



**HAL**  
open science

## Ressuage des matériaux cimentaires : origine physique et changement d'échelle

Nadia Massoussi

► **To cite this version:**

Nadia Massoussi. Ressuage des matériaux cimentaires : origine physique et changement d'échelle. Matériaux. Université Paris-Est, 2017. Français. NNT : 2017PESC1146 . tel-01743758

**HAL Id: tel-01743758**

**<https://pastel.hal.science/tel-01743758>**

Submitted on 26 Mar 2018

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



# THÈSE

Présentée à

## UNIVERSITÉ PARIS-EST

ÉCOLE DOCTORALE DES SCIENCES, INGÉNIERIE ET ENVIRONNEMENT

Par **Nadia MASSOUSSI**

Pour l'obtention du grade de

## DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ PARIS-EST

Spécialité Structures et Matériaux

---

# Ressuage des matériaux cimentaires : origine physique et changement d'échelle

---

**Date de soutenance : 10 octobre 2017**

**Devant la commission d'examen formée de:**

M. Geert DESCHUTTER, Professeur-Université de Gand, Belgique  
M. Arnaud PERROT, Maître de conférence-Université de Bretagne Sud  
M. Xavier CHATEAU, Directeur de recherche-IFSTAR  
M. Sabine DARSON, Ingénieur chercheur-Soletanche-Bachy  
M. François CUSSIGH, Ingénieur chercheur-VINCI Construction  
M. Nicolas Roussel, Directeur de recherche-IFSTAR

***Rapporteur***  
***Rapporteur***  
***Examineur***  
***Examineur***  
***Examineur***  
***Directeur de thèse***



# Résumé

Au vu de la différence de densité entre les composants minéraux solides et l'eau entrant dans la composition d'un béton, une instabilité gravitaire peut apparaître et provoquer une séparation de phase. Cette séparation est à l'origine de la formation d'une pellicule d'eau à la surface du béton et est appelé ressuage. Malgré le fait que le ressuage peut directement ou indirectement nuire aux propriétés finales du béton durci, les connaissances existantes ne permettent pas de prédire ce phénomène ou de le corrélérer à la formulation du béton. L'objectif de cette thèse ainsi est d'identifier la physique mise en jeu lors du phénomène de ressuage de façon à proposer à la fois une méthodologie de mesure adaptée et un cadre théorique prédictif.

La démarche retenue consiste à commencer par l'étude d'un matériau simple tel qu'une pâte de ciment en laboratoire pour terminer à l'échelle plus complexe d'un béton de fondation coulé sur chantier.

Dans une première partie, nos résultats expérimentaux sur pâte de ciment suggèrent que le ressuage ne peut pas être considéré comme un simple phénomène de consolidation homogène d'un matériau poreux déformable mais comme un phénomène de consolidation hétérogène conduisant à la formation de canaux préférentiels d'extraction d'eau. Nous montrons ainsi l'existence de trois régimes de ressuage : une période d'induction, une période d'accélération et une période de consolidation. Seuls les deux derniers régimes avaient été observés et discutés jusqu'à maintenant dans la littérature. Nos résultats suggèrent que la formation de ces canaux préférentiels semble être initiée par les défauts du système (les bulles d'air au premier ordre).

Dans une seconde partie, les deux essais normalisés utilisés à ce jour dans la pratique industrielle pour la mesure du ressuage des bétons sur chantier, l'essai ASTM et l'essai Bauer, sont étudiés. Nous montrons que ces essais capturent des aspects différents du ressuage et qu'ils ne peuvent donc être corrélés. Nous montrons par ailleurs l'existence de limites dans la capacité de ces essais à capturer le risque de ressuage pour un béton donné. Des modifications de protocole sont alors proposées pour améliorer ces essais et

leur permettre de fournir les données nécessaires à la prédiction du ressuage à l'échelle de la fondation.

Enfin, nous étudions à la fois les différences entre ressuage d'une pâte de ciment et ressuage d'un béton et l'influence de la hauteur totale de matériau soumis au ressuage. La forte dépendance de la vitesse de ressuage à la profondeur est mise en évidence dans le cas des bétons. Un modèle permettant d'extrapoler une vitesse de ressuage dans une fondation à partir d'une mesure de ressuage à l'aide de l'essai ASTM est proposé. Ce modèle est validé sur des essais de laboratoire et des fondations réelles.

