

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**  
**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**  
**Université des Sciences et de La Technologie Houari Boumediene**

**Faculté de Génie Civil**



**THÈSE DE DOCTORAT EN SCIENCES**

Présentée pour l'obtention du **grade** de **DOCTEUR**

*En vue de l'obtention du diplôme de Doctorat en :*

*En : Génie civil*

*Spécialité : Construction*

**Par : ADJOU Naima**

**Sujet**

**CONTRIBUTION À L'ÉTUDE DU COMPORTEMENT  
RHÉOLOGIQUE DES BÉTONS AUTOPLAÇANTS**

Soutenue publiquement, le 21/12/2023, devant le jury composé de :

Mme KHARCHI Fattoum	Professeur à l'USTHB	Présidente
Mr OUDJIT Mohamed-Nadjib	Professeur à l'USTHB	Directeur de thèse
Mr YAHIA Ammar	Professeur à l'Université de Sherbrooke, Québec, Canada	Co-directeur de thèse
Mr CHAID Rabah	Professeur à l'université de M'Hamed Bougara, Boumerdès	Examineur
Mr BRAHMA Abdelmalek	Professeur à l'université de Saad Dahleb, Blida	Examineur
Mlle ARROUDJ Karima	Maître de Conférences A à l'USTHB	Examinatrice

## **Remerciements**

Je tiens à remercier mon directeur de thèse, Professeur OUDJIT Mohamed-Nadjib pour sa disponibilité, ses précieux conseils, ses encouragements ainsi que la confiance et l'autonomie qu'il m'a accordé durant les années de thèse.

Je tiens aussi à remercier mon co-directeur de thèse, Professeur Ammar Yahia, pour ses précieux conseils, sa bienveillance, sa disponibilité et son encadrement tout le long de ma formation doctorale en particulier lors de mon stage de longue durée à l'université de Sherbrooke, Canada.

Je tiens à remercier Professeur KHARCHI Fattoum pour avoir présidé mon jury. Professeur CHAID Rabah, Professeur BRAHMA Abdelmalek et Docteur ARROUDJ Karima d'avoir accepté de rapporter ce mémoire de thèse.

Je tiens également à remercier tous mes collègues du groupe de recherche de l'Université de Sherbrooke en particulier ma collègue, sœur et amie, madame Asma Boukhatem pour son soutien et ses encouragements.

Je tiens à remercier tous mes enseignants et le personnel de l'université des sciences et de la technologie Houari Boumediene.

Enfin, mes remerciements vont à ma famille, en particulier à mon père Abdelmalek et à ma mère Saadia, et à mes amis pour le soutien et les encouragements qu'ils n'ont cessé de me prodiguer, tout au long de cette entreprise.

## ملخص

الخرسانة عالية الأداء هي خرسانة تتميز بمتانة فائقة ومقاومة ميكانيكية عالية. ومع ذلك، فإن الخرسانة عالية الأداء تتميز بقوام متماسك إلى بلاستيكي، مما قد يؤثر على وضعها في مكانها. تضمن إضافة الملدنات الفائقة إمكانية التحكم بشكل كافٍ مع تقليل نسبة الماء/الأسمنت من أجل تقليل المسامية وتحسين المتانة. يعد وضع الخرسانة عالية الأداء في الهياكل ذات التسليح الكثيف أمرًا صعبًا للغاية بسبب قوامها. ونتيجة لذلك، تم إجراء الأبحاث لتطوير وتحسين قابلية تشكيل هذه الخرسانة. استخدام الخرسانة السائلة ذاتية الوضع كان هو النهج المتبع، مع احترام المتطلبات المرتبطة بالحفاظ على القوة الميكانيكية والمتانة

الخرسانة ذاتية الوضع هي خرسانة شديدة السيولة تستقر في مكانها تحت تأثير وزنها. تتماسك هذه الخرسانة بسرعة دون أي اهتزاز على عكس الخرسانة العادية. لقد تم تطويرها في البداية للحفاظ على التماسك الجيد، ولملاء المناطق الضيقة بشكل كافٍ وجودة السطح العالية. يتم استخدامها في تطبيقات الإصلاح والتصنيع المسبق والصب في المكان. ومع ذلك، فإن الحفاظ على سيولة هذه الخرسانة دون انفصال يتطلب التحكم الكافي في ريولوجيتها. يعتمد أداء هذه الخرسانة السائلة على الفهم الأساسي لسلوك التدفق الخاص بها. يمكن للخرسانة السائلة ذات الريولوجيا المناسبة أن تلي متطلبات البناء الحديث، ولا سيما صب العناصر ذات الشكل المعقد، التسليح الكثيف، وقت البناء القصير، جودة المنتج النهائي، الخ. تتحكم الخصائص الريولوجية وتغير الانسيابية لهذه الخرسانة في أداء تدفقها ودرجة تماسكها واستقرارها بعد وضعها. وهذه العروض بدورها لها تأثير مباشر على الخواص الميكانيكية وخصائص النقل والمتانة. تحاول الأساليب العلمية المختلفة التنبؤ وتصميم الخرسانة ذات الخصائص المطلوبة. تتأثر ريولوجيا الخرسانة بالتأثير التآزري للعديد من العوامل، ولا سيما ريولوجيا العجينة. تؤثر الخصائص الريولوجية للمعلقات الأسمنتية على السيولة وقابلية التشكيل وسهولة ضخ الخرسانة ذاتية الوضع. بالإضافة إلى ذلك، يعتبر عمل الملدنات الفائقة على مستوى العجينة الأسمنتية لكن تأثيرها ينعكس على مستوى الخرسانة

لذلك، قمنا في الجزء الأول من هذه الدراسة بدراسة تأثير أنواع مختلفة من الملدنات الفائقة التي تقلل الماء بشكل كبير على ريولوجية وتطور قوة عجينة الأسمنت عالية الأداء. تتميز هذه الأنواع من الملدنات الفائقة بأوزانها الجزيئية وتعدد تشتتها. تم استخدام بولي نفتالين سلفونات (PNS) وملدنات فائقة الكربوكسيل (PCE) ذات أوزان جزيئية مختلفة تتراوح من 11857 إلى 31232 دا. تم تقييم التفاعلات بين الملدنات الفائقة وجزيئات الأسمنت من حيث حركية الترطيب، منحنيات التدفق، خصائص اللزوجة و المرونة وتطور مقاومة الضغط. تم خلط تركيبات العجينة الأسمنتية المدروسة بنسب ماء على أسمنت 0.35 و 0.42. أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن التركيبات المتناسبة مع نسبة ماء على أسمنت تبلغ 0.35 والملدنات الفائقة ذات الوزن الجزيئي العالي ومؤشر التشتت المنخفض تمثل قدرة أكبر على التشتت وتطوير مقاومة الضغط، ولكن حركية الهيكلة أضعف. بالنسبة لنوع معين من الملدنات الفائقة، تم تحديد الوزن الجزيئي المثالي لضمان أفضل أداء ريولوجي وأفضل تطوير للمقاومة. في الجزء الثاني من هذه الدراسة، اقترحنا نهجًا جديدًا لتحسين الخرسانة ذاتية الوضع مع ريولوجيا مكيفة بناءً على الخواص الريولوجية والميكانيكية للعجينة الأسمنتية

**الكلمات المفتاحية:** الخرسانة ذاتية الوضع، العجينة الأسمنتية، تعدد التشتت، الملدنات الفائقة، الريولوجيا، الوزن الجزيئي، درجة البلورة

## Résumé

Les bétons à hautes performances (BHP) sont des bétons qui se caractérisent par une durabilité supérieure et des résistances mécaniques élevées. Cependant, les BHP présentent une consistance ferme à plastique, ce qui peut affecter leur mise en place. L'ajout de superplastifiants assure une maniabilité suffisante tout en diminuant le rapport eau/ciment (E/C) en vue de réduire la porosité et améliorer la durabilité. La mise en place des bétons à hautes performances dans les ouvrages qui présentent un ferrailage dense est très difficile à cause de leur consistance. De ce fait, des recherches ont été menées pour développer et améliorer l'ouvrabilité de ces bétons. Le recours aux bétons fluides autoplaçants a été la voie adoptée, tout en respectant les exigences liées au maintien des résistances mécaniques et de la durabilité.

Les bétons autoplaçants (BAP) sont des bétons très fluides qui se mettent en place sous l'effet de leurs poids propre. Ces bétons se consolident rapidement sans aucune vibration à l'opposé des bétons ordinaires. Ils ont été développés initialement pour maintenir une bonne consolidation, pour un remplissage adéquat des zones restreintes et une qualité de surface élevée. Ils sont utilisés dans des applications de réparation, de préfabrication et du coulage sur place. Cependant, le maintien de la fluidité de ces bétons sans ségrégation nécessite un contrôle adéquat de leur rhéologie. Les performances de ces bétons fluides reposent sur la compréhension fondamentale de leur comportement d'écoulement. Le béton fluide à rhéologie adaptée peut répondre aux exigences des constructions modernes, notamment le coulage des éléments de formes complexes, les armatures denses, temps de construction court, qualité du produit fini, etc. Les paramètres rhéologiques et la thixotropie de ces bétons régissent leurs performances d'écoulement, leur degré de consolidation et leur stabilité après la mise en place. Ces performances ont à leur tour un impact direct sur les propriétés mécaniques, les propriétés de transport et la durabilité. Différentes approches scientifiques tentent de prédire et de concevoir des bétons ayant les propriétés à l'état frais requises.

La rhéologie du béton est influencée par l'effet synergique de plusieurs paramètres, notamment la rhéologie de sa pâte, i.e. la phase suspendante. Les propriétés rhéologiques des suspensions cimentaires affectent la fluidité, la maniabilité et la facilité de pompage des bétons autoplaçants.

De plus, l'action des superplastifiants est considérée au niveau de la pâte cimentaire mais son effet se répercute au niveau du béton.

Par conséquent, dans la première partie de cette étude nous avons étudié l'effet de différents types de superplastifiants hauts réducteurs d'eau sur la rhéologie et le développement de la résistance d'une pâte de ciment à haute performance. Ces types de superplastifiant se caractérisent par leurs poids moléculaires et leurs polydispersité. Des superplastifiants de type polynaphtalène sulfonates (PNS) et polycarboxylates (PCE) ayant différents poids moléculaires allant de 11 857 à 31 232 Da ont été utilisés. Les interactions entre les superplastifiants et les particules de ciment ont été évaluées en termes de cinétique d'hydratation, de courbes d'écoulement, de propriétés viscoélastiques et de développement de la résistance à la compression. Les formulations de pâte de ciment étudiées ont été gâchées avec des rapports eau/ciment (E/C) de 0,35 et 0,42. Les résultats obtenus ont montré que les formulations proportionnées avec un rapport E/C de 0,35 et des superplastifiants ayant un haut poids moléculaire et à faible indice de polydispersité présentent une plus grande capacité de dispersion et de développement de la résistance à la compression, mais une cinétique de structuration plus faible. Pour un type de superplastifiants donné, le poids moléculaire idéal pour assurer la meilleure performance rhéologique et le meilleur développement de la résistance a été identifié. Dans la deuxième partie de cette étude, nous avons proposé une nouvelle approche d'optimisation des bétons autoplaçant à rhéologie adaptée en se basant sur les propriétés rhéologiques et mécaniques de la suspension cimentaire.

**Mots-clés** : Béton autoplaçant, Pâte de ciment, polydispersité, superplastifiants, rhéologie, poids moléculaire, degré de polymérisation.

## **Abstract**

High-performance concretes (HPC) are characterized by superior durability and high mechanical strength. However, HPCs have a firm to plastic consistency, which can affect their workability. The addition of superplasticizers ensures sufficient workability while lowering the water/cement ratio (E/C) to reduce porosity and improve durability. High-performance concretes are very difficult to place in structures with dense reinforcement, due to their consistency. Research has therefore been carried out to develop and improve the workability of these concretes. Self-compacting fluid concretes have been adopted as the preferred solution, while maintaining mechanical strength and durability.

Self-compacting concretes (BAP) are highly fluid concretes that set under their own weight. These concretes consolidate rapidly without vibration, unlike ordinary concretes. They were initially developed to maintain good consolidation, adequate filling of restricted areas and high surface quality. They are used in repair, precast and cast-in-place applications. However, maintaining the fluidity of these concretes without segregation requires adequate control of their rheology. The performance of these fluid concretes depends on a fundamental understanding of their flow behavior. Fluid concrete with adapted rheology can meet the requirements of modern construction, including the casting of complex shaped elements, dense reinforcement, short construction time, quality of the finished product, etc. The rheological parameters and thixotropy of these concretes govern their flow performance, degree of consolidation and stability after placement. These in turn have a direct impact on mechanical properties, transport properties and durability. Various scientific approaches are being used to predict and design concretes with the required fresh-state properties.

The rheology of concrete is influenced by the synergistic effect of several parameters, notably the rheology of its paste, i.e. the suspending phase. The rheological properties of cementitious suspensions affect the fluidity, workability and pumpability of self-placing concretes. In addition, the action of superplasticizers is considered at the level of the cementitious paste, but its effect is felt at the level of the concrete.

Therefore, in the first part of this study we investigated the effect of different types of high water-reducing superplasticizers on the rheology and strength development of a high-performance cement paste. These types of superplasticizers are characterized by their molecular weight and polydispersity. Polynaphthalene sulfonate (PNS) and polycarboxylate (PCE) superplasticizers with different molecular weights ranging from 11,857 to 31,232 Da were used. Interactions between superplasticizers and cement particles were evaluated in terms of hydration kinetics, flow curves, viscoelastic properties, and compressive strength development. The cement pastes formulations studied were proportioned with water/cement (E/C) ratios of 0.35 and 0.42. The results obtained showed that formulations proportioned with a E/C ratio of 0.35 and superplasticizers with a high molecular weight and low polydispersity index have a greater capacity for dispersion and development of compressive strength, but lower structuring kinetics. For a given type of superplasticizer, the ideal molecular weight to ensure the best rheological performance and strength development was identified. In the second part of this study, we proposed a new approach to optimizing rheology-adapted self-placing concretes based on the rheological and mechanical properties of the cement paste.

**Keywords:** self-compacting concrete, Cement paste, Polydispersity, High-range water reducer, Rheology, Molecular weight, Degree of polymerization.

# Table des matières

<b>Remerciements .....</b>	<b>I</b>
<b>ملخص.....</b>	<b>II</b>
<b>Résumé .....</b>	<b>III</b>
<b>Abstract .....</b>	<b>V</b>
<b>Table des matières.....</b>	<b>VII</b>
<b>Liste des tableaux .....</b>	<b>XII</b>
<b>Liste des figures .....</b>	<b>XIII</b>
<b>Liste des abréviations.....</b>	<b>XV</b>
<b>Introduction générale.....</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre 1 – Revue bibliographique.....</b>	<b>6</b>
1.1 Béton à hautes performances.....	6
1.2 Béton autoplaçant .....	6
1.3 Méthodes de formulation .....	10
1.3.1 Méthode basée sur l’optimisation des mortiers.....	10
1.3.2 Méthode basée sur l’optimisation du volume de pâte .....	11
1.3.3 Méthode basée sur l’optimisation du squelette granulaire .....	11
1.4 Adjuvants .....	13
1.4.1 Superplastifiants .....	13
1.4.2 Types de superplastifiants .....	14
1.4.2.1. Les lignosulfonates.....	14
1.4.2.2. Les polynaphtalènes sulfonates .....	15
1.4.2.3. Les polymélamines sulfonates .....	17
1.4.2.4. Les polycarboxylates.....	18

1.4.3 Mécanisme d'action des superplastifiants .....	20
1.4.3.1. Mécanisme de répulsion électrostatique .....	21
1.4.3.2. Mécanisme de l'encombrement stérique .....	22
1.4.4 Compatibilité rhéologique entre le ciment et les superplastifiants .....	24
1.4.4.1. Poids moléculaire du superplastifiant .....	26
1.4.4.2. Influence du poids moléculaire des superplastifiants.....	26
1.5 Ajouts minéraux .....	29
1.6 Rhéologie .....	31
2.6.1 Définition et importance de la rhéologie.....	31
1.6.2 Paramètres physiques de la rhéologie .....	32
1.6.2.1 Contrainte de cisaillement.....	32
1.6.2.2 Déformation et vitesse de cisaillement.....	32
1.6.2.3 Seuil d'écoulement.....	33
1.6.2.4 Viscosité .....	33
1.6.3 Comportements rhéologiques.....	33
1.6.3.1 Fluide Newtonien .....	34
1.6.3.2 Fluide non Newtonien .....	34
1.6.3.2.1 Fluide plastique de Bingham.....	34
1.6.3.2.2 Fluide rhéofluidifiant.....	35
1.6.3.2.3 Fluide rhéoépaississant.....	35
1.6.3.2.4 Fluide viscoélastique .....	35
1.6.3.2.5 Fluide thixotrope .....	36
1.6.3.2.6 Fluide antithixotrope .....	36
1.6.4 Mesures des propriétés rhéologiques .....	36
1.6.4.1 Courbes d'écoulement.....	36

1.6.4.1.1	Modèle de Bingham .....	37
1.6.4.1.2	Modèle de Herschel Bulkley .....	38
1.6.4.1.3	Modèle de de Bingham modifié .....	38
1.6.4.2	Propriétés viscoélastiques .....	38
1.6.4.3	Thixotropie .....	39
1.6.5	Rhéométrie .....	40
1.6.5.1	Géométrie plan-plan .....	40
1.6.5.2	Géométrie à cylindres coaxiaux .....	41
	Conclusion.....	41
<b>Chapitre 2 – Étude à l'échelle des suspensions cimentaires .....</b>		<b>43</b>
	Introduction .....	43
2.1	Matériaux et formulations .....	43
2.1.1	Ciment .....	43
2.1.2	Superplastifiants .....	44
2.1.3	Eau de gâchage.....	45
2.1.4	Mélanges et séquence de malaxage.....	45
2.2	Méthodes d'essais .....	46
2.2.1	Détermination des dosages de saturation en superplastifiant.....	46
2.2.1.1.	Essai d'étalement au mini-cône d'affaissement .....	46
2.2.1.2.	Essai d'écoulement au cône de Marsh .....	46
2.2.2	Détermination des propriétés rhéologiques.....	46
2.2.2.1.	Courbe d'écoulement .....	47
2.2.2.2.	Balayage en déformation de cisaillement.....	48
2.2.2.3.	Balayage temporel.....	48
2.2.3	Calorimétrie.....	48

2.2.4 Résistance à la compression .....	49
2.3 Résultats et discussions .....	49
2.3.1 Effet de la température sur la viscosité des SP.....	50
2.3.2 Dosages de saturation de SP.....	51
2.3.3 Déformation critique ( $\gamma_{cr}$ ) et module de stockage ( $G'$ ) .....	55
2.3.4 Propriétés pseudo-plastiques .....	58
2.3.5 Cinétique de structuration des suspensions cimentaires .....	64
2.3.6 Cinétique d'hydratation des suspensions cimentaires .....	67
2.3.7 Développement de la résistance à la compression .....	70
Conclusion.....	72
<b>Chapitre 3 – Étude à l'échelle du béton .....</b>	<b>73</b>
Introduction .....	73
3.1 Matériaux et procédures d'essais .....	73
3.1.1 Matériaux utilisés .....	73
3.1.2 Séquence de malaxage .....	75
3.1.3 Méthodes d'essais et norme utilisées .....	78
a) Masse volumique .....	79
b) Teneur en air .....	79
c) Essai d'étalement (slump flow).....	79
d) Essai de J-Ring.....	80
e) Essai de V-Funnel .....	80
f) Essai de L-Box.....	80
g) Rhéologie .....	81
h) Essai de compression .....	82
3.2 Résultats et discussions .....	83

3.2.1 Effet des superplastifiants sélectionnés sur les propriétés du BAP.....	83
3.2.2 Nouvelle approche de formulation de béton autoplaçant.....	85
3.2.2.1. Validation des modèles $M_1$ et $M_2$ .....	87
3.2.2.2. Ajustement des modèles $M_1$ et $M_2$ .....	89
3.2.2.3. Proposition d'une nouvelle approche de formulation BAP .....	91
Conclusion.....	95
<b>Conclusion Générale .....</b>	<b>96</b>
<b>Perspectives.....</b>	<b>98</b>
<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>99</b>

## Liste des tableaux

Tableau 1 - Caractéristiques des bétons de réparation. ....	9
Tableau 2 - Méthodes de formulation des bétons autoplaçants .....	12
Tableau 3 - Caractéristiques chimiques du ciment GU .....	43
Tableau 4 - Caractéristiques physiques du ciment GU .....	43
Tableau 5 - Composition minéralogique du ciment GU .....	43
Tableau 6 - Poids moléculaire moyen et indice de polydispersité des SP étudiés .....	44
Tableau 7 - Caractéristiques des SP utilisés.....	44
Tableau 8 - Proportions des mélanges de pâtes cimentaires .....	45
Tableau 9 - Dosage de saturation, affaissement et temps d'écoulement. ....	51
Tableau 10 - Les rangs pondérés et les indices de performance des mélanges étudiés. ....	54
Tableau 11 - Analyse granulométrique du sable .....	74
Tableau 12 - Analyse granulométrique du gravier G10.....	74
Tableau 13 - Analyse granulométrique du gravier G14.....	75
Tableau 14 - Analyse granulométrique du gravier G20.....	75
Tableau 15 - Propriétés physiques des granulats .....	75
Tableau 16 - Proportions des BAP confectionnés.....	77
Tableau 17 - Proportions des mélanges de mortier fin.....	78
Tableau 18 - Protocole d'essai du rhéomètre de béton. ....	81
Tableau 19 - Indice de performances $I_{p1}$ , $I_{p2}$ et résistance mécanique $f_{clj}$ . ....	83
Tableau 20 - Critères de sélection des superplastifiants. ....	84
Tableau 21 - Propriétés rhéologiques et mécaniques des mélanges de béton autoplaçant (N1-N4) .....	84
Tableau 22 - Paramètres des modèles M1 et M2 .....	87
Tableau 23 - Propriétés rhéologiques des BAP confectionnés à partir des modèles M1 et M2 ....	88
Tableau 24 – Étalement des mélanges de mortier fin. ....	90
Tableau 25 - Paramètres des modèles M1 et M2 ajustés .....	90
Tableau 26 - Propriétés des BAP confectionnés à partir des modèles M1 et M2 ajustés .....	91
Tableau 27 - Propriétés rhéologiques des mélanges de béton autoplaçant (ciment ternaire) .....	93

## Liste des figures

Figure 1 - Structure chimique d'un lignosulfonate .....	15
Figure 2 - Sulfonation du naphthalène par l'acide sulfurique .....	16
Figure 3 - Polycondensation en présence de formaldéhyde .....	16
Figure 4 - Structure chimique d'un polymélamine sulfonate .....	17
Figure 5 - Schéma de la structure en peigne d'un PCE .....	18
Figure 6 - Première approche synthétique d'un polycarboxylate .....	19
Figure 7 - Deuxième approche synthétique d'un polycarboxylate .....	19
Figure 8 - Dispersion des grains de ciment par la répulsion électrostatique.....	22
Figure 9 - Dispersion des grains de ciment par la répulsion stérique .....	23
Figure 10 - Facteurs affectant la rhéologie entre le ciment et les superplastifiants .....	24
Figure 11 - Modèle de deux plans parallèles.....	31
Figure 12 - Courbes d'écoulement des différents fluides .....	34
Figure 13 - Protocoles de mesures des courbes d'écoulement.....	36
Figure 14 - Boucles d'hystérésis de courbes d'écoulement.....	37
Figure 15 - Mesure de la thixotropie par les boucles d'hystérésis .....	39
Figure 16 - Géométrie plan-plan (a) et géométrie à cylindres coaxiaux (b) .....	40
Figure 17 - Rhéomètre Anton Paar MCR 302.....	47
Figure 18 - Viscosité des superplastifiants étudiés à différentes températures.....	51
Figure 19 - Indices de performance des différents types de SP, a) E/C = 0,42 et b) E/C= 0,35 ....	55
Figure 20 - Effet du poids moléculaire des SP sur les propriétés viscoélastiques déterminé à une fréquence angulaire de 10 rad/s, correspondant à a) des mélanges à 0,42 E/C à des températures de 5 et 25 °C ; b) mélanges 0,35 E/C à des températures de 5 et 25 °C. ....	58
Figure 21 - Variation de la viscosité apparente avec le taux de cisaillement à différents âges de 10, 50 et 90 min et une température de 25 °C, incluant a) E/C = 0,42 et b) E/C= 0,35 .....	62
Figure 22 - Variation de la viscosité apparente avec le taux de cisaillement à différents âges de 10, 50 et 90 min et une température de 5 °C, incluant a) E/C = 0,42 et b) E/C= 0,35	63

Figure 23 - Évolution de la limite élastique avec le temps d'hydratation à des températures de 25 et 5 °C, incluant a) E/C = 0,42 et b) E/C= 0,35.....	64
Figure 24 - Effet du poids moléculaire des superplastifiants sur la structuration des mélanges ciment-pâte à des températures de 5 et 25 °C, y compris a) E/C = 0,42 et b) E/C = 0,35 .....	66
Figure 25 - Effet du poids moléculaire des superplastifiants sur le flux de chaleur des mélanges ciment-pâte à 25 °C, y compris a) E/C = 0,42 et b) E/C = 0,35 .....	69
Figure 26 - Effet du poids moléculaire des superplastifiants sur la résistance à la compression des mélanges de 0,42 et 0,35 E/C après a) 24 h et b) 7 jours. ....	71
Figure 27 - Étalement du mortier fin.....	77
Figure 28 - Étalement du BAP .....	80
Figure 29 - Rhéomètre de béton .....	82
Figure 30 - Éprouvettes cylindriques, Essai de compression.....	82
Figure 31 - Organigramme des modèle M1 et M2 combinés .....	87
Figure 32 - Approche de d'optimisation de béton autoplaçant .....	94

## Liste des abréviations

BAP : Béton autoplaçant

BHP : Béton à hautes performances

E/C : rapport eau/ciment

E/L : rapport eau/liant

SP : superplastifiant

AEA : agent entraîneur d'air

PNS : Superplastifiant à base de polynaphtalène sulfonate

PCE : Superplastifiant à base de polycarboxylate

DVEL : domaine viscoélastique linéaire

$G'$  : module de stockage

$G''$  : module de perte

$G_{\max.}$  : rigidité maximale

$\gamma_c$  : déformation critique

$t_{\text{perc.}}$  : temps de percolation

$G_{\text{rigid.}}$  : taux de rigidification

$f_{cj}$  : résistance à la compression après j jours

$M_w$  : Poids moléculaire moyen en poids

$M_n$  : Poids moléculaire moyen en nombre

PDI : Indice de polydispersité

LAOS : Cisaillement oscillatoire de grande amplitude

SAOS : Cisaillement oscillatoire de petite amplitude

Da : Dalton

# Introduction générale

Au fil des années, le béton a été largement utilisé dans le monde entier dans divers projets de construction, notamment des bâtiments, des ponts et des tunnels. De ce fait, les matériaux à base de ciment sont devenus les matériaux les utilisés dans l'industrie de la construction. Le béton est constitué d'un simple mélange d'eau, du ciment, des ajouts cimentaires, des granulats fins et grossiers et des adjuvants.

Les bétons à hautes performances (BHP) sont des bétons qui développent des résistances mécaniques élevées et qui présentent une durabilité supérieure et une consistance ferme à plastique. L'ajout de superplastifiants aux bétons à hautes performances assurent une maniabilité suffisante tout en diminuant le rapport eau/ciment (E/C) afin de réduire la porosité et améliorer la durabilité. De plus, l'ajout d'éléments ultrafins aux bétons à hautes performances est nécessaire afin d'améliorer l'empilement granulaire et de conférer à l'ensemble une forte compacité et une grande durabilité [1]. Cependant, la densification de la matrice affecte la rhéologie et la capacité à l'écoulement du béton. De plus, la mise en place de ces bétons dans les ouvrages qui présentent un ferrailage dense est très difficile. De ce fait, des recherches ont été menées pour développer et améliorer l'ouvrabilité de ces bétons. Le recours aux bétons autoplaçants a été la voie adoptée, tout en respectant les exigences liées au maintien des résistances mécaniques et de la durabilité. Par conséquent, les études sur les bétons ont traité, à la fois, les relations entre la formulation et la rhéologie et les relations entre la formulation et les propriétés mécaniques.

Les bétons autoplaçants (BAP) sont des bétons très fluides qui se mettent en place sous l'effet de leurs poids propre. Ces bétons se consolident rapidement sans aucune vibration à l'opposé des bétons ordinaires. La formulation des bétons autoplaçants est essentiellement basée sur une augmentation du volume de la pâte afin de réduire la friction entre les inclusions solide et améliorer la déformabilité du béton, la réduction du volume des gros granulats afin d'augmenter la capacité de passage du béton, l'augmentation du volume de fines pour améliorer la compacité granulaire et l'utilisation d'un dosage adéquat d'adjuvants pour améliorer la maniabilité.

Les bétons autoplaçants ont été développés en 1986 au Japon. Ils ont été développés initialement pour assurer une bonne consolidation, un remplissage adéquat des zones restreintes et une qualité

de surface élevée. Les BAP sont utilisés dans des applications de réparation du béton [2] et de construction de nouvelles infrastructures, notamment les fondations du Burdj Khalifa à Dubaï et le pont Akashi au Japon, etc. Le BAP est également utilisé dans la préfabrication et du coulage en place [2-3]. Cependant, le maintien de la fluidité de ces bétons sans ségrégation nécessite un contrôle adéquat de sa rhéologie. Les performances de ces bétons fluides reposent sur la compréhension fondamentale de leur comportement d'écoulement. La rhéologie d'un béton autoplçant est caractérisée par un faible seuil d'écoulement afin d'assurer une grande déformabilité. En même temps, elle doit maintenir une viscosité plastique modérée pour assurer une suspension homogène et éviter la ségrégation.

Par ailleurs, le béton fluide à rhéologie adaptée, incluant les BAP, peut répondre aux exigences des constructions modernes, notamment en ce qui concerne le coulage des éléments de formes complexes, les armatures denses, temps de construction court, la qualité du produit fini, etc. Les paramètres rhéologiques et la thixotropie de ces bétons régissent leurs performances d'écoulement, leur degré de consolidation et leur stabilité après la mise en place. Ces performances ont à leur tour un impact direct sur les propriétés mécaniques, les propriétés de transport et la durabilité. Différentes approches scientifiques tentent de prédire et de concevoir des bétons ayant les propriétés à l'état frais requises [4-5] de développer les propriétés mécaniques et de durabilité adéquate. La sélection des matériaux est un aspect très important qui affecte la rhéologie du béton. De ce fait, il est très important de combiner les constituants adéquats pour obtenir un béton à rhéologie adaptée pour une application donnée.

Les pâtes de ciment fluides telles que celles utilisées dans les bétons autoplçants peuvent être considérées comme des suspensions colloïdales concentrées de particules de ciment dispersées dans l'eau. Les propriétés rhéologiques de ces suspensions cimentaires affectent la fluidité, la maniabilité et la facilité de pompage des bétons autoplçants. Elles sont également cruciales pour prédire la pression de coffrage et la constructibilité des matériaux à base de ciment imprimés en 3D. La pâte de ciment à haute performance (HPCP) désigne les mélanges proportionnés avec des rapports E/C relativement faibles (inférieur à 0,40) qui contiennent un superplastifiant. Les HPCP présentent des propriétés rhéofluidifiantes (fluidification par cisaillement ou pseudo-plastique), une meilleure stabilité et des propriétés mécaniques améliorées par rapport aux pâtes

conventionnelles [6-10]. Elle est utilisée pour la consolidation des structures en béton, l'injection de fissures et la protection des gaines de post-tension [6-7,10].

Les adjuvants hauts réducteurs d'eau sont des composants essentiels des nouveaux bétons à hautes performances se caractérisant par une bonne maniabilité et une performance mécanique supérieure. Le mécanisme d'action du superplastifiant consiste à induire des forces répulsives électrostatiques et stériques supplémentaires pour disperser les particules de ciment, ce qui entraîne une diminution des interactions colloïdales entre les particules et une augmentation de la fluidité. Par conséquent, l'ajout du superplastifiant peut influencer de manière significative les propriétés rhéologiques et le développement de la résistance des suspensions à base de ciment. La capacité du superplastifiant à améliorer la rhéologie d'une suspension cimentaire dépend de plusieurs facteurs, parmi ces facteurs le type, dosage et la structure du superplastifiant, notamment le poids moléculaire, ainsi que des paramètres de formulation, notamment la teneur en ciment, c'est-à-dire son rapport E/C, le type et la finesse du ciment.

Les types et les dosages des superplastifiants sont des facteurs clés pour modifier la rhéologie. Le dosage approprié en superplastifiant, correspondant à son dosage de saturation (DS), peut garantir une bonne dispersion, une bonne rhéologie et une faible structuration structurelle des suspensions de ciment [11-13]. Le DS est la concentration requise de polymère pour l'adsorption sur les particules de ciment, ce qui les fait passer d'hydrophile à hydrophobe. Un dosage inférieur au SD aura pour conséquence que la surface des particules de ciment ne sera pas entièrement recouverte par les molécules, résultant en un système aggloméré. Au-delà du SD, l'excès de polymères peut induire un ressuage et retarder le temps de prise et le développement de la résistance car une partie du polymère reste dans la solution interstitielle [14-17].

Des études antérieures ont examiné la relation entre le poids moléculaire du superplastifiant et ses propriétés dispersantes dans les systèmes de ciment [18-29]. Cependant, des recherches limitées ont été menées sur l'effet du Mw des superplastifiants sur les courbes d'écoulement, les propriétés viscoélastiques et la cinétique de structuration. La compréhension cette partie permet de contrôler les procédés de synthèse afin d'obtenir la structure moléculaire idéale compte tenu des propriétés visées du béton.

Par conséquent, nous avons examiné l'effet du poids moléculaire de différents types de superplastifiants, du rapport E/C et de la température sur la rhéologie, les propriétés

viscoélastiques et la cinétique de structuration des mélanges de pâte de ciment. Une meilleure compréhension de la rhéologie et de la structuration des pâtes de ciment conduit à un meilleur contrôle des propriétés d'ouvrabilité du béton, la stabilité après la prise et d'autres propriétés spécifiques pour différentes applications. Par exemple, dans le cas d'une coulée multicouche, il est indispensable de concevoir un béton à faible cinétique structurale pour éviter une diminution de l'adhérence entre les couches coulées [30-31]. Toutefois, le béton avec une cinétique de structuration élevée est préféré pour le coulage des éléments de murs afin de réduire la pression latérale exercée sur le coffrage et de permettre une diminution plus rapide de la pression après le coulage [2, 32]. De plus, nous avons utilisés les résultats trouvés dans la partie précédente afin de proposer une méthode d'optimisation des bétons autoplaçant à fluidité adaptée.

De plus, plusieurs approches de formulation des bétons autoplaçant ont été élaborées à travers le monde (approche japonaise, approche suédoise, approche canadienne, approche du LCPC, etc.) pour répondre aux exigences d'ouvrabilité. Des approches basées sur l'optimisation des mortiers, d'autres basées sur l'optimisation du volume de pâte et des approches basées sur l'optimisation du squelette granulaire. Il faut noter qu'il n'existe pas encore une approche de formulation unique au béton autoplaçant car les matériaux employés et leurs qualités diffèrent selon les régions. Ce constat nous ramène à la question suivante : comment peut-on améliorer et rendre plus pratique l'optimisation de béton autoplaçant à rhéologie adaptée à partir des propriétés rhéologiques et mécaniques de la pâte de ciment à haute performance. Aussi, est-il possible de contrôler la rhéologie de cette pâte de ciment afin de mieux maîtriser les propriétés d'ouvrabilité et la stabilité (statique et dynamique) du béton, les propriétés mécanique et d'autres propriétés spécifiques, notamment la thixotropie, pour différentes applications?

Par conséquent, Cette étude vise à apporter des réponses à certains problèmes liés au développement de béton autoplaçant à rhéologie adaptée. L'objectif principal est le développement d'une approche d'optimisation des bétons autoplaçant avec des propriétés rhéologiques visées. La rhéologie des béton autoplaçant est affectée par celle de sa pâte (phase suspendante) qui est considérée comme une suspension colloïdale concentrée de particules de ciment dispersée dans l'eau. De ce fait, le comportement rhéologique et les propriétés mécaniques des matériaux à base de ciment en présence de deux types de superplastifiants à base de polynaphtalène sulfonate de formaldéhyde (PNS) et à base d'éther de polycarboxylate (PCE) avec différents poids moléculaires ont été évalués.

Pour atteindre ces objectifs, l'étude est réalisée en cinq phases complémentaires suivantes :

- **Phase 1** : Revue bibliographique.
- **Phase 2** : Effet de la température sur la viscosité des superplastifiants (PNS et PCE) ayant différents poids moléculaires.
- **Phase 3** : Effet du poids moléculaire des différents superplastifiants sur la rhéologie, les propriétés viscoélastiques, la cinétique de structuration et les propriétés mécanique des pâtes de ciment.
- **Phase 4** : Effet du poids moléculaire des différents superplastifiants sur la rhéologie du béton autoplaçant.
- **Phase 5** : Proposer une nouvelle approche d'optimisation des bétons autoplaçant à rhéologie adaptée

Cette thèse est constituée de quatre chapitres présentés comme suit :

- **Chapitre 1** : ce chapitre porte sur l'état de l'art des connaissances et explore les avancées et les limites des études qui ont traité les différents aspects en relation directe avec les approches de formulation des bétons autoplaçants à rhéologie adaptée. De plus, des notions sur la rhéologie des suspensions cimentaires et les différentes procédures expérimentales utilisées pour mesurer les propriétés rhéologiques de ces suspensions sont également présentés.
- **Chapitre 2** : ce chapitre est constitué de deux phases (2 et 3), il traite le comportement rhéologique et les propriétés mécaniques des pâtes de ciment en présence de deux types de superplastifiants (PNS et PCE) avec différents poids moléculaires. L'effet du poids moléculaire de différents types de superplastifiants, du rapport E/C et de la température sur la rhéologie a été évalué ainsi que les propriétés viscoélastiques et la cinétique de structuration des mélanges de pâte de ciment.
- **Chapitre 3** : ce chapitre est constitué de deux phases (4 et 5), il présente une nouvelle approche d'optimisation de béton autoplaçant à rhéologie adaptée. Plusieurs formulations de béton autoplaçant ont été confectionnés et étudiées. Le BAP est considéré comme une suspension diphasique de granulats grossiers dans une matrice fluide de mortier fin.

