, Paris