**Mots clés** : ressuage, béton, pâte de ciment, consolidation, effet d'échelle.



# Abstract

Due to the density differences between the solid mineral components and the suspending water, gravity can induce phase separation in concrete. This phase separation is at the origin of the formation of a film of water on the upper surface of fresh concrete, commonly known as bleeding. Although bleeding is known to directly or indirectly affect the final properties of hardened concrete, the existing knowledge does not allow for the prediction of this phenomenon or its correlation to mix proportions. The objective of this thesis, therefore, is to identify the physics behind the bleeding phenomenon in order to propose both an adapted measurement methodology and a predictive theoretical framework.

The approach adopted is to start from the study of a simple model material, a cement paste in the laboratory, and upscale to the more complex scale of concrete poured into a real foundation on site.

In the first part, our experimental results on cement paste suggest that bleeding cannot be simply described as the consolidation of a soft porous material, but, in fact, is of an obvious heterogeneous nature leading to the formation of preferential water extraction channels within the cement paste. We thus show the existence of three bleeding regimes: an induction period, an acceleration period, and a consolidation period. Only the last two regimes had been observed and discussed in the literature. Our results suggest that the formation of these preferential channels seems to be initiated by system defects (air bubbles at first order).

In the second part, the two industrial standard tests used for the measurement of bleeding on site, the ASTM test and the Bauer test, are studied. We show that these tests capture different aspects of bleeding, and therefore, cannot be correlated. We also show the existence of limits in the capacity of these tests to capture the risk of bleeding for a given concrete. Changes and improvements are proposed in order to enable these tests

to provide the data necessary for the prediction of bleeding at the concrete foundation scale.

Finally, in the last part, we study the differences between the bleeding of a cement paste and the bleeding of a concrete and the influence of the total height of material subjected to bleeding. The high dependence of the bleeding rate on the depth of the foundation is captured in the case of concretes. A model is proposed to extrapolate a bleeding rate in a foundation from a bleeding measurement using the ASTM test. This model is validated on laboratory tests and on onsite measurements of real concrete foundations.

**Keywords:** bleeding, concrete, cement paste, consolidation, scale effect

# Remerciements

Je tiens dans un premier temps à adresser toute ma reconnaissance et ma gratitude à mon directeur de thèse, Nicolas Roussel, pour la confiance et le soutien qu'il a su m'accorder. Je le remercie, pour m'avoir poussé à donner le meilleur de moi-même. Sa rigueur scientifique m'a beaucoup appris. Elle constituera incontestablement le moteur de mon futur travail. Tu fais parti des personnes qui m'ont aidée à grandir. Merci !

Je souhaite vivement remercier Arnaud Perrot et Geert Deschutter de m'avoir fait l'honneur de rapporter ce travail et, par leurs remarques pertinentes, de l'avoir enrichi. Je suis très reconnaissante envers Xavier Chateau d'avoir accepté de présider mon jury. Je tiens également à remercier Sabine Darson et François Cussigh d'avoir accepté d'examiner mon travail et pour leur vif intérêt pour le sujet et pour notre collaboration durant cette thèse et les différentes discussions riches que nous avons eu ensemble. Un grand merci bien entendu à Philippe Gotteland d'avoir accepté de participer à mon jury, pour ses conseils avisés et pour son accueil à la FNTP pour les réunions. Je remercie tout particulièrement Thomas Holder pour sa grande disponibilité et ses précieux conseils.

Je tiens à témoigner ma reconnaissance à mon comité de suivi qui ont sagement orienté mes travaux et assisté mon apprentissage sur plusieurs fronts. Je tiens à vous remercier tous pour le temps que vous avez régulièrement pris pour suivre l'avancement de mes travaux et pour vos conseils et vos remarques constructives.

Un grand Merci à Hela, Emmanuel, Patrick et Aiman de m'avoir conseillée, soutenue et encouragée jusqu'à la dernière minute de la thèse. Merci infiniment !

Je remercie Rim Ragoug et Jennifer Nael, avec qui j'ai partagé des moments inoubliables. Merci pour votre amitié !