# Chapitre 1 – Revue bibliographique

## 1.1 Béton à hautes performances

Les bétons à hautes performances sont des bétons de consistances fermes à plastiques qui développent dès le jeune âge des résistances mécaniques élevées et une durabilité améliorée par rapport au béton conventionnel. La diminution de la porosité grâce à l'ajout de superplastifiants qui dé-floculent les grains de ciment et assurent aussi une maniabilité suffisante, ainsi que l'élargissement de leur spectre granulaire grâce à l'ajout d'éléments ultrafins confère à l'ensemble une forte compacité [1] et une grande durabilité [33] vis-à-vis des agents agressifs chimiques extérieurs. Cependant, la plupart des ouvrages d'art dans lesquels sont utilisés les bétons à hautes performances présentent des ferrailages très denses, supérieurs à  $200 \text{ kg/m}^3$ , qui sont souvent associés à la présence de gaines de précontrainte. L'ensemble de ses armatures constitue un réseau d'obstacles à la mise en œuvre de ces BHP, du fait de leur consistance, ce qui rend leur mise en place par vibration très difficile.

L'expertise acquise lors des travaux de recherche sur les BHP et la maîtrise croissante des nouveaux superplastifiants ont permis la mise au point de nouveaux bétons : les bétons autoplaçants qui présentent des propriétés rhéologiques satisfaisantes (béton fluide).

## 1.2 Béton autoplaçant

Les bétons autoplaçants ont été introduits à la fin des années 1980 par des chercheurs japonais [34]. Ces bétons se distinguent des bétons dits ordinaires par leurs propriétés à l'état frais. Ce sont des bétons très fluides capables de s'écouler sous leur propre poids (se mettre en place sans vibration), quel que soit le confinement du milieu. [35-36]. De plus, ils restent homogènes au cours de l'écoulement (absence de ségrégation dynamique) et une fois en place (absence de ségrégation statique), ils épousent ainsi des formes de coffrages très complexes tout en résistant parfaitement à la ségrégation.

Les propriétés rhéologiques exigées pour un béton autoplaçant sont :

- Un béton autoplaçant doit s'écouler naturellement sous son poids propre (avec un débit suffisant), c'est à dire avoir un étalement et une vitesse d'étalement importants ;

- Un béton autoplaçant doit aussi pouvoir remplir, sans vibration, des zones confinées et une grande fluidité du béton peut ne pas être suffisante pour cela. En effet, lors de son écoulement en présence d'obstacles, les gravillons cisailent le mortier et ont tendance à entrer en contact les uns avec les autres si ce dernier ne résiste pas suffisamment au cisaillement, des arches peuvent se former et interrompre l'écoulement par blocages. Pour éviter ceci, il est nécessaire qu'un béton autoplaçant ait une bonne résistance à la ségrégation en phase d'écoulement en zone confinée ;
- Un béton autoplaçant doit présenter une bonne résistance à la ségrégation statique jusqu'à la prise du béton, pour des raisons évidentes d'homogénéité afin d'assurer des propriétés mécaniques uniformes ;
- Le ressuage d'un béton autoplaçant doit être limité à un niveau minimum, car ceci peut générer une chute d'adhérence des armatures en partie supérieure des levées, par rapport à celles situées en zone inférieure lors du coulage, ainsi que l'apparition de fissures.

Les bétons autoplaçants sont aujourd'hui très largement utilisés dans le monde grâce aux divers avantages qu'ils offrent. Les principaux avantages tirés des bétons autoplaçants sont :

- Très fluides et homogènes ;
- Diminution du temps et du personnel lors de la mise en place du béton.
- Obtention d'une meilleure qualité du béton in situ pratiquement indépendante du savoir-faire des ouvriers durant la réalisation.
- Possibilité de réaliser des structures de formes hypercomplexes ;
- Bonne pompabilité permettant le transport sur de plus longues distances, mais aussi et surtout l'injection du béton dans le coffrage, ce qui va dans le sens d'une amélioration de la qualité des parements.
- Résistances et des durabilités analogues à celles des bétons traditionnels ou à celles des Bétons à hautes performances mis en œuvre par vibration.

Deux types de béton autoplaçant ont été utilisés dans cette étude. Les recherches effectuées précédemment sur ces deux types sont abordées en détail dans les sections suivantes. L'importance de comprendre l'effet des constituants du béton sur sa rhéologie, en particulier l'utilisation de matériaux cimentaires supplémentaires et d'adjuvants chimiques, est discutée. Ceci

afin de pallier le manque de compréhension fondamentale de ces constituants dans la pâte et de leur effet sur le comportement rhéologique.

#### ***a) Béton autoplaçant pour la préfabrication***

Les BAP conçus pour les applications de préfabrication ou de précontrainte doivent être très maniables afin de s'écouler facilement à travers des espaces restreints avec une résistance mécanique au jeune âge élevée. Les principales caractéristiques d'ouvrabilité des bétons autoplaçants peuvent être décrites en termes de capacité de remplissage, de capacité de passage et de stabilité (statique et dynamique). Ces propriétés sont influencées par le choix des matériaux et leur dosage, les superplastifiants et leur compatibilité avec la matrice cimentaire.

Les approches d'essai et le choix adéquat des matériaux sont nécessaires pour les exigences d'ouvrabilité et la performance du béton durci. Long et al [37] ont réalisé un programme expérimental afin d'évaluer la pertinence de diverses méthodes d'essai pour évaluer l'ouvrabilité et proposer des spécifications de performance du béton précontraint. Plusieurs mélanges de béton autoplaçant proportionnés avec différentes tailles maximales et types de granulats, types et teneurs en liant et rapports eau-liant (E/L) ont été évalués. Long et al [37] ont rapporté que pour assurer une capacité de remplissage adéquate supérieure à 80%, il est recommandé que les bétons autoplaçants respectent des valeurs d'affaissement comprises entre 635 et 760 mm. Ce béton doit avoir une capacité de passage, correspondant au rapport de blocage de la boîte en L ( $h_2/h_1$ ), supérieure à 0,5. De plus, pour assurer une bonne ouvrabilité, il est recommandé d'avoir une viscosité plastique de 100-225 Pa.s dans le cas des granulats concassés ou de 100-400 Pa.s dans le cas des graviers.

Lemieux et al. [38] ont réalisé une étude qui a porté sur le développement de béton autoplaçant, l'étude a examiné les bétons qui peuvent être produits de manière cohérente sur le terrain et dans les usines de préfabrication avec une optimisation en fonction des résultats d'ouvrabilité obtenus, tels que la déformabilité, la capacité de passage, la capacité de remplissage et la stabilité, pour plusieurs approches de conception de mélanges en laboratoire. Les spécifications basées sur les performances comprenaient les critères pour les spécifications et la conformité aux essais des bétons autoplaçants pour les éléments de pont préfabriqués et précontraints, en déterminant l'influence de plusieurs paramètres clés affectant les performances structurelles des bétons

autoplaçants comme les matières premières, la conception du mélange, le mélange et la mise en place et le coulage.

***b) Béton autoplaçant de réparation***

Nombreuses études ont été menées sur les applications de béton autoplaçant de réparation. La plupart de ces études visaient une meilleure fluidité, d'excellentes propriétés mécaniques et des propriétés de retrait de béton compatibles avec celle du béton à réparer. Il convient de noter que dans ce cas, il est très important de se concentrer sur un volume de pâte/mortier plus élevé avec une taille maximale de granulats moins importante. Selon une étude faite par Kassimi en 2013, le volume de pâte élevé ne satisfait pas tous les critères requis, en particulier pour la fissuration au jeune âge due au retrait de séchage [39].

La conception du mélange de béton autoplaçant de réparation doit atteindre les caractéristiques présentées dans le Tableau 1 [39]. Le mélange final de béton autoplaçant optimisé a été produit après plusieurs essais en utilisant un mélange ternaire de ciment, de laitier et de fumée de silice avec un rapport E/L de 0,42 et l'ajout des adjuvants et fibres mais sans une compréhension fondamentale de l'effet des composants sur la rhéologie.

**Tableau 1- Caractéristiques des bétons de réparation.**

Capacité de remplissage	Étalement (mm)	650-720
	T <sub>50</sub> (s)	2-5
Aptitude de passage	Étalement J-Ring modifié (mm)	620-710
	L-Box modifié	0.75-1
	Temps V-funnel (s)	2.2-4.8
Stabilité	VSI	0-0.5
	Affaissement de la surface (%)	<0.5
Capacité de passage	Capacité de passage (%)	75-100
Teneur en air (%)	Teneur en air (%)	5-8
Rhéologie	Viscosité plastique (Pa.s)	3-13
	Seuil de cisaillement (Pa)	30-95

## 1.3 Méthodes de formulation

Un béton autoplaçant est un béton très fluide, homogène et stable. Il se met en place et se consolide sous son propre poids et il ne doit présenter de ségrégation. Plusieurs approches de formulation des bétons autoplaçants ont été élaborées à travers le monde pour répondre aux exigences d'ouvrabilité de ce type de béton. Par exemple, l'approche japonaise, l'approche suédoise, l'approche du LCPC, etc.

### 1.3.1 Méthode basée sur l'optimisation des mortiers.

Dans cette approche, les caractéristiques requises sont une forte capacité de déformation de la pâte et du mortier ainsi qu'une bonne résistance à la ségrégation lors de l'écoulement en milieu confiné. La méthode de formulation est basée sur trois critères, quantité de gravillon limitée, faible rapport eau/poudre et utilisation de superplastifiant [40].

Les quantités de gravillons et de sable sont fixées de manière à obtenir facilement les caractéristiques du béton autoplaçant. Les variables sont donc le rapport eau/poudre et le dosage en superplastifiant. Au début, la quantité de gravillons est limitée à 50% de leur compacité afin de minimiser les risques de blocage [38-39]. Aussi, la quantité de sable est limitée à 40% du volume du mortier. Après, les propriétés de la pâte (rapport eau/poudre et quantité de superplastifiant) sont optimisées et caractérisées à l'aide d'essais sur mortiers. Un étalement relatif  $\Gamma_m$  est déterminé à l'aide de l'essai au mini-cône et une vitesse d'écoulement relative  $R_m$  est déterminée par un essai au V-funnel pour mortier. Les paramètres  $\Gamma_m$  et  $R_m$  sont déterminés comme suit :

$$\Gamma_m = \frac{d^2 - d_0^2}{d_0^2} \quad \text{Équation (1.1)}$$

$$R_m = \frac{10}{t} \quad \text{Équation (1.2)}$$

Où  $d$  est le diamètre de la galette de mortier,  $d_0$  est le diamètre intérieur du cône et  $t$  est le temps d'écoulement du mortier.

Des études antérieures ont montré qu'il y a une relation linéaire entre l'étalement relatif et la vitesse d'écoulement relative pour un dosage en superplastifiant donné et un rapport eau/poudre

variable. Les valeurs optimales de l'étalement relatif et la vitesse d'écoulement relative sont respectivement, 5 et 1 [41-42].

Edamatsu et al. [43] ont proposé une méthode pour évaluer les interactions entre le sable ou les poudres du mortier et les gros granulats. Ils ont montré que lorsque l'étalement relatif et la vitesse d'écoulement relative varient dans une certaine gamme, le rapport  $R_{mb}/R_m$  reste constant. Le  $R_{mb}$  est la vitesse d'écoulement relative du béton composé du mortier étudié et 20% de billes de verre de 10 mm de diamètre. Par conséquent, les auteurs ont observé qu'il est possible d'évaluer les interactions entre les gravillons et les particules du mortier en utilisant le rapport  $R_{mb}/R_m$ .

### **1.3.2 Méthode basée sur l'optimisation du volume de pâte**

Dans cette approche, le béton est considéré comme un mélange biphasique, avec une phase solide (les granulats) et une phase liquide (la pâte). La pâte (i.e. la phase suspendante) joue un rôle prédominant dans le cas des bétons autoplacants. La méthode de formulation consiste à déterminer la quantité de pâte en excès optimale pour améliorer la fluidité et réduire le problème de blocage [43]. Van et al. [44] ont présenté une méthode de formulation basée sur l'optimisation de la quantité de pâte. Ils ont rapporté qu'il existe une quantité de pâte minimum pour éviter les blocages pendant l'écoulement et une quantité de pâte minimum pour assurer une bonne maniabilité du béton.

Wu et al. [45] ont développé une méthode de formulation de béton autoplacant sur la base du modèle théorique et des résultats expérimentaux qui caractérise la rhéologie de la matrice de pâte. La méthode propose des corrélations entre les propriétés rhéologiques de pâte et mortiers et puis le passage au béton. La procédure de formulation exige un seul essai très simple d'étalement au mini-cône de pâte pour déterminer le rapport volumique Eau/Pâte et le dosage en superplastifiant dans le béton autoplacant. Les dosages obtenus ne nécessitent pas d'ajustement.

### **1.3.3 Méthode basée sur l'optimisation du squelette granulaire**

Dans cette approche, la formulation des bétons est basée sur l'optimisation de la porosité du système formé par les particules solides, allant de la particule de ciment jusqu'aux gravillons. Lorsque la phase interstitielle est occupée par l'eau de gâchage, plus cette quantité d'eau qui écarte les grains est importante, plus la suspension est fluide. A quantité d'eau constante, si la

porosité de l'empilement de particules solides diminue, le volume d'eau disponible pour fluidifier le mélange augmente. Ce qui explique le lien entre la compacité et la rhéologie.

De Larrard et al. [35] ont développé un modèle décrivant mathématiquement un empilement à partir des caractéristiques des grains qui le composent (forme, distribution granulométrique). Le modèle permet de calculer la compacité du béton et l'indice de degré de serrage. À l'aide de ces variables sont modélisées la viscosité et le seuil de cisaillement du béton [41, 46-47]. Les auteurs ont proposé un cahier des charges spécifique pour les bétons autoplaçants avec des indices pour estimer la capacité de remplissage et la stabilité du béton.

Le Tableau 2 résume les différentes méthodes proposées de formulation des bétons autoplaçants, basées sur l'optimisation de mortier, de pâte et d'empilement granulaire.

**Tableau 2- Méthodes de formulation des bétons autoplaçants**

<b>Principe</b>	<b>Méthode</b>	<b>Auteur</b>	<b>Année</b>
<b>Méthode basée sur l'optimisation des mortiers</b>	Japonaise de mortier optimisé	Okamura et al.	1993
	Japonaise modifiée	Ouchi et al.	1999
	Japonaise améliorée	Edamatsu et al.	2003
	UCL	Domone	2006
	Interaction graviers-mortier	Nepomuceno et al.	2014
<b>Méthode basée sur la pâte</b>		Tangtermsirikul et al.	1995
	Critère de non-blocage et de fluidité	Pettersson et al.	1996
		Bui Van et al.	1999
	Excès de pâte	Oh et al.	1999
	Contrôle par ségrégation	Saak et al.	2001
	Rhéologie de pâte	Wu et al.	2014
<b>Méthode basée sur l'optimisation du squelette granulaire</b>	Modèle d'empilement compressible	Sedran et al.	1999
	Chinoise de facteur d'empilement	Su et al.	2001
	Algorithme de formulation densifiée	Hwang et al.	2005
	Néerlandaise	Brouwers et al.	2005
	Combinaison MEC-FE-NF EN	Sebaibi et al.	2013
	Brouwers modifiée	Wang et al.	2014
	Corrélation graviers-étalement	Ma et al.	2017

## **1.4 Adjuvants**

Les adjuvants sont incorporés durant le malaxage pour améliorer les caractéristiques du béton (fluidité, plasticité, propriétés rhéologiques). Les adjuvants les plus utilisés dans les bétons autoplaçants sont les superplastifiants, les agents de viscosité et les agents entraîneurs d'air [40]. Les adjuvants sont aujourd'hui essentiels pour la formulation d'un béton ayant un faible impact sur l'environnement [48]. Ils sont devenus très importants pour la conception des bétons autoplaçants à rhéologie adaptée, en particulier pour les applications à faible rapport E/L. Les adjuvants, tels que les superplastifiants, les agents de viscosité et les agents entraîneurs d'air, sont considérés comme des modificateurs de la rhéologie pour le béton frais. Certains sont efficaces à faible ou très faible dosages, car ils agissent dans le béton, soit sur l'interface solide-liquide (comme pour le cas des superplastifiants), soit sur l'interface liquide-vapeur (comme pour le cas des entraîneurs d'air) [49]. L'action des adjuvants est considérée au niveau de la pâte et son effet se répercute au niveau du béton [50]. Cependant, l'ajout de superplastifiants peut provoquer parfois une perte d'affaissement rapide en raison de l'incompatibilité entre les particules de ciment et les superplastifiants [51]. La rhéologie n'est pas seulement contrôlée par les dosages de superplastifiants ajoutés, mais aussi par son interaction avec les particules de ciment et d'autres facteurs [51]. La complexité et l'effet synergique sur la rhéologie entre ces superplastifiants et les autres matériaux constituent un intérêt majeur de cette étude.

### **1.4.1 Superplastifiants**

Les superplastifiants sont des polymères faisant partie de la catégorie des adjuvants appelés hauts réducteurs d'eau (HRWR). Ils ont été introduits dans les années 1960, en particulier pour les applications de béton à faible masse volumique. Ce sont des agents dispersants solubles dans l'eau. Des réducteurs d'eau normaux peuvent réduire d'environ 10 à 15% la demande en eau. En revanche, les superplastifiants peuvent réduire d'environ 30% les demandes en eau. Les superplastifiants peuvent être utilisés à des dosages plus importants que ceux utilisés pour les réducteurs d'eau normaux sans retarder l'hydratation et la prise du ciment [52]. Les avantages de l'utilisation des superplastifiants sont nombreux, c'est pourquoi ils sont devenus des ingrédients clés dans les bétons modernes. Ils peuvent être utilisés pour améliorer l'ouvrabilité sans modifier le rapport E/L qui contrôle la résistance et la durabilité du béton [53]. Ils peuvent également être utilisés pour diminuer le rapport E/L du béton sans compromettre l'ouvrabilité [54]. Cela peut

être utilisé pour compenser le manque de résistance initiale lorsque des ajouts minéraux qui ne réagissent pas aussi rapidement avec l'eau remplacent une partie du ciment [55]. Dans cette étude, seuls deux types de superplastifiants, les polynaphtalènes sulfonates (PNS) et les polycarboxylates (PCE), sont pris en compte et leur effet sur la rhéologie est évalué.

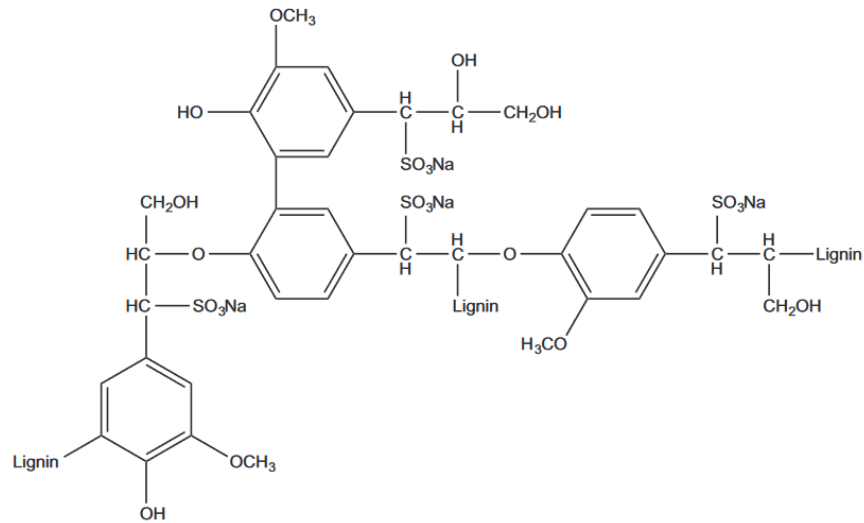
#### **1.4.2 Types de superplastifiants**

Il existe différents types de superplastifiants communément utilisés dans les matériaux à base de ciment destiné pour l'industrie 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.

##### **1.4.2.1. Les lignosulfonates**

Les lignosulfonates (LS) ont été les premiers adjuvants utilisés dans béton en tant que plastifiants ou réducteurs d'eau. Ces polymères dispersants ont été introduits au début des années 1930. Ils sont fabriqués à partir de sous-produits de l'industrie du bois purifié et traité. Les lignosulfonates utilisés comme dispersants dans le béton présentent une capacité de réduction de l'eau de 8-10% avec un dosage moyen de 0,1-0,3% en poids de ciment. Ils sont utilisés principalement pour améliorer la rétention de l'ouvrabilité dans les applications de béton prêt à l'emploi. Cependant, ils ne sont guère utilisés dans la conception de bétons à hautes performances. Les lignosulfonates contiennent de nombreux groupes fonctionnels, tels que l'acide carboxylique, l'hydroxyle phénolique, le cathéchol, le méthoxyle, l'acide sulfonique, etc. La structure chimique d'un lignosulfonate est présentée à la Figure 1.

Le poids moléculaire des lignosulfonates commerciaux varie de quelques milliers à 150 000 Da, ce qui montre une polydispersité beaucoup plus grande que celle des polymères synthétiques. Quelques essais sur des mélanges contenant des lignosulfonates ayant différents poids moléculaires ont montré que les fractions de poids moléculaire élevé, environ 80 000 Da et plus, ont de meilleurs effets plastifiants. Ces lignosulfonates permettent une réduction de l'eau allant jusqu'à 20 % avec un retard modéré. D'après Reknes et al. [56-57], les lignosulfonates ayant un poids moléculaire élevé améliorent également la rétention de l'ouvrabilité.

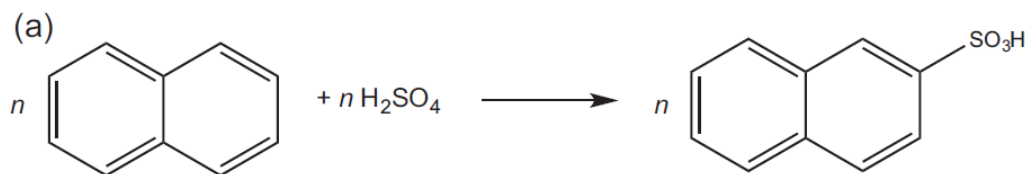


**Figure 1 - Structure chimique d'un lignosulfonate**

#### 1.4.2.2. Les polynaphtalènes sulfonates

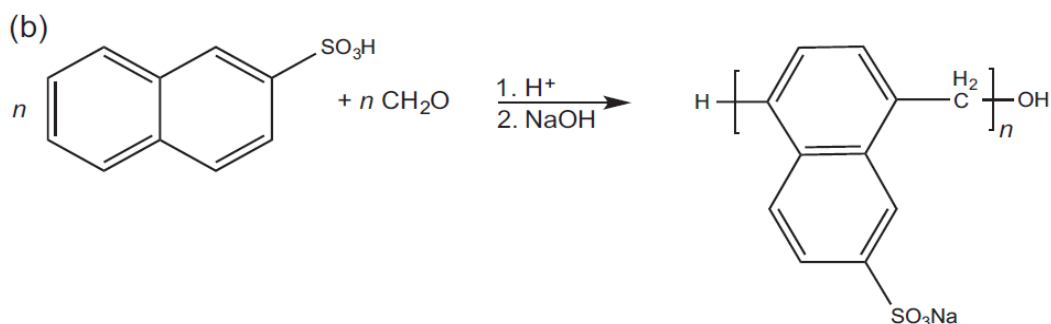
Les polynaphtalènes sulfonates (PNS) sont utilisés à l'origine dans les produits chimiques textiles et la production de caoutchouc synthétique. Ils ont été introduits dans le béton au Japon en tant que premier adjuvant à haut pouvoir réducteur d'eau (superplastifiant) à la fin des années 1960. Les polynaphtalènes sulfonates utilisés comme superplastifiants dans le béton présentent une capacité de réduction de l'eau d'environ 30%. En outre, ils ont une faible interaction avec les minéraux argileux. Les polynaphtalènes sulfonates sont des polymères synthétiques linéaires, constitués de la répétition d'un seul motif composé d'un groupement naphthalène sur lequel est greffé un groupement sulfonate. Les PNS sont formés par condensation entre le formaldéhyde et l'acide naphthalène sulfonique. En raison de la symétrie du naphthalène, le groupement sulfonate peut avoir deux positions différentes ( $\alpha$  et  $\beta$ ). Sur le plan thermodynamique, la forme  $\beta$  est plus stable que la forme  $\alpha$  [57]. La forme  $\beta$  est essentielle pour la fluidification car la forme  $\alpha$  n'a quasiment aucun pouvoir dispersant [58]. La production des polynaphtalènes sulfonates est le résultat d'une synthèse chimique en trois étapes :

- Sulfonation du naphthalène par l'acide sulfurique puis par substitution de l'hydrogène par les sulfonates que ce soit en position  $\alpha$  sous la température inférieure à 100 °C, soit en position  $\beta$  sous la température supérieure à 150 °C, voir Figure 2 [57]. Une synthèse bien contrôlée résulte un degré de sulfonation d'environ 90%. À ce stade, la formation de la forme  $\beta$  est la meilleure. Le type et le degré de sulfonation affectent la condensation dans l'étape suivante.



**Figure 2- Sulfonation du naphthalène par l'acide sulfurique**

- Réaction de condensation de l'acide naphthalène sulfonique avec le formaldéhyde, qui produit l'acide polyméthylène naphthalène sulfonique après obtention du degré de polymérisation souhaité (en poids moléculaire), voir Figure 3.



**Figure 3 - Polycondensation en présence de formaldéhyde**

- Neutralisation de l'acide polyméthylène naphthalène sulfonique avec de l'hydroxyde de sodium (NaOH). Il est recommandé d'utiliser la filtration si le polymère doit être exempt d'alcalis.

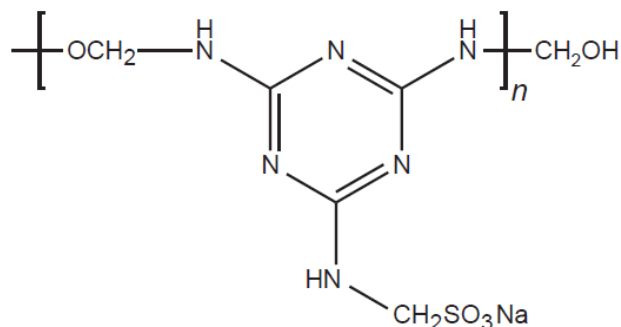
La capacité de dispersion d'un PNS s'explique par sa composition, sa structure et son poids moléculaire. L'étude de caractérisation des PNS réalisée par Piotte et al. [57], a montré que les PNS commerciaux présentent généralement un degré élevé de polydispersité. Ils contiennent jusqu'à 10% d'oligomères ayant un degré de polymérisation entre un et quatre, 20 à 30% des polymères ont un degré de polymérisation maximal de 20, 35% des polymères ont un degré de polymérisation compris entre 20 et 40, et environ 25 % des polymères ont un degré de polymérisation supérieur à 200, ce qui est probablement dû à une forte réticulation [19]. Les oligomères et les molécules réticulées qui ont une masse molaire élevée ne dispersent pas les suspensions de ciment. Les molécules de PNS ont montré une bonne capacité de dispersion lorsque le degré de polymérisation est compris entre 5 et 80, avec une valeur optimale d'environ 10 [59].

### 1.4.2.3. Les polyméamines sulfonates

Les polyméamines sulfonates (PMS), ou polycondensats de formaldéhyde et de mélamine sulfonée, ont été découverts dans les années 1970. Ces polymères sont également constitués de la répétition d'un même motif composé d'une molécule de mélamine sulfonée. Ils sont formés par condensation entre le formaldéhyde et l'acide mélamine sulfonique. La synthèse des polyméamines sulfonates s'effectue suivant les étapes suivantes :

- La fixation de fonctions méthoxyle —CH<sub>2</sub>OH sur les fonctions amine —NH<sub>2</sub> de la mélamine par réaction avec le formaldéhyde en milieu alcalin;
- La fixation des sulfonates;
- Polymérisation par condensation acide via des liaisons éthers (—CH<sub>2</sub>—O—CH<sub>2</sub>—);
- Neutralisation de la forme acide de la résine de PMS.

L'efficacité des polyméamines sulfonates est comparable à celle des polynaphtalènes sulfonates. Le maintien de la consistance dans le temps est cependant légèrement meilleur avec les PNS. Par ailleurs, ils sont préférés aux PNS pour des résistances aux jeunes âges car ils retardent très peu la prise du ciment, c'est pourquoi ils sont souvent préférés dans l'industrie de la préfabrication [60]. Les distributions de poids moléculaires des PMS sont larges, similaires à celle des PNS. Pojana et al. [61] ont indiqué qu'un PMS présente un nombre moyen d'oligomériques, ayant un degré de polymérisation entre un et quatre, de 50 à 60 %. Cette valeur est beaucoup plus élevée à celle trouvée pour un PNS (environ 10%). Cela implique que les PMS peuvent présenter une structure plus complexe avec des molécules éventuellement ramifiées [61]. La structure chimique d'un polyméamine sulfonate est présentée à la Figure 4 .

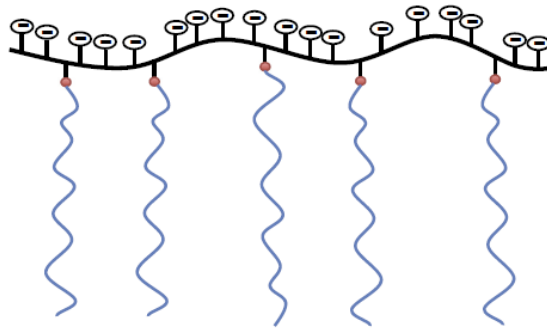


**Figure 4 - Structure chimique d'un polyméamine sulfonate**

#### 1.4.2.4. Les polycarboxylates

Les polycarboxylates (PCE) sont des copolymères en forme de peigne, communément appelés superplastifiants de nouvelle génération car ils ont été mis au point après les polysulfonates. Ils ont été introduits au milieu des années 1980 [62]. Les polycarboxylates peuvent réduire l'eau jusqu'à 40 %, mais ils sont généralement peu tolérants aux minéraux argileux.

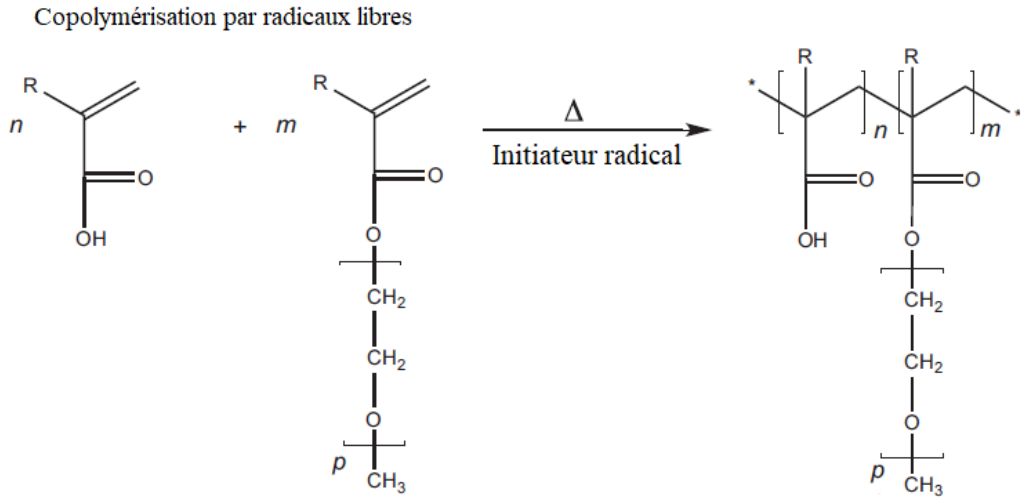
Les polycarboxylates ont des structures chimiques polyvalentes. Ils sont constitués d'un squelette, la chaîne principale, qui porte les groupes carboxyliques. Sur la chaîne principale sont greffées des chaînes latérales non ioniques d'oxyde de polyéthylène (PEO) ou de glycol de polyéthylène (PEG). Le préfixe « co » du mot « copolymère » indique que les monomères de la chaîne principale et la chaîne latérale sont différents, comme le montre la Figure 5.



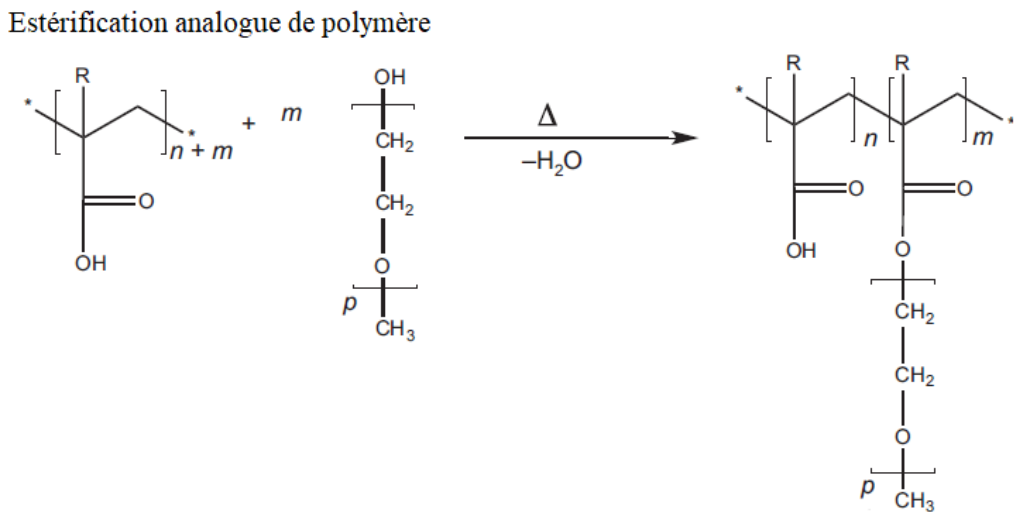
**Figure 5 - Schéma de la structure en peigne d'un PCE**

Les polycarboxylates peuvent être synthétisés par deux approches synthétiques principales. La première approche est la copolymérisation par radicaux libres d'un monomère portant des groupes carboxyliques et d'un monomère portant la chaîne latérale, voir la Figure 6. Cette approche est la plus utilisée, elle peut conduire à des PCE qui présentent une distribution en gradient des chaînes latérales le long du squelette. La copolymérisation radicale est idéale pour l'incorporation de différents types de monomères dans la chaîne principale, ce qui peut donner également naissance à des PCE ayant un degré élevé de polydispersité.

La deuxième approche est l'estérification ou l'amidation d'un squelette préformé portant des groupes carboxyliques avec des PEG monofonctionnels, voir la Figure 7. Cette procédure peut conduire à des PCE qui présentent une distribution plus étroite de structures et de poids moléculaires, en raison du fait que la longueur du squelette est fixe et que les chaînes latérales introduites de cette manière sont réparties plus uniformément le long du squelette [49].



**Figure 6 - Première approche synthétique d'un polycarboxylate**



**Figure 7 - Deuxième approche synthétique d'un polycarboxylate**

Les principaux monomères composant la chaîne principale sont des acides acrylique, maléique ou méthacrylique. Les chaînes latérales sont greffées sur la chaîne principale par l'intermédiaire d'une liaison soit ester (-COO-), amide (-CO-NH-) ou éther (-C-O-C-). Les groupes carboxyliques chargés négativement s'adsorbent sur la surface des particules de ciment chargées positivement. Les chaînes latérales non ioniques ne s'adsorbent pas sur les particules et restent en mouvement dans le fluide interstitiel. Le mécanisme efficace de dispersion est lié à ses chaînes latérales non-adsorbantes. Contrairement aux lignosulfonates, polynaphtalènes sulfonates et

polymélamines sulfonates, la charge négative apportée par les polycarboxylates sur les particules de ciment est beaucoup plus faible et dépend du nombre de groupes carboxyle présents dans la chaîne principale. L'effet dispersant des polycarboxylates est alors clairement dominé par la répulsion stérique causée par le mouvement des chaînes latérales dans le fluide interstitiel [63].

Bien que le polycarboxylate soit composé d'unités de base, il offre un large éventail de structures moléculaires possibles. Étant donné que la structure moléculaire influe grandement sur les performances des PCE, il est possible de produire des PCE aux propriétés différentes, adaptés à une large gamme d'applications et qui réponds au besoin de l'industrie [64-65]. Par conséquent, Les principaux facteurs qui déterminent la performance des polycarboxylates sont la longueur et la nature chimique du squelette (acrylique, méthacrylique, maléique, etc.), la longueur et la nature chimique des chaînes latérales (PEG, oxyde de polypropylène, etc.), la répartition des chaînes latérales le long du squelette, la densité de charge anionique et le lien entre les fonctionnalités du squelette et la chaîne latérale (ester, éther, amide, etc.) [49].

Les polycarboxylates ont une large capacité à réduire la teneur en eau et à rallonger le temps durant lequel le système reste maniable. Ce type de superplastifiant ont permis le développement des bétons tel que les bétons à hautes performances, les bétons à ultra hautes performances, les bétons fibrés à ultra hautes performances et les bétons autoplaçants [66].