Je n'oublie pas toute l'équipe Navier, les doctorants, les stagiaires ainsi que les invités présents dans notre équipe. Je vous remercie pour l'ambiance, la bonne humeur et les encouragements.

Ce travail n'aurait pu être mené à bien sans l'aide de Jean-Daniel Simitambe. Je te remercie pour ton professionnalisme, ta disponibilité et ton énergie. Je remercie également Jean-François Bouteloup pour ses services pendant ces 3 ans de thèse.

Je souhaite vivement remercier également Sandrine Coqueret, Jeanne Bata et Pauline Huart pour leur efficacité, gentillesse et bonne humeur.

Je remercie Jean-Luc Clément pour sa gentillesse et pour ses conseils pendant ces années de thèse.

Un immense merci à ma famille sans qui rien n'aurait été possible. A mes très chers parents qui ont toujours été là pour moi tout au long de mes études et qui m'ont donné un magnifique modèle de labeur et de persévérance. J'espère qu'ils trouveront dans ce travail tous mes sentiments de respect, d'amour, de gratitude et de reconnaissance pour tous les sacrifices déployés pour m'élever dignement et assurer mon éducation dans les meilleures conditions. A mon frère et ma petite sœur pour votre soutien distant mais chaleureux. A ma belle-famille, je ne vous remercierai jamais assez pour votre soutien, un grand merci d'avoir partagé cette aventure avec moi. Merci ma belle-mère pour tes prières !

Ces remerciements ne peuvent s'achever sans remercier mon cher époux, MOURAD, de sa patience, de son soutien quotidien indéfectible, de son aide, pour tout ce que tu as fait pour moi. Il est difficile de résumer en quelques mots tout ce que tu m'apportes, mais c'est vraiment ensemble que nous avons parcouru ce chemin. Merci parce que tu as toujours cru en moi, je te dédie ce travail en témoignage de mon grand amour. Mille mercis !

# Table des notations

$A$	-	Gradient hydraulique
$a^*$	m	Rayon de courbure des points de contact
$A_0$	J	Constante d'Hamaker non retardé ( $A_0 = 1,6 \cdot 10^{-20}$ J)
$A_{thix}$	Pa / s	Vitesse de restructuration du matériau
$D$	m	Taille de la porosité
$d$	m	Taille de particule de ciment sphérique
$E_{ci}$	ml	Volume d'eau cumulé à $T_i$
$E_{Ctotal}$	ml	Volume d'eau cumulé total
$E_i$	ml	Volume d'eau cumulé du premier prélèvement
$F_D$	N	Intensité des forces de traînée
$g$	m <sup>2</sup> /s	Accélération de la pesanteur
$H$	m	Distance de séparation inter-surfacique aux points de contacts
$H_{fond}$	m	Profondeur de la fondation
$K$	m <sup>2</sup>	Perméabilité intrinsèque
$m_1$	g	Masse du récipient vide
$m_2$	g	Masse de l'échantillon et du récipient au début de l'essai
$M_{eau}$	g	Masse de l'eau dans le béton
$M_{ressuée}$	g	Masse totale de l'eau ressuée

$M_v$	$\text{kg/m}^3$	Masse volumique
$P_h$	Pa	Contrainte latérale
$P_v$	Pa	Contrainte verticale
$Q_0$	$\text{m}^3/\text{s}$	Débit dans un canal
$Q_{tot}$	$\text{m}^3/\text{s}$	Débit total initial
$Q_1$	$\text{m}^3/\text{s}$	Débit dans un canal (selon la loi de Poiseuille )
$Q_2$	$\text{m}^3/\text{s}$	Débit d'alimentation en eau sur la surface du canal cylindrique
$Q_{global}$	$\text{m}^3/\text{s}$	Débit global (modèle de prédiction)
$N_c$	-	Nombre de chemins d'écoulement
$R$	m	Rayon du tube
$R_T$	$\text{mm/m}$	Ressuage total
$S$	$\text{cm}^2$	Surface du cylindre
$S\%$	%	Section relative des canaux
$V$	$\text{m/s}$	Vitesse macroscopique d'écoulement de Darcy
$V_{loc}$	$\text{m/s}$	Vitesse d'écoulement locale
$V_z$	$\text{m/s}$	Vitesse d'alimentation
$V_{béton}$	$\text{m}^3$	Volume de l'échantillon
$V_R$	$\text{m/s}$	Vitesse moyenne de ressuage (ASTM)
$\delta$	m	Distance moyenne entre deux canaux
$\Delta\rho$	-	Différence de densité
$\Phi$	-	Fraction volumique solide

---

$\Phi_m$	-	Fraction volumique solide maximale virtuelle (ou fraction d'empilement maximal)
$\Phi_{RLF}$	-	Fraction d'empilement maximal réelle (Random Loose Packing)
$\Phi_{finale}$	-	Fraction volumique solide finale du squelette granulaire
$\Phi_{initiale}$	-	Fraction volumique solide initiale du squelette granulaire
$\Phi_{max}$	-	Fraction volumique solide maximale du squelette granulaire
$\chi$	-	Rapport entre les forces de Van der Waals et les forces Browniennes
$\mu_0$	Pa.s	Viscosité Newtonienne de l'eau ou du fluide interstitiel
$\tau$	Pa	Contrainte à la paroi



## Abréviations

<i>AFm</i>	Mono-sulfo-aluminate de calcium hydraté
<i>AFt</i>	Tri-sulfo-aluminate de calcium hydraté, Ettringite
<i>ASTM</i>	American society for testing material
<i>C<sub>2</sub>S</i>	Silicate dicalcique
<i>C<sub>3</sub>A</i>	Aluminate tricalcique
<i>C<sub>3</sub>S</i>	Silicate tricalcique
<i>C<sub>4</sub>AF</i>	Aluminoferrite tétracalcique
<i>Ca(OH)<sub>2</sub></i>	Hydroxyde de calcium
<i>C-S-H</i>	Silicates de Calcium Hydratés
<i>E/C</i>	Rapport Eau / Ciment
<i>EMT</i>	Erreur maximale tolérée
<i>GBA</i>	Polymère entraînant des grosses bulles d'air
<i>PBA</i>	Polymère entraînant des petites bulles d'air



# Table des Matières

<b>Introduction générale</b> .....	<b>21</b>
<b>Chapitre 1: Constatations expérimentales sur une pâte de ciment</b> .....	<b>29</b>
<b>1.1 Constatations expérimentales et positionnement dans la littérature</b> .....	<b>29</b>
1.1.1 Cinétique du ressuage .....	30
1.1.1.1 Première constatation: La présence de trois régimes .....	31
1.1.1.2 Les trois régimes dans la littérature .....	33
1.1.1.2.1 Approche théorique .....	33
1.1.1.2.2 Résultats de la littérature.....	34
1.1.1.3 Deuxième constatation: Paradoxe sur la perméabilité.....	36
1.1.2 Observation macroscopique et microscopique de l'échantillon.....	37
1.1.2.1 Troisième constatation : Hétérogénéité à la surface.....	37
1.1.2.2 Quatrième constatation : Hétérogénéité à l'intérieur de l'échantillon.....	39
1.1.2.2.1 Mesure par Micro-tomographie .....	39
1.1.2.2.2 Résultats expérimentaux.....	39
1.1.2.3 Cinquième constatation : Diversité de configurations des canaux .....	40
1.1.2.3.1 Effet de la mise en place de l'échantillon .....	40
1.1.2.3.2 Essais réalisés dans des conditions identiques .....	41
1.1.2.3.3 Effet du rapport E/C.....	42
1.1.2.4 Hétérogénéité dans la littérature.....	42
<b>1.2 Approche retenue dans ce travail</b> .....	<b>44</b>