#### **1.4.3 Mécanisme d'action des superplastifiants**

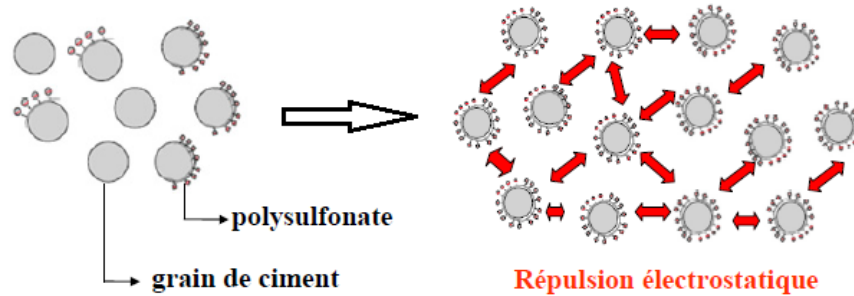
Les mécanismes de dispersion des superplastifiants s'exercent par plusieurs phénomènes physiques tels que l'adsorption des superplastifiants, la répulsion électrostatique et l'encombrement stérique. La dispersion des particules de ciment par les superplastifiants est nécessaire afin d'éviter l'agglomération des particules de ciment et d'éliminer la formation des floccs, qui se forment lorsque l'eau est mélangée au ciment Portland. Cette floculation est le résultat de plusieurs interactions physiques, telles que les interactions de van der Waals et l'attraction électrostatique [52]. La floculation des particules de ciment forme un réseau ouvert et retient une partie de l'eau de gâchage. Par conséquent, l'hydratation de la surface des particules est empêchée et la maniabilité de la pâte cimentaire est réduite. D'autre part, la plupart des applications des béton autoplaçants à rhéologie adaptée nécessitent une fluidité adéquate ou élevée, en particulier pour un faible rapport E/C. Les particules de ciment doivent être correctement défloculées et bien dispersées dans le système cimentaire.

#### 1.4.3.1. Mécanisme de répulsion électrostatique

Les charges de surface augmentent en raison de la séparation des groupes de surface, de l'adsorption spécifique d'ions ou de polymères ioniques. Le modèle de Gouy-Chapman suppose qu'une interface solide chargée est constituée de deux couches. Une couche intérieure de contre-ions immobilisés par la surface des particules et une couche externe constituée d'ions mobiles et présentant un excès d'ions ayant le même signe de charge que la surface. Cette couche induit des concentrations excessives d'ions, en particulier à la distance moyenne entre les deux couches des solides. Une pression osmotique intervient et exerce une dilution en attirant plus d'eau et d'ions de la solution en vrac entre les deux couches. L'eau commence à éloigner les surfaces des solides et une répulsion électrostatique se produit. Dans les suspensions cimentaires, la force ionique est très élevée, environ 100-200 mM [67], et les forces de van der Waals sont prédominantes.

La dispersion des particules de ciment engendrée par les superplastifiants de type polysulfonate est majoritairement due à la répulsion électrostatique. Les molécules polymériques à longue chaîne des superplastifiants s'adsorbent sur la surface des particules de ciment [68]. Les PNS, par exemple, possèdent un groupe hydrophobe qui s'adsorbe sur les surfaces du ciment et un groupe hydrophile qui s'aligne sur le côté eau de l'interface ciment-eau [52]. Les PNS adsorbés confèrent une charge négative aux particules de ciment. Par conséquent, une répulsion électrostatique se produit entre les particules de ciment et disperse les floccs formés [52], voir Figure 8.

Le ciment est une poudre multiminérale ayant différentes surfaces d'interaction qui créent des forces d'attractions supplémentaires. Toute homogénéité dans la charge de surface réduit les forces d'attraction interparticulaires globales et, par conséquent, le seuil d'écoulement [69]. Le potentiel zêta représente une valeur approchée de la force électrostatique et permet ainsi d'étudier la stabilité d'une suspension cimentaire. Les valeurs du potentiel zêta sont toujours faibles pour les suspensions cimentaires sans superplastifiant [70]. Cependant, en présence de superplastifiants, les polymères linéaires induisent un potentiel zêta négatif sur les particules de ciment, augmentant ainsi le potentiel zêta de -30 mV à -50 mV [68]. L'intensité de la force répulsive est liée à la structure moléculaire du superplastifiant. Uchikawa et al. [71] ont montré que plus le nombre de groupements anioniques est élevé, plus le potentiel zêta est important et donc plus la répulsion est forte.



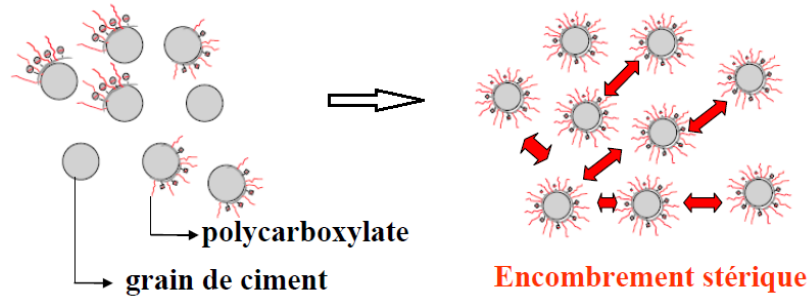
**Figure 8- Dispersion des grains de ciment par la répulsion électrostatique**

#### 1.4.3.2. Mécanisme de l'encombrement stérique

Lorsque les polymères de type polycarboxylates sont utilisés dans les suspensions cimentaires, en plus des forces électrostatiques répulsives, une série de forces stériques supplémentaires est développée. Selon Gelardi et Flatt [53], lorsque les particules enrobées de polymère se rapprochent les unes aux autres, la pression osmotique est exercée en raison de l'augmentation des segments de polymères entre les particules de ciment. Par conséquent, la liberté de mouvement des chaînes des polymères se trouve limitée. Les couches de polymères commencent à se chevaucher et contrôler la distance d'approche des grains, évitant ainsi les distances faibles entre particules pour lesquelles les interactions attractives de Van der Waals dominent [53]. Ainsi, les forces de répulsion stérique sont développées entraînant la défloculation des grains et une stabilisation de la suspension. Les forces stériques dépendent de la couverture de la surface adsorbée et surtout de la nature du solvant [50]. Afin que cette répulsion soit efficace, le polymère doit présenter une certaine affinité avec le solvant afin de permettre à ses chaînes de s'étendre suffisamment dans le fluide interstitiel. La taille moléculaire moyenne d'un superplastifiant est supérieure environ cent fois à celle d'une molécule d'eau. Les molécules adsorbées empêchent donc le contact entre les particules [67], voir Figure 9.

L'ampleur des forces stériques est affectée par la structure et le poids moléculaire des superplastifiants [67]. Des études antérieures ont montré que la distance de séparation entre les particules de ciment est d'environ 10 nm en l'absence de superplastifiants [67]. En présence de superplastifiants, cette distance commence à augmenter d'environ 9 fois dans le cas des PNS et presque 50 fois dans le cas des superplastifiants PCE en forme de peigne [63].

Des études antérieures ont montré que les forces de répulsion stérique des polymères jouent un rôle prépondérant dans le processus de défloculation des grains de ciment et qu'elles peuvent dominer les forces de répulsion électrostatique [67, 72-74].



**Figure 9- Dispersion des grains de ciment par la répulsion stérique**

Uchikawa et al. [67] ont étudié différents types de polymère, un PNS et deux PCE, afin de déterminer la contribution des forces de répulsion électrostatique et des forces de répulsion stérique dans le mécanisme de dispersion en fonction de la nature du polymère. De plus, grâce à des mesures au microscope de force atomique, ils ont mis en évidence l'existence de forces stériques répulsives.

Yoshioka et al. [73] ont montré que l'intensité des forces de répulsion électrostatique engendrées par l'adsorption des PCE avec des chaînes greffées de PEO sont négligeables par rapport aux forces de répulsion stérique. Par conséquent, les PCE dominent la dispersion de la suspension de ciment. Par ailleurs, Ran et al. [72] ont mis en évidence l'importance de la longueur des chaînes latérales des PCE dans le mécanisme de dispersion, notamment dans l'intensité des forces de répulsion stérique.

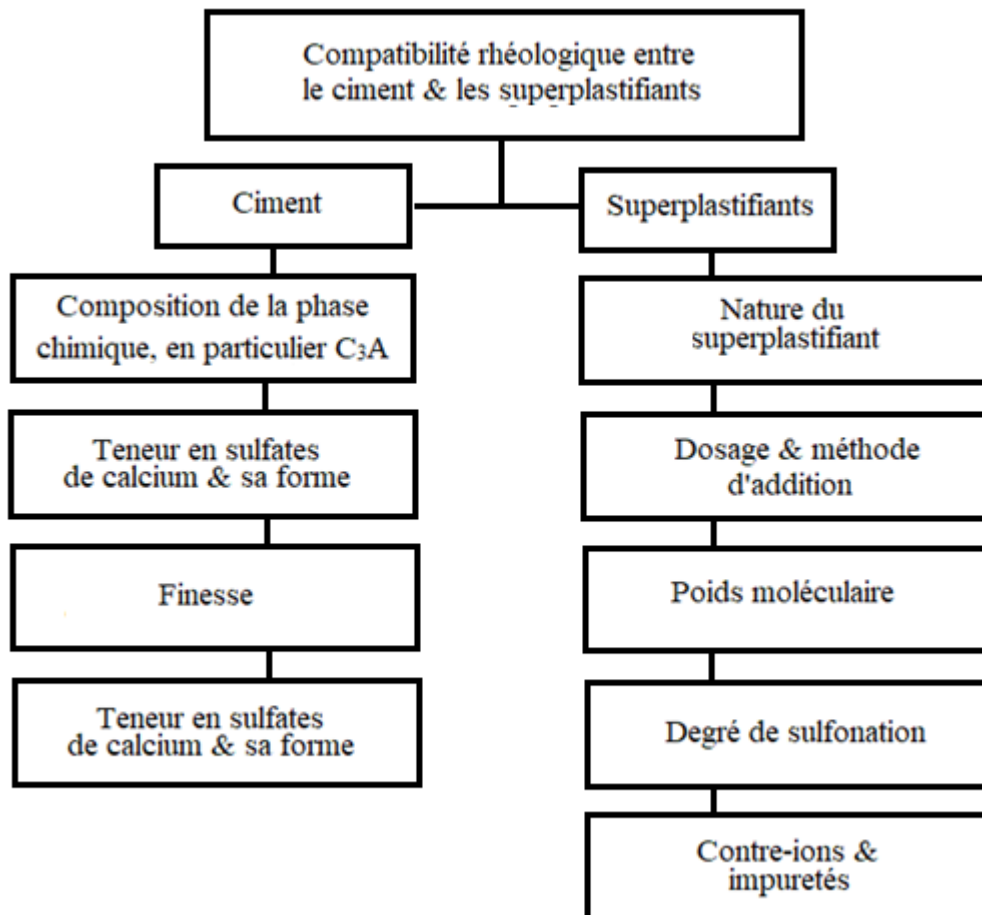
Ferrari et al. [75] ont montré que l'origine des forces de répulsion dans une suspension en présence de PCE est différente suivant la charge des particules. Les polymères s'adsorbent de préférence sur les particules chargées positivement et grâce à leurs chaînes latérales, les PCE empêchent l'attraction des particules par répulsion stérique. Cependant, une répulsion électrostatique existe aussi lorsque le polymère ne s'adsorbe pas.

Par conséquent, le rôle dispersant des superplastifiants est dû à des effets électrostatiques et stériques plus ou moins importants suivant le type de polymère. Ceci est possible grâce à l'adsorption de ces polymères sur les particules de ciment. Cependant, une étude, élaborée par

Lange et al., a montré que les molécules de polymère de type PCE non adsorbé, dans le fluide interstitiel, peuvent jouer un rôle de lubrifiant dans le processus de dispersion.

#### 1.4.4 Compatibilité rhéologique entre le ciment et les superplastifiants

La réalité industrielle est délicate car des incompatibilités entre ciment et superplastifiant peuvent exister, entraînant des comportements parfois surprenants et des interactions complexes peuvent apparaître. Les différents facteurs affectant la rhéologie d'un système ciment-superplastifiants sont montrés dans la Figure 10 [76].



**Figure 10- Facteurs affectant la rhéologie entre le ciment et les superplastifiants**

Dans le cas des BAP, un affaissement initial élevé et une résistance élevée sont nécessaires. Selon Nkinamubanzi et al [77], différents types d'applications peuvent être obtenus en diminuant la teneur en eau avec une augmentation de l'affaissement. Ceci peut être réalisé avec l'utilisation d'adjuvants et d'autres matériaux cimentaires supplémentaires.

Aïtcin et al. [52] ont rapporté que la nature et le type de superplastifiant ont un impact important sur les problèmes de perte d'affaissement et de retard de prise. Les caractéristiques de chaque superplastifiant à base de naphthalène sont le pourcentage de sulfonation, la distribution du poids moléculaire moyen et la conformation du polymère.

Selon des recherches antérieures [77-79], le temps d'ajout du superplastifiant avec l'eau de gâchage est un facteur important pour la rhéologie des systèmes cimentaires. Les superplastifiants ajoutés au début avec l'eau de gâchage peuvent réduire la fluidité. Cependant, leur ajout à la fin entraîne une excellente rétention de l'ouvrabilité.

Aïtcin et al.[52] ont indiqué que le point de saturation observé avec le ciment modifié de type II (avec une très faible teneur en  $C_3A$  et  $C_3S$ ) est inférieur au point de saturation donné par le ciment de type I, pour un faible dosage en PNS et un temps d'écoulement (i.e. une viscosité) plus faible. De plus, la perte d'affaissement est faible dans le cas du ciment modifié de type II, car le temps d'écoulement à 5 minutes est équivalent à celui de 60 minutes. Selon Nkinambubanzi et al. [80], le moyen efficace pour contrôler la compatibilité et la robustesse de la combinaison ciment-superplastifiant est le rapport  $SO_3/C_3A$ . Aïtcin et al. [52] ont indiqué que les particules de ciment s'hydratent à des vitesses différentes selon leur finesse, donc le dosage de superplastifiant devra être augmenté pour les ciments fins pour compenser l'hydratation rapide.

Regnaud et al. [81] ont évalué les phénomènes de fluidification et de fluidification retardée par le biais de plusieurs essais d'affaissement sur mortier. Les mélanges ont été réalisés avec différents types de ciment ayant différentes teneurs en  $SO_3$  et en présence de superplastifiants type PCE. Plusieurs taux de cisaillement ont été testés à différents moments après le mélange. Il s'est avéré que le retard est dû à une incompatibilité entre les sulfates et le PCE. En raison des concentrations initiales élevées en sulfates, l'affinité du PCE pour les surfaces du ciment devient plus faible et il faut ajouter plus de PCE pour compenser la fluidité requise. De plus, l'hydratation de l'aluminate s'est avérée être consommatrice de sulfates, donc le PCE compensera la perte de dispersion et de fluidité de cette manière.

Kim et al. [51] ont évalué les effets de la teneur en alcalis d'un ciment et du poids moléculaire d'un PNS sur les propriétés rhéologiques de pâtes cimentaires. Six ciments ayant différentes teneurs en  $C_3A$  et en  $Na_2O$  équivalent et trois PNS ayant différentes distributions moléculaires ont été utilisés. Les résultats ont montré que la teneur optimale en alcali soluble est de 0,4 à 0,5 %

de Na<sub>2</sub>O équivalent pour la fluidité et la perte de fluidité. Les auteurs ont indiqué qu'il est important de mesurer la teneur en alcalis solubles plutôt que la teneur en alcalis totaux puisque les résultats ont montré qu'il n'y a pas de relation simple entre la teneur en Na<sub>2</sub>O équivalent total et la teneur en Na<sub>2</sub>O équivalent soluble dans les mélanges de pâte cimentaire ayant un rapport E/C de 0,35. De même, l'addition de sulfates alcalins dans les ciments ayant une faible teneur en alcalis diminue de manière significative la perte de fluidité de la pâte de ciment. Mais dans les ciments à forte teneur en alcalis, la perte de fluidité a augmenté. En outre, l'ajout de sulfates de sodium (0,4-0,5 %) a eu un effet positif sur la fluidité du béton faiblement alcalin, avec quelques effets sur la résistance à l'état durci.

#### 1.4.4.1. Poids moléculaire du superplastifiant

Le poids moléculaire d'une chaîne macromoléculaire est le produit de la masse molaire du motif élémentaire par le nombre de motifs ou degré de polymérisation. Les matériaux macromoléculaires comportent des molécules de masses différentes, ils ont donc une distribution de poids moléculaires. On distingue deux moyennes de poids moléculaire  $M_n$  et  $M_w$  :

- La masse molaire moyenne en nombre ou poids moléculaire moyen en nombre :  $M_n = \frac{\sum N_i M_i}{\sum N_i}$
- La masse molaire moyenne en poids ou poids moléculaire moyen :  $M_w = \frac{\sum N_i M_i^2}{\sum N_i M_i}$

Avec :  $N_i$  est le nombre de macromolécules de masse  $M_i$

Le poids moléculaire  $M_n$  est très dépendant des faibles masses. Cependant, le poids moléculaire  $M_w$  est fortement dépendant des fortes masses. Pour tenir compte de la variation de la masse, l'indice de polydispersité est défini comme suit :  $PDI = \frac{M_w}{M_n}$

#### 1.4.4.2. Influence du poids moléculaire des superplastifiants

L'influence du poids moléculaire des superplastifiants sur les propriétés des pâtes de ciment est un paramètre physicochimique majeur dans l'étude de l'interaction superplastifiant-ciment. Des études antérieures ont examiné la relation entre le poids moléculaire du superplastifiant et ses propriétés dispersantes dans les systèmes de ciment.

Anderson et al. [68] ont étudié l'effet du poids moléculaire des superplastifiants, polystyrènes sulfonés sur le potentiel zêta. Ils ont montré que le superplastifiant ayant le poids moléculaire le

plus élevé donne le potentiel zêta négatif le plus important. Par conséquent, il est supposé avoir une capacité de dispersion plus élevée. Cependant, Biagini et al. [82] ont montré que les polystyrènes sulfonés ayant un poids moléculaire élevé (plus de 50 000) entraîne une diminution de la fluidité. Cette baisse pourrait être due à la floculation des particules solides causée par l'effet de pontage d'un seul polymère à longue chaîne adsorbé sur différents grains de ciment.

Ferrari et al. [83] ont rapporté que l'effet fluidifiant d'un superplastifiant commercial PNS est mieux lorsque son poids moléculaire moyen est compris entre 6000 et 8000, à des poids moléculaires plus élevés, l'effet fluidifiant diminue dans les ciments riches en  $C_3A$ , mais pas dans les ciments riches en  $C_4AF$ . Sebok et al. [84] ont constaté que toutes les fractions de poids moléculaire du superplastifiant PMS s'adsorbent de manière similaire sur les particules de ciment. Toutefois, Cunningham et al. [85] ont indiqué que les fractions de poids moléculaire les plus élevées d'un PMS s'adsorbent préférentiellement sur les particules de ciment alors que les fractions de poids moléculaire faibles (moins de 7 000) ne s'adsorbent pas sur les particules de ciment.

Baussant et al. [86] ont rapporté que les molécules du PNS dispersent les particules de ciment et contribuent à l'hydratation aussi, ce qui entraîne des changements dans la morphologie des hydrates. Ils ont observé qu'en présence du PNS, l'ettringite a changé de forme. Costa et al. [87] ont analysé huit échantillons de PNS commerciaux par chromatographie liquide à haute performance. Ils ont identifié vingt fractions différentes de poids moléculaire. Ils ont constaté les oligomères ne sont pas adsorbés sur les particules de ciment et que l'adsorption maximale se produit dans les fractions intermédiaires de poids moléculaire.

Uchikawa et al. [88] ont étudié l'effet du poids moléculaire des PCE sur la fluidité des pâtes cimentaires. Ils ont constaté que les PCE ont un poids moléculaire optimal pour optimiser la fluidité des mélanges ayant un rapport E/C donné. Par exemple, pour les mélanges ayant un rapport E/C de 0,50, l'affaissement du PCE-A ayant un poids moléculaire de 25 000 est plus important que celui des PCE-B et PCE-C ayant respectivement les poids moléculaires de 21 900 et 16 000. En revanche, à un rapport E/C de 0,30, l'affaissement obtenu avec le PCE-B est extrêmement élevé, mais à un rapport E/C de 0,20, l'affaissement observé avec le PCE-C est relativement plus élevé qu'avec les PCE-A et PCE-B.

Vovk et al. [89] ont étudié la cinétique d'hydratation de différents systèmes de ciment avec des PNS ayant différents degrés de polymérisation allant de 2 à 17. Les résultats ont montré que l'effet retardateur des PNS sur le  $C_3S$  augmente avec la valeur du degré de polymérisation. Cependant, l'effet retardateur pour le  $C_3A$  est plus prononcé pour les PNS ayant un degré de polymérisation à 14.

Kim et al. [51] ont indiqué que le PNS ayant un poids moléculaire élevé est plus efficace pour fluidifier les pâtes cimentaires à forte teneur en alcalis qu'un PNS qui a un faible poids moléculaire. De plus, le PNS ayant un poids moléculaire élevé améliore beaucoup plus la fluidité des bétons qu'un PNS qui a un faible poids moléculaire. Ils ont trouvé aussi que l'effet du PNS ayant un poids moléculaire faible sur la fluidité de la pâte cimentaire n'est pas significatif.

Piotte et al. [57] ont rapporté que les PNS ayant un faible poids moléculaire fluidifient peu les suspensions cimentaires et causent un retard d'hydratation. De plus, certains PNS ayant des poids moléculaires élevés sont de mauvais fluidifiants. Ils ont constaté aussi que les PNS prolongent la période de latence de la réaction d'hydratation de ciment.

Peng et al. [21] ont trouvé que l'utilisation d'un PCE ayant un poids moléculaire moyen a produit la viscosité apparente la plus faible. Comparé au PCE ayant un poids moléculaire faible, le PCE ayant un poids moléculaire élevé ont présenté une capacité de dispersion initiale plus forte et une capacité de rétention de la dispersion plus faible pour les pâtes cimentaires. Cela suggère l'existence d'un poids moléculaire idéal qui permettrait d'obtenir les meilleures performances de dispersion.

Li et al. [22] ont rapporté que la quantité d'adsorption du PCE ayant un poids moléculaire élevé à la surface des particules de ciment est supérieure à celle du PCE ayant un poids moléculaire faible. Autrement dit, les fractions de PCE ayant un poids moléculaire élevé s'adsorbent préférentiellement à la surface des particules de ciment.

Fan et al. [25] ont analysé les effets des PCE avec différentes densités de groupes carboxylate, de groupes fonctionnels, de poids moléculaires et de degrés de polymérisation des chaînes latérales sur le comportement d'hydratation du ciment. Ils ont signalé que la capacité à retarder l'hydratation augmentait dans les PCE ayant des densités élevées de groupes carboxylate, des chaînes latérales courtes et poids moléculaire élevé.

Pan et al. [20] ont étudié les comportements d'interaction entre les fractions des PCE de différents poids moléculaires et les particules de ciment. Les résultats de mesures de l'adsorption, le potentiel zêta et de l'hydratation ont montré que les fractions de PCE de poids moléculaire moyen ont présenté une bonne dispersion et une bonne rétention de la dispersion. Dans ce cas, la quantité d'adsorption a augmenté continuellement avec le temps en retardant le temps d'hydratation du ciment. Cependant, les fractions de PCE de poids moléculaire élevé ont présenté une dispersion et une rétention de la dispersion médiocres. Dans ce cas, la quantité d'adsorption a été importante au début après elle a diminué au cours de temps ce qui a favorisé l'hydratation du ciment par rapport à d'autres polymères.

## **1.5 Ajouts minéraux**

Les ajouts minéraux sont mélangés au ciment pour améliorer la résistance, la durabilité, réduire le coût et l'empreinte environnementale des mélanges de béton. Certains ajouts minéraux, tels que les cendres volantes, ont également été signalés comme améliorant de l'ouvrabilité. L'introduction de ces ajouts minéraux dans les matériaux de construction a favorisé un progrès important dans l'amélioration de la qualité du béton. Cependant, la complexité des interactions entre les différents constituants des systèmes cimentaires a augmenté. Plusieurs recherches ont étudié l'effet des propriétés physico-chimiques des ajouts cimentaires sur les bétons autoplaçants, tels que les cendres volantes et les fumés de silice, par exemple :

Park et al. [90] ont trouvé que les mélanges sans cendres volantes ont présenté un seuil d'écoulement plus élevé que ceux avec cendres volantes. Il a été aussi observé que le seuil d'écoulement et la viscosité plastique ont augmenté légèrement avec l'augmentation de la teneur en cendres volantes. De plus, ils ont constaté que le taux de floculation et la viscosité plastiques ont été augmentés dans les mélanges de béton autoplaçant contenant des cendres volantes.

Laskar et al. [91] et Beycioğlu et al. [92] ont indiqué que l'ajout de cendres volantes a une grande influence sur les propriétés rhéologiques du béton. Ils rapportent que les cendres volantes ont amélioré la fluidité, la capacité de passage et la viscosité du béton autoplaçant en raison de leur géométrie sphérique et de leur surface lisse, entraînant une réduction de la friction inter-particules et la demande en eau. Laskar et al. [91] ont trouvé également que les fumés de silice augmentent la limite d'élasticité en présence du PCE et qu'elles diminuent le seuil d'écoulement en présence

du PNS. En conséquence, il est nécessaire d'examiner les interactions entre les fumées de silice et les différents types de superplastifiant lors de l'étude des effets sur la rhéologie.

Ahari et al. [93] ont rapporté que l'augmentation de la taille moyenne des particules de cendres volantes entraîne une diminution du débit d'affaissement jusqu'à une certaine valeur, puis une augmentation progressivement, et que la taille optimale a été d'environ 3  $\mu\text{m}$ . Ils ont constaté également que l'incorporation de fumée de silice a augmenté le taux de floculation, a diminué la viscosité plastique et a augmenté le seuil d'écoulement.

Kashani et al. [94] ont rapporté que la largeur de la distribution granulaire est le paramètre clé qui contrôle le comportement rhéologique des pâtes ternaires ciment-laitier-cendres volantes en absence d'adjuvant. Ils ont trouvé que la largeur de la distribution granulométrique contrôle la limite d'élasticité des pâtes ternaires. En outre, ils ont signalé que l'ajout de cendres volantes ou autre ajout minéral ayant une large la distribution granulaire a un effet significatif sur l'ouvrabilité.

Vance et al. [95] ont étudiés l'influence de la taille des particules de calcaire et de la quantité de remplacement du ciment sur le seuil d'écoulement et la viscosité plastique des pâtes cimentaires. Les résultats obtenus ont montré que dans les pâtes binaires/ternaires contenant des particules de calcaire grossières, le seuil d'écoulement et la viscosité plastique ont resté inchangés ou ont diminué avec l'augmentation du remplacement du ciment. Cependant, dans les pâtes ternaires, la viscosité plastique a augmenté avec la teneur en calcaire fin. Outre, ils ont constaté que dans les pâtes ternaires contenant des cendres volantes, le seuil d'écoulement est influencé par la teneur en calcaire et de sa finesse. Toutefois, dans les pâtes contenant du métakaolin, le seuil d'écoulement a diminué avec l'augmentation de la teneur en calcaire.

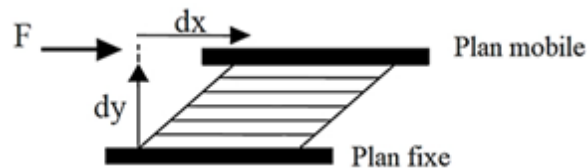
Li Y et al. [96] ont rapporté que l'ajout de fumée de silice ultrafine peut augmenter la densité de tassement mais avec augmentation de la demande en eau à cause de sa grande surface. L'ajout de cendres volantes permet à l'eau piégée dans la structure de l'agglomérat à être libérée sans augmenter excessivement la surface. L'intensité des interactions colloïdales entre les particules diminuera considérablement, ce qui entraînera la destruction du réseau de particules percolées, et donc une réduction de la limite d'élasticité.

## 1.6 Rhéologie

### 2.6.1 Définition et importance de la rhéologie

La rhéologie vient du mot grec « reolologo », (reo : coule et logos : étude). La rhéologie est la science qui étudie l'écoulement et la déformation des matériaux sous l'effet des contraintes de cisaillement qui leur sont appliquées [4]. La rhéologie permet de déterminer les contraintes et les déformations en chaque point d'un milieu, en d'autres termes, elle permet de décrire le comportement du matériau en termes de relation contrainte de cisaillement et le taux de cisaillement. Le domaine d'application de la rhéologie couvre l'ensemble des fluides complexes, tels que les polymères, les suspensions colloïdales, les tensioactifs et les émulsions. Il est nécessaire de connaître le comportement de ces matières pour leur mise en œuvre.

Dans le but de décrire les concepts de base de la rhéologie, le modèle de deux plans parallèles est utilisé, voir Figure 11. L'un des plans est fixe et le second plan est mobile. Un fluide est placé entre les deux plans parallèles, dont l'un est en translation par rapport à l'autre. L'ensemble de forces appliqué sur le plan mobile résultent une contrainte de cisaillement. Par conséquent, le fluide peut réagir de différente façon en chacun des points selon l'intensité et la répartition des efforts, et il est susceptible de se déformer. Ceci engendre un déplacement relatif entre les couches adjacentes du fluide, ces couches ont une très faible épaisseur. Ce déplacement est appelé mouvement laminaire de cisaillement.



**Figure 11 - Modèle de deux plans parallèles**

Les performances des bétons autoplaçants dépendent de leur comportement adéquat à l'état frais et à leurs propriétés durcies. De ce fait, il est nécessaire de caractériser les propriétés du béton frais par des mesures précises afin d'assurer une compréhension physique fondamentale. La rhéologie est un outil opérationnel qui étudie le développement de la viscosité et de la viscoélasticité des matériaux à base de ciment sous contrainte de cisaillement. Ces paramètres caractérisent l'ouvrabilité, la prédiction du comportement de l'écoulement, la stabilité et la consolidation de la pâte cimentaire, mortier et du béton.

Plusieurs études ont souligné l'importance de la rhéologie pour évaluer la fluidité des bétons, en particulier des bétons à haute performance. Ces études se sont concentrées sur l'importance de la rhéologie du béton pour évaluer l'effet des systèmes mixtes conçus pour chaque application. La quantification de ces systèmes a été mesurée sur le mortier et le béton. Cependant, la rhéologie permet une compréhension fondamentale de l'influence des constituants sur la rhéologie de la pâte cimentaire. Cette partie souligne l'importance de la rhéologie en tant qu'outil permettant de comprendre la synergie entre les constituants.

### 1.6.2 Paramètres physiques de la rhéologie

#### 1.6.2.1 Contrainte de cisaillement

Pendant l'écoulement laminaire de cisaillement, les couches d'un fluide glissent les unes sur les autres. Des forces de frottement peuvent s'exercer tangentiellement à la surface des couches. Par conséquent, la contrainte de cisaillement est le rapport entre la force exercée et l'unité de surface du fluide [96- 97] :

$$\tau = \frac{dF}{dS} \quad \text{Équation (2.1)}$$

Où  $dF$  est la force de frottement tangentielle et  $dS$  est la surface élémentaire d'une couche cisailée.

#### 1.6.2.2 Déformation et vitesse de cisaillement

Afin de définir la déformation de cisaillement, le modèle de deux plans parallèles (Figure 11) est utilisé. Le fluide est considéré comme un ensemble de couches moléculaires parallèles, emprisonné entre deux plans parallèles de surface  $S$ . L'un des plans est fixe et le second plan est déplacé d'une distance  $dx$ . La déformation de cisaillement est le rapport entre la différence de déplacement de deux couches voisines et la distance  $dx$  :

$$\gamma(x, t) = \frac{du(x, t)}{dx} \quad \text{Équation (2.2)}$$

$\gamma(x, t)$  : la déformation de cisaillement.

La vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  (ou taux de cisaillement) est la dérivée par rapport au temps de la déformation de cisaillement, c'est une mesure de la déformation pendant l'écoulement :

$$\dot{\gamma}(x, t) = \frac{\gamma(x, t)}{dt} \quad \text{Équation (2.3)}$$

Dans le cas de la symétrie plane, la vitesse de cisaillement peut être écrite :

$$\dot{\gamma}(x, t) = \frac{dv(x, t)}{dx} \quad \text{Équation (2.4)}$$

### 1.6.2.3 Seuil d'écoulement

Eugene Bingham [98] est le premier qui a introduit le paramètre rhéologique « seuil d'écoulement » pour caractériser les matériaux qui présentent un comportement différent de celui des solides élastiques parfait et des fluides visqueux Newtoniens. Ces matériaux ne commencent à s'écouler que si la contrainte imposée est inférieure à une certaine valeur seuil. Après cette valeur seuil, ces matériaux s'écoulent facilement en présentant un comportement similaire à celui des fluides Newtoniens. Le seuil d'écoulement peut être défini comme étant la contrainte minimale nécessaire pour initier l'écoulement ou l'énergie requise pour induire un déplacement significatif entre deux particules.

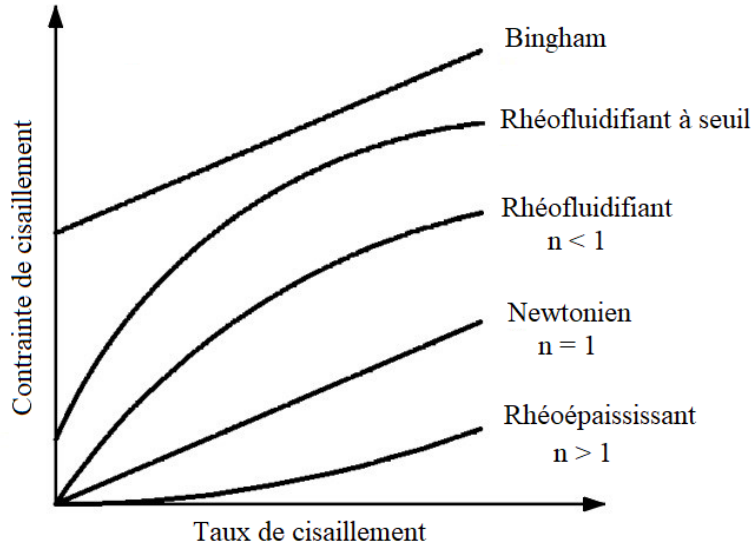
### 1.6.2.4 Viscosité

Le comportement rhéologique d'un matériau est décrit par la relation entre la contrainte de cisaillement et son taux de cisaillement, cette relation peut être représentée par une courbe appelée courbe d'écoulement. La pente de cette courbe linéarisée correspond à la viscosité plastique du matériau. Par conséquent, la viscosité peut être définie comme étant la résistance interne liée au frottement à l'écoulement d'un fluide soumis à une contrainte tangentielle. Parfois, sa connaissance suffit pour caractériser de façon précise le comportement rhéologique d'un matériau. Elle est définie par la relation suivante :

$$\mu = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad \text{Équation (2.5)}$$

### 1.6.3 Comportements rhéologiques

Généralement, les fluides sont classés en deux grandes catégories : les fluides Newtoniens et les fluides non-Newtoniens. Ils sont distingués par leur comportement en écoulement après l'application d'une sollicitation (l'évolution de la viscosité sous l'effet de taux de cisaillement). Les différents modèles de comportement rhéologique sont présentés à la Figure 12.



**Figure 12- Courbes d'écoulement des différents fluides**

1.6.3.1 Fluide Newtonien

Un fluide Newtonien est un fluide qui présente un comportement d'écoulement où la viscosité reste constante avec la variation du taux de cisaillement. Ces fluides n'ont pas un seuil d'écoulement et ils sont conformes à la loi de Newton où la contrainte de cisaillement est proportionnelle au taux de cisaillement (Équation 2.6).

$$\tau = \mu \dot{\gamma} \quad \text{Équation (2.6)}$$

1.6.3.2 Fluide non Newtonien

Un fluide non-Newtonien a une viscosité qui change avec le taux de cisaillement et la durée d'application du taux de cisaillement. Différents types de comportement lors de l'écoulement peuvent être distingués : fluides plastiques de Bingham, rhéofluidifiants, rhéoépaississants, viscoélastiques, thixotropes et antithixotropes.

1.6.3.2.1 Fluide plastique de Bingham

Un fluide plastique de Bingham ou viscoélastique est un fluide qui ne s'écoule qu'à partir d'une certaine contrainte, appelée contrainte seuil d'écoulement ou seuil d'écoulement. Si la contrainte appliquée au fluide est inférieure à la contrainte seuil, le fluide agit comme un solide (aucune déformation ne se produit et le fluide ne s'écoule pas). Lorsque la contrainte appliquée dépasse le

seuil d'écoulement, le fluide se comporte comme un fluide Newtonien. Le modèle qui caractérise ces fluides est donnée comme suit (Équation 2.6) :

$$\dot{\gamma} = \begin{cases} \frac{\tau - \tau_0}{\mu_p} & \text{si } \tau > \tau_0 \\ 0 & \text{si } \tau \leq \tau_0 \end{cases} \quad \text{Équation (2.6)}$$

$\tau$  est la contrainte de cisaillement et  $\tau_0$  est le seuil d'écoulement.

$\mu_p$  est la viscosité plastique et  $\dot{\gamma}$  est le taux de cisaillement.

#### 1.6.3.2.2 *Fluide rhéofluidifiant*

Un fluide rhéofluidifiant ou pseudo-plastique a une viscosité apparente qui diminue avec l'augmentation du taux de cisaillement. La relation entre la contrainte de cisaillement et le taux de cisaillement n'est pas linéaire, le fluide s'écoule plus facilement avec l'augmentation du taux de cisaillement. La loi de puissance proposée par Ostwald en 1925 est utilisée pour caractériser le comportement de ce fluide (Équation 2.7):

$$\tau = K \dot{\gamma}^n \quad \text{Équation (2.7)}$$

$K$  est la consistance de fluide et  $n$  est l'indice d'écoulement,  $n < 1$ .

#### 1.6.3.2.3 *Fluide rhéoépaississant*

Un fluide rhéoépaississant est un fluide qui a une viscosité apparente qui augmente avec l'augmentation du taux de cisaillement. À faible taux de cisaillement, le fluide présente une faible viscosité en agissant comme un lubrifiant. Cependant, la viscosité apparente augmente à des taux de cisaillement élevés. Le comportement rhéoépaississant est décrit par la loi de puissance (Équation 2.7) où  $n > 1$ .

#### 1.6.3.2.4 *Fluide viscoélastique*

Un fluide viscoélastique est un fluide qui a les caractéristiques à la fois élastiques (solide élastique parfait) et visqueuses (liquide visqueux Newtonien) lorsqu'il subit une déformation. L'application une contrainte constante entraîne une déformation instantanée résulte des propriétés élastiques du fluide. Après un certain temps, la déformation augmente en raison des propriétés visqueuses.

#### 1.6.3.2.5 *Fluide thixotrope*

Un fluide thixotrope est un fluide qui a une viscosité apparente qui diminue progressivement sous l'application d'une contrainte constante. Le fluide peut retrouver son état initial en récupérant progressivement sa structure lorsqu'il est au repos.

#### 1.6.3.2.6 *Fluide antithixotrope*

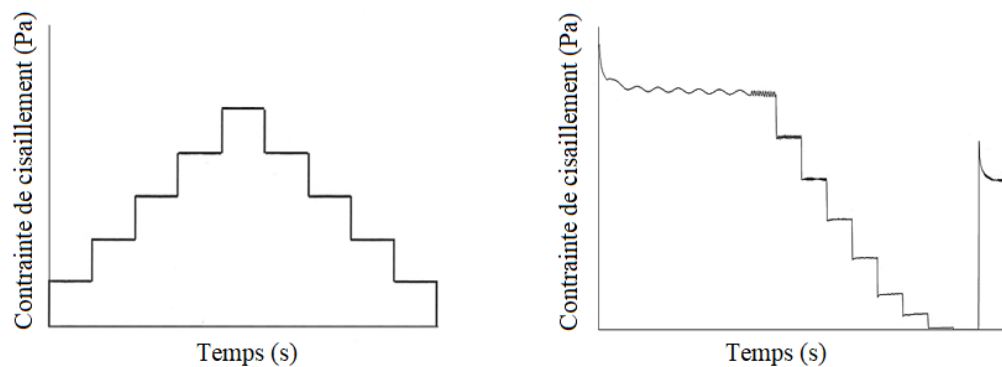
Un fluide antithixotrope est un fluide qui a une viscosité apparente qui augmente progressivement avec le temps sous l'application d'une contrainte constante. Au repos, le fluide antithixotrope revient à son état initial, moins visqueux.

### **1.6.4 Mesures des propriétés rhéologiques**

Des mesures rhéologiques rotationnelles ou oscillatoires sont utilisées pour déterminer les propriétés rhéologiques des suspensions cimentaires, telles que les courbes d'écoulement, les mesures des propriétés viscoélastiques et les mesures de la thixotropie.

#### 1.6.4.1 Courbes d'écoulement

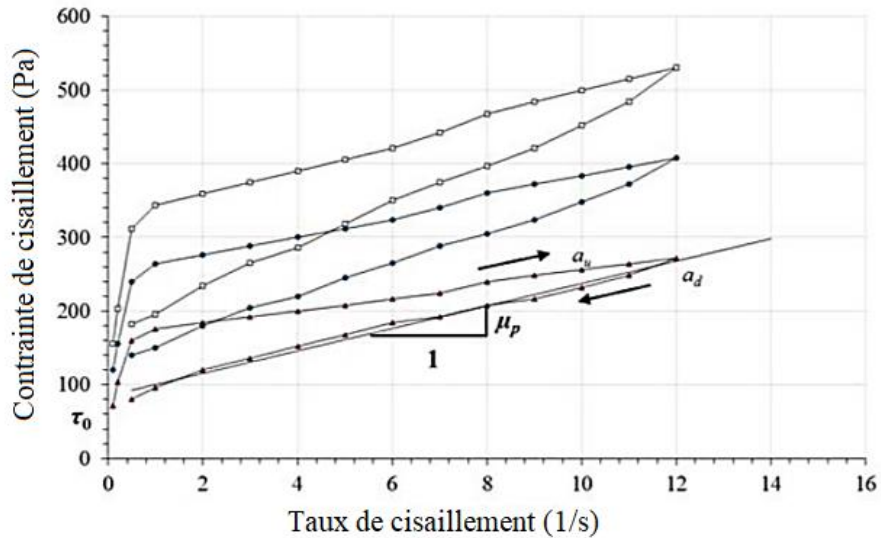
Le protocole de mesures des courbes d'écoulement consiste à appliquer à un taux de cisaillement élevé d'une façon graduelle ou constante (pré-cisaillement), avant de commencer les mesures rhéologiques. Ensuite, la contrainte de cisaillement est mesurée en fonction du taux de cisaillement qui diminue graduellement, voir la Figure 13.



**Figure 13 - Protocoles de mesures des courbes d'écoulement**

Le graphique obtenu présente la variation de la contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement, voir la Figure 14. Comme il est montré dans la Figure 14, le graphique est constitué

de deux courbes, ascendante et descendante. Les paramètres rhéologiques sont déterminés à partir de la courbe descente après ajustement linéaire [4].



**Figure 14 - Boucles d'hystérésis de courbes d'écoulement**

L'ajustement des courbes d'écoulement des matériaux cimentaires peut être fait en utilisant des modèles analytiques, tels que le modèle de Bingham [98-100], le modèle de Herschel Bulkley [101-102] et le modèle de Bingham modifié [9-10]. Dans le cas des bétons autoplaçants, les modèles les plus utilisés sont le modèle de Bingham et celui d'Herschel-Bulkley.

#### 1.6.4.1.1 Modèle de Bingham

Le modèle de Bingham a été proposé en 1920 [103]. Il est décrit par la relation :

$$\tau = \tau_0 + \mu_p \dot{\gamma} \quad \text{Équation (2.8)}$$

Il s'agit d'une relation linéaire entre la contrainte de cisaillement  $\tau$ , et la vitesse de déformation par cisaillement  $\dot{\gamma}$ . Le modèle rhéologique de Bingham peut être utilisé pour estimer la limite d'élasticité dynamique  $\tau_0$  et la viscosité plastique.

Le modèle de Bingham est un modèle linéaire, qui peut décrire les propriétés rhéologiques de la pâte cimentaire, du mortier et du béton frais, étant donné que la limite d'élasticité et la viscosité plastique sont constantes dans le temps. Cependant, de Larrard et al. [104] ont souligné que la relation entre le couple et la vitesse de rotation n'est pas exactement linéaire.

#### *1.6.4.1.2 Modèle de Herschel Bulkley*

Le modèle Herschel-Bulkley peut offrir une description adéquate du comportement d'écoulement du béton [104]. Ce modèle décrit par l'équation 2.9 suivante :

$$\tau = \tau_0 + K \dot{\gamma}^n \quad \text{Équation (2.9)}$$

Où  $\tau$  et  $\tau_0$  sont respectivement la contrainte de cisaillement et la limite d'élasticité,  $\dot{\gamma}$  est le taux de cisaillement,  $n$  est le facteur de consistance et  $K$  est la consistance. Le modèle de Herschel-Bulkley est un modèle non linéaire, qui peut décrire le comportement rhéofluidifiant ( $n < 1$ ) ou rhéoépaississant ( $n > 1$ ) du béton frais. Cependant, Yahia et al. [10] ont souligné que l'utilisation du modèle de Herschel-Bulkley peut donner des valeurs du seuil d'écoulement plus faible dans le cas des suspensions à comportement rhéofluidifiant et plus élevées dans le cas des suspensions à comportement épaississant.

#### *1.6.4.1.3 Modèle de de Bingham modifié*

Compte tenu du comportement d'épaississement par cisaillement du béton autoplaçant et de la limite d'élasticité négative lors de l'extrapolation du modèle de Bingham, Yahia et al. [10] ont proposé un modèle de Bingham modifié décrit par la relation :

$$\tau = \tau_0 + \mu_p \dot{\gamma} + c \dot{\gamma}^2 \quad \text{Équation (2.10)}$$

Où  $\tau$  et  $\tau_0$  sont respectivement la contrainte de cisaillement et la limite d'élasticité.  $\dot{\gamma}$  est le taux de cisaillement et  $c$  est un paramètre de second ordre.

Par rapport au modèle Herschel-Bulkley, le modèle Bingham modifié ne contient pas de paramètre de dimension variable et sans la restriction mathématique dans la région à faible taux de cisaillement [105]. Le modèle de Bingham modifié peut fournir une meilleure description du comportement non linéaire, sans augmenter la complexité des calculs [10].

#### *1.6.4.2 Propriétés viscoélastiques*

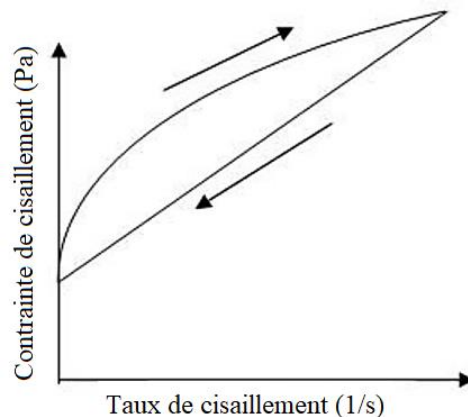
Les mesures des propriétés viscoélastiques permettent d'évaluer la structure moléculaire au repos par l'application d'un cisaillement oscillatoire de faible amplitude. Ces mesures peuvent jouer un rôle important dans l'étude de l'évolution des propriétés rhéologiques des suspensions cimentaires. Le protocole d'essai consiste à appliquer une déformation oscillatoire en sinusoïde, sous la forme  $\gamma = \gamma_0 \sin \omega t$ , ensuite mesurer la contrainte de cisaillement. Un déphasage entre la

déformation appliqué et la contrainte mesurée est dû au comportement viscoélastique des matériaux cimentaires. La formule de la contrainte de cisaillement mesurée est  $\tau = \tau_0 \cos(\omega t + \delta)$ ,  $\delta$  c'est l'angle de déphasage. Dans le cas des matériaux élastiques, l'angle de déphasage est nul,  $\delta = 0$ . Cependant, Dans le cas des matériaux visqueux, l'angle de déphasage  $\delta = 90^\circ$ . Pour les matériaux viscoélastiques, l'angle de déphasage est compris entre 0 et  $90^\circ$ . En conséquence, la contrainte mesurée sera fonction du module de stockage  $G'$  et du module de perte  $G''$ .

$$\tau(t) = G'\gamma \sin \omega t + G''\gamma \cos \omega t \quad \text{Équation (2.11)}$$

#### 1.6.4.3 Thixotropie

Plusieurs méthodes sont utilisées pour mesurer la thixotropie, les plus utilisées sont celles qui déterminent les boucles d'hystérésis et le seuil d'écoulement statique [106]. Les boucles d'hystérésis sont obtenues en appliquant dans un premier temps un taux de cisaillement qui augmente de zéro à une valeur prédéterminée, ce qui donne la courbe ascendante. Après, ce taux de cisaillement sera diminué jusqu'au zéro, ce qui donne la courbe descendante. La zone située entre les deux courbes, ascendante et descendante, est la valeur de la thixotropie Figure 15.



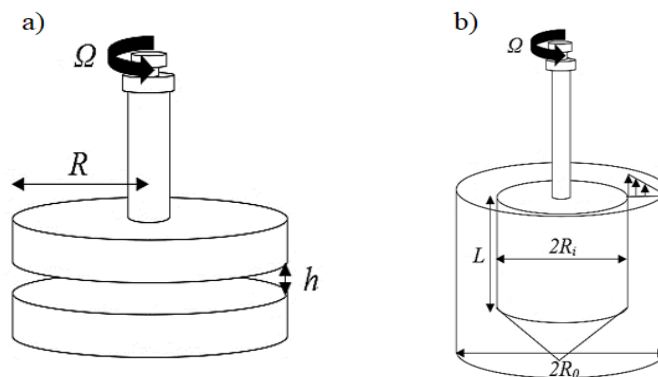
**Figure 15- Mesure de la thixotropie par les boucles d'hystérésis**

L'utilisation de la méthode des boucles d'hystérésis n'est pas recommandée pour déterminer la thixotropie des suspensions cimentaires car la surface et la forme des boucles d'hystérésis dépendent de plusieurs paramètres, tels que les procédures de mesure et les équipements [105-107]. Dans ce cas, le seuil d'écoulement statique peut être utilisée pour mesurer le nombre de liaisons brisées [108]. Le seuil d'écoulement statique peut être déterminé par deux méthodes. La première méthode consiste à appliquer un taux de cisaillement faible et constant, ensuite à

enregistrer la contrainte de cisaillement résultante en fonction du temps [108-109]. La contrainte de cisaillement augmente jusqu'à une valeur maximale (région élastique linéaire). L'augmentation de la contrainte est essentiellement liée à la destruction progressive du matériau et la valeur maximale correspond à la contrainte nécessaire pour que le matériau commence à s'écouler. La deuxième méthode consiste à appliquer une déformation de cisaillement croissante à des taux de cisaillement faibles ou très faibles compris entre  $10^{-3}$  et  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ . La contrainte de cisaillement augmente jusqu'à une certaine déformation critique  $\gamma_{cr}$ . La contrainte de cisaillement qui correspond à cette déformation critique indique le seuil d'écoulement statique  $\tau_{0s}$ .

### **1.6.5 Rhéométrie**

La rhéométrie est l'une des méthodes de mesure les plus utilisées pour caractériser la rhéologie des matériaux cimentaires. Cette méthode permet directement de mesurer la relation entre les différents paramètres rhéologiques. Deux géométries sont fréquemment utilisées : la géométrie plan-plan et la géométrie à cylindres coaxiaux Figure 16.



**Figure 16- Géométrie plan-plan (a) et géométrie à cylindres coaxiaux (b)**

#### **1.6.5.1 Géométrie plan-plan**

La pâte cimentaire est confinée entre deux plans parallèles sous forme de disques coaxiaux de rayon  $R$  séparés par une distance de 700 à 1000  $\mu\text{m}$  [110]. Lors des mesures, le plan supérieur tourne pour créer un profil de vitesse de cisaillement. La contrainte et le taux de cisaillement peuvent être calculés en utilisant les équations suivantes [111] :

$$\tau(r) = \frac{T}{2\pi r^3} \left( 3 + \frac{d \ln T}{d \ln \dot{\gamma}_R} \right) \quad \text{Équation (2.12)}$$

$$\dot{\gamma}(r) = \frac{\Omega r}{h} \quad \text{Équation (2.13)}$$

Où T est le couple,  $\Omega$  est la vitesse angulaire, r est le rayon du plan et h est la distance entre les deux plans

### 1.6.5.2 Géométrie à cylindres coaxiaux

La géométrie à cylindres coaxiaux est constituée de deux cylindres, un cylindre extérieur fixe et un cylindre intérieur mobile [112]. Un taux de cisaillement, lié à un couple de rotation, est ensuite appliqué sur le cylindre mobile. La contrainte et le taux de cisaillement sont calculés en utilisant les équations suivantes [111] :

$$\tau(r) = \frac{T}{2\pi L r^2} \quad \text{Équation (2.14)}$$

$$\dot{\gamma}(r) = \frac{\Omega R_o}{R_o - R_i} \quad \text{Équation (2.15)}$$

Où r est la largeur de l'entrefer, T est le couple, L est la longueur du cylindre intérieur,  $\Omega$  est la vitesse angulaire,  $R_o$  est le rayon du cylindre extérieur et  $R_i$  est le rayon du cylindre intérieur.

## **Conclusion**

Le processus de formulation d'un béton consiste à trouver un arrangement des différents constituants, au moindre coût, répondant à un cahier des charges exprimé en grandeurs mesurables. L'optimisation d'un béton autoplaçant est complexe, à cause du nombre des constituants, qui sont au nombre minimal de six. Aussi, à cause des exigences relatives à sa rhéologie. Le béton autoplaçant est un béton riche d'une pâte fluide mais très sensible à la ségrégation.

La rhéologie du béton autoplaçant est influencée par la rhéologie de la pâte cimentaire. De plus, la rhéologie de la pâte cimentaire est influencée par plusieurs paramètres, le type de ciment et sa composition chimique, le rapport E/C utilisé, les matériaux cimentaires supplémentaires, la température, les adjuvants chimiques et leurs interactions. Aujourd'hui, la connaissance des propriétés d'écoulement des bétons est devenue primordiale avec l'avènement des bétons fluides.

Bien que les bétons autoplaçants sont de plus en plus utilisés mais le contrôle de leur rhéologie n'est pas évident. Par conséquent, la compréhension de l'effet des superplastifiants sur les propriétés rhéologiques du mélange est plus que nécessaire.

# Chapitre 2 – Étude à l'échelle des suspensions cimentaires

## Introduction

Ces recherches ont été effectuées au sein du laboratoire de recherche sur le ciment et le béton du département de génie civil et de génie du bâtiment de l'Université de Sherbrooke, Québec (Canada). Dans cette partie, toutes les formulations étudiées ont été proportionnées en utilisant deux rapports eau/ciment (E/C) de 0,35 et 0,42.

## 2.1 Matériaux et formulations

### 2.1.1 Ciment

Le ciment utilisé pour l'ensemble des formulations de cette partie est un ciment portland à usage général (GU) conforme aux spécifications de la norme ASTM C150M. Ce ciment provient de la compagnie LAFARGE-HOLCIN Canada. Les propriétés chimiques et physiques du ciment et sa composition minéralogique sont présentées dans les Tableau 3, Tableau 4 et Tableau 5, respectivement.

**Tableau 3 - Caractéristiques chimiques du ciment GU**

Élément	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	CaO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	SO <sub>3</sub>	PAF
(%)	19.4	4.6	3.0	2.7	62.1	0.3	0.9	4.0	2.5

**Tableau 4 - Caractéristiques physiques du ciment GU**

Finesse (Blaine) (m <sup>2</sup> /kg)	400
Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )	3,15
Temps de prise initial (minutes)	123
Résistance à la compression à 28 jours (MPa)	44.5

**Tableau 5 - Composition minéralogique du ciment GU**

Élément	C <sub>3</sub> S	C <sub>2</sub> S	C <sub>3</sub> A	C <sub>4</sub> AF
(%)	59	11	7	9

### 2.1.2 Superplastifiants

Les superplastifiants (SP) utilisés sont des hauts réducteurs d'eau commercialisés par la compagnie RUTGERS–Canada. Deux types de superplastifiants sont utilisées. Le premier type est à base de polynaphtalène sulfonate (PNS), dont quatre différents types sont utilisés, PNS1, PNS2, PNS3 et PNS4 connus respectivement sous les noms Disal, Durasar, Saratan T et Saratan T75. Le deuxième type est à base de polycarboxylate (PCE), dont deux différents types sont utilisés, PCE1 et PCE2 connus respectivement sous les noms Megapol GU 40 et Megapol MP 40. Les sept superplastifiants utilisés ont différents poids moléculaires moyen (Mn et Mw) et indice de polydispersité (PDI), comme indiqué dans Tableau 6. Tous les superplastifiants sont utilisés sous forme liquide avec différentes concentrations solides. L'eau qu'ils contiennent est prise en compte pour maintenir un E/C fixe lors de la formulation des mélanges étudiés. Les caractéristiques de chaque superplastifiant sont représentées dans le Tableau 7.

**Tableau 6- Poids moléculaire moyen et indice de polydispersité des SP étudiés**

Superplastifiants		Poids moléculaire moyen en poids (Mw)	Poids moléculaire moyen en nombre (Mn)	Indice de polydispersité (PDI = Mw/Mn)
Polynaphtalène sulfonate PNS	PNS 1	31 232	1 950	16.016
	PNS 2	26 119	2 133	12.245
	PNS 3	14 684	1 123	13.076
	PNS 4	11 857	1 267	9.358
Polycarboxylate PCE	PCE 1	28 748	8 252	3.484
	PCE 2	21 735	9 615	2.261

**Tableau 7- Caractéristiques des SP utilisés**

Superplastifiants	Caractéristiques des superplastifiants				
	Forme	Extrait sec (%)	pH	Densité	Couleur
PNS 1	Liquide	40 – 42	7,0 – 9,0	1,19 – 1,24	Marron
PNS 2	Liquide	40 – 42	6,0 – 8,0	1,18 -1,23	Marron clair
PNS 3	Liquide	43 – 50	7,0 – 8,0	1,20 – 1,26	Marron clair
PNS 4	Liquide	41 – 50	8,5 – 10,5	1,20 – 1,26	Marron clair
PCE 1	Liquide	38 – 40	3,5 – 5,0	1,06 – 1,12	Jaune
PCE 2	Liquide	38 – 40	3,5 – 5,0	1,06 – 1,12	Jaune

### 2.1.3 Eau de gâchage

Une eau potable propre à la consommation a été utilisée dans toutes les expériences. Cette eau devrait être exemptée de toutes les impuretés qui peuvent dégrader les propriétés des mélanges.

### 2.1.4 Mélanges et séquence de malaxage

Toutes les formulations étudiées sont présentées dans le Tableau 8. Elles ont été préparées selon la procédure décrite dans la norme ASTM C1738M en utilisant un malaxeur à haut cisaillement. L'application d'un régime de malaxage à haut cisaillement vise à soumettre les pâtes de ciment à un régime de cisaillement similaire à celui du béton [113]. Afin d'obtenir des mélanges à une température de  $21 \pm 2$  °C, la température de l'eau de gâchage a été maintenue à  $8,5 \pm 1$  °C pour compenser la chaleur générée lors du malaxage.

La séquence de malaxage consiste à introduire en premier l'eau et le superplastifiant dans le malaxeur, puis à introduire le ciment progressivement pendant 1 min dans le malaxeur en fonction. Pendant cette étape, le malaxeur tourne à 4000 rpm. Après l'introduction des matériaux solides, la vitesse de rotation est augmentée à 10000 rpm et le malaxage est réalisée pendant 30 s. Après une période de repos de 150 s, le mélange a été soumis à une rotation de 10000 rpm pendant 30 s. Immédiatement après le malaxage, les échantillons ont été préservés dans des contenants scellés pour empêcher l'évaporation de l'eau. Les mesures rhéologiques ont été réalisées 20 min après le premier contact de l'eau avec le ciment pour permettre d'effectuer des mesures après les premières réactions d'hydratation.

**Tableau 8- Proportions des mélanges de pâtes cimentaires**

Mélange	SP	E/C	Dosage de saturation (%)	Ciment (g)	Eau (g)	SP forme liquide (g)
1	PNS1		0,8		204,0	10,0
2	PNS2		0,8		204,0	10,0
3	PNS3	0,42	1,5	500	200,1	17,4
4	PNS4		1,3		201,4	15,1
5	PCE1		0,2		208,4	2,6
6	PCE2		0,2		208,4	2,6
7	PNS1		1,0		167,5	12,5
8	PNS2		1,5		163,8	18,8
9	PNS3	0,35	1,8	500	163,1	20,9
10	PNS4		3,0		155,1	34,9
11	PCE1		0,5		170,9	6,6
12	PCE2		0,4		171,7	5,3

## **2.2 Méthodes d'essais**

### **2.2.1 Détermination des dosages de saturation en superplastifiant**

Pour chaque type de superplastifiant et rapport E/C, le dosage de saturation a été déterminé à l'aide du cône de Marsh et du mini-cône. Le dosage de saturation est le dosage de HRWR au-delà duquel il n'y a plus d'amélioration de la fluidité.

#### **2.2.1.1. Essai d'étalement au mini-cône d'affaissement**

L'essai d'étalement au mini-cône consiste à mesurer le diamètre d'étalement d'un volume donné de pâte de ciment placé dans le mini-cône (38 ml) sur une plaque horizontale. Le mini-cône a un diamètre supérieur de 19 mm, un diamètre inférieur de 38 mm et une hauteur de 57 mm. Les principaux avantages de cet essai sont la facilité de sa mise en œuvre puisqu'il nécessite peu de préparation et une faible quantité de matériaux. Les essais sont reproductibles et souvent utilisés en Amérique du Nord pour la détermination du point de saturation en superplastifiant d'un mélange cimentaire.

#### **2.2.1.2. Essai d'écoulement au cône de Marsh**

L'essai d'écoulement au cône de Marsh consiste à mesurer le temps d'écoulement d'un volume donné de suspension de ciment qui est placé dans un cône standard et passe à travers un orifice d'un diamètre donné. Plus le temps d'écoulement est court, moins la suspension de ciment est visqueuse (c'est-à-dire plus fluide). Pratiquement cette méthode expérimentale a nécessité la réalisation de plusieurs gâchées successives. Le dosage optimal qui a été déterminé a ensuite été utilisé pour évaluer l'efficacité de chaque superplastifiants dans l'amélioration du comportement rhéologique des mélanges étudiés.

### **2.2.2 Détermination des propriétés rhéologiques**

La rhéologie des différents mélanges étudiés a été évaluée en utilisant un rhéomètre à cylindres coaxiaux à surface rugueuse de haute précision (Anton Paar MCR 302). Dans cette configuration, le cylindre intérieur est connecté à un moteur qui mesure le couple à travers l'application de différentes vitesses de rotations, tandis que le cylindre extérieur est immobile. Les cylindres à surface rugueuse ont été utilisés pour minimiser le glissement de la pâte de ciment. Les diamètres du cylindre externe et interne sont respectivement de 28,911 et 26,660 mm, ce qui donne un entrefer étroit de 1,126 mm. Pour chaque mélange (voir Tableau 8), différentes mesures

rhéologiques ont été effectuées pour déterminer les courbes d'écoulement, le balayage en déformation et le balayage temporel. Les propriétés rhéologiques ont été mesurées à deux températures différentes de 5 et 25 °C. De plus, la rhéologie des superplastifiants seuls a été déterminé à cinq différentes températures de 5, 10, 15, 20 et 25 °C pour évaluer le changement de la viscosité de chaque superplastifiant sous la variation de température.



**Figure 17- Rhéomètre Anton Paar MCR 302**

#### 2.2.2.1. Courbe d'écoulement

La procédure de mesure utilisée pour déterminer les courbes d'écoulement consiste à pré-cisailler l'échantillon à  $50 \text{ s}^{-1}$  pendant 30 s afin d'assurer une répartition homogène de l'échantillon dans l'espace de cisaillement [110]. Ce cisaillement est suivi d'une période de repos de 30 s pour que l'échantillon atteigne un équilibre de température avant de commencer l'essai. La courbe descendante a ensuite été déterminée en appliquant un pré-cisaillement de  $150 \text{ s}^{-1}$  pendant 2 min, puis en diminuant le taux de cisaillement de  $150 \text{ s}^{-1}$  à  $1 \text{ s}^{-1}$  pendant 160 s (8 étapes, 20 s pour chaque étape). Chaque point présenté sur la courbe est la moyenne de 6 valeurs simultanément mesurées. Les paramètres rhéologiques, seuil d'écoulement et viscosité plastique, ont été déterminés à partir de la courbe descendante en utilisant le modèle de Bingham modifié (Équation 2.10). Ce modèle permet de résoudre les problèmes de la non-linéarité à faible taux de cisaillement observée dans les courbes d'écoulement des mélanges hautement pseudo-plastiques [10].

### 2.2.2.2. Balayage en déformation de cisaillement

L'essai de balayage en déformation de cisaillement a été utilisé pour identifier le domaine viscoélastique linéaire (DVEL) des suspensions cimentaires étudiées. Dans cet essai l'échantillon est soumis à une contrainte de cisaillement croissante de 0,0001% à 100% à une fréquence angulaire constante de 10 rad/s [110, 114-115]. Cela permet de suivre l'évolution des modules de stockage ( $G'$ ) et de perte ( $G''$ ) avec le temps de repos dans un régime non destructif.

### 2.2.2.3. Balayage temporel

L'essai de balayage temporel a été effectué afin d'identifier la cinétique de structuration des suspensions cimentaires étudiées. Afin d'assurer un état initial dispersé, l'échantillon a été soumis à un intervalle de cisaillement destructif avant de déterminer la cinétique de structuration. Les performances de dispersion du cisaillement rotationnel peuvent être améliorées en appliquant un cisaillement oscillatoire de grande amplitude (LAOS) à haute fréquence [116]. Tout d'abord, un pré-cisaillement rotationnel de  $200 \text{ s}^{-1}$  a été appliqué pendant 3 minutes pour obtenir un état dispersé initial bien défini. Cela a été suivi par un LAOS à une déformation de cisaillement de 5% et une fréquence angulaire de 100 rad/s pendant 10 s. Après une seconde de repos, les mesures de balayage temporel ont été effectuées en appliquant un cisaillement oscillatoire de faible amplitude (SAOS) pendant 20 min à une fréquence angulaire de 10 rad/s et une valeur de déformation de cisaillement dans le domaine DVEL [111]. Cela permet de suivre l'évolution des modules de stockage ( $G'$ ) et de l'angle de déphasage ( $\delta$ ) avec le temps de repos [114].

Deux indices indépendants peuvent être déterminés pour décrire la cinétique de structuration des suspensions cimentaires [114]. Le premier indice correspond à un temps de repos nécessaire pour former un réseau élastique percolé colloïdal. Ce temps peut être défini comme le temps de percolation ( $t_{\text{perc.}}$ ). Ce dernier a été déterminé à partir de la courbe de l'angle de déphasage où cette courbe commence à se stabiliser dans le temps de plus de 5%. Le deuxième indice représente l'augmentation de la capacité de la structure formée de supporter des charges après la formation du réseau percolé. Cet indice correspond à un taux de rigidification ( $G_{\text{rigid.}}$ ) correspondant à la pente de la courbe  $G'$  après le  $t_{\text{perc.}}$  [114].

### 2.2.3 Calorimétrie

Un calorimètre isotherme (TAM air) a été utilisé pour suivre l'évolution de la chaleur d'hydratation du ciment. Ce calorimètre est mené d'un thermostat qui fonctionne dans des

conditions isothermes à différentes températures allant jusqu'à 90 °C [117]. Dans le cas de cette étude, toutes les mesures ont été réalisées à 25 °C pour simuler les mêmes conditions des mesures rhéologiques. Le thermostat de ce calorimètre est constitué de huit cellules de mesures isothermes indépendantes l'une de l'autre. Chaque cellule est construite d'une configuration de deux canaux. Un canal pour le mélange de référence et l'autre canal pour l'échantillon testé. À travers cette configuration, le calorimètre peut mesurer avec précision le dégagement de chaleur des pâtes de ciment dans le temps. La courbe de flux de chaleur résultante peut refléter le processus d'hydratation du ciment ainsi que les différentes phases d'hydratation.

Les mesures calorimétriques consistent, en premier lieu, à préparer le mélange de référence qui est constitué de la poudre de verre. Cette poudre a été choisie en raison de ses propriétés thermiques (pas de dégagement de chaleur). La quantité de la poudre de verre nécessaire doit être calculée de façon à avoir la même capacité calorifique que dans l'échantillon testé (Équation 3.1). Cette quantité est ensuite introduite dans une ampoule de plastique qui va être placée, par la suite, dans le calorimètre. Le flux de chaleur de ces mélanges est suivi afin de confirmer qu'il n'y a plus de dégagement de chaleur.

$$m.ref.*CC=m.ciment.CC+m.eau.CC \quad \text{Équation 3.1}$$

Où  $m$  est la masse et  $CC$  est la capacité calorifique.

Dans le cas de l'échantillon testé, une masse de chaque suspension cimentaire équivalente à 9 g est prélevée et pesée dans une ampoule. L'ampoule a ensuite été fermée et placée dans le calorimètre. L'évolution du dégagement de chaleur a été enregistré à 25 °C pendant 72 h.

#### **2.2.4 Résistance à la compression**

La résistance à la compression des formulations étudiées a été déterminée. Les suspensions cimentaires ont été coulées dans des moules cubiques (50 x 50 x 50 mm<sup>3</sup>). Après 24 h, les échantillons ont été démoulés et subis une cure humide. L'essai a été réalisé après 24 h et 7 jours selon les recommandations de la norme ASTM C109.

### **2.3 Résultats et discussions**

L'étude expérimentale réalisée dans cette phase consiste, dans un premier lieu, à comprendre l'effet de différents poids moléculaires des superplastifiants utilisés (PNS et PCE) sur la rhéologie des suspensions cimentaires en identifiant les paramètres rhéologiques, le domaine

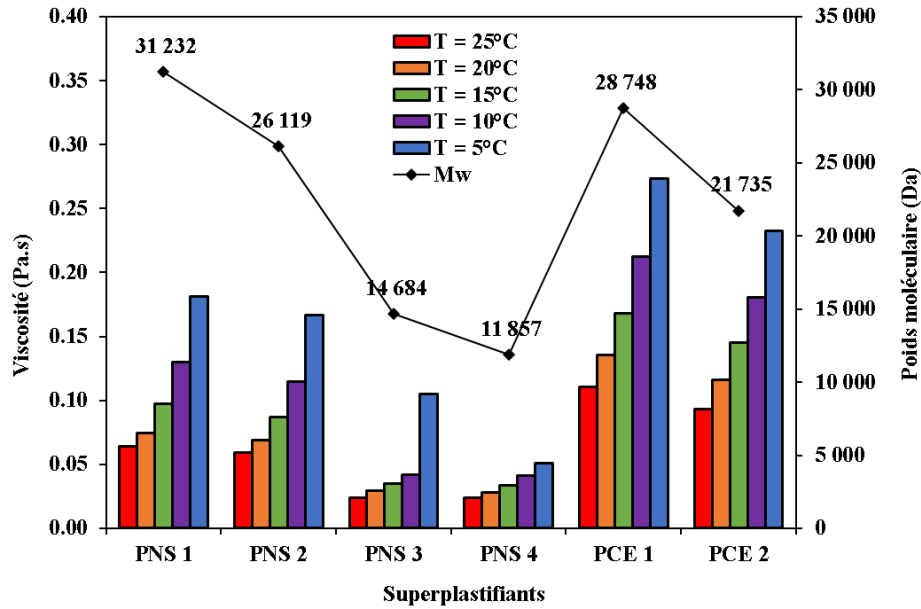
viscoélastique linéaire (DVEL) et la cinétique de structuration au repos. La période de dormance et la résistance à la compression a été évalué aussi.

### **2.3.1 Effet de la température sur la viscosité des SP**

La variation de la viscosité des superplastifiants sous la forme liquide a été déterminée en évaluant la viscosité des échantillons à différentes températures de 5, 10, 15, 20 et 25 °C. Les résultats obtenus sont présentés dans la Figure 18.

Comme on peut l'observer, pour une température et un type de SP donnés, les SP de haut poids moléculaire présentent une viscosité plus élevée par rapport au SP de faible poids moléculaire. Par exemple, à une température de 25 °C, la viscosité est passée de 0,05 Pa.s à 0,18 Pa.s dans le cas de PNS4 (11 857 Da) et PNS1 (31 232 Da), et de 0,23 Pa.s à 0,27 Pa.s pour les PCE2 (21 735 Da) et PCE1 (28 748 Da), respectivement. En outre, les SP de haut poids moléculaire ont montré une sensibilité de la viscosité aux variations de température plus élevée par rapport aux SP de faible poids moléculaire. Par exemple, la viscosité de PNS1, qui a le Mw le plus élevé (31 232 Da), est passée de 0,06 Pa.s à 5 °C à 0,18 Pa.s à 25 °C. Le SP avec le plus faible poids moléculaire, le PNS4, a montré moins de sensibilité à la température que les autres types. Comme prévu, les deux types de SP (PNSs et PCEs) ont montré une viscosité plus élevée à des températures plus basses. Les types PCE ont montré des valeurs de viscosité plus élevées que les types PNS, quelle que soit la température, et un changement de viscosité plus important due de la température.

La variation de la viscosité avec le poids moléculaire et la température est probablement due à l'agitation brownienne. L'amplitude du mouvement brownien augmente avec l'augmentation de la température, à mesure que l'agitation thermique augmente, ainsi la viscosité du SP diminue. De plus, l'amplitude du mouvement brownien est plus faible lorsque les polymères sont de grande taille, ce qui explique la viscosité élevée des SP de haut poids moléculaire. Cela pourrait également être dû à la diminution de la flexibilité des polymères à basse température, ce qui limite leur mobilité et leur capacité d'adsorption. Cela conduit à une faible efficacité à basse température dans les suspensions de ciment. L'efficacité des SP dans les suspensions de ciment doit donc être évaluée dans des conditions de température contrôlées.



**Figure 18- Viscosité des superplastifiants étudiés à différentes températures.**

### **2.3.2 Dosages de saturation de SP**

Pour chaque rapport E/C, les dosages de saturation de tous les types de SP étudiés ont été déterminés à l'aide des essais de mini-affaissement et de temps d'écoulement. Les dosages de saturation SP et les valeurs de mini-affaissement et de temps d'écoulement des mélanges étudiés sont résumés dans le Tableau 9.