---

1.2.1	Origine des défauts du système.....	44
1.2.2	Origine de la formation des canaux.....	46
1.2.3	Origine de la diversité de configurations des canaux à la surface .....	51
1.2.4	Origine du paradoxe de la perméabilité.....	51
<b>1.3</b>	<b>Conclusions .....</b>	<b>53</b>
<b>1.4</b>	<b>Références .....</b>	<b>54</b>
	<b>Chapitre 2: Ressuage de la pâte de ciment: Effet de paroi et de la mise en place de l'échantillon .....</b>	<b>59</b>
<b>2.1</b>	<b>Protocole de référence et répétabilité .....</b>	<b>59</b>
2.1.1	Protocole de référence .....	59
2.1.1.1	Matériels utilisés.....	60
2.1.1.2	Protocole de préparation de la pâte de ciment.....	60
2.1.1.3	Protocole de mise en place .....	60
2.1.1.4	Procédure de mesure :Méthode d'acquisition d'image avec appareil photo	60
2.1.2	Pâte de référence.....	62
2.1.3	Répétabilité .....	62
<b>2.2</b>	<b>Effet des paramètres non intrinsèques au matériau.....</b>	<b>63</b>
2.2.1	Evolution d'une pâte de ciment.....	64
2.2.1.1	Hydratation du ciment.....	64
2.2.1.2	Conséquences physiques de la réaction d'hydratation sur l'évolution des matériaux cimentaires.....	65
2.2.1.3	L'eau dans une pâte de ciment : Rappel de la typologie de l'eau présente dans une pâte de ciment hydraté.....	67
2.2.2	Influence des paramètres de préparation.....	68
2.2.2.1	Conditions du stockage du ciment.....	69
2.2.2.2	Moment d'introduction de l'eau .....	71

2.2.2.3	Malaxage.....	72
2.2.3	Influence des paramètres de mise en place.....	75
2.2.3.1	Vibration.....	75
2.2.3.2	Instant de démarrage de l'essai.....	75
2.2.3.3	Température.....	77
2.2.4	Influence de la géométrie: effet de paroi.....	78
2.2.4.1	Fluide à seuil.....	78
2.2.4.2	Effet du diamètre.....	79
2.2.4.2.1	Approche théorique.....	79
2.2.4.2.2	Présence de trois régimes.....	80
2.2.4.2.3	Conséquences.....	82
2.2.4.2.4	Résultats expérimentaux.....	84
2.2.4.3	Effet de la hauteur.....	86
2.2.4.3.1	Constatations expérimentales.....	86
2.2.4.3.2	Interprétations et discussions.....	88
<b>2.3</b>	<b>Conclusion.....</b>	<b>91</b>
<b>2.4</b>	<b>Références.....</b>	<b>92</b>
	<b>Chapitre 3: Ressuage de la pâte de ciment: Effet de la formulation de la matrice cimentaire.....</b>	<b>99</b>
<b>3.1</b>	<b>Effet de E/C.....</b>	<b>99</b>
<b>3.2</b>	<b>Effet du type de ciment.....</b>	<b>100</b>
<b>3.3</b>	<b>Effet des additions minérales.....</b>	<b>102</b>
<b>3.4</b>	<b>Effet de la distribution de taille de particules.....</b>	<b>105</b>
3.4.1	Granulomètre laser.....	106
3.4.2	Résultats et interprétations.....	107
<b>3.5</b>	<b>Effet de l'air occlus.....</b>	<b>108</b>

3.5.1	Description des entraineurs d'air utilisés .....	109
3.5.2	Protocole de préparation de la pâte de ciment .....	110
3.5.3	Résultats et interprétations .....	110
3.5.3.1	Observation macroscopique de la surface de l'échantillon .....	110
3.5.3.2	Résultats expérimentaux.....	111
3.5.3.3	Analyses et interprétations.....	112
<b>3.6</b>	<b>Effet de fibre.....</b>	<b>114</b>
<b>3.7</b>	<b>Conclusions .....</b>	<b>115</b>
<b>3.8</b>	<b>Références .....</b>	<b>115</b>
<b>Chapitre 4 : Analyse de la mesure de ressuage à l'aide des essais normalisés</b>		
	<b>121</b>	
<b>4.1</b>	<b>Essai gravitaire ASTM.....</b>	<b>122</b>
4.1.1	Protocole de mesure .....	122
4.1.1.1	Matériels nécessaires .....	122
4.1.1.2	Procédure de l'essai .....	123
4.1.1.3	Norme modifiée : AFNOR- XP P18-468 .....	124
4.1.2	Résultats expérimentaux et interprétations.....	125
4.1.3	Limites de l'essai .....	127
<b>4.2</b>	<b>Essai de ressuage forcé .....</b>	<b>128</b>
4.2.1	Essais existants dans la littérature.....	129
4.2.2	Essai in situ: Filtre-presse BAUER.....	132
4.2.2.1	Protocole standard [8].....	132
4.2.2.1.1	Principe de l'essai.....	132
4.2.2.1.2	Protocole de l'essai .....	133
4.2.2.2	Mise au point d'un protocole modifié .....	134
4.2.2.2.1	Résultats expérimentaux.....	135