**Tableau 9- Dosage de saturation, affaissement et temps d'écoulement.**

Superplastifiants	E/C	Dosage de saturation	Affaissement	Temps d'écoulement	
		(%)	D5 (mm)	T5 (s)	T60 (s)
PNS1	0,42	0,8	150	30	36
PNS2		0,8	150	31	39
PNS3		1,5	145	30	36
PNS4		1,3	120	37	47
PCE1	0,35	0,2	130	36	41
PCE2		0,2	160	32	35
PNS1		1,0	125	70	142
PNS2		1,5	140	66	106
PNS3		1,8	120	71	189
PNS4		3,0	115	73	128
PCE1	0,5	130	78	109	
PCE2	0,4	175	52	64	

Les résultats obtenus montrent que l'utilisation de SP de types PNS ayant un poids moléculaire élevé (PNS1 et PNS2) nécessite des dosages de saturation inférieurs à ceux avec un faible poids moléculaire (PNS3 et PNS4) pour atteindre un niveau de fluidité donné, indépendamment du rapport E/C.

Il est observé que, le dosage de saturation des SP de type PCE est inférieur à celui des SP de type PNS, indépendamment du rapport E/C. Par exemple, les dosages de saturation des mélanges formulés avec un rapport E/C de 0,35 et les PNS1 (31 232 Da) et PNS4 (11 857 Da) sont respectivement de 1% et 3%, en masse de ciment. Pour un rapport E/C donné, les mélanges contenant les PCE1 (28 748 Da) et PCE2 (21 735 Da) ont montré presque le même dosage de saturation.

L'efficacité d'un SP est principalement liée à ses mécanismes de dispersion et à ses effets chimiques qui sont des fonctions inhérentes aux particules de ciment et à leur interaction avec les SP [118-119]. Une telle efficacité se reflète par le dosage requis le plus faible pour obtenir une fluidité donnée, son maintien dans le temps et le développement de la résistance au jeune âge en fonction de l'application en cours (c-à-d E/C de 0,35 ou 0,40).

L'indice de performance ( $I_p$ ) est utilisé pour évaluer les performances des différents types de SP [120]. L'indice  $P_i$  permet de combiner plusieurs ensembles d'informations pour déterminer une mesure d'évaluation globale. Cette approche peut être utilisée pour faciliter le processus de sélection du type de SP le plus efficace et pour atteindre les critères de performance requis. Pour chaque critère individuel, un rang de pondération ( $W_i$ ) est calculé comme spécifié dans l'Équation (3.2).

$$W_i = \frac{\text{Performances mesurées pour chaque mélange}}{\text{Meilleure performance mesurée}} \quad \text{Équation (3.2)}$$

L'indice numérique ( $R_i$ ) est ensuite calculé pour chaque mélange à l'aide de l'Équation (3.3). La valeur d'indice numérique la plus élevée utilisée dans cette étude est fixée à 1.

$$R_i = 1 * W_i \quad \text{Équation (3.3)}$$

Les critères utilisés pour le processus de sélection sont le dosage de saturation, la fluidité initiale et la de rétention de la fluidité dans le temps (maintien de fluidité). Sur la base des critères de performance requis (trois critères différents), les indices  $R_i$  sont multipliés pour calculer l'indice

de performance global ( $I_{p_{in}}$ ), tel que défini dans l'Équation (3.4). Le mélange avec le score le plus élevé est désigné comme le mélange le plus approprié en fonction des nombreux critères correspondants.

$$I_{p_{in}} = R_{i1} * R_{i2} * \dots R_{in} \quad \text{Équation (3.4)}$$

Les rangs pondérés et les indices de performance calculés de tous les mélanges étudiés sont résumés dans le 0. Les indices de performance  $I_{p1}$  et  $I_{p2}$  sont présentés dans la Figure 19.

Comme on peut l'observer sur la Figure 19, dans le cas des superplastifiants du type PNS, les indices de performance les plus élevés  $I_{p1}$  (dosage de saturation, fluidité initiale et maintien de fluidité) et  $I_{p2}$  (dosage de saturation et fluidité initiale) ont été obtenus avec le poids moléculaire le plus élevé dans les SP, indépendamment de E/C. Cependant, dans le cas des superplastifiants du type PCE, le poids moléculaire a montré l'effet inverse. L'utilisation des superplastifiants avec un poids moléculaire élevé a entraîné de meilleurs indices de performance, ce qui se traduit par une fluidité initiale plus élevée et un meilleur maintien de fluidité jusqu'à 60 minutes.

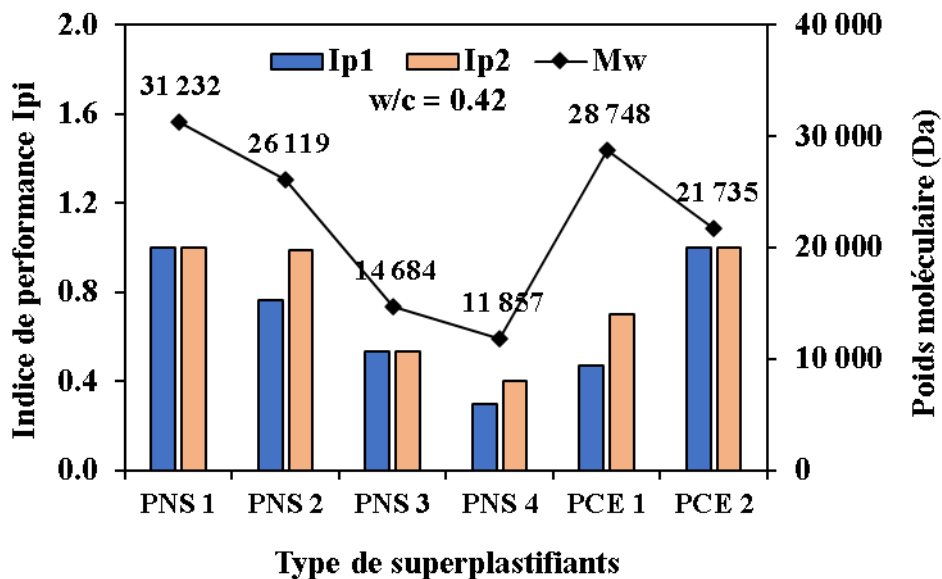
Par exemple, les mélanges qui incorporent les PNS1 et PNS2 avec les poids moléculaires élevés ont présenté une fluidité initiale plus élevée et un meilleur maintien de fluidité (jusqu'à 60 min), tandis que ceux qui incorporent les PNS3 et PNS4 avec de faibles poids moléculaires ont présenté une faible fluidité initiale et moins de maintien de fluidité. Cela reflète l'effet positif du poids moléculaire sur la capacité d'adsorption des superplastifiants et sa capacité de dispersion [57].

Les bonnes performances observées avec les mélanges qui incorporent le PCE2, sachant que le PCE2 a un poids moléculaire inférieur (21 735 Da) à celui du PCE1 (28 748 Da), sont dues au poids moléculaire optimal du PCE1, qui est d'environ 20 000 Da, conduisant ainsi à la plus grande capacité d'absorption du polymère sur les particules de ciment. Ceci est cohérent avec la littérature rapportée sur le poids moléculaire moyen optimal pour assurer une meilleure efficacité.

**Tableau 10- Les rangs pondérés et les indices de performance des mélanges étudiés.**

SP	E/C	Critère de performance individuel			Indices de performance pour plusieurs critères	
		Dosage de saturation	Fluidité initiale	Maintien de fluidité	Dosage de saturation, fluidité initiale et maintien de fluidité	Dosage de saturation et fluidité initiale
		Wi1	Wi2	Wi3	Ip1	Ip2
PNS1	0,42	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
PNS2		1,00	0,99	0,78	0,77	0,99
PNS3		0,53	1,00	1,00	0,53	0,53
PNS4		0,62	0,66	0,74	0,30	0,40
PCE1		1,00	0,70	0,68	0,47	0,70
PCE2		1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
PNS1	0,35	1,00	0,85	0,59	0,50	0,85
PNS2		0,67	1,00	1,00	0,67	0,67
PNS3		0,56	0,79	0,36	0,16	0,44
PNS4		0,33	0,77	0,80	0,21	0,26
PCE1		0,80	0,51	0,58	0,24	0,41
PCE2		1,00	1,00	1,00	1,00	1,00

a) E/C = 0,42



b)  $E/C = 0,35$

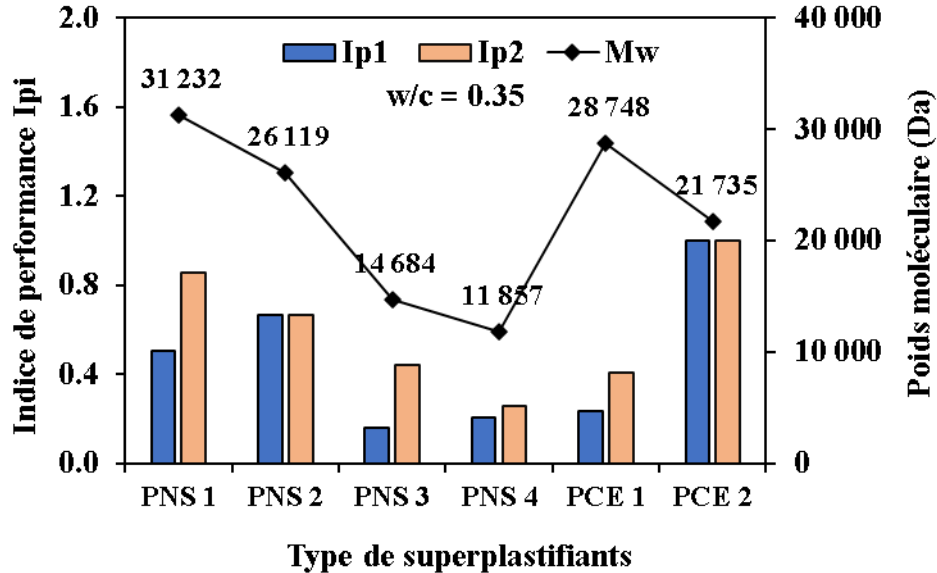


Figure 19- Indices de performance des différents types de SP, a)  $E/C = 0,42$  et b)  $E/C = 0,35$

### 2.3.3 Déformation critique ( $\gamma_{cr}$ ) et module de stockage ( $G'$ )

L'évolution des modules de stockage ( $G'$ ) des mélanges étudiés est illustrée à la Figure 20. Les valeurs de  $G'$  obtenues sont comprises entre 100 et 149 975 Pa. Comme on peut l'observer, tous les mélanges ont présenté un comportement viscoélastique linéaire jusqu'à ce qu'ils atteignent une déformation de cisaillement critique. La contrainte de cisaillement critique déterminée ( $\gamma_{cr}$ ) varie entre 0,0056 et 0,3083 % selon la formulation du mélange (c-à-d,  $E/C$  et le type de SP) et la température. Dans le domaine viscoélastique linéaire (DVEL), le module  $G'$  est indépendant de la déformation de cisaillement appliquée. Cependant, l'augmentation de la contrainte de cisaillement au-delà de la valeur critique a diminué le module de cisaillement, reflétant la destruction du réseau due à la rupture des ponts C-S-H entre les particules de ciment [121]. Sur la base de ces résultats, une déformation de cisaillement de 0,001 % a été sélectionnée pour effectuer les mesures de balayage temporel dans un régime non destructif.

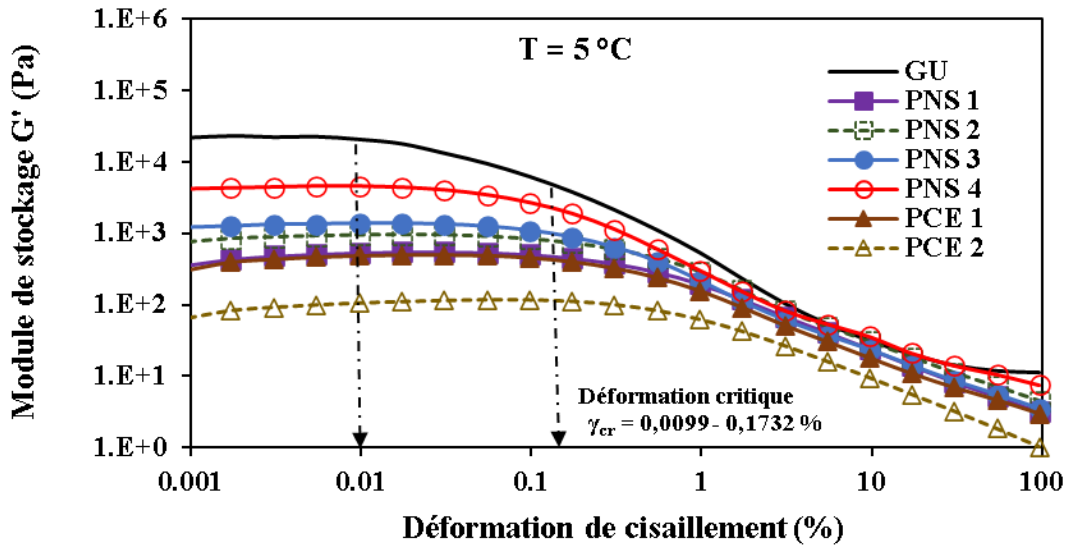
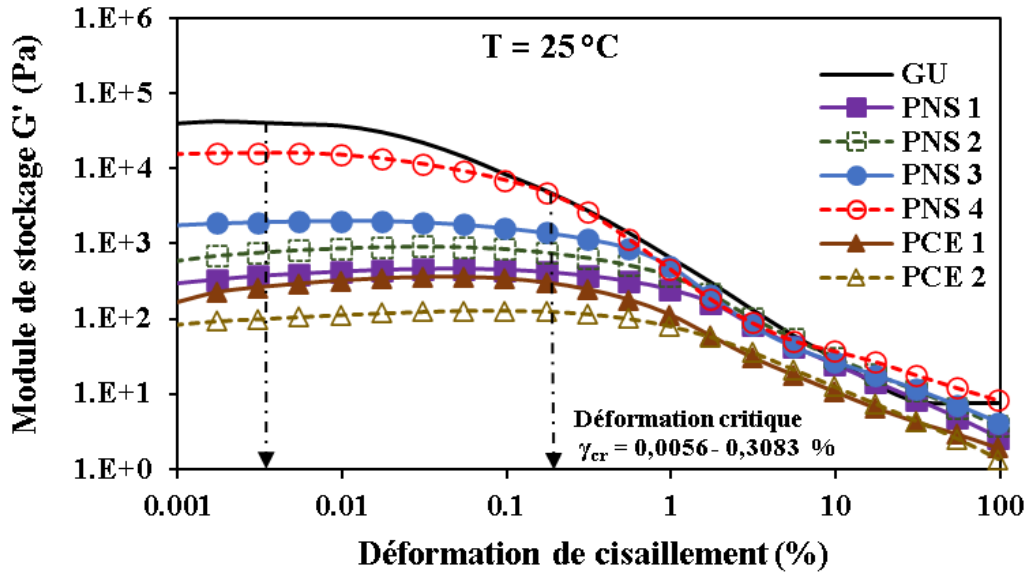
Comme on peut l'observer sur la Figure 20, l'utilisation des superplastifiants a augmenté le domaine viscoélastique linéaire, reflétant ainsi une dispersion et une distance inter-particules plus élevées. Par exemple, dans le cas des mélanges de 0,42  $E/C$  et à une température de 25 °C, les déformations critiques de 0,1733% et 0,3082% ont été obtenues avec les PNS1 et PCE2 comparément à 0,0056% obtenu avec un mélange de référence réalisé sans superplastifiant.

L'utilisation de PCE a entraîné une déformation critique plus élevée que le PNS. Cela est dû à la plus grande efficacité du PCE dans la dispersion de la matrice.

Les suspensions cimentaires contenant les SP ayant un poids moléculaire élevé (PNS1 et PNS2) ont montré une déformation critique plus élevée et un module de stockage plus faible que ceux de faible poids moléculaire (PNS3 et PNS4), indépendamment du rapport E/C et de la température, comme le montre la Figure 20. De plus, la déformation critique des suspensions cimentaires contenant du PCE1 est inférieure à celle du PCE2, indépendamment du rapport E/C et de la température. Par exemple, les déformations critiques des suspensions cimentaires formulées avec un rapport E/C de 0,42 et une température de 25 °C ont diminué de 0,1733 % à 0,0098 % lorsque le poids moléculaire du PNS a diminué de 31 232 Da à 11 857 Da. Cependant, la déformation critique est passée de 0,1733 % à 0,3082 % lorsque le poids moléculaire du PCE a diminué de 28 748 à 21 735 Da. De plus, le module de stockage a augmenté de 399 Pa à 15 700 Pa pour le PNS avec un poids moléculaire décroissant, mais il a diminué de 293 Pa à 112 Pa pour le PCE avec un poids moléculaire décroissant.

Il convient de noter qu'avec un rapport E/C de 0,35 et à une température de 25 °C, les suspensions cimentaires contenant les PNS1 et PNS2 ont présenté la même déformation critique de 0,0975 %, mais l'utilisation de PNS1 a entraîné un module de stockage plus élevé que le PNS2 (1 458 Pa contre 583 Pa). De plus, les suspensions cimentaires contenant les PNS3 et PNS4 ont montré la même déformation critique de 0,0175 %, mais le PNS3 a entraîné un module de stockage plus élevé que PNS4 (20 380 Pa contre 11 320 Pa). Il est probable que la polydispersité élevée des particules de ciment produites par les PNS1 et PNS3 a augmenté la rigidité des suspensions cimentaires. Cela confirme le résultat présenté à la Figure 22 où la viscosité apparente des mélanges à faible teneur en eau contenant les PNS1 et PNS3 est supérieure à celle de PNS2 et PNS4.

a)  $E/C = 0,42$



b)  $E/C = 0,35$

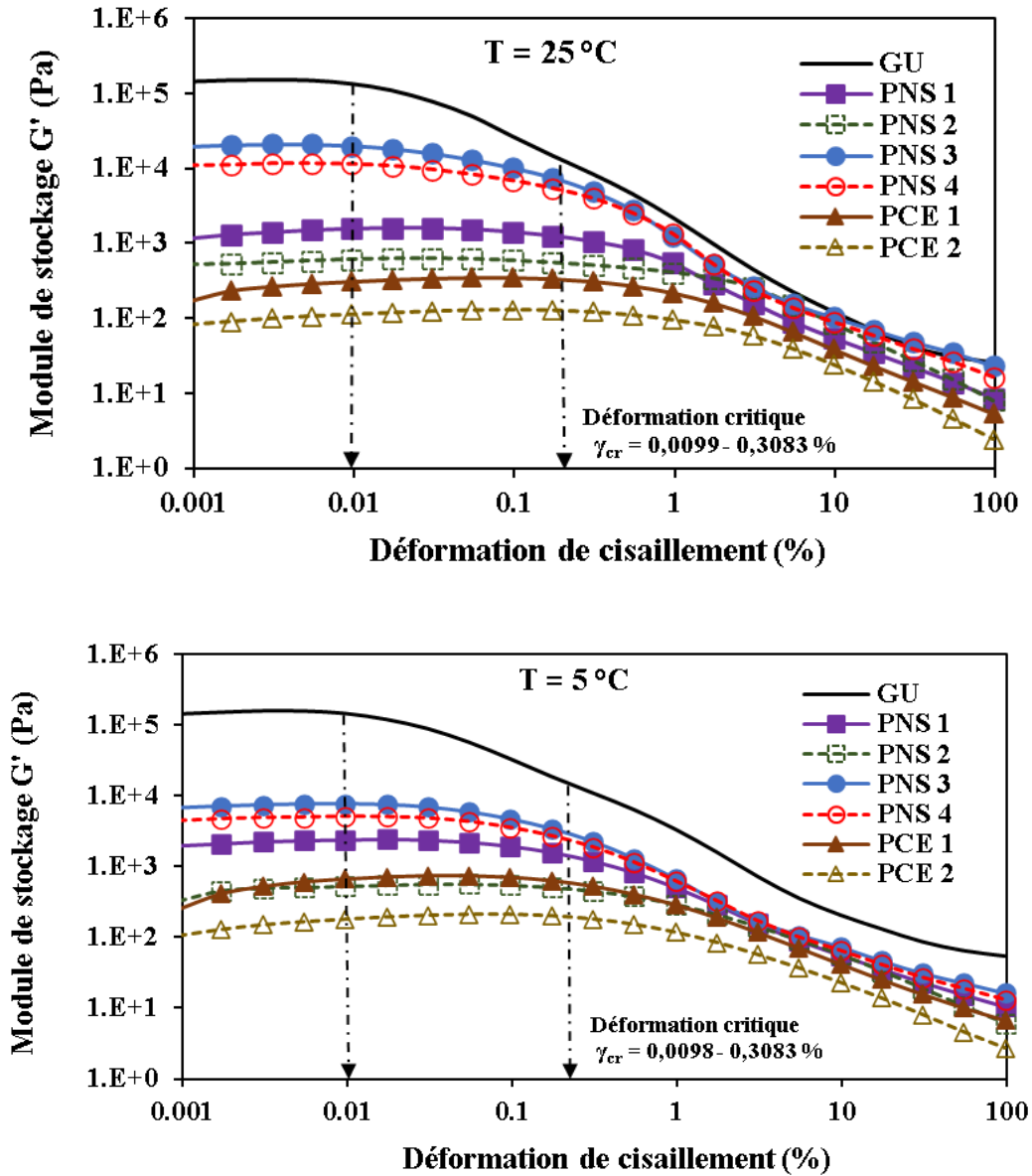


Figure 20- Effet du poids moléculaire des SP sur les propriétés viscoélastiques déterminé à une fréquence angulaire de 10 rad/s, correspondant à a) des mélanges à 0,42 E/C à des températures de 5 et 25 °C ; b) mélanges 0,35 E/C à des températures de 5 et 25 °C.

### 2.3.4 Propriétés pseudo-plastiques

Les propriétés rhéologiques des suspensions cimentaires qui incorporent des superplastifiants de type PNS et PCE de différents poids moléculaires ont été évaluées. Ces mélanges étudiés ont été proportionnés avec différents rapports E/C et températures. La viscosité apparente et la limite

d'élasticité des suspensions cimentaires étudiées ont été obtenu après des temps d'hydratation de 10, 50 et 90 minutes. Les résultats sont illustrés dans les Figure 21, Figure 22 et Figure 23.

Comme on peut le voir sur les Figure 21 et Figure 22, tous les mélanges de pâte de ciment ont présenté un comportement de fluidification par cisaillement, suivi d'un comportement newtonien avec un taux de cisaillement croissant, quel que soit l'âge d'hydratation (10, 50 et 90 min), le rapport E/C, ou la température. Le comportement rhéologique de la pâte de ciment est contrôlé par les forces d'attraction interparticulaires et hydrodynamiques. À un faible taux de cisaillement, les forces d'attraction interparticulaires prédominent sur les forces hydrodynamiques, ce qui entraîne la formation de floccs. Lorsque le taux de cisaillement augmente, les forces hydrodynamiques deviennent de plus en plus élevées et, par conséquent, les floccs sont décomposés en unités d'écoulement de plus en plus petites, libérant ainsi l'eau piégée dans les floccs pour lubrifier le système et diminuer la viscosité. L'augmentation du taux de cisaillement induit un taux de décomposition local élevé de la microstructure par déformation en cisaillement et limite l'accumulation structurelle due à la floculation, entraînant et favorisant le comportement newtonien.

Comme on peut l'observer sur la Figure 21, pour un taux de cisaillement donné, la viscosité apparente après 10 min d'hydratation diminue avec l'augmentation du poids moléculaire du PNS ( $PNS1 < PNS2 < PNS3 < PNS4$ ) pour les mélanges formulés avec un rapport E/C de 0,42 et à une température de 25 °C. L'augmentation du poids moléculaire du PNS a généralement un effet bénéfique sur ses propriétés fluidifiantes. Ceci est en accord avec les données rapportées dans la littérature [23, 57]. En outre, avec un faible rapport E/C de 0,35, l'utilisation des PNS1 et PNS3 a entraîné une viscosité apparente plus élevée que les PNS2 et PNS4 après 10 min d'hydratation. La viscosité élevée observée avec les PNS1 et PNS3 peut probablement être attribuée à leur forte polydispersité. A un faible rapport E/C, l'effet des superplastifiants est plus significatif. Les valeurs du poids moléculaire moyen en nombre ( $M_n$ ) et de l'indice de polydispersité (PDI) pour les PNS1 et PNS2 sont respectivement de 1 950 et 2 133, et de 16 et 12. Comme on peut le constater, les valeurs de  $M_n$  sont quasiment identiques, mais leurs DPI sont différents. Un DPI élevé (PNS1) entraîne une polydispersité élevée de PNS. Cependant, une quantité élevée d'oligomères et de polymères de faible poids moléculaire diminue la dispersion de la suspension de ciment [57]. La viscosité des PNS3 et PNS4, qui ont un faible poids moléculaire, est

supérieure à celle des suspensions de ciment pur proportionnées avec des rapports E/C de 0,35 et 0,42 à un faible taux de cisaillement correspondant à  $0,1-5 \text{ s}^{-1}$  et  $0,1-10 \text{ s}^{-1}$ . La différence dans la viscosité apparente est attribuée aux changements dans les forces d'interaction entre les particules.

Les mélanges incorporant le PCE2 (21 735 Da) ont présenté une viscosité plus faible que ceux fabriqués avec le PCE1 (28 748 Da) après 10 min d'hydratation, quel que soit le rapport E/C, comme le montre la Figure 21. Cela reflète la plus grande capacité de dispersion du PCE2 par rapport au PCE1. Le nombre de polymères adsorbés sur les particules de ciment augmente progressivement avec le temps lorsque le poids moléculaire du PCE est d'environ 20 000 Da. Par conséquent, le PCE2 a montré une plus grande capacité de dispersion que le PCE1 [20].

Le comportement rhéoépaississant des pâtes de ciment incorporant le PCE est généralement attribué à la polydispersité élevée [21]. Il est rapporté qu'à un faible rapport E/C, le PCE ayant un poids moléculaire d'environ 31 800 Da réduit plus efficacement la viscosité des pâtes que le PCE ayant un poids moléculaire élevé (environ 132 100 Da). Cependant, ce dernier a un avantage sur le premier dans le cas d'un rapport E/C élevé. Comme on peut l'observer sur les Figure 21 et Figure 22, la viscosité apparente du système pâte de ciment-superplastifiant augmente avec l'âge (50 et 90 min), indépendamment du type de superplastifiant, du rapport E/C ou de la température. Ceci est attribué à la formation d'hydrates, la diminution d'eau libre disponible dans le système et à l'augmentation des floccs, ce qui augmente la viscosité.

Les valeurs de la limite d'élasticité des mélanges ciment-pâte ont été déterminées à partir des courbes d'écoulement à l'aide du modèle de Bingham modifié [10]. Comme on peut l'observer sur la Figure 23, l'utilisation des PNS ayant un poids moléculaire élevé (PNS1, PNS2) a entraîné des valeurs de la limite d'élasticité inférieures à celles des PNS à faible poids moléculaire (PNS3, PNS4), indépendamment de E/C ou de la température. Par exemple, dans le cas de mélanges de 0,42 E/C à une température de  $25 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , la limite d'élasticité a augmenté de 8 Pa à 27 Pa lorsque le poids moléculaire des PNS a diminué de 31 232 à 11 857 Da. Cependant, la limite d'élasticité des mélanges contenant le PCE2 (21 735 Da) est inférieure à celle des mélanges contenant le PCE1 (28 748 Da), indépendamment du rapport E/C et de la température. De même, dans le cas des mélanges contenant le PCE2, la limite d'élasticité a légèrement changé avec la température (de 1 à 3 Pa).

L'augmentation au cours du temps de la viscosité apparente (Figure 21 et Figure 22) et de la limite d'élasticité (Figure 23) des mélanges ciment-pâte qui contiennent le PNS2 est supérieure à l'augmentation avec le PNS1. Par exemple, la viscosité apparente des mélanges de pâte de ciment contenant PNS1 et PNS2, formulés avec un rapport E/C de 0,42 et à une température de 25 °C, à des âges de 10, 50 et 90 min est de 0,09, 0,12 et 0,17 Pa.s, ainsi que 0,11, 0,15 et 0,21 Pa.s, respectivement. Dans le cas de mélanges formulés avec un rapport E/C de 0,35, ces valeurs sont respectivement de 0,29, 0,35 et 0,44 Pa.s, ainsi que 0,18, 0,19, 0,20 Pa.s. D' autre part, l'utilisation du PNS1 dans le cas des mélanges ayant un rapport E/C de 0,42 a entraîné les valeurs de limite d'élasticité les plus faibles. Cependant, dans le cas des mélanges ayant un rapport E/C de 0,35, l'utilisation du PNS2 a entraîné des valeurs de limite d'élasticité inférieures.

Ces résultats indiquent que la capacité de stabilité de la dispersion contenant le PNS2 est supérieure à celle de PNS1 avec un faible rapport E/C. Ce résultat est cohérent avec les valeurs des indices de performance. Une limite d'élasticité plus élevée peut contribuer à accroître la stabilité des systèmes à base de ciment après le coulage (stabilité statique) sans entraver les opérations de transport et de coulée, où le matériau est soumis à des taux de cisaillement plus élevés [122]. Cependant, cela peut entraver la fluidité des systèmes.

En outre, la viscosité apparente et la contrainte d'écoulement des mélanges incorporant le PCE2 restent pratiquement inchangées, indépendamment de la température et du rapport E/C. Par exemple, la viscosité des mélanges de 0,42 et 0,35 E/C à une température de 25 °C après 10, 50 et 90 min d'hydratation sont respectivement de 0,06, 0,06 et 0,06 Pa.s, ainsi que 0,11, 0,10 et 0,11 Pa.s. Cependant, dans le cas du PCE1, une augmentation de la viscosité après 50 min d'hydratation est observée, indépendamment de la température et du rapport E/C.

Au cours du processus d'hydratation, davantage de molécules de PCE1 peuvent être fixées sur les produits d'hydratation en raison de la capacité élevée d'adsorption ( $M_w$  élevé) et perdre leur capacité de dispersion. Par conséquent, le PCE1 a de moins bonnes caractéristiques de stabilisation de la dispersion que le PCE2 [21]. Ce résultat confirme les résultats de l'indice de performance présentés dans la section précédente.

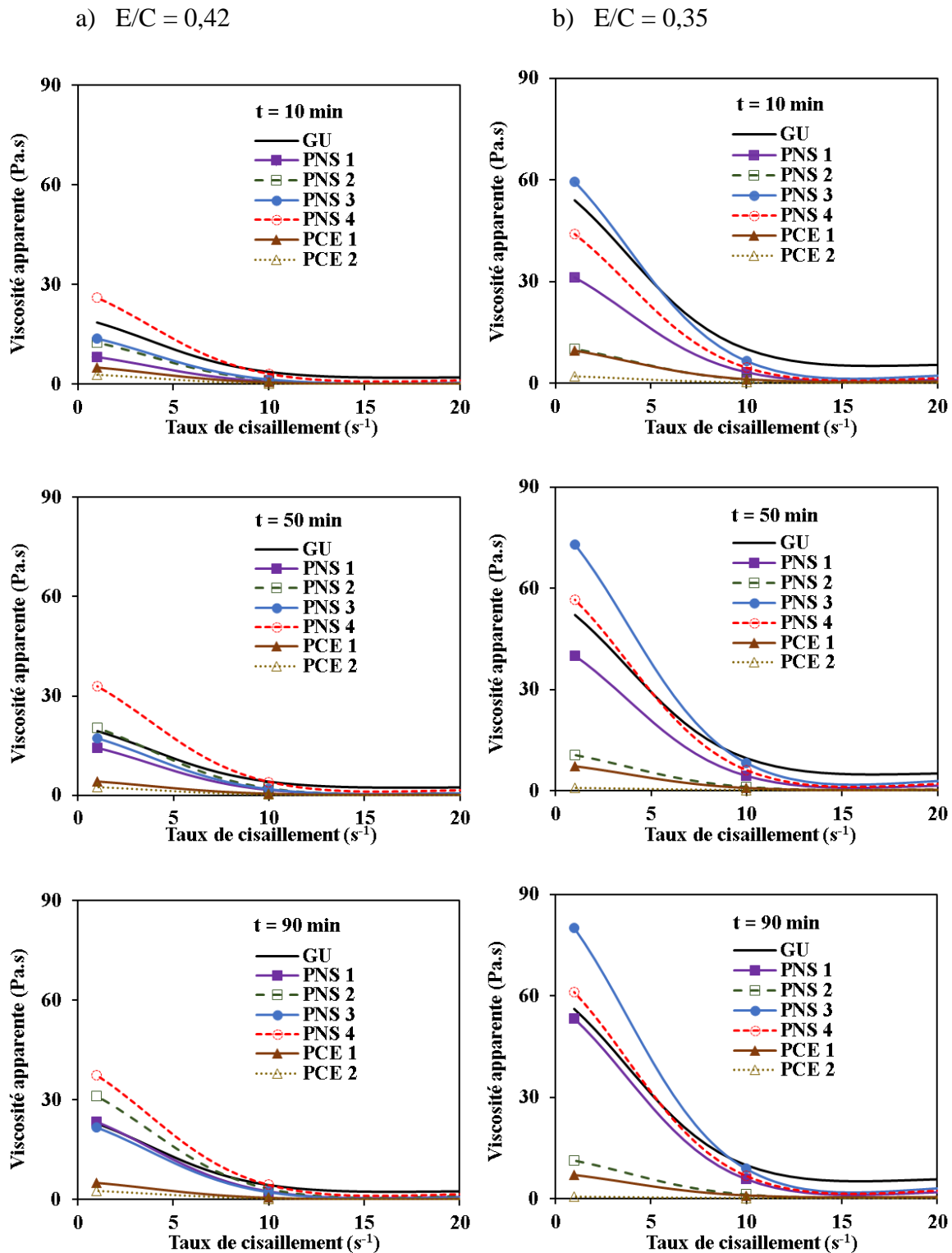


Figure 21- Variation de la viscosité apparente avec le taux de cisaillement à différents âges de 10, 50 et 90 min et une température de 25 °C, incluant a)  $E/C = 0,42$  et b)  $E/C = 0,35$

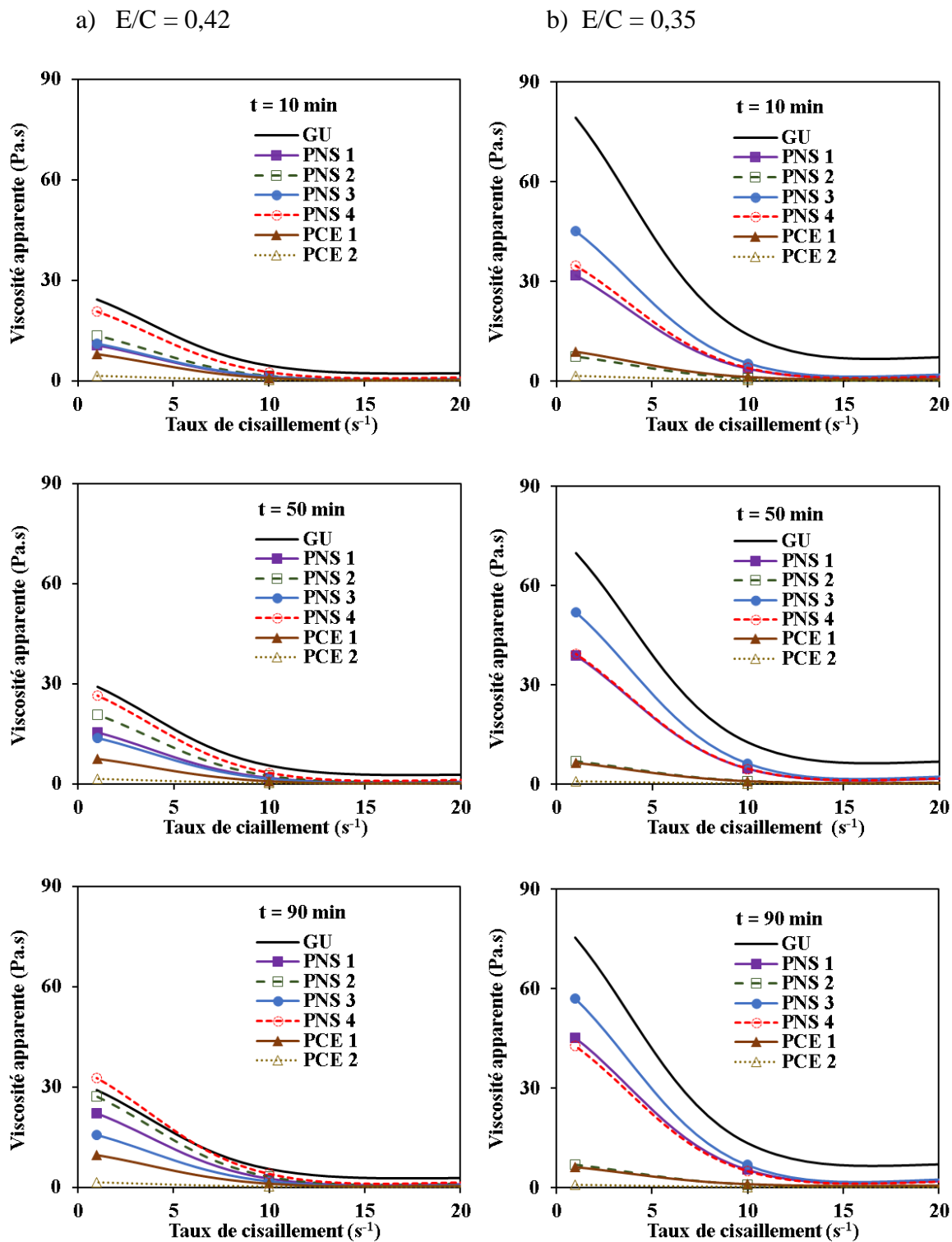


Figure 22- Variation de la viscosité apparente avec le taux de cisaillement à différents âges de 10, 50 et 90 min et une température de 5 °C, incluant a) E/C = 0,42 et b) E/C= 0,35

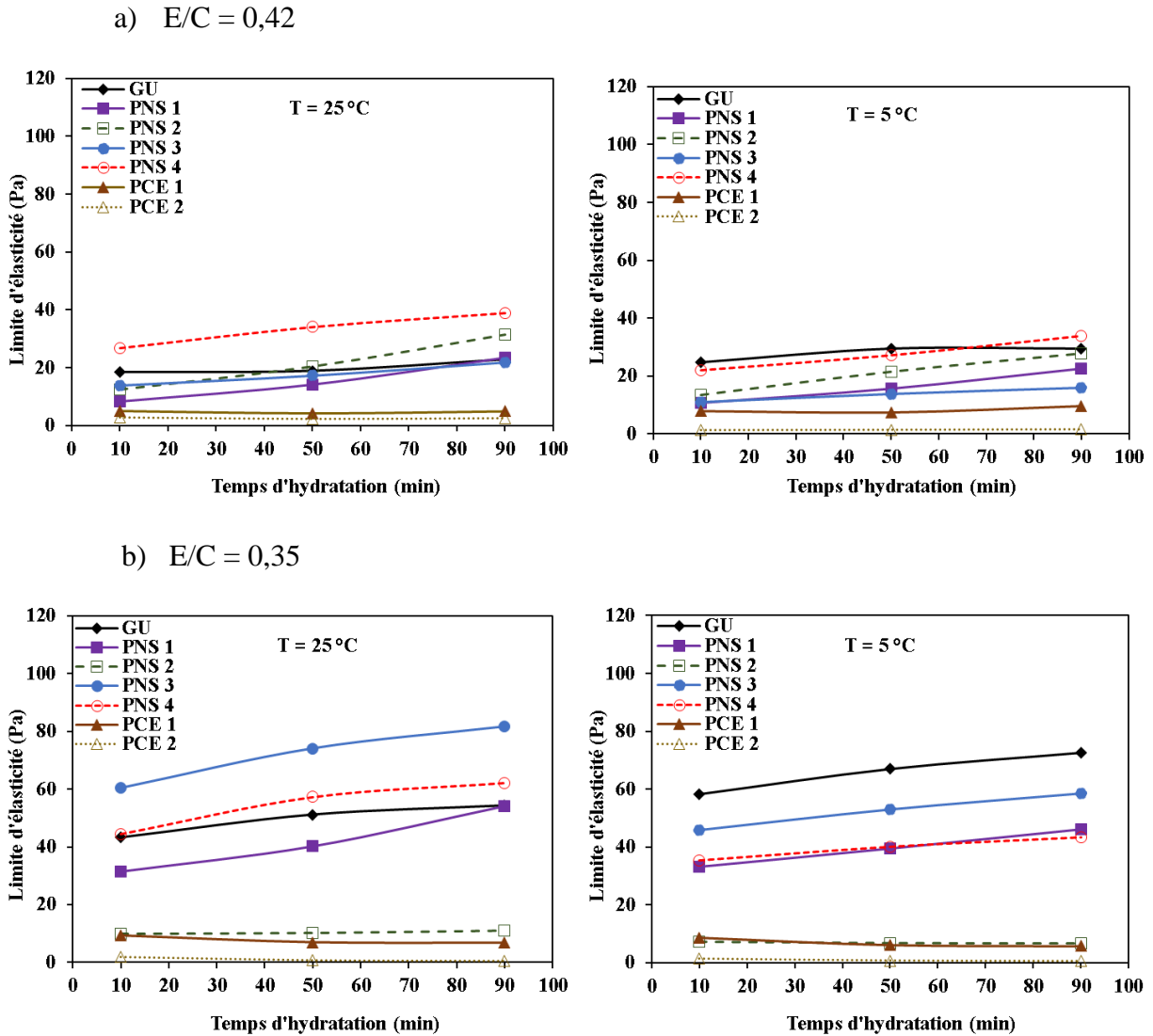


Figure 23- Évolution de la limite élastique avec le temps d'hydratation à des températures de 25 et  $5^\circ\text{C}$ , incluant a)  $E/C = 0,42$  et b)  $E/C = 0,35$

### 2.3.5 Cinétique de structuration des suspensions cimentaires

La cinétique de structuration des suspensions cimentaires, contenant des superplastifiants de type PNS et PCE avec différents poids moléculaires a été déterminée en utilisant des mesures de balayage temporel effectuées à un cisaillement oscillatoire de faible amplitude, une fréquence angulaire constante de 10 rad/s et une valeur de déformation de cisaillement (0,001 %) inférieure à la valeur de déformation critique, c'est-à-dire déformation dans le domaine viscoélastique linéaire (LVED).