---

4.2.2.2.2	Analyses et discussions.....	136
4.2.2.2.3	Protocole modifié.....	138
4.2.2.3	Extrapolation d'une valeur finale de ressuage .....	139
4.2.2.3.1	Proposition d'une méthode d'extrapolation.....	139
4.2.2.3.2	Vérification de la méthode.....	140
4.2.2.3.3	Correction de la méthode.....	143
<b>4.3</b>	<b>Etude de la corrélation entre les essais ASTM et Bauer .....</b>	<b>145</b>
<b>4.4</b>	<b>Conclusions .....</b>	<b>148</b>
<b>4.5</b>	<b>Références .....</b>	<b>149</b>
	<b>Chapitre 5 : Changement d'échelle pâte-mortier-béton .....</b>	<b>153</b>
<b>5.1</b>	<b>Matériaux étudiés et essais réalisés.....</b>	<b>154</b>
5.1.1	Mortier .....	154
5.1.1.1	Formulation.....	154
5.1.1.2	Protocole de fabrication .....	156
5.1.1.3	Essais réalisés.....	156
5.1.2	Bétons.....	156
5.1.2.1	Etude laboratoire .....	156
5.1.2.1.1	Formulation.....	156
5.1.2.1.2	Protocole de fabrication .....	157
5.1.2.1.3	Essais réalisés.....	157
5.1.2.1.4	Notion de pâte constitutive .....	158
5.1.2.2	Etude in situ .....	158
5.1.2.2.1	Formulation.....	158
5.1.2.2.2	Essais réalisés.....	159
5.1.2.2.3	Pâte constitutive.....	161
<b>5.2</b>	<b>Changement d'échelle: pâte -mortier-béton .....</b>	<b>161</b>

---

5.2.1	Durée de la période d'induction: constatations expérimentales.....	162
5.2.1.1	Changement d'échelle: pâte -mortier .....	162
5.2.1.2	Changement d'échelle: pâte -béton .....	163
5.2.1.3	Béton chantier: Effet de la hauteur .....	164
5.2.2	Vitesse d'extraction de l'eau ressuée: constatations expérimentales.....	165
5.2.2.1	Changement d'échelle: pâte -mortier .....	165
5.2.2.2	Changement d'échelle: pâte -béton .....	166
5.2.2.3	Béton chantier : Effet de la hauteur .....	167
5.2.3	Analyses et discussions.....	168
5.2.3.1	Conditions d'érosion des canaux .....	168
5.2.3.2	Stabilisation du diamètre du canal pendant le régime d'érosion.....	169
5.2.3.3	Nombre de canaux et débit global.....	171
5.2.3.4	Limite supérieure critique de la vitesse d'extraction d'eau .....	172
5.2.4	Consolidation finale.....	173
5.2.4.1	Changement d'échelle: pâte -mortier .....	173
5.2.4.2	Changement d'échelle: pâte -béton .....	175
5.2.4.3	Béton: Effet de la pression.....	176
5.2.5	Analyses et discussions.....	177
<b>5.3</b>	<b>Conclusions .....</b>	<b>179</b>
<b>5.4</b>	<b>Références .....</b>	<b>181</b>
	<b>Conclusion générale .....</b>	<b>185</b>
	<b>ANNEXES .....</b>	<b>193</b>
	<b>Bibliographie générale .....</b>	<b>212</b>
	<b>Liste des Figures .....</b>	<b>222</b>
	<b>Liste des tableaux.....</b>	<b>226</b>

# Introduction générale

Le béton est le matériau manufacturé le plus consommé au monde. C'est un matériau composite complexe. Il est constitué d'un squelette granulaire inerte qui occupe entre 60% et 80% de son volume total et d'une matrice cimentaire. Le squelette granulaire est constitué d'un mélange de sable et de gravillon de taille millimétrique et centimétrique respectivement dans des proportions qui permettent d'optimiser l'empilement granulaire. La matrice est, elle, composée de ciment, d'eau, le plus souvent d'adjuvants et parfois de fibres. Elle est caractérisée essentiellement par le rapport de la masse d'eau sur la masse de ciment. Depuis quelques décennies, afin de diminuer le coûts et l'impact environnemental, une partie du ciment est remplacée par des additions minérales. Le béton peut contenir également des bulles d'air qui peuvent être entraînées naturellement lors du malaxage du béton [1] ou artificiellement avec un ajout d'adjuvants. Leurs diamètres varient généralement entre 10  $\mu\text{m}$  et 1 mm [2]. Par ailleurs, en fonction des performances recherchées, les proportions de ces constituants peuvent largement varier. Ainsi, à ce jour, la famille des bétons est en constante évolution. Nous trouvons à titre d'exemple le béton lourd, le béton léger, le béton fibré et le béton auto-plaçant.

Cependant, les bétons, quelles que soient leur nature ou formulation, sont produits à partir de composants de densités très variées. Soumis à la gravité, ils sont ainsi instables par nature. Les interactions entre grains de ciment permettent cependant dans la majeure partie des cas de stabiliser les différents composants et d'assurer l'homogénéité finale du mélange. Cette stabilité est cependant obtenue au détriment de la fluidité du système [3].

Les bétons de fondations profondes constituent une catégorie à part de bétons de haute technicité du fait de leurs propriétés spécifiques à l'état frais et de leur mise en œuvre sans vibration. Ces propriétés sont assez souvent assurées par l'ajout de polymère [4, 5, 6]. Ce dernier permet d'améliorer la fluidité et de faciliter la mise en œuvre en diminuant l'intensité des interactions entre grains de ciment. Cette modification est,

toutefois et en contrepartie, à l'origine d'une augmentation du risque d'instabilité gravitaire du béton [3].

Une des ces instabilités gravitaires est connue sous le nom de « ressuage ». Sa conséquence est une migration verticale ascendante de l'eau au sein d'un béton fraîchement coulé.

En pratique, ce phénomène est couramment observé sous forme de pellicule d'eau en surface du béton frais. Tant que la quantité d'eau reste limitée, le béton garde sa performance mécanique et aucune pathologie n'est à craindre. Il pourrait même être bénéfique pour le béton car il protège sa surface contre la dessiccation. Cependant, quand elle est excessive, cette instabilité peut être à l'origine d'hétérogénéités des propriétés du matériau et entraîner ainsi une perte de durabilité et de résistance mécanique.

Même s'il n'est pas possible de changer la densité des composants, le ressuage peut être ralenti par la perméabilité du matériau en limitant la migration de l'eau. Il est ainsi possible de formuler des bétons stables dont la perméabilité limite les conséquences de l'instabilité dans le temps nécessaire à la prise du matériau [7]. Cependant, ces matériaux sont souvent coulés sur des profondeurs de quelques dizaines de mètres et le béton situé en pied d'ouvrage est ainsi soumis à des pressions de plusieurs atmosphères. Sous l'effet conjugué de cette pression et de la gravité, des instabilités parfois spectaculaires peuvent apparaître au sein du matériau.

L'instabilité de ressuage peut en effet se présenter sous deux formes: homogène ou localisée. Les instabilités homogènes sont en général abordées comme la consolidation uniforme (au sens de la mécanique des sols) d'une suspension [8, 9] alors que les instabilités localisées trouvent leur origine dans une bifurcation menant au lessivage des particules fines et à l'apparition d'un chemin privilégié du déplacement du fluide [7,10].

De façon à réunir les conditions nécessaires à la mesure du ressuage pour un béton donné sans avoir à passer par la réalisation d'échantillons de tailles similaires à celles des chantiers (de l'ordre de quelques dizaines de mètres de hauteur), la majeure partie

des essais existants tentent d'amplifier artificiellement l'instabilité. Il est possible d'imaginer, ainsi et par exemple, appliquer une surpression amenant la filtration de l'échantillon. C'est le cas de la majorité des essais de filtration actuellement utilisés par l'industrie. Cependant, ces essais sont considérés actuellement comme peu discriminants. Ils sont difficiles à corrélérer entre eux et nous pouvons considérer que le mesure même du ressuage reste encore une question en soi.