L'évolution du module de stockage ( $G'$ ) et du module de perte  $G''$  pendant 20 min de repos a été déterminée et utilisée pour quantifier les propriétés de structuration des mélanges étudiés telles que le temps de percolation ( $t_{perc}$ ) et le taux de rigidification. Le temps de percolation ( $t_{perc}$ ) est le temps nécessaire pour que l'angle de déphasage ( $\delta$ ) passe de  $90^\circ$  à  $0^\circ$ , une indication de la transition de la structure d'un état fluide à un état solide [114]. L'angle de phase ( $\delta$ ) est calculé comme  $\tan^{-1}(G''/G')$ . La valeur de  $0^\circ$  correspond à un état solide parfait (élastique) dans lequel il n'y a pas de retard entre la déformation oscillatoire induite et la réponse à la contrainte mesurée. Dans le cas d'une structure parfaitement visqueuse, la valeur de  $\delta$  est de  $90^\circ$  [111]. Par ailleurs, le taux de rigidification ( $G_{rigid.}$ ) représente l'augmentation de la capacité de la structure formée à supporter des charges après la formation du réseau élastique (l'évolution de  $G'$  après le  $t_{perc}$ ) [114].

L'indice de structuration des suspensions cimentaires contenant des superplastifiants été évalué en utilisant le  $t_{perc}$  et de  $G_{rigid}$  selon l'équation (3.5)

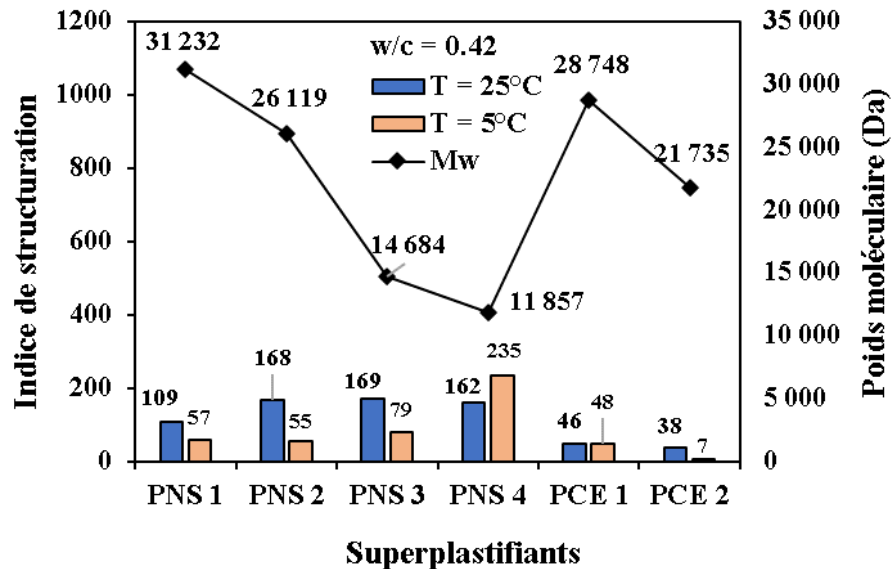
$$\text{Indice de structuration} = \frac{G_{rigid}}{\sqrt[3]{t_{perc}}} \quad \text{Équation (3.5)}$$

Les indices de structuration des mélanges étudiés sont présentés à la Figure 24. L'ajout de superplastifiants diminue l'indice de structuration des mélanges par rapport au mélange de référence, indépendamment du type de superplastifiant, du rapport E/C et de la température. Par exemple, des indices de construction de 175 et 62  $\text{Pa} \cdot \text{min}^{3/2}$  ont été obtenus avec les mélanges ayant un rapport E/C de 0,35 et contenant les PNS1 et PCE2 à une température de  $25^\circ\text{C}$  contre  $1766 \text{ Pa} \cdot \text{min}^{3/2}$  pour le mélange de référence réalisé sans superplastifiant.

Comme on peut l'observer sur la Figure 24, dans le cas des mélanges ayant un rapport E/C de 0,42 et à une température de  $25^\circ\text{C}$ , l'indice de structuration a quasiment la même valeur pour les mélanges de PNS d'environ  $168 \text{ Pa} \cdot \text{min}^{3/2}$  et pour les mélanges de PCE d'environ  $46 \text{ Pa} \cdot \text{min}^{3/2}$ . D'autre part, les superplastifiants ayant un poids moléculaire élevé (PNS1 et PNS2) ont présenté des indices de structuration inférieures à ceux contenant un faible poids moléculaire (PNS3 et PNS4), indépendamment de la température. En outre, les mélanges formulés avec un rapport E/C de 0,35 et contenant du PNS3 ont monté l'indice de structuration le plus élevé, indépendamment de la température. Cela suggère que le type PNS3 peut être utile dans le coulage d'éléments de mur de grande hauteur afin de réduire les pressions latérales exercées sur le coffrage et permettre

une diminution plus rapide de la pression après le coulage. Il convient de mentionner que l'utilisation du PCE a entraîné l'indice de structuration le plus bas, indépendamment du rapport E/C et la température.

a)  $E/C = 0,42$



b)  $E/C = 0,35$

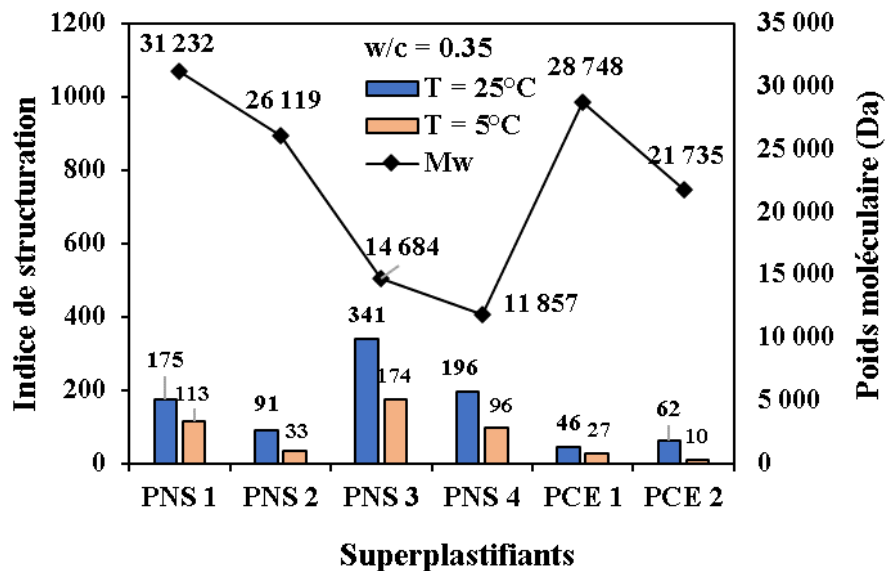


Figure 24- Effet du poids moléculaire des superplastifiants sur la structuration des mélanges ciment-pâte à des températures de 5 et 25 °C, y compris a)  $E/C = 0,42$  et b)  $E/C = 0,35$

### 2.3.6 Cinétique d'hydratation des suspensions cimentaires

En plus d'améliorer la maniabilité, les superplastifiants ont un impact significatif sur l'hydratation du ciment. Les flux de chaleur des pâtes de ciment, contenant des superplastifiants de types PNS et PCE, déterminés pendant 72 h après le malaxage sont illustrés à la Figure 25.

Les courbes de flux de chaleur des pâtes de ciment étudiés présentent les quatre périodes de la réaction d'hydratation : initiale, dormante, d'accélération et de décélération. Dans notre cas, la période initiale ne sera pas discutée car le malaxage a eu lieu à l'extérieur du calorimètre. Comme on peut l'observer sur la Figure 25, les mélanges de ciment ayant des rapport E/C de 0,42 et 0,35 ont présenté une période dormante associée à une chaleur relativement faible à environ 114 et 90 min, respectivement. Cette étape est suivie d'une évolution thermique (dégagement de chaleur) sur plusieurs heures pour atteindre la chaleur maximale après environ 9 heures.

Un pic supplémentaire est observé après environ 12 h. Ce pic correspond au moment où le sulfate de calcium est consommé et la phase restante d'aluminate tricalcique réagit avec les sulfates qui se transforment en mono-sulfate, les hydrates d'aluminate de calcium ou le mono-carbonate. Après ce pic, on observe une diminution régulière de l'évolution de la chaleur d'hydratation (période de décélération), qui atteint rapidement une valeur constante mais faible.

Comme on peut le constater sur la Figure 25, l'ajout de superplastifiant retarde la cinétique d'hydratation des pâtes de ciment, qu'il s'agisse d'un PNS ou d'un PCE. Le retard affecte principalement l'hydratation de la phase alite [123]. Dans le cas des mélanges qui incorporent du PNS, la période de dormance a varié entre 126 et 174 min pour les mélanges à 0,42 E/C, et entre 114 et 150 min dans le cas des mélanges formulés avec un rapport E/C de 0,35. La période de dormance des mélanges incorporant du PNS ayant un poids moléculaire élevé (PNS1 et PNS2) est plus courte que celle des mélanges incorporant du PNS ayant un poids moléculaire faible (PNS3 et PNS4), indépendamment du rapport E/C.

Le type de superplastifiants ayant le poids moléculaire le plus faible (PNS4) a eu une période dormante la plus longue. Des résultats similaires sont rapportés par Piotte [57], qui a constaté que les PNS de poids moléculaire élevé provoquent le moins de retard. Ainsi, la période dormante augmente avec la diminution du poids moléculaire du PNS. Cependant, dans le cas des mélanges ayant un rapport E/C de 0,35, l'utilisation du PNS1 a entraîné une période dormante plus longue que celle du PNS2 (129 min contre 114 min). La méthode utilisée pour obtenir le poids

moléculaire moyen pourrait expliquer ces différences. Piotte a utilisé différentes fractions du même PNS, tandis que dans cette étude, différents PNS avec des poids moléculaires différents ont été utilisés. Comme mentionné ci-dessus, le PNS1 a un indice de polydispersité élevé par rapport au PNS2 et les poids moléculaires en nombre ( $M_n$ ) sont similaires. Par conséquent, le poids moléculaire élevé du PNS1 contient un nombre considérable d'oligomères.

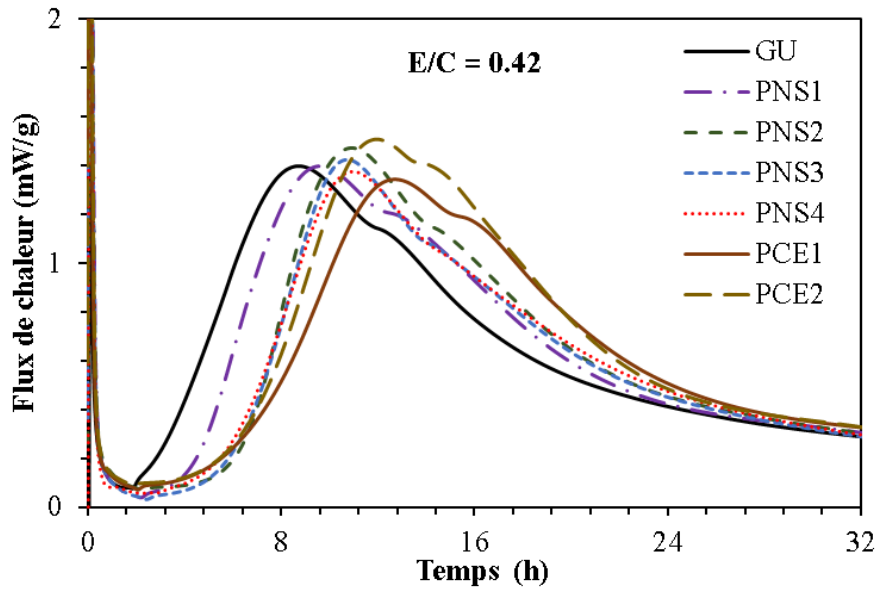
De plus, dans le cas des mélanges incorporant du PCE, la période dormante est comprise entre 117 et 126 min dans le cas d'un rapport E/C de 0,42, et 120 min pour le rapport E/C de 0,35. Les mélanges qui incorporent du PCE ont eu une période dormante comparable.

Comme on peut l'observer sur la Figure 25, les superplastifiants peuvent retarder de manière significative l'âge d'hydratation nécessaire pour atteindre le flux de chaleur maximal en fonction de leur poids moléculaire. L'utilisation de PNS a retardé le pic d'hydratation principal des mélanges de 0,42 et 0,35 E/C de 9,6 et 10,4 h, respectivement, contre 8,5 et 8,7 h pour les mélanges de référence. La période d'hydratation la plus courte nécessaire pour atteindre le pic d'hydratation principal maximal a été observée avec PNS2 (11 et 12,4 h), qui est caractérisé par un poids moléculaire élevé ( $M_w$ ) et un indice de polydispersité (DPI) faible. Piotte a également constaté que tous les PNS retardaient le principal pic d'hydratation du ciment, et que les PNS qui étaient les meilleurs fluidifiants étaient ceux qui prolongeaient le moins la période dormante de l'hydratation du ciment [19, 57].

D'autre part, les mélanges formulés avec les rapports E/C de 0,42 et 0,35 incorporant le PCE1 ont présenté respectivement des pics d'hydratation prolongés de 12,7 et 15 h par rapport aux pics d'hydratation du PNS et des mélanges de référence. Fan et al. ont rapporté que la capacité à retarder l'hydratation augmentait dans les PCE de poids moléculaire élevé, tandis que les PCE de poids moléculaire modéré avaient le plus faible degré d'hydratation [25].

En outre, pour les mélanges formulés avec un rapport E/C de 0,42, la chaleur maximale du pic d'hydratation principal est passée respectivement de 1,40 mW/g pour le mélange de référence à 1,47 et 1,51 pour les mélanges contenant le PNS2 et le PCE2. Dans le cas des mélanges formulés avec un rapport E/C de 0,35, ces valeurs sont passées de 1,34 mW/g pour le mélange de référence à 1,54 et 1,41 pour les mélanges contenant le PNS2 et le PCE2, respectivement.

a)  $E/C = 0,42$



b)  $E/C = 0,35$

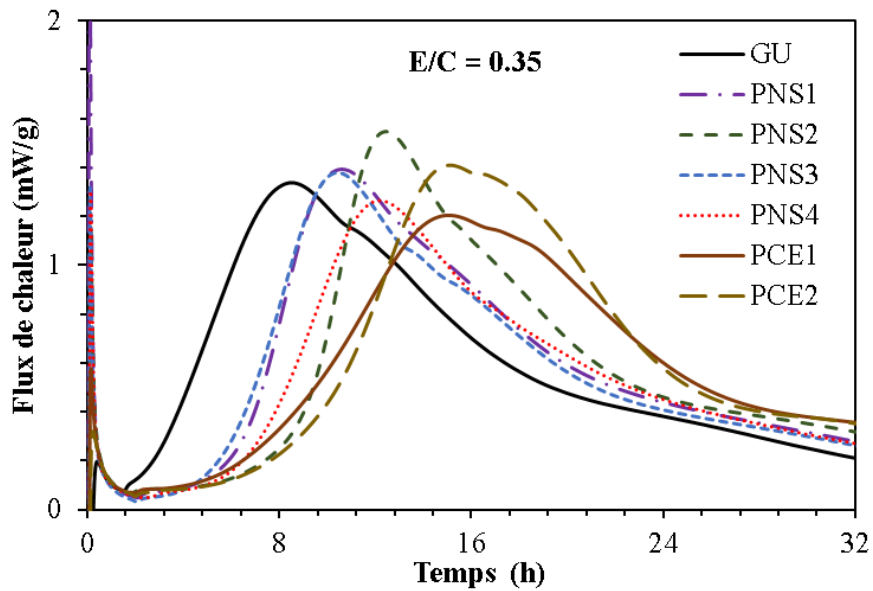


Figure 25- Effet du poids moléculaire des superplastifiants sur le flux de chaleur des mélanges ciment-pâte à 25 °C, y compris a)  $E/C = 0,42$  et b)  $E/C = 0,35$

### **2.3.7 Développement de la résistance à la compression**

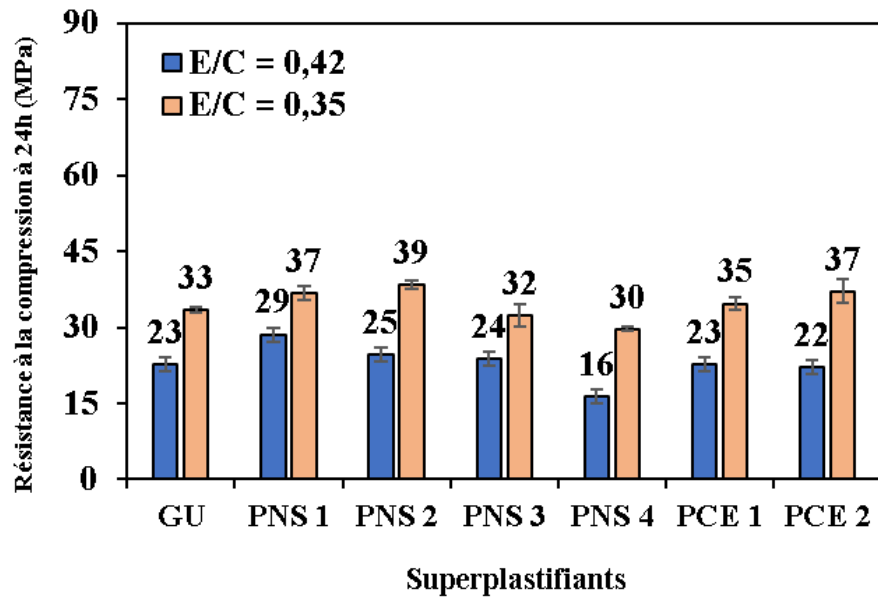
La résistance à la compression des mélanges étudiés après 24 heures et 7 jours d'âge est présentée dans la Figure 26. Après 24 h d'âge, les mélanges de 0,42 E/C contenant PNS1 ont montré la valeur la plus élevée de résistance à la compression (27,5 MPa), tandis que le PNS4 a montré la valeur la plus basse (16 MPa).

En effet, l'utilisation du PNS1, qui a le poids moléculaire le plus élevé, a augmenté la résistance à la compression de 26 %, tandis que le PNS4, qui a le poids moléculaire le plus bas, l'a diminué de 26 % par rapport au mélange de référence (23 MPa). Dans le cas des mélanges de 0,35 E/C, la résistance à la compression la plus élevée est obtenue avec le PNS2 (39 MPa) et le PNS4 a donné la valeur la plus basse (30 MPa). La résistance à la compression des mélanges contenant PCE a montré une légère augmentation de la résistance à la compression dans les mélanges formulés avec un rapport E/C de 0,35 mais elle n'a pas changé par rapport au mélange de référence lorsqu'il est utilisé dans le mélange proportionnés avec un rapport E/C de 0,42.

À un âge plus avancé (7 jours), l'incorporation du PNS3 (37 MPa) et du PNS4 (29 MPa) dans les mélanges formulés avec un rapport E/C de 0,42 a diminué la résistance à la compression respectivement de 17 % et 37 % par rapport au mélange de référence (45 MPa), comme le montre la Figure 26. Dans le cas des mélanges formulés avec un rapport E/C de 0,35, l'utilisation du PNS2 a entraîné la résistance à la compression la plus élevée (60 MPa), tandis que PNS4 a entraîné la résistance à la compression la plus basse (41 MPa) par rapport au mélange de référence (52 MPa).

Ces résultats suggèrent qu'un PNS ayant un poids moléculaire élevé a augmenté la résistance à la compression par rapport au mélange de référence. L'utilisation d'un PNS ayant un poids moléculaire faible a diminué la résistance à la compression par rapport au mélange de référence. La diminution est significative après 7 jours d'âge. Cependant, l'utilisation du type PCE a augmenté la résistance à la compression de 20 % pour les mélanges formulés avec un rapport E/C de 0,35 mais n'a entraîné de changement notable dans le cas des mélanges formulés avec un rapport E/C de 0,42. Les PCE1 et PCE2 ont eu un effet comparable sur le développement de la résistance.

a) Après 24 heures



b) Après 7 jours

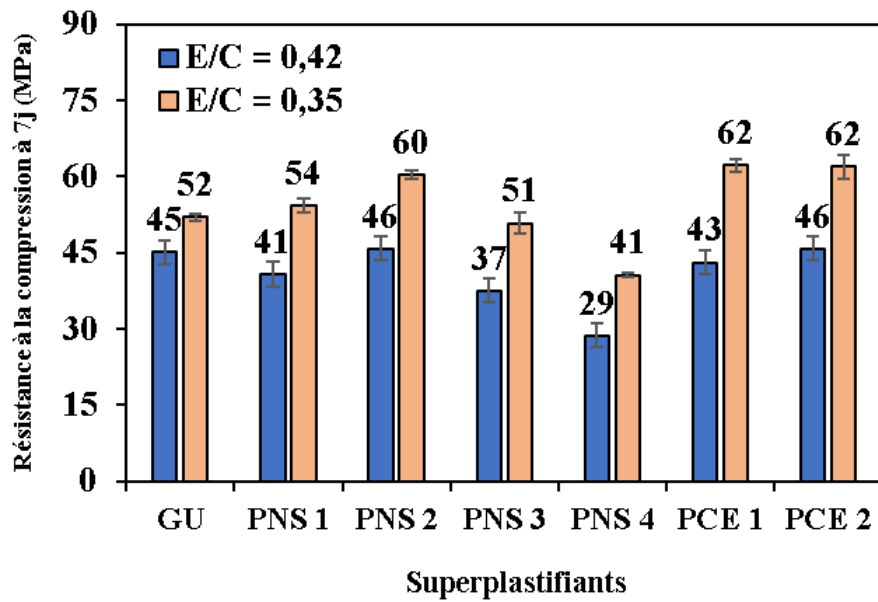


Figure 26- Effet du poids moléculaire des superplastifiants sur la résistance à la compression des mélanges de 0,42 et 0,35 E/C après a) 24 h et b) 7 jours.

## Conclusion

Dans ce chapitre, l'effet de différents poids moléculaires de superplastifiants type PNS et PCE sur la rhéologie, les propriétés viscoélastiques, la cinétique de structuration, la période dormante et la résistance à la compression de la pâte de ciment haute performance a été évalué. Sur la base des résultats présentés dans cette thèse, les conclusions suivantes peuvent être tirées :

1) L'utilisation de PNS ayant un poids moléculaire élevé a entraîné une capacité de dispersion initiale plus forte et une meilleure stabilisation de la dispersion de la pâte de ciment haute performance, ce qui se reflète dans la fluidité initiale élevée et dans la bonne rétention dans le temps.

2) Dans le cas de mélanges formulé avec un rapport E/C de 0,35, les PNS à faible indice de polydispersité diminuent la viscosité et la rigidité de la pâte haute performance.

3) L'incorporation de superplastifiants a augmenté le domaine viscoélastique linéaire (LVED) et a diminué la rigidité des suspensions à base de ciment, indépendamment du type de superplastifiant, du rapport E/C ou de la température. Cependant, l'utilisation de PNS de haut poids moléculaire a entraîné une déformation critique plus élevée, ce qui reflète un état de dispersion plus élevé et un module de stockage plus faible que les mélanges qui contiennent des PNS de faible poids moléculaire.

4) Le PCE2, qui a un poids moléculaire d'environ 21 700 Da, a montré une plus grande capacité à réduire la viscosité apparente et à assurer une meilleure stabilité de la dispersion dans le temps que le PCE1, qui a un poids moléculaire de 28 700 Da, indépendamment du rapport E/C ou de la température. Cela suggère qu'il existe un poids moléculaire optimal d'environ 20 000 Da pour assurer un meilleur encombrement stérique avec les PCE.

5) L'utilisation d'un superplastifiant de haut poids moléculaire (PNS1, PNS2, PCE1 et PCE2) a diminué la cinétique de structuration et a augmenté la résistance à la compression des mélanges formulés avec un rapport E/C de 0,35. L'incorporation de PNS4, qui a le poids moléculaire le plus bas, a diminué le développement de la résistance à la compression après 24 h et 7 jours d'âge, indépendamment du rapport E/C.

6) La viscosité intrinsèque du PNS et du PCE n'a pas eu d'effet significatif sur la viscosité des suspensions à base de ciment.

# Chapitre 3 – Étude à l'échelle du béton

## Introduction

Ce travail a été effectué au sein du laboratoire de recherche sur le ciment et le béton du département de génie civil et de génie du bâtiment de l'Université de Sherbrooke, Canada. L'étude expérimentale réalisée est divisée en deux parties. La première partie concerne l'effet de différents types de superplastifiant sur le comportement des bétons autoplaçants. La deuxième partie consiste à proposer une nouvelle approche d'optimisation des bétons autoplaçants à rhéologie adaptée.

## 3.1 Matériaux et procédures d'essais

Dans cette partie, on s'intéresse à la présentation des matériaux et des méthodes d'essais utilisées pour réaliser les différents essais expérimentaux de ce programme expérimental.

### 3.1.1 Matériaux utilisés

Deux types de ciment ont été utilisés pour la formulation des mélanges étudiés, un ciment portland à usage général (GU) et un ciment ternaire contenant 70 % de ciment Portland à usage général (GU), 25 % de cendres volantes de classe F et 5 % de fumée de silice. Les propriétés chimiques et physiques ainsi que la composition minéralogique de ciment sont présentées respectivement dans les Tableau 3, Tableau 4 et Tableau 5 (voir chapitre 3). Par ailleurs, Les superplastifiants (SP) retenus pour la réalisation de ce programme d'essais sont les PNS 1, PNS 2, PCE1 et PCE2. Les caractéristiques de chaque type de SP sont représentées dans les Tableau 6 et Tableau 7, voir chapitre 3.

Le choix de superplastifiant pour chaque type de béton (préfabrication ou réparation) a été fait en se basant sur les résultats obtenus dans le chapitre 3 (voir Tableau 19). Les critères de sélection des superplastifiants sont résumés dans le Tableau 20. Les bétons utilisés sont préparés en utilisant une eau potable propre à la consommation. Cette eau devrait être exemptée de toutes les impuretés qui peuvent dégrader les propriétés des mélanges.

Deux types de granulats, un granulat fin (sable) et un gros granulat sont utilisés.

Le sable utilisé est un sable naturel (0-5 mm). L'analyse granulométrique traduit la distribution pondérale des particules par classe granulaire, (voir Tableau 11). La classe granulaire définit deux dimensions d'ouverture de mailles carrées avec des conditions déterminées de tamis et de refus.

**Tableau 11- Analyse granulométrique du sable**

Tamis (mm)	Refus partiel (g)	Refus cumulé (g)	Refus cumulé (%)	Tamisât cumulé (%)
10	0,0	0,0	0,0	100,0
5	42,3	42,3	4,5	95,6
2,5	98,9	141,2	14,9	85,1
1,25	136,1	277,3	29,2	70,8
0,63	180,8	458,1	48,2	51,8
0,315	260,7	718,8	75,7	24,4
0,16	175,2	894,0	94,1	5,9
0,08	54,9	948,9	99,9	0,1
Ft	1,2	950,1	100,0	0,0

Par ailleurs, trois types de gros granulats concassés calcaire ont été utilisés pour optimiser les formulations de BAP. La taille maximale ( $D_{max}$ ) des gravillons est choisie selon le type de béton confectionné. Dans le cas de béton de réparation, le  $D_{max}$  est limité à 14 mm, alors que le béton de préfabrication est limité à 20 mm. Les granulats suivants sont utilisés : le gravier G10 (1,25 – 14 mm) ; le gravier G14 (1,25 – 20 mm) et le gravier G20 (10–28 mm), voir Tableau 12, Tableau 13, Tableau 14.

Les densités et les absorptions du sable et des granulats sont représentées dans le Tableau 15.

**Tableau 12- Analyse granulométrique du gravier G10**

Tamis (mm)	Refus partiel (g)	Refus cumulé (g)	Refus cumulé (%)	Tamisât cumulé (%)
14,0	0,00	0,00	0,00	100,00
10,0	292,83	292,83	18,30	81,70
5,0	1139,91	1432,73	89,55	10,45
2,5	85,01	1517,75	94,86	5,14

**Tableau 13- Analyse granulométrique du gravier G14**

Tamis (mm)	Refus partiel (g)	Refus cumulé (g)	Refus cumulé (%)	Tamisât cumulé (%)
20,0	0,00	0,00	0,00	100,00
14,0	435,19	435,19	14,51	85,49
10,0	1095,79	1530,98	51,03	48,97
5,0	1294,41	2825,39	94,18	5,82
2,5	126,19	2951,58	98,39	1,61

**Tableau 14- Analyse granulométrique du gravier G20**

Tamis (mm)	Refus partiel (g)	Refus cumulé (g)	Refus cumulé (%)	Tamisât cumulé (%)
28,0	0,00	0,00	0,00	100,00
20,0	186,00	186,00	3,80	96,20
14,0	3515,75	3701,75	75,55	24,45
10,0	1198,25	4900,00	100,00	0,00
5,0	0,00	4900,00	100,00	0,00
2,5	0,00	4900,00	100,00	0,00

**Tableau 15- Propriétés physiques des granulats**

Matériau	Densité	Absorption (%)
Sable	2,66	1,09
G10	2,72	0,42
G14	2,73	0,49
G20	2,76	0,49

### **3.1.2 Séquence de malaxage**

La procédure de malaxage utilisée pour la préparation des BAP est la suivante :

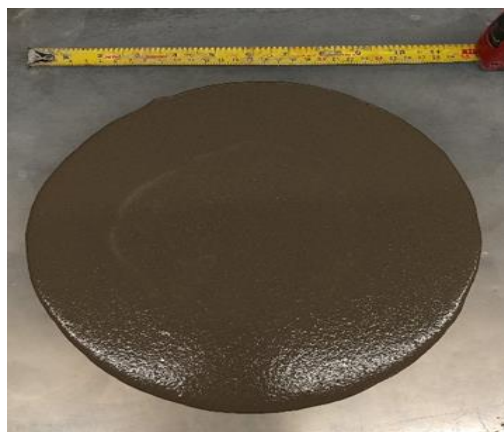
- Introduire le sable dans le malaxeur et malaxer pendant 30 secondes pour homogénéiser ;
- Calculer l'humidité du sable et apporter les corrections nécessaires sur le sable et l'eau ;
- Introduire les gros granulats et malaxer pendant 1 minute pour homogénéiser ;

- Introduire le premier tiers de l'eau de gâchage mélangé de l'agent colloïdal (AEA) et malaxer pendant 30 secondes ;
- Arrêter le malaxeur, introduire le liant (ciment et éventuellement les ajouts cimentaires), remettre le chronomètre à zéro puis malaxer pendant 30 secondes ;
- Sans arrêter le malaxeur, introduire le deuxième tiers de l'eau + superplastifiant et poursuivre le malaxage pendant 1 minute ;
- Sans arrêter le malaxeur, introduire le dernier tiers de l'eau et poursuivre le malaxage pendant 1,5 minute ;
- Arrêter le malaxage pour nettoyer les parois du malaxeur et laisser reposer le béton dans le malaxeur pendant 2 minutes ;
- Reprendre le malaxage pour encore 3 minutes, soit une durée totale de 8 minutes après l'ajout du liant.

Tous les mélanges de béton autoplaçant étudiés ont été préparés à l'aide d'un malaxeur de béton à tambour rotatif d'une capacité maximale de 100 litres. Les proportions des mélanges confectionnés sont données dans le Tableau 16

Dans le cas du mortier fin, toutes les formulations ont été préparées dans un contenant de 4.73 L selon la procédure décrite dans la norme ASTM C305 en utilisant un malaxeur de mortier. La séquence de malaxage consiste à introduire en premier l'eau et le superplastifiant dans le malaxeur, puis à introduire le ciment progressivement après avoir allumé le malaxeur et mélanger à faible vitesse (140 rpm) pendant 30 secondes. Ensuite, ajouter lentement toute la quantité de sable en 30 secondes. Après l'introduction des matériaux solides, arrêter le mélangeur, passer en vitesse moyenne (285 rpm), et mélanger pendant 30 s. Après, arrêter le malaxeur et laisser reposer le mortier pendant 90 s. Terminer en mélangeant pendant 60 s à vitesse moyenne (285 rpm).

Immédiatement après le malaxage, l'essai d'étalement au mini-cône a été effectué. Cet essai consiste à mesurer le diamètre d'étalement d'un volume donné de mortier fin placé dans un mini-cône sur une plaque horizontale, le mini-cône a un diamètre supérieur de 70 mm et un diamètre inférieur de 100 mm et une hauteur de 60 mm (Figure 28).



**Figure 27- Étalement du mortier fin**

**Tableau 16- Proportions des BAP confectionnés**

N°	Type de SP	E/C	Ciment kg/m <sup>3</sup>	Eau (l/m <sup>3</sup> )	V <sub>pâte</sub> (%)	Sable kg/m <sup>3</sup>	G10 kg/m <sup>3</sup>	G14 kg/m <sup>3</sup>	G20 kg/m <sup>3</sup>	SP (ml/m <sup>3</sup> )	AEA (L/100 kg de liant)
N1	PNS2	0,42	488	212	36	881	623	112	0	345 (85%PS)	0,016
N2	PNS1	0,35	488	178	33	881	623	112	0	400 (80%PS)	
N3	PCE2	0,42	488	212	36	881	623	112	0	60 (51%PS)	
N4	PCE2	0,35	488	178	33	881	623	112	0	110 (47%PS)	
N5	PNS2	0,42	414	174	31	1067	252	544	0	6864	
N6	PNS1	0,35	437	153	29	1102	95	445	261	8987	
N7	PCE2	0,42	410	172	30	1075	252	543	0,0	1981	
N8	PCE2	0,35	450	157	30	1072	94	452	262	4342	
N9	PNS2	0,42	453	186	34	954	254	585	0	6579	
N10	PNS1	0,42	505	208	37	814	252	619	0	5193	
N11	PCE2	0,42	467	195	35	914	253	592	0	1693	
N12	PCE1	0,42	491	205	36	853	252	608	0	2370	
N13	PNS2	0,42	450*	184	33	987	445	372	0	6579	
N14	PCE2	0,42	450*	188	33	987	445	372	0	1195	

\*TERC<sup>3</sup> (70% Gu + 25% CV +5% FS)

Les proportions des mélanges de mortier fin confectionnés sont présentées dans le Tableau 17.

**Tableau 17- Proportions des mélanges de mortier fin.**

N°	E/C	SP	Ciment (g)	Eau (g)	Sable <1,25 (g)	SP liquide (ml)
M1			349,4	144,3	640,4	5,8
M2	0,42	PNS2	384,0	159,0	572,0	6,4
M3			572,2	162,0	569,0	5,6
M4			372,7	153,9	594,2	6,1
M5			372,7	154,2	594,2	5,4
M6	0,42	PNS1	372,7	154,6	594,2	4,6
M7			417,8	173,3	505,1	5,2
M8			402,8	167,0	534,8	5,0
M9			426,8	177,4	487,3	4,4
M10			347,1	145,2	644,9	1,6
M11	0,42	PCE2	441,7	184,7	457,8	2,0
M12			396,0	165,8	548,1	1,4
M13			333,5	139,5	671,8	1,5
M14	0,42	PCE1	401,1	167,9	537,0	1,8
M15			415,1	173,7	510,6	1,7
M16			415,1	173,6	510,6	1,9

### **3.1.3 Méthodes d'essais et norme utilisées**

Cette partie de l'étude porte sur le comportement à l'état frais et durci de différents mélanges de BAP incorporant les superplastifiants sélectionnés dans la partie précédente (chapitre 3). Immédiatement après le malaxage du mélange de béton autoplaçant, des essais à l'état frais sont réalisés sur le BAP. Il s'agit notamment de la détermination du pourcentage d'air, de la masse volumique du BAP frais, de la détermination de paramètres d'ouvrabilité ainsi que des propriétés relatives à la capacité de passage ou de résistance au blocage et de la détermination des propriétés rhéologiques. L'essai de compression a été effectué sur béton durci après 1 et 56 jours.

### **a) Masse volumique**

La masse volumique de tous les bétons est mesurée selon la méthode d'essai de la norme ASTM C138. Le récipient utilisé est le contenant d'un air-mètre de 7,02 litres de volume, également utilisé pour déterminer la teneur en air. Le principe consiste à tarer ce contenant, à le remplir en une seule couche et pilonné à 5 coups à l'aide de la tige en acier dont l'extrémité est hémisphérique. La dernière couche est bien arasée et l'ensemble est pesé sur une balance calibrée à  $\pm 0,1$  g près. La masse volumique du béton est obtenue par le rapport entre la masse du béton et le volume du contenant. Ce même échantillon servira également à la détermination de la teneur en air.

### **b) Teneur en air**

Du fait que l'action néfaste du gel-dégel est due à l'expansion de l'eau lors du gel, il est logique de supposer que, si l'eau excédentaire peut s'échapper facilement dans un vide adjacent rempli d'air, les désordres dans le béton seront évités, ce qui est le principe sous-jacent de l'entraînement d'air. Le volume d'air entraîné dans le béton frais est déterminé à l'aide de la méthode pressiométrique (air-mètre) conformément à la norme ASTM C231. L'appareil utilisé, est un air-mètre gradué en teneur en air. La procédure de l'essai consiste essentiellement à appliquer une pression sur un échantillon de béton à l'aide d'une pompe. La pression appliquée comprime l'air contenu dans le béton. Le volume de l'air comprime, représentant la teneur en air du béton, exprime en pourcentage, est mesuré au moyen d'un manomètre. Cette teneur en air est lue directement par un opérateur.

### **c) Essai d'étalement (slump flow)**

L'essai d'étalement décrit dans la norme ASTM C1611 permet d'évaluer la déformabilité du BAP. Il est réalisé au moyen du cône d'Abrams. Le cône est rempli du béton en une seule couche puis soulevé lentement, compte tenu de la fluidité du béton et l'effet des forces de pesanteur, le béton s'étale (Figure 28). On mesure deux diamètres perpendiculaires de l'étalement. La valeur moyenne du diamètre représente l'étalement du BAP étudié.



**Figure 28- Étatement du BAP**

**d) Essai de J-Ring**

L'essai consiste à évaluer la capacité du BAP à s'écouler à travers les obstacles étroitement alignés. Le dispositif utilisé est constitué d'un anneau en acier muni de barres. Ces barres peuvent être de différents diamètres et espacées à intervalles différents. En tenant compte des conditions normales de renforcement, un espacement de 3 fois le diamètre maximal du gros granulat est considéré comme approprié. L'anneau a un diamètre de 300 mm et une hauteur de 100 mm. L'anneau est placé autour de la base du cône d'Abrams qui sera rempli du béton et soulevé. On mesure le diamètre moyen de l'étalement du béton qui s'est écoulé à travers les barres d'armatures.

**e) Essai de V-Funnel**

Cet essai sert à évaluer la capacité du béton à passer à travers les zones confinées par mesure du temps d'écoulement à l'entonnoir. Aussi, cet essai permet d'apprécier les propriétés du mortier et le degré d'interférence des gros granulats par la mesure de la vitesse d'écoulement.

**f) Essai de L-Box**

L'essai du L-Box se compose d'un dispositif en forme de L. La partie verticale est entièrement remplie de béton, laissée au repos pendant 1 minute avant de soulever la trappe séparant les deux compartiments vertical et horizontal. Le béton s'écoule à travers des barres de renforcement. Un espacement de 35 mm entre les barres de renforcement de 14 mm de diamètre est choisi pour les BAP dont la taille maximale des gros granulats est de 14 mm. Le temps de l'écoulement dans la

partie horizontale est noté, ainsi que les hauteurs  $H_1$  et  $H_2$  qui sont respectivement les hauteurs libres au-dessus du béton dans la partie verticale et horizontale. On calcule  $h_1 = 600 - H_1$  et  $h_2 = 150 - H_2$  puis le rapport  $h_2/h_1$ , appelé le blockage ratio qui est une indication de la déformabilité du BAP. Cet essai permet d'évaluer la mobilité du béton en milieu confiné et de vérifier que sa mise en place ne sera pas confrontée au phénomène de blocage.

**g) Rhéologie**

Les propriétés rhéologiques sont déterminées à l'aide du rhéomètre à cylindres coaxiaux pour béton ConTec 4 (Figure 29). Les cylindres intérieur et extérieur sont dotés de nervures pour empêcher le glissement du béton entre les parois du cylindre. Pour chaque pas de temps, le rhéomètre détermine le couple moyen et la vitesse de rotation. Ces données mesurées sont utilisées pour calculer la contrainte et le taux de cisaillement qui sont ensuite utilisés pour déterminer le rhéogramme de chaque mélange. Le rhéogramme est ensuite utilisé pour estimer les paramètres rhéologiques selon le modèle de Bingham qui emploie le principe de Reiner-Riwlin. La mesure consiste en un cisaillement préliminaire avec une vitesse de 0,4 rps (Tableau 18), ensuite le niveau de vitesse diminue progressivement pour enregistrer les données sur une courbe descendante des gradients de vitesse. À la fin de l'essai, la tendance au mélange présente une ségrégation qui peut être évaluée avec l'indice de ségrégation, qui est la variation de la viscosité plastique au cours de l'essai.

**Tableau 18 - Protocole d'essai du rhéomètre de béton.**

Essai	Vitesse de rotation. Min (rps)	Vitesse de rotation. Max (rps)	Nombre de points T/N	Intervalle d'échantillonnage (s)	Nombre de points d'échantillonnage
Dynamique	0,025	0,4	8	4	50



**Figure 29 - Rhéomètre de béton**

**h) Essai de compression**

L'essai de résistance à la compression est réalisé sur des cylindres de 100 x 200 mm de dimension (Figure 30) conformément à la norme ASTM C39. Les valeurs de la résistance à la compression après 1 et 28 jours sont des moyennes de trois cylindres. Les cylindres sont surfacés pour favoriser un meilleur contact entre ces derniers et les plateaux de la presse lors de l'écrasement. La capacité maximale de la presse est de 1779,2 kN. Le taux de chargement appliqué sur les cylindres est de 5000 lb/10 s soit 0,28 MPa/s.



**Figure 30 - Éprouvettes cylindriques, Essai de compression**

## 3.2 Résultats et discussions

L'étude expérimentale réalisée dans cette phase est divisée en deux parties. La première partie consiste à étudier l'effet des superplastifiants sélectionnés avec différents poids moléculaires (PNS et PCE) sur le comportement des BAP à l'état frais et durcis en identifiant les paramètres rhéologiques et la résistance à la compression. La deuxième partie consiste à proposer une nouvelle approche de formulation des BAP à rhéologie adaptée en se basant sur les propriétés rhéologiques et mécaniques de la pâte cimentaire.

### 3.2.1 Effet des superplastifiants sélectionnés sur les propriétés du BAP

Dans cette partie, une formulation de BAP a été utilisée pour les quatre mélanges confectionnés (N1, N2, N3 et N4) afin d'évaluer l'effet des superplastifiants sélectionnés sur les propriétés rhéologiques et mécaniques des BAP. Pour cela, deux rapports E/C ont été utilisés, un rapport 0,42 pour les bétons de réparation et un rapport de 0,35 pour les BAP de préfabrication. Aussi, trois types de superplastifiants, PNS1, PNS2 et PCE2 ont été utilisés. Le choix de superplastifiant pour chaque type de béton (préfabrication ou réparation) a été fait en se basant sur les résultats trouvés dans le chapitre 3 (voir Tableau 19). Pour les bétons de réparation (E/C = 0,42), deux types de superplastifiants ont été utilisés PNS2 et PCE2, alors que pour les bétons de préfabrication (E/C = 0,35) les deux types de superplastifiants PNS1 et PCE2 ont été utilisés. Les critères de sélection des superplastifiants sont résumés dans le Tableau 20. Les proportions des mélanges confectionnés sont données dans le Tableau 16. Pour chaque mélange, les propriétés rhéologiques et mécaniques ont été déterminés et sont données dans le Tableau 21.

**Tableau 19- Indice de performances  $I_{p1}$ ,  $I_{p2}$  et résistance mécanique  $f_{c1j}$ .**

Superplastifiants	$I_{p1}$		$I_{p2}$		$f_{c1j}$ (MPa)	
	E/C	E/C	E/C	E/C	E/C	E/C
	0,42	0,35	0,42	0,35	0,42	0,35
PNS 1	1,00	0,50	1,00	0,85	29	37
PNS 2	0,77	0,67	0,99	0,67	25	39
PNS 3	0,53	0,16	0,53	0,44	24	32
PNS4	0,30	0,21	0,40	0,26	16	30
PCE 1	0,47	0,24	0,70	0,41	23	35
PCE 2	1,00	1,00	1,00	1,00	22	37

**Tableau 20 - Critères de sélection des superplastifiants.**

Critère	Type de béton autoplaçant	
	Préfabrication	Réparation
Ip <sub>1</sub>	-	Élevé
Ip <sub>2</sub>	Élevé	-
Fc <sub>1j</sub>	Élevé	-

**Tableau 21 - Propriétés rhéologiques et mécaniques des mélanges de béton autoplaçant (N1-N4)**

Mélange	Étalement (mm)	J-Ring (mm)	V-funnel (s)	Boîte en L (h <sub>2</sub> /h <sub>1</sub> )	Air (%)	Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> )	μ <sub>p</sub> (Pa.s)	τ <sub>0</sub> (s <sup>-1</sup> )	fc <sub>1j</sub> (MPa)	fc <sub>56j</sub> (MPa)
N1	665	605	2,41	0,26	3,0	2,4	7,8	32,8	21,4	52,2
N2	720	710	6,50	0,26	3,5	2,3	18,3	23,4	33,1	66,1
N3	665	545	2,37	0,26	5,5	2,3	7,7	36,8	21,8	50,9
N4	700	650	6,25	0,26	6,0	2,1	20,1	16,4	31,8	57,2

Comme on peut l'observer sur le Tableau 16, dans le cas des superplastifiants du type PNS, les dosages utilisés pour atteindre la fluidité visée sont plus élevés à ceux utilisés dans le cas des PCE indépendamment du rapport E/C. Par exemple, pour obtenir un étalement de 665 mm avec un rapport E/C de 0,42, on a utilisé environ 85% de point de saturation de PNS2 et environ 51% du point de saturation de PCE2. Les dosages de saturation ont été déterminé sur les mélanges de pâte de ciment ayant des rapports E/C égales à 0,42 et 0,35 (voir Tableau 9) Le dosage de saturation des SP de type PCE est inférieur à celui des SP de type PNS.

Dans le cas des mélanges ayant un rapport E/C de 0,42, les propriétés rhéologiques et mécaniques des bétons sont presque identiques indépendamment du type de superplastifiant utilisé. Par exemple, la viscosité plastique et la résistance mécanique après 56 jours pour les mélanges incorporant les PNS2 et PCE2 sont respectivement 8 et 8 Pa.s, ainsi que 52 et 51 MPa..

Dans le cas des mélanges proportionnés avec un rapport E/C de 0,35, les propriétés rhéologiques des bétons sont presque identiques indépendamment du type de superplastifiant utilisé. Cependant, le béton incorporant le PNS1 présente des propriétés mécaniques supérieures à celui incorporant le PCE2. Par exemple, la viscosité plastique et la résistance mécanique après 56 jours pour les mélanges incorporant les PNS1 et PCE2 sont respectivement 18 et 20 Pa.s, ainsi que 66 et 57 MPa.

Le fait de choisir des superplastifiants qui ont données les meilleures performances rhéologiques et mécaniques pour les suspensions cimentaires a permis de confectionner des mélanges de béton autoplaçant avec des propriétés rhéologiques et mécaniques satisfaisantes.

### **3.2.2 Nouvelle approche de formulation de béton autoplaçant**

Dans cette partie, une approche d'optimisation des bétons autoplaçant a été proposée. Cette approche permet de déterminer les propriétés du mélange pour l'obtention d'un béton autoplaçant de performances rhéologiques et mécaniques visées en se basant sur les propriétés rhéologiques et mécaniques de la suspension cimentaire.

A cet effet, les résultats présentés dans le chapitre 3 sur les suspensions cimentaires ont été utilisés afin de sélectionner le type de superplastifiant afin de proportionner le BAP selon les performances visées. Les critères de sélection sont basés sur les indices de performance de superplastifiants  $I_{p1}$  et  $I_{p2}$ , déterminés dans le chapitre précédent (voir 0), et la résistance mécanique au jeune âge des suspensions cimentaires (après 24h de coulage).

De plus, deux modèles ( $M_1$  et  $M_2$ ) [124-125] ont été utilisés dans l'approche d'optimisation de béton autoplaçant proposée. Ces modèles ont été utilisés après avoir subi quelques modifications destinées à améliorer leurs performances (voir section 4.4.2.2). Dans ces modèles, les auteurs considèrent que le béton autoplaçant comme un mélange diphasique constitué de gros granulats ( $> 1,25$  mm) et d'une matrice fluide, le mortier fin ( $< 1,25$  mm). Ce dernier est également considéré comme un mélange diphasique, une suspension de différentes fractions volumétriques de particules de sable fin (phase solide) dans une pâte de ciment (phase liquide),

Le premier modèle ( $M_1$ ) propose des relations entre l'aptitude à l'écoulement des mélanges de BAP, le rapport  $\varphi/\varphi_{max}$  de gros granulats ( $>1,25$  mm) et l'ouvrabilité des mélanges de mortier fin ( $<1,25$  mm) [124]. Ces relations sont présentées dans les Équations (4.1) et (4.2).

Dans ce modèle, le rapport  $\varphi/\varphi_{\max}$  des solides grossiers requis ( $>1,25$ ) et l'étalement du mortier fin ( $SF_m$ ) peuvent être estimés en utilisant les équations (4.1) et (4.2). Cela peut être fait en connaissant le niveau de fluidité requis du béton autoplaçant, c'est-à-dire pour un étalement (SF) et un temps de V-funnel (VF) donnés.

$$SF = 1009,092 + \frac{171,609}{\ln\left(\frac{\varphi}{\varphi_{\max}}\right)} + 8,752 \times 10^{-6} \times SF_m^3 \quad \text{Équation (4.1)}$$

$$VF = 3,929 + 58,020 \times \frac{\varphi}{\varphi_{\max}} \times \ln\left(\frac{\varphi}{\varphi_{\max}}\right) + 657,497 \times \frac{\ln SF_m}{SF_m} \quad \text{Équation (4.2)}$$

SF : Étalement de BAP

$SF_m$  : Étalement de mortier fin ( $<1,25$ )

$\varphi$ : Teneur volumétrique des particules solides

$\varphi_{\max}$ : Compacité granulaire maximale

VF : Temps de V-Funnel

Le deuxième modèle ( $M_2$ ) propose une relation entre l'étalement des mélanges de mortier fin ( $<1,25$  mm), le rapport  $\varphi/\varphi_{\max}$  de sable ( $<1,25$  mm) et l'étalement des pâtes cimentaires [125]. Cette relation est présentée dans l'Équations (4.3).

Dans ce modèle, le rapport  $\varphi/\varphi_{\max}$  du sable fin requis ( $<1,25$ ) peut être estimé en utilisant l'équation (4.3). Cela peut être fait en connaissant le niveau de fluidité requis du mortier fin et la pâte de ciment, c'est-à-dire pour des valeurs connues de l'étalement de mortier fin ( $SF_m$ ) et l'étalement de la pâte de ciment ( $SF_p$ ) [125].

$$SF_m = 2,322 \left(\frac{\varphi}{\varphi_{\max}}\right) \times V_{EP}^{\left(\frac{0,423}{V_{EP}}\right)} \times 1,057 \left(\frac{\left(\frac{\varphi}{\varphi_{\max}}\right)}{V_{EP}^{2,520}}\right) \times SF_p \quad \text{Équation (4.3)}$$

Avec :  $V_{EP} = 1 - \frac{\varphi}{\varphi_{\max}}$

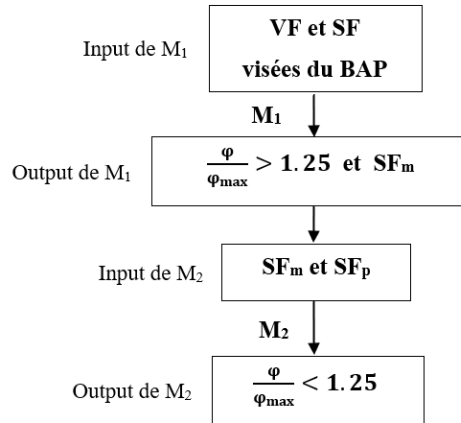
$SF_m$  : Étalement de mortier fin ( $<1,25$ )

$SF_p$  : Étalement de la pâte cimentaire

$\varphi$ : Teneur volumétrique des particules solides

$\varphi_{\max}$ : Compacité granulaire

La Figure 31 montre l'organigramme des deux modèles combinés.



**Figure 31 - Organigramme des modèle M<sub>1</sub> et M<sub>2</sub> combinés**

### 3.2.2.1. Validation des modèles M<sub>1</sub> et M<sub>2</sub>

Afin de concevoir des bétons basés sur la fluidité, quatre mélanges de BAP ont été confectionnés (N5, N6, N7 et N8) en utilisant les modèles M<sub>1</sub> et M<sub>2</sub> [124-125]. Deux rapports E/C ont été utilisés, soit un rapport de 0,42 pour les bétons de réparation et 0,35 pour les bétons de préfabrication. Trois superplastifiants, PNS1, PNS2 et PCE2 ont été également utilisés. Les valeurs visées de la fluidité des bétons confectionnés et l'étalement de leurs pâtes de ciment (SF, VF et SF<sub>m</sub>) ainsi que les résultats obtenus par les modèles M<sub>1</sub> et M<sub>2</sub> pour chaque mélange (valeurs recommandées des rapports  $\varphi/\varphi_{\max}$  des solides grossiers (>1,25) et du sable fin (<1,25), ainsi l'étalement du mortier fin (SF<sub>m</sub>)) sont données dans le Tableau 22.

**Tableau 22 - Paramètres des modèles M<sub>1</sub> et M<sub>2</sub>**

N°	Type de SP	E/C	Input			Output		
			SF (mm)	VF (s)	SF <sub>P</sub> (mm)	$\frac{\varphi}{\varphi_{\max}} > 1,25$	SF <sub>m</sub> (mm)	$\frac{\varphi}{\varphi_{\max}} < 1,25$
N5	PNS2	0,42	650	3	385	0,732	280	0,771
N6	PNS1	0,35	650	3	345	0,746	296	0,802
N7	PCE2	0,42	650	3	380	0,733	281	0,777
N8	PCE2	0,35	650	3	390	0,745	291	0,779

A partir des résultats obtenus dans le Tableau 22, les proportions des mélanges confectionnés BAP ont été déterminés et sont données dans le Tableau 16.

Pour chaque mélange confectionné, les propriétés rhéologiques, à savoir l'affaissement de béton (SF), l'affaissement J-Ring, le temps V-funnel, le rapport ( $h_2/h_1$ ) de la boîte en L, la masse volumique du béton frais, la viscosité plastiques ( $\mu_p$ ) et le seuil de cisaillement ( $\tau_0$ ) du béton ont été déterminé et sont données dans le Tableau 23.

**Tableau 23 - Propriétés rhéologiques des BAP confectionnés à partir des modèles M<sub>1</sub> et M<sub>2</sub>**

N°	SF (mm)	J-Ring (mm)	VF (s)	Boite en L ( $h_2/h_1$ )	Air (%)	Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> )	$\mu_p$ (Pa.s)	$\tau_0$ (Pa)
N5	565	485	16	0,32	4	2300	38,5	33,2
N6	430	-	-	-	-	-	-	-
N7	620	565	4	0,71	5	2000	41,6	123,7
N8	590	545	4	0,65	5	1900	20,8	38,5

Comme on peut l'observer sur Tableau 23, l'utilisation des modèles M<sub>1</sub> et M<sub>2</sub> pour concevoir des mélanges de béton avec un affaissement de 650 mm et un temps V-funnel de 3 s n'a pas donné les résultats souhaités. Les quatre mélanges ont donné des étalements inférieurs à 650 mm, les valeurs sont comprises entre 430 et 620 mm. Ceci est dû peut-être au calcul du volume de la pâte de ciment qui a donné des valeurs faibles pour tous les mélanges. Par exemple, le mélange N6 qui contient le PNS1 avec un rapport E/C de 0,35 à un volume de pâte de 29%. Les autres valeurs ne dépassent pas 31 % ce qui est faible par rapport au volume de pâte d'un béton autoplaçant.

Le volume du béton est la somme des volumes de ses composants, à savoir la pâte de ciment, les agrégats (granulats et sable) et l'air (environ 5%), Équation (4.4).

$$V_{\text{béton}} = V_{\text{pâte}} + V_{\text{agrégats}} + V_{\text{air}} \quad \text{Équation (4.4)}$$

Les résultats obtenus dans les Tableau 22 montrent que dans les modèles M<sub>1</sub> et M<sub>2</sub>, le volume d'air n'a été pris en compte séparément dans le calcul du volume total de béton, le volume d'air a été introduit dans le volume de la pâte de ciment. En d'autres termes, le volume de pâte effectif est égal au volume de pâte déterminé moins le volume d'air. Cela a induit à une diminution

significativement du volume de pâte de ciment et par conséquent une diminution de la fluidité du béton (SF). Cependant, la prise en compte du volume de cet air dans le volume des granulats pourrait résoudre le problème. Pour cette raison, dans la section qui suit (4.4.2.2), des modifications ont été introduites aux modèles  $M_1$  et  $M_2$  afin d'ajuster le volume de pâte de ciment calculé par le modèle  $M_2$  en se basant sur l'étalement  $SF_m$  du mortier fin ( $<1,25$ ) calculé par le modèle  $M_1$ , voir la section (4.4.2.2).

### 3.2.2.2. Ajustement des modèles $M_1$ et $M_2$

Afin d'ajuster la valeur du volume de pâte de ciment issue du modèle  $M_2$  [125], plusieurs mélanges de mortier fin ont été confectionnés (M1-M16). Les proportions des mélanges ont été déterminés à partir des deux modèles combinés en définissant les valeurs visées de la fluidité de béton (l'affaissement à 650 mm et le temps V-funnel à  $VF = 3$  s).

Le premier modèle  $M_1$  donne la valeur de l'étalement du mortier fin  $SF_m$  qui correspond aux valeurs visées de la fluidité de béton (SF et VF). En faisant varier le rapport  $\varphi/\varphi_{max} < 1,25$ , plusieurs mélanges de mortier fin ont été confectionnés et des essais d'étalement sur ces mortiers fins ont été réalisés afin de trouver les proportions du mélange qui donnent la même valeur d'étalement du mortier fin issue du modèle  $M_1$ . Le mélange de mortier fin doit être stable aussi.

Après avoir trouvé les proportions du mélange de mortier fin qui a l'étalement de mortier fin calculé par le modèle  $M_1$ , un coefficient de correction ( $A < 1$ ) pour chaque mélange a été déterminé et introduit dans la détermination de  $\varphi/\varphi_{max} < 1,25$  dans le modèle  $M_2$ . Ce coefficient permet d'ajuster la valeur de  $\varphi/\varphi_{max} < 1,25$  et, par conséquent, d'ajuster la valeur du volume de la pâte de ciment. Les proportions des mélanges de mortier fin et les résultats de l'essai d'étalement sont présentés dans les Tableau 24.

Quatre mélanges de béton autoplaçant ont été confectionnés (N9, N10, N11 et N12) avec quatre différents types de superplastifiant, PNS1, PNS2, PCE1 et PCE2, ont été utilisés. Le rapport E/C utilisé est 0,42. Les valeurs visées de la fluidité des bétons confectionnés et l'étalement de leurs pâtes de ciment (SF, VF et  $SF_m$ ) ainsi que les résultats obtenus par les modèles  $M_1$  et  $M_2$  ajustés pour chaque mélange (valeurs recommandées des rapports  $\varphi/\varphi_{max}$  des particules solides ( $>1,25$ ) et du sable fin ( $<1,25$ ), ainsi l'étalement du mortier fin ( $SF_m$ )) sont données dans le Tableau 25

A partir des résultats obtenus dans le Tableau 25, les proportions des mélanges de béton autoplaçant confectionnés ont été déterminés et sont données dans Tableau 16. Pour chaque mélange, les propriétés rhéologiques et mécaniques ont été déterminé et sont données dans le Tableau 26.

**Tableau 24 – Étalement des mélanges de mortier fin.**

N°	E/C	SP	PS (%)	Coef de correction A de $\frac{\varphi}{\varphi_{\max}} < 1,25$		Étalement mortier fin (mm)	Stabilité
M1			0,80	1,00		258	Stable
M2	0,42	PNS2	0,80	0,91		300	Instable
M3			0,70	0,91		280	Stable
M4			0,80	1,00		290	Instable
M5			0,70	1,00		280	Instable
M6	0,42	PNS1	0,60	1,00		230	Stable
M7			0,60	0,85		330	Instable
M8			0,60	0,90		330	Instable
M9			0,50	0,82		282	Stable
M10			0,20	1,00		200	Stable
M11	0,42	PCE2	0,20	0,71		340	Instable
M12			0,15	0,85		280	Stable
M13			0,20	1,00		150	Stable
M14	0,42	PCE1	0,20	0,80		270	Stable
M15			0,18	0,76		270	Stable
M16			0,20	0,76		280	Stable

**Tableau 25 - Paramètres des modèles M<sub>1</sub> et M<sub>2</sub> ajustés**

N°	Type de SP	E/C	Input			Output		
			SF (mm)	VF (s)	SF <sub>P</sub> (mm)	$\frac{\varphi}{\varphi_{\max}} > 1,25$	SF <sub>m</sub> (mm)	$\frac{\varphi}{\varphi_{\max}} < 1,25$
N9	PNS2	0,42	650	3	385	0,734	282	0,690
N10	PNS1	0,42	650	3	390	0,734	282	0,588
N11	PCE2	0,42	650	3	380	0,734	282	0,661
N12	PCE2	0,42	650	3	300	0,734	282	0,616

**Tableau 26 - Propriétés des BAP confectionnés à partir des modèles M<sub>1</sub> et M<sub>2</sub> ajustés**

Mélange	Étalement (mm)	J-Ring (mm)	V-funnel (s)	Boite en L (h <sub>2</sub> /h <sub>1</sub> )	Air (%)	Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> )	μ <sub>p</sub> (Pa.s)	τ <sub>0</sub> (s <sup>-1</sup> )	f <sub>c1j</sub> (MPa)	f <sub>c 56j</sub> (MPa)
N9	655	580	4,03	0,26	4,5	2400	12,9	26,8	23,6	54,3
N10	670	595	3,62	0,26	5,0	2400	7,7	44,2	25,9	52,7
N11	680	645	3,94	0,26	7,0	2200	2,0	37,4	23,3	46,8
N12	705	675	3,33	0,26	6,0	2200	3,3	45,0	24,1	48,8

Comme on peut l'observer sur Tableau 25 et Tableau 26, l'utilisation des modèles M<sub>1</sub> et M<sub>2</sub> ajustés pour concevoir des mélanges de béton autoplaçant avec un affaissement de 650 mm et un temps V-funnel de 3 s a donné des résultats satisfaisants. Les quatre mélanges ont donné des étalements supérieurs à 650 mm, les valeurs sont comprises entre 455 et 705 mm. Les valeurs du volume de la pâte de ciment pour tous mélanges ont été augmenté. Les valeurs trouvées sont comprises entre 34 et 37 %. Pour un seul rapport E/C = 0,42, nous avons trouvés quatre coefficients de correction (A<1) différents. Le type de de superplastifiants, le rapport E/C, le type de sable et le type de ciment (GU ou GU avec ajouts) sont les paramètres qui influencent l'étalement de la pâte de ciment et du mortier fin et par conséquent le coefficient de correction A. Pour cette raison, nous proposons une approche d'optimisation des bétons autoplaçants à rhéologie adaptée basée sur les propriétés rhéologiques et mécaniques de la suspension cimentaire et les modèles M<sub>1</sub> et M<sub>2</sub> ajustés.

### 3.2.2.3. Proposition d'une nouvelle approche de formulation BAP

L'approche de d'optimisation des béton autoplaçant est résumée dans l'organigramme de la Figure 32. L'approche de formulation est divisée en plusieurs étapes comme suit :

- La première étape consiste à définir le type de BAP à formuler (de fabrication ou de réparation) et la fluidité visée (l'affaissement SF et le temps V-funnel VF).
- La deuxième étape consiste à choisir le superplastifiant le plus adapté au béton choisit. Ce choix se fait en se basant sur trois critères de sélection, à savoir les indices de performance Ip<sub>1</sub> (dosage de saturation, fluidité initiale et maintien de fluidité) et Ip<sub>2</sub> (dosage de saturation et

fluidité initiale) de la pâte de ciment (voir chapitre 3) et la résistance mécanique au jeune âge (après 1 jour). En conséquence, plusieurs mélanges de pâte cimentaire avec différents types de superplastifiant doivent être confectionnés afin de déterminer le dosage de saturation de chaque superplastifiant, l'étalement de la pâte SF<sub>p</sub> et le temps d'écoulement après 5 min (T5) et 60 min (T60) de chaque mélange. Aussi, l'essai de compression doit être réalisé sur ces mélanges pour déterminer la résistance mécanique des suspensions cimentaires après 1 jour de coulage,  $fc_{1j}$ .

- La troisième étape consiste à utiliser les modèles combinés M<sub>1</sub> et M<sub>2</sub> pour déterminer les proportions du mélange BAP. Pour ce faire, le premier modèle M<sub>1</sub> est utilisé, en introduisant les données SF et VF, pour déterminer l'étalement de mortier fin (<1,25 mm) SF<sub>m</sub> et le rapport des solides grossiers  $\varphi/\varphi_{\max} >1,25$ . Après le deuxième modèle M<sub>2</sub> est utilisé, en introduisant les données SF<sub>m</sub> et SF<sub>p</sub>, pour déterminer le rapport de sable fin  $\varphi/\varphi_{\max} <1,25$ .
- La quatrième étape consiste à utiliser les résultats trouvés dans l'étape précédente ( $\varphi/\varphi_{\max} >1,25$ ;  $\varphi/\varphi_{\max} <1,25$ ) pour déterminer les proportions de mélange de mortier fin qui correspond au béton visé. Ensuite, l'étalement de mortier fin SF'<sub>m</sub> doit être déterminé à partir du mélange confectionné.
- La cinquième étape consiste à comparer entre la valeur de l'étalement de mortier fin SF'<sub>m</sub>, déterminé au laboratoire, et la valeur de l'étalement de mortier fin SF<sub>m</sub> donné par le modèle M<sub>2</sub>. Dans le cas où SF'<sub>m</sub> = SF<sub>m</sub>, on détermine directement les proportions du BAP avec la fluidité visée. Dans le cas contraire, la valeur du rapport  $\varphi/\varphi_{\max} <1,25$  doit être multiplié par un coefficient correcteur A, sa valeur doit être inférieure à 1. Refaire la quatrième étape avec les résultats ( $\varphi/\varphi_{\max} >1,25$  ;  $A \times \varphi/\varphi_{\max} <1,25$ ) jusqu'à arriver au résultat SF'<sub>m</sub> = SF<sub>m</sub>.

La nouvelle approche d'optimisation des BAP a été utilisée sur deux mélanges (N13 e N14). Les mélanges ont été confectionnés avec un seul rapport E/C de 0,42 (béton de réparation), deux types de superplastifiant, les PNS2 et PCE2. Le ciment utilisé dans cette partie est un ciment ternaire contenant 70 % de ciment Portland à usage général (GU), 25 % de cendres volantes de classe F et 5 % de fumée de silice.

Les valeurs visées de la fluidité des bétons confectionnés sont : un SF de 650 mm et un VF de 4s. Les étalements des pâtes de ciment des mélange N13 et N14 sont respectivement de 350 mm et 240 mm. Nous avons choisi une teneur en ciment de 450 kg/m<sup>3</sup>. Les proportions des mélanges

confectionnés sont données dans le Tableau 16. Pour chaque mélange, les propriétés rhéologiques et mécaniques ont été déterminées et sont données dans le Tableau 27.

Comme on peut l'observer sur le Tableau 27, l'utilisation de la nouvelle approche pour concevoir des BAP avec un affaissement de 650 mm et un temps V-funnel de 4 s a donné des résultats satisfaisants. Les deux mélanges ont donné des étalements de 650 mm.

**Tableau 27- Propriétés rhéologiques des mélanges de béton autoplaçant (ciment ternaire)**

Mélange	Etalement (mm)	J-Ring (mm)	V-funnel (s)	Boite en L (h <sub>2</sub> /h <sub>1</sub> )	Air (%)	Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> )	μ <sub>p</sub> (Pa.s)	τ <sub>0</sub> (Pa)	f <sub>c1j</sub> (MPa)	f <sub>c 56j</sub> (MPa)
N13	650	530	4,5	0,26	4,8	2300	10,5	155	14,6	51,3
N14	650	570	5,0	0,26	5,0	2300	17,1	41,9	16,3	53,2

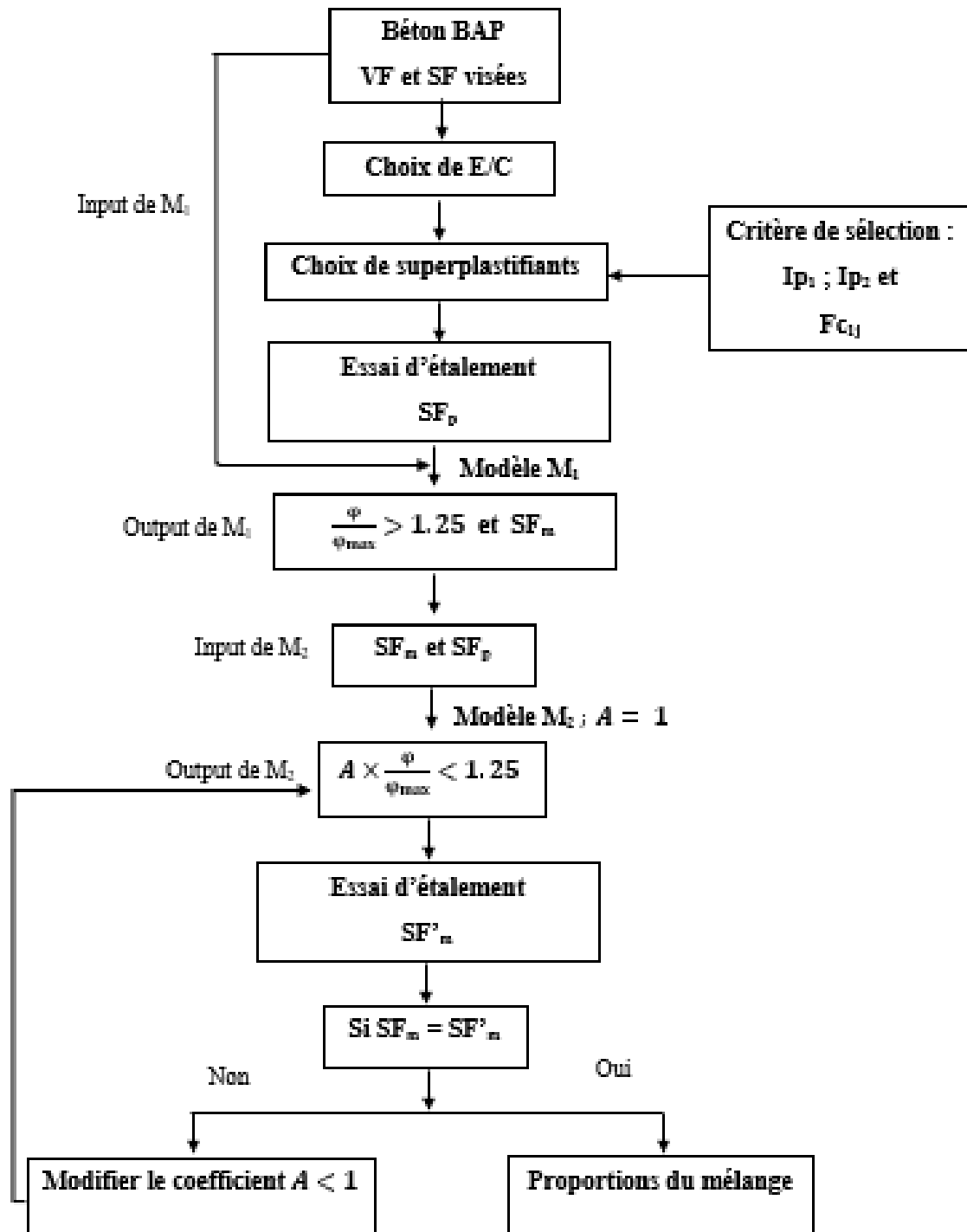


Figure 32 - Approche de d'optimisation de béton autoplaçant

## Conclusion

Une nouvelle approche d'optimisation des BAP à rhéologie adaptée a été proposée. L'approche permet de déterminer les propriétés d'un béton autoplaçant de performances rhéologiques et mécaniques visées en se basant sur les propriétés rhéologiques et mécaniques de la suspension cimentaire. Sur la base des résultats présentés dans ce chapitre, les conclusions suivantes peuvent être tirées :

- Le choix de superplastifiant est une étape cruciale dans l'optimisation de béton autoplaçant, le choix se fait sur la base des critères de sélection prédéfinie selon le type de béton recherché.
- Les modèles empiriques ( $M_1$  et  $M_2$ ) ont été ajustés en introduisant quelques modifications dans le but d'améliorer leurs performances. Nous avons proposé d'introduire des coefficients de correction ( $A < 1$ ) dans la détermination du rapport de sable fin  $\varphi/\varphi_{\max} < 1,25$ .

## Conclusion Générale

La rhéologie du béton est influencée par l'effet synergique de plusieurs paramètres et notamment la rhéologie de sa pâte de ciment. De plus, L'action des superplastifiants est considérée au niveau de la pâte cimentaire mais son effet se répercute au niveau du béton. Par conséquent, dans la première partie de cette étude nous avons évalué l'effet de différents poids moléculaires de superplastifiants type PNS et PCE sur la rhéologie, les propriétés viscoélastiques, la cinétique de structuration, la période de dormance et la résistance à la compression de la pâte de ciment haute performance.

Les résultats obtenus montrent que l'utilisation de PNS ayant un poids moléculaire élevé a entraîné une capacité de dispersion initiale plus forte et une meilleure stabilisation de la dispersion de la pâte de ciment haute performance, ce qui se reflète dans la fluidité initiale élevée et dans la bonne rétention dans le temps. Aussi, dans le cas de mélanges à 0,35 E/C, les PNS à faible indice de polydispersité diminuent la viscosité et la rigidité de la pâte haute performance.

Nous avons constaté que l'incorporation de superplastifiants a augmenté le domaine viscoélastique linéaire et a diminué la rigidité des suspensions à base de ciment, indépendamment du type de superplastifiant, du rapport E/C ou de la température. Cependant, l'utilisation de PNS de haut poids moléculaire a entraîné une déformation critique plus élevée, ce qui reflète un état de dispersion plus élevé et un module de stockage plus faible que les mélanges qui contiennent des PNS de faible poids moléculaire.

Nous avons constaté également que le PCE2, qui a un poids moléculaire d'environ 21 700 Da, a montré une plus grande capacité à réduire la viscosité apparente et à assurer une meilleure stabilité de la dispersion dans le temps que le PCE1, qui a un poids moléculaire de 28 700 Da, indépendamment du rapport E/C ou de la température. Cela suggère qu'il existe un poids moléculaire optimal d'environ 20 000 Da pour assurer un meilleur encombrement stérique avec les PCE. De plus, l'utilisation d'un superplastifiant de haut un poids moléculaire (PNS1, PNS2, PCE1 et PCE2) a diminué la cinétique de structuration et augmenté la résistance à la compression des mélanges à 0,35 E/C. L'incorporation de PNS4, qui a le poids moléculaire le plus bas, a diminué le développement de la résistance à la compression après 24 h et 7 jours d'âge, indépendamment du rapport E/C.

Dans la deuxième partie de cette étude, nous avons utilisé une formulation de BAP pour quatre mélanges afin d'évaluer l'effet des superplastifiants sélectionnés sur les propriétés rhéologiques et mécaniques des BAP. Nous avons constaté que l'utilisation des superplastifiants qui ont données les meilleures performances rhéologiques et mécaniques pour les suspensions cimentaires a permet de confectionner des mélanges de béton autoplaçant avec des propriétés rhéologiques et mécaniques satisfaisantes. Par conséquent, les résultats obtenus montrent que le choix du superplastifiant est une étape cruciale dans l'optimisation de béton autoplaçant, le choix doit se faire sur la base des critères de sélection prédéfinie selon le type de béton recherché.

De plus, nous avons proposé une nouvelle approche d'optimisation des bétons autoplaçant à rhéologie adaptée. L'approche permet de déterminer les propriétés du mélange pour l'obtention d'un béton autoplaçant de performances rhéologiques et mécaniques visées en se basant sur les propriétés rhéologiques et mécaniques de la suspension cimentaire. Les modèles empiriques ( $M_1$  et  $M_2$ ) ont été ajustés en introduisant quelques modifications dans le but d'améliorer leurs performances. Nous avons proposé d'introduire des coefficients de correction ( $A < 1$ ) dans la détermination du rapport de sable fin  $\phi/\phi_{max} < 1,25$ . Les résultats obtenus de la nouvelle approche d'optimisation des BAP a donné des résultats satisfaisants.

## Perspectives

La rhéologie des béton autoplaçant est affectée par celle de sa pâte (phase suspendante) qui est considérée comme une suspension colloïdale concentrée de particules de ciment dispersée dans l'eau. Cette étude a apporté des réponses à certains problèmes liés au développement de béton autoplaçant à rhéologie adaptée. Une approche d'optimisation des bétons autoplaçant avec des propriétés rhéologiques visées a été proposée.

Dans la perspective des travaux futurs, l'approche d'optimisation des bétons autoplaçant doit principalement être validée pour les autres applications du béton autoplaçant. Par conséquent, différents rapports eau/liant peuvent être étudiés. Aussi, il serait intéressant de valider l'approche d'optimisation pour les différents types de ciment, d'ajouts et de superplastifiants.

De plus, l'utilisation de l'apprentissage machine peut intéresser les chercheurs pour développer des modèles d'optimisation des bétons autoplaçant avec des propriétés rhéologiques visées.

## Références bibliographiques

- [1] H. H. Bache, « Compact reinforced composite basic principles », Aalborg Portland, 41, 1987.
- [2] K. H. Khayat et A. F. Omran, « Field validation of SCC formwork pressure prediction models », *Concrete international*, vol. 33, p. 33-39, 2011.
- [3] H. Okamura, K. Ozawa, et M. Ouchi, « Self-compacting concrete », *Structural concrete*, vol. 1, n° 1, p. 3-17, 2000.
- [4] G. H. Tattersall et P. F. G. Banfill, *The rheology of fresh concrete*. 1983.
- [5] P. F. G. Banfill, « The rheology of fresh cement and concrete-rheology review », *British Society of Rheology*, vol. 61, p. 130, 2006.
- [6] K. H. Khayat et A. Yahia, « Effect of welan gum-high-range water reducer combinations on rheology of cement grout », *ACI Materials Journal*, vol. 94, n° 5, p. 365-372, 1997.
- [7] A. Yahia et K. H. Khayat, « Experiment design to evaluate interaction of high-range water-reducer and antiwashout admixture in high-performance cement grout », *Cement and Concrete Research*, vol. 31, n° 5, p. 749-757, mai 2001, doi: 10.1016/S0008-8846(01)00496-3.
- [8] A. Yahia et K. H. Khayat, « Applicability of rheological models to high-performance grouts containing supplementary cementitious materials and viscosity enhancing admixture », *Mat. Struct.*, vol. 36, n° 6, p. 402-412, juill. 2003, doi: 10.1007/BF02481066.
- [9] K. H. Khayat, A. Yahia, et M. Sayed, « Effect of supplementary cementitious materials on rheological properties, bleeding, and strength of structural grout », *ACI Materials Journal*, vol. 105, n° 6, p. 585, 2008.
- [10] A. Yahia et K. H. Khayat, « Analytical models for estimating yield stress of high-performance pseudoplastic grout », *Cement and Concrete Research*, vol. 31, n° 5, p. 731-738, mai 2001, doi: 10.1016/S0008-8846(01)00476-8.
- [11] S. Laouar, « Compatibilité ciment-superplastifiant dans les bétons à hautes performances », Faculté de Génie Civil, USTHB, 2012.
- [12] M. Mouzali, « Effets des adjuvants sur les propriétés physico-mécaniques des bétons à hautes performances », Faculté de Génie Civil, USTHB, 2015.
- [13] S. Nahi, « Interaction ciments composés-adjuvants », Faculté de Génie Civil, USTHB, 2016.
- [14] M. N. Oudjit, M. Lanez, et A. Bali, « Measuring Saturation Dosage of Polysulfonate Superplasticizer Incorporated in Cement », présenté à Grouts 2nd Canadian Conference on Effective Design of Structures, McMaster University, Hamilton, Ontario, Canada, mai 2008.
- [15] M. Lanez, M. N. Oudjit, et A. Bali, « Influence Of Cementitious Addition On The Point Of Saturation Of Superplasticizer », présenté à RILEM International workshop on performance-based specification and control of concrete durability, Zagreb, Croatia, 2014.
- [16] S. Nahi et M. N. Oudjit, « Influence des ajouts pouzzolanique sur la compatibilité du couple ciment-superplastifiant », présenté à IV Séminaire International innovation & valorisation en génie civil & matériaux de construction, Tunisie, 2016.
- [17] M. Mouzali, M. N. Oudjit, et K. Arroudj, « Effects of superplasticizers on deferred deformations of concretes », présenté à 10th ACI/RILEM International Conference on Cementitious Materials and Alternative Binders for Sustainable Concrete, Montréal, Canada, 4 Octobre 2017.

- [18] P. J. Andersen, D. M. Roy, et J. M. Gaidis, « The effect of superplasticizer molecular weight on its adsorption on, and dispersion of, cement », *Cement and Concrete Research*, vol. 18, n° 6, p. 980-986, nov. 1988, doi: 10.1016/0008-8846(88)90035-X.
- [19] M. Piotte, F. Bossányi, F. Perreault, et C. Jolicoeur, « Characterization of poly(naphthalenesulfonate) salts by ion-pair chromatography and ultrafiltration », *Journal of Chromatography A*, vol. 704, n° 2, p. 377-385, juin 1995, doi: 10.1016/0021-9673(95)00226-D.
- [20] Ran Qianping, Liu Jinzhi, Yang Yong, Shu Xin, Zhang Jiangang, et Mao Yonglin, « Effect of Molecular Weight of Polycarboxylate Superplasticizer on Its Dispersion, Adsorption, and Hydration of a Cementitious System », *Journal of Materials in Civil Engineering*, vol. 28, n° 5, p. 04015184, mai 2016, doi: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0001460.
- [21] X. Peng, C. Yi, X. Qiu, et Y. Deng, « Effect of Molecular Weight of Polycarboxylate-type Superplasticizer on the Rheological Properties of Cement Pastes », *Polymers and Polymer Composites*, vol. 20, n° 8, p. 725-736, oct. 2012, doi: 10.1177/096739111202000808.
- [22] X. Ouyang, X. Jiang, X. Qiu, D. Yang, et Y. Pang, « Effect of molecular weight of sulfanilic acid-phenol-formaldehyde condensate on the properties of cementitious system », *Cement and Concrete Research*, vol. 39, n° 4, p. 283-288, avr. 2009, doi: 10.1016/j.cemconres.2009.01.002.
- [23] B.-G. Kim, S. Jiang, et P.-C. Aiitcin, « Effect of sodium sulfate addition on properties of cement pastes containing different molecular weight PNS superplasticizers », *Special Publication*, vol. 195, p. 485-504, 2000.
- [24] S. LI, Q. YU, J. WEI, et Y. JI, « Effects of molecular mass and its distribution on adsorption behavior of polycarboxylate water reducers », *Journal of the Chinese Ceramic Society*, vol. 39, n° 1, p. 80-86, 2011.
- [25] F. Kong, L. Pan, C. Wang, D. Zhang, et N. Xu, « Effects of polycarboxylate superplasticizers with different molecular structure on the hydration behavior of cement paste », *Construction and Building Materials*, vol. 105, p. 545-553, févr. 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2015.12.178.
- [26] F. Winnefeld, S. Becker, J. Pakusch, et T. Götz, « Effects of the molecular architecture of comb-shaped superplasticizers on their performance in cementitious systems », *Cement and Concrete Composites*, vol. 29, n° 4, p. 251-262, avr. 2007, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2006.12.006.
- [27] R. Magarotto, I. Torresan, et N. Zeminian, « Influence of the molecular weight of polycarboxylate ether superplasticizers on the rheological properties of fresh cement pastes, mortar and concrete », *XI ICCO (Durban)*, p. 514-526, 2003.
- [28] S. Pieh, « Polymere Dispergiemittel I. Molmasse und Dispergierwirkung der Melamin- und Naphthalin-Sulfonsäure-Formaldehyd-Polykondensate », *Die Angewandte Makromolekulare Chemie*, vol. 154, n° 1, p. 145-159, 1987, doi: 10.1002/apmc.1987.051540111.
- [29] H. Zhao, M. Deng, et M. Tang, « The molecular structures and the application properties of sulfonated acetone-formaldehyde superplasticizers at different synthetic methods », *Construction and Building Materials*, vol. 241, avr. 2020, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2020.118051.
- [30] N. Roussel et F. Cussigh, « Distinct-layer casting of SCC: The mechanical consequences of thixotropy », *Cement and Concrete Research*, vol. 38, n° 5, p. 624-632, mai 2008, doi: 10.1016/j.cemconres.2007.09.023.

- [31] K. H. Khayat, A. F. Omran, et W. Al Magdi, « Evaluation of Thixotropy of Self-Consolidating Concrete and Influence on Concrete Performance », in *Proceedings 3rd Iberian Congress on Self Compacting Concrete*, Madrid, 2012, p. 3-16.
- [32] P. Billberg, « Form Pressure Generated by Self-Compacting Concrete—Influence of Thixotropy and Structural Behaviour at Rest », Ph.D Thesis, Department of Structural Engineering, The Royal Institute of Technology, Stockholm, 2006.
- [33] Y. Malier, *Les bétons à hautes performances - caractérisation, durabilité, applications* -. Presse de l'École Nationale des Ponts et Chaussées, 1992.
- [34] M. Ouchi et H. Okamura, « Self-compacting concrete: Development, present use and future », in *First International RILEM Symposium on Self-compacting Concrete*, 1999, p. 13-15.
- [35] T. Sedran et F. De Larrard, « Manuel d'utilisation de RENE-LCPC, version 6.1 d, logiciel d'optimisation granulaire », *Note technique des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, Septembre, 2000.
- [36] A. (Association F. de G. Civil), « Recommandations pour l'emploi des bétons autoplacants ». Documents scientifiques et techniques AFCG, 2008.
- [37] W.-J. Long, K. H. Khayat, G. Lemieux, S.-D. Hwang, et N.-X. Han, « Performance-Based Specifications of Workability Characteristics of Prestressed, Precast Self-Consolidating Concrete—A North American Prospective », *Materials*, vol. 7, n° 4, Art. n° 4, avr. 2014, doi: 10.3390/ma7042474.
- [38] Lemieux, Guillaume, « Effects of mix design and parameters on performance of self-consolidating concrete used in precast, prestressed applications », Mémoire de maîtrise, Faculté de génie. Université de Sherbrooke, Canada, 2008.
- [39] F. Kassimi, « Développement Et Performance Des Bétons Autoplacants Fibrés Pour Les Applications de Réparation », PhD Thesis, Université de Sherbrooke, 2013.
- [40] OKAMURA H et OUCHI M, « Self-compacting concrete. Development present use and future », présenté à First International RILEM symposium on self-compacting concrete, Rilem Publication s.a.r.l, 1999, p. 3-14.
- [41] T. Sedran, « Rhéologie et rhéométrie des bétons. Application aux bétons autonivelants », École nationale des ponts et chaussée, 1999.
- [42] O. Petersson, P. Billberg, et B. K. Van, « A model for Self-Compacting Concrete International Rilem Conference on" Production Methods and Workability of Concrete », in *RILEM Proceedings*, 1996, p. 1996.
- [43] Y. EDAMATSU, N. NISHIDA, et M. OUCHI, « A rational mix-design method for self-compacting concrete considering interaction between coarse aggregate and mortar particles », in *Self-compacting concrete (Stockholm, 13-14 September 1999)*, 1999, p. 309-320.
- [44] B. Van Khanh et D. Montgomery, « Mixture proportioning method for self-compacting high performance concrete with minimum paste volume », présenté à Self-compacting concrete, Stockholm, 1999, p. 373-384.
- [45] Q. Wu et X. An, « Development of a mix design method for SCC based on the rheological characteristics of paste », *Construction and Building Materials*, vol. 53, p. 642-651, févr. 2014, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2013.12.008.
- [46] T. Sedran, F. De Larrard, et D. Angot, « Prédiction de la compacité des mélanges granulaires par le modèle de suspension solide - i - fondements théoriques et étalonnage du modèle », *Bulletin de liaison des laboratoires des ponts et chaussées*, n° 194, nov. 1994.

- [47] F. De Larrard, C. Hu, et T. Sedran, « Best Packing and Specified Rheology: Two Key Concepts in High-Performance Concrete Mix-Design », in *Adam Neville Symposium, Advances in Concrete Technology, Las Vegas*, 1995.
- [48] R. J. Flatt, N. Roussel, et C. R. Cheeseman, « Concrete: An eco material that needs to be improved », *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 32, n° 11, p. 2787-2798, août 2012, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2011.11.012.
- [49] G. Gelardi, S. Mantellato, D. Marchon, M. Palacios, A. B. Eberhardt, et R. J. Flatt, « 9 - Chemistry of chemical admixtures », in *Science and Technology of Concrete Admixtures*, P.-C. Aïtcin et R. J. Flatt, Éd., Woodhead Publishing, 2016, p. 149-218. doi: 10.1016/B978-0-08-100693-1.00009-6.
- [50] P.-C. Aïtcin et R. J. Flatt, *Science and Technology of Concrete Admixtures*. Woodhead Publishing, 2015.
- [51] B.-G. Kim, *Compatibilité entre les ciments et les superplastifiants dans les bétons à haute performance : influence de la teneur en alcalis du ciment et de la masse molaire du PNS sur les propriétés rhéologiques des pâtes de ciment et des bétons*. Université de Sherbrooke, 2000.
- [52] P.-C. Aïtcin, C. Jolicoeur, et J. G. Macgregor, « Superplasticizers: How they Work and Why They Occasionally Don't », *CI*, vol. 16, n° 5, p. 45-52, mai 1994.
- [53] G. Gelardi et R. J. Flatt, « 11 - Working mechanisms of water reducers and superplasticizers », in *Science and Technology of Concrete Admixtures*, P.-C. Aïtcin et R. J. Flatt, Éd., Woodhead Publishing, 2016, p. 257-278. doi: 10.1016/B978-0-08-100693-1.00011-4.
- [54] P.-C. Aïtcin, *High performance concrete*. CRC press, 1998.
- [55] A. Bilodeau et V. M. Malhotra, « High-Volume Fly Ash System: Concrete Solution for Sustainable Development », *MJ*, vol. 97, n° 1, p. 41-48, janv. 2000, doi: 10.14359/804.
- [56] K. Reknès et B. G. Petersen, « Novel lignosulfonate with superplasticizer performance », in *Contribution to this conference*, 2003.
- [57] M. Piotte, « Caractérisation du poly(naphtalènesulfonate) : influence de son contre-ion et de sa masse molaire sur son interaction avec le ciment », Ph.D Thesis, Université de Sherbrooke, Canada, 1993.
- [58] E. Nicolas, « Compatibilités et incompatibilités liants cimentaires / superplastifiants », Université de Luxembourg, 2010.
- [59] P.-C. Aïtcin, S. Jiang, B.-G. Kim, P.-C. Nkinamubanzi, et N. Pétrov, « Cement/superplasticizer interaction: The case of polysulfonates », *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, n° 233, p. 87-98+109-114, 2001.
- [60] R. Flatt et I. Schober, « 7 - Superplasticizers and the rheology of concrete », in *Understanding the Rheology of Concrete*, N. Roussel, Éd., in Woodhead Publishing Series in Civil and Structural Engineering. , Woodhead Publishing, 2012, p. 144-208. doi: 10.1533/9780857095282.2.144.
- [61] G. Pojana, C. Carrer, F. Cammarata, A. Marcomini, et C. Crescenzi, « HPLC determination of sulphonated melamines-formaldehyde condensates (SMFC) and lignosulphonates (LS) in drinking and ground waters », *International Journal of Environmental & Analytical Chemistry*, vol. 83, n° 1, p. 51-63, 2003.
- [62] T. Tsubakimoto, M. Hosoido, et H. Tahara, « Copolymer and method for manufacture thereof », US4471100A, 1984
- [63] R. J. Flatt, I. Schober, E. Raphael, C. Plassard, et E. Lesniewska, « Conformation of adsorbed comb copolymer dispersants », *Langmuir*, vol. 25, n° 2, p. 845-855, 2009.

- [64] M. Collepardi et M. Valente, « Recent Developments in Superplasticizers », *SP*, vol. 239, p. 1-14, oct. 2006, doi: 10.14359/18367.
- [65] Y. F. Houst *et al.*, « Design and function of novel superplasticizers for more durable high performance concrete (superplast project) », *Cement and Concrete Research*, vol. 38, n° 10, p. 1197-1209, oct. 2008, doi: 10.1016/j.cemconres.2008.04.007.
- [66] D. Hamada, T. Sato, F. Yamato, et T. Mizunuma, « Development of New Superplasticizer and Its Application to Self-Compacting Concrete », *SP*, vol. 195, p. 291-304, juill. 2000, doi: 10.14359/9918.
- [67] H. Uchikawa, S. Hanehara, et D. Sawaki, « The role of steric repulsive force in the dispersion of cement particles in fresh paste prepared with organic admixture », *Cement and Concrete Research*, vol. 27, n° 1, p. 37-50, janv. 1997, doi: 10.1016/S0008-8846(96)00207-4.
- [68] P. J. Andersen, D. M. Roy, et J. M. Gaidis, « The effect of superplasticizer molecular weight on its adsorption on, and dispersion of, cement », *Cement and Concrete Research*, vol. 18, n° 6, p. 980-986, nov. 1988, doi: 10.1016/0008-8846(88)90035-X.
- [69] W. B. Russel, W. B. Russel, D. A. Saville, et W. R. Schowalter, *Colloidal dispersions*. Cambridge university press, 1991.
- [70] H. Uchikawa, S. Hanehara, et D. Sawaki, « The role of steric repulsive force in the dispersion of cement particles in fresh paste prepared with organic admixture », *Cement and concrete research*, vol. 27, n° 1, p. 37-50, 1997.
- [71] H. Uchikawa, S. Uchida, K. Ogawa, et S. Hanehara, « Influence of CaSO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O, CaSO<sub>4</sub>·12H<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, n° 5, p. 645-656, sept. 1984, doi: 10.1016/0008-8846(84)90027-9.
- [72] Q. Ran, P. Somasundaran, C. Miao, J. Liu, S. Wu, et J. Shen, « Effect of the length of the side chains of comb-like copolymer dispersants on dispersion and rheological properties of concentrated cement suspensions », *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 336, n° 2, p. 624-633, août 2009, doi: 10.1016/j.jcis.2009.04.057.
- [73] K. Yoshioka, E. Sakai, M. Daimon, et A. Kitahara, « Role of steric hindrance in the performance of superplasticizers for concrete », *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 80, n° 10, p. 2667-2671, 1997.
- [74] R. J. Flatt, Y. F. Houst, P. Bowen, H. Hofmann, J. Widmer, et U. Sulser, « Electrosteric Repulsion Induced by Superplasticizers between Cement Particles-An Overlooked Mechanism? », *ACI Special Publications*, vol. 195, p. 29-42, 2000.
- [75] L. Ferrari, J. Kaufmann, F. Winnefeld, et J. Plank, « Interaction of cement model systems with superplasticizers investigated by atomic force microscopy, zeta potential, and adsorption measurements », *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 347, n° 1, p. 15-24, juill. 2010, doi: 10.1016/j.jcis.2010.03.005.
- [76] H. T. Huynh, « La compatibilité ciment-superplastifiant dans les bétons a hautes performances », *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, vol. 206, p. 63-73, 1996.
- [77] P.-C. Nkinamubanzi, S. Mantellato, et R. J. Flatt, « 16 - Superplasticizers in practice », in *Science and Technology of Concrete Admixtures*, P.-C. Aïtcin et R. J. Flatt, Éd., Woodhead Publishing, 2016, p. 353-377. doi: 10.1016/B978-0-08-100693-1.00016-3.
- [78] A. Habbaba, Z. Dai, et J. Plank, « Formation of organo-mineral phases at early addition of superplasticizers: The role of alkali sulfates and C3A content », *Cement and Concrete Research*, vol. 59, p. 112-117, mai 2014, doi: 10.1016/j.cemconres.2014.02.007.

- [79] M. K. Rahman, M. H. Baluch, et M. A. Malik, « Thixotropic behavior of self compacting concrete with different mineral admixtures », *Construction and Building Materials*, vol. 50, p. 710-717, janv. 2014, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2013.10.025.
- [80] P.-C. Nkinamubanzi et P.-C. Aïtcin, « Cement and Superplasticizer Combinations: Compatibility and Robustness », *J. Cem. Concr. Aggregates*, vol. 26, n° 2, p. CCA12329, déc. 2004, doi: 10.1520/CCA12329.
- [81] L. Regnaud *et al.*, « Changes in Cement Paste and Mortar Fluidity after mixing induced by PCP: A parametric study », in *CANMET/ACI International Conference on Superplasticizers and other chemical admixtures in concrete*, 2006, p. 389-408.
- [82] D. A. Clemente, M. C. Biagini, B. Rees, et W. A. Herrmann, « Molecular Structure and Experimental Electron Density of ( $\mu$ -Methylene) bis [dicarbonyl ( $\eta^5$ -cyclopentadienyl) manganese] at 130 K1 », *Inorg. Chem.*, vol. 21, n° 10, p. 3741-3749, 1982, doi: 10.1021/ic00140a029.
- [83] F. G., « The influence of the molecular weight of beta-naphthalenesulfonate based polymers on the rheological properties of cement mixes », *il cemento*, n° 4, p. 445-454, 1986.
- [84] T. Sebök, « Effect the molar parameters of sulphonated melamine and formaldehyde polycondensates on mortar properties », in *Proceedings of the 8th International Congress on the Chemistry of Cement, Abila Graficae Editora Ltda., Rio de*, 1986, p. 34-39.
- [85] J. C. Cunningham, B. L. Dury, et T. Gregory, « Adsorption characteristics of sulphonated melamine formaldehyde condensates by high performance size exclusion chromatography », *Cement and Concrete Research*, vol. 19, n° 6, p. 919-928, nov. 1989, doi: 10.1016/0008-8846(89)90105-1.
- [86] J.-B. Baussant, « Nouvelles méthodes d'étude de la formation d'hydrates des ciments: applications à l'analyse de l'effet d'adjuvants organiques », PhD Thesis, Université de Franche-Comté, 1990.
- [87] U. Costa, M. Goisis, et G. Guerra, « Application of HPLC in the Characterization of Naphalene Sulphonate-Based Superplasticizers », in *Proceedings of the 9th International Congress on the Chemistry of Cement, New Delhi, India*, 1992, p. 619-626.
- [88] H. Uchikawa, « Importance of Recent Microstructural Developments in Cement and Concrete », in *Proceedings, concrete Canada, tribute to Micheline Moranville Regourd, Sherbrooke (Quebec), Canada*, 1994.
- [89] A. I. Vovk, G. A. Vovk, et A. V. Usharov-Marshak, « Regularities of Hydration and Structure Formation of Cement Pastes in the Presence of Superplasticizers with Different Molecular Mass », *SP*, vol. 173, p. 763-780, sept. 1997, doi: 10.14359/6212.
- [90] C. K. Park, M. H. Noh, et T. H. Park, « Rheological properties of cementitious materials containing mineral admixtures », *Cement and Concrete Research*, vol. 35, n° 5, p. 842-849, mai 2005, doi: 10.1016/j.cemconres.2004.11.002.
- [91] A. I. Laskar et S. Talukdar, « Rheological behavior of high performance concrete with mineral admixtures and their blending », *Construction and Building Materials*, vol. 22, n° 12, p. 2345-2354, 2008, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2007.10.004.
- [92] A. Beycioğlu et H. Yılmaz Aruntaş, « Workability and mechanical properties of self-compacting concretes containing LLFA, GBFS and MC », *Construction and Building Materials*, vol. 73, p. 626-635, 2014, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2014.09.071.
- [93] R. S. Ahari, T. K. Erdem, et K. Ramyar, « Thixotropy and structural breakdown properties of self consolidating concrete containing various supplementary cementitious materials », *Cement and Concrete Composites*, vol. 59, p. 26-37, mai 2015, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2015.03.009.

- [94] A. Kashani, R. San Nicolas, G. G. Qiao, J. S. J. van Deventer, et J. L. Provis, « Modelling the yield stress of ternary cement–slag–fly ash pastes based on particle size distribution », *Powder Technology*, vol. 266, p. 203-209, nov. 2014, doi: 10.1016/j.powtec.2014.06.041.
- [95] K. Vance, A. Kumar, G. Sant, et N. Neithalath, « The rheological properties of ternary binders containing Portland cement, limestone, and metakaolin or fly ash », *Cement and Concrete Research*, vol. 52, p. 196-207, oct. 2013, doi: 10.1016/j.cemconres.2013.07.007.
- [96] Y. Li et A. K. H. Kwan, « Ternary blending of cement with fly ash microsphere and condensed silica fume to improve the performance of mortar », *Cement and Concrete Composites*, vol. 49, p. 26-35, mai 2014, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2014.02.002.
- [97] Ryan J. McCoy, Eng.D et Fergal J. O'Brien, Ph.D, « Influence of Shear Stress in Perfusion Bioreactor Cultures for the Development of Three-Dimensional Bone Tissue Constructs: A Review | Tissue Engineering Part B: Reviews », *TISSUE ENGINEERING*, vol. 16, n° 6, 2010, doi: 10.1089/ten.teb.2010.0370.
- [98] E. C. Bingham, *Fluidity and plasticity*. New York: McGraw-Hill, 1922.
- [99] J. E. Wallevik, « Relationship between the Bingham parameters and slump », *Cement and Concrete Research*, vol. 36, n° 7, p. 1214-1221, juill. 2006, doi: 10.1016/j.cemconres.2006.03.001.
- [100] P. F. G. Banfill, « Rheological methods for assessing the flow properties of mortar and related materials », *Construction and Building Materials*, vol. 8, n° 1, p. 43-50, janv. 1994, doi: 10.1016/0950-0618(94)90007-8.
- [101] U. Hakansson, L. Hassler, et H. Stille, « A technique for measuring the rheological properties of injected grout », *Swedish Rock Engineering Research Foundation, Stockholm*, vol. 241, n° 1, p. 91, 1991.
- [102] M. Cyr, C. Legrand, et M. Mouret, « Study of the shear thickening effect of superplasticizers on the rheological behaviour of cement pastes containing or not mineral additives », *Cement and Concrete Research*, vol. 30, n° 9, p. 1477-1483, sept. 2000, doi: 10.1016/S0008-8846(00)00330-6.
- [103] H. A. Barnes, J. F. Hutton, et K. Walters, *An Introduction to Rheology*, vol. 3. Elsevier, 1989.
- [104] F. de Larrard, C. F. Ferraris, et T. Sedran, « Fresh concrete: A Herschel-Bulkley material », *Mat. Struct.*, vol. 31, n° 7, p. 494-498, août 1998, doi: 10.1007/BF02480474.
- [105] D. Feys, R. Verhoeven, et G. De Schutter, « Fresh self compacting concrete, a shear thickening material », *Cement and Concrete Research*, vol. 38, n° 7, p. 920-929, juill. 2008, doi: 10.1016/j.cemconres.2008.02.008.
- [106] J. Mewis et N. J. Wagner, « Thixotropy. Adv Colloid Interface Sci », *J. CIS*, vol. 147, p. 4-227, 2009.
- [107] H. A. Barnes, « Thixotropy—a review », *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, vol. 70, n° 1, p. 1-33, mai 1997, doi: 10.1016/S0377-0257(97)00004-9.
- [108] N. Q. Dzuy et D. V. Boger, « Direct Yield Stress Measurement with the Vane Method », *Journal of Rheology*, vol. 29, n° 3, p. 335-347, juin 1985, doi: 10.1122/1.549794.
- [109] G. Ovarlez et X. Chateau, « Influence of shear stress applied during flow stoppage and rest period on the mechanical properties of thixotropic suspensions », *Phys. Rev. E*, vol. 77, n° 6, p. 061403, juin 2008, doi: 10.1103/PhysRevE.77.061403.
- [110] C. F. Ferraris, « Measurement of the rheological properties of cement paste: a new approach », in *International RILEM Conference on the Role of Admixtures in High Performance Concrete*, RILEM Publications SARL, 1999, p. 333-342.

- [111] T. G. Mezger et G. Hannover, *The Rheology Handbook: For Users of Rotational and Oscillatory Rheometers*, 2<sup>e</sup> éd. Vincentz Network, Hannover, 2006.
- [112] M. C. W, « Rheology Principles », *Measurements and Applications*, 1994.
- [113] R. Helmuth, L. M. Hills, D. A. Whiting, et S. Bhattacharja, *Abnormal concrete performance in the presence of admixtures*. Research & Development Information, Portland Cement Association (PCA), Skokie, USA, 1995.
- [114] A. M. Mostafa et A. Yahia, « New approach to assess build-up of cement-based suspensions », *Cement and Concrete Research*, vol. 85, p. 174-182, 2016.
- [115] D. Lootens, P. Hébraud, E. Lécolier, et H. Van Damme, « Gelation, shear-thinning and shear-thickening in cement slurries », *Oil & gas science and technology*, vol. 59, n<sup>o</sup> 1, p. 31-40, 2004.
- [116] A. M. Mostafa et A. Yahia, « Performance evaluation of different rheometric shearing techniques to disperse concentrated cement suspension », *Applied Rheology*, vol. 25, n<sup>o</sup> 3, p. 23-31, 2015.
- [117] TA Instruments, « TAM Air Calorimeter Operator's Manua. TA Instruments », New Castle, 2011.
- [118] B. G. Kim, S. Jiang, et P. C. Aïtcin, « Influence of molecular weight of PNS superplasticizers on the properties of cement pastes containing different alkali contents », in *International RILEM conference. The role of admixtures in high performance concrete*, Monterrey, Mexico, 1999, p. 69-96.
- [119] V. S. Ramachandran, « Adsorption and hydration behavior of tricalcium aluminate–water and tricalcium aluminate gypsum–water in the presence of superplasticizers », *ACI journal*, vol. 80, p. 235-241, 1983.
- [120] G. Jordan, S. Prevette, S. Woodward, *The Performance-Based Management Handbook, Analyzing, Reviewing, and Reporting Performance Data*, U.S. Department of Energy and Oak Ridge Associated Universities., vol. 5. 2001.
- [121] N. Roussel, G. Ovarlez, S. Garrault, et C. Brumaud, « The origins of thixotropy of fresh cement pastes », *Cement and Concrete Research*, vol. 42, n<sup>o</sup> 1, p. 148-157, janv. 2012, doi: 10.1016/j.cemconres.2011.09.004.
- [122] A. Yahia, « Shear-thickening behavior of high-performance cement grouts — Influencing mix-design parameters », *Cement and Concrete Research*, vol. 41, n<sup>o</sup> 3, p. 230-235, mars 2011, doi: 10.1016/j.cemconres.2010.11.004.
- [123] B. Lothenbach, F. Winnefeld, et R. Figi, « The influence of superplasticizers on the hydration of Portland cement », in *Proceedings 12th ICCO*, Montreal, Canada, 2007.
- [124] B.-I. O. Koura, M. Hosseinpoor, A. Yahia, E.-H. Kadri, et A. Kaci, « A new proportioning approach of low and normal binder self-consolidating concrete based on the characteristics of fine mortar and granular skeleton », *Construction and Building Materials*, vol. 239, p. 117892, 2020.
- [125] M. Hosseinpoor, B.-I. O. Koura, A. Yahia, et E.-H. Kadri, « Diphasic investigation of the visco-elastoplastic characteristics of highly flowable fine mortars », *Construction and Building Materials*, vol. 270, p. 121425, 2021.