Les connaissances actuelles sur le ressuage restent ainsi limitées et ne permettent pas de prédire ces instabilités, leur nature ou leur intensité, ou de les corrélérer à la formulation du produit. Le cahier des charges des bétons de ce type s'appuie alors, par défaut, sur des recommandations empiriques que les industriels européens souhaiteraient actuellement réviser. L'objectif de ce travail est donc de revisiter la question du ressuage à la lumière des avancées les plus récentes dans le domaine de la rhéologie des suspensions cimentaires.

Dans ce cadre, l'objectif de cette thèse est d'identifier la physique mise en jeu lors d'un phénomène de ressuage de façon à proposer une méthodologie de mesure adaptée et un cadre théorique prédictif. Le travail est majoritairement expérimental. Il consiste, dans un premier temps, à essayer de recréer en laboratoire les phénomènes observés en pratique sur un matériau simple à l'échelle de la pâte de ciment, de les caractériser et les comprendre. Ensuite, en se basant sur les phénomènes ainsi identifiés, nous essayons de comprendre le ressuage à l'échelle du béton sur des fondations in situ.

Dans un premier chapitre, nous commençons par une description et une analyse d'une expérience simple permettant de poser les questions traitées dans ce mémoire de thèse et les relier à la littérature existante. Nous identifions à partir de cette analyse les différents régimes du phénomène de ressuage.

Dans un second chapitre, nous présentons le matériau et le protocole expérimental de référence que nous utilisons pour caractériser le ressuage de la pâte de ciment au laboratoire. Nous proposons une méthode expérimentale de mesure basée sur une technique automatisée de prise de photos et de traitement d'images nous permettant de

suivre la progression de l'épaisseur de la couche d'eau ressuée en toute précision. Puis, nous étudions l'effet des différents paramètres expérimentaux, non intrinsèques au matériau, entrant en jeu dans un protocole d'essai de ressuage sur pâte de ciment. Nous faisons varier ces paramètres un par un afin de capturer l'effet de chaque paramètre sur le résultat de l'essai. Un intérêt particulier est porté sur l'effet de paroi.

Dans un troisième chapitre, nous étudions, d'une manière exploratoire, l'influence des paramètres de la formulation sur le phénomène de ressuage. L'accent est mis sur le rôle du rapport massique entre eau et ciment et sur le rôle des bulles d'air.

Dans un quatrième chapitre, nous étudions deux essais normalisés utilisés à ce jour par les industriels pour la mesure du ressuage sur chantier. Nous analysons, dans un premier temps, la réponse de chaque essai à partir de la littérature et des résultats expérimentaux obtenus. Nous identifions ainsi l'origine des limites d'utilisation susceptibles d'être rencontrées pour chaque essai. Nous proposons alors des améliorations potentielles de protocole nous permettant de reproduire plus fidèlement dans ces essais un phénomène réel de ressuage. Nous étudions enfin le degré de corrélation entre ces deux essais en se basant sur des essais que nous avons réalisés dans le cadre d'un projet européen sur 12 chantiers en France.

Dans un cinquième chapitre, nous étudions l'effet du changement d'échelle de la pâte de ciment à l'échelle du mortier et ensuite à l'échelle du béton sur la physique du ressuage du matériau. A l'échelle du béton, nous réalisons des essais dans deux cadres différents : essai au laboratoire et in situ. Nous focalisons notre analyse sur l'effet de l'ajout des inclusions sur le comportement de la pâte pendant les régimes du ressuage identifiés dans le premier chapitre. Nous développons, à partir de ces analyses, un modèle permettant de prédire la vitesse de ressuage dans une fondation à partir de la mesure de sa vitesse de ressuage sur un essai de laboratoire

---

## Références

---

- [1] J. Dils, V. Boel, G. De Schutter, Influence of cement type and mixing pressure on air content, rheology and mechanical properties of UHPC, *Construction and Building Materials*, Volume: 41 Pages: 455–463, 2013.
- [2] S. Mindess, J.F. Young, D. Darwin, *Concrete*, Second Edition, Prentice-Hall, Page :644 2003.
- [3] A. Perrot, T. Lecompte, H. Khelifi, C. Brumaud, J. Hot, N. Roussel, Yield stress and bleeding of fresh cement pastes, *Cement and Concrete Research*, Volume: 42 Issue: 7 Pages: 937-944, 2012.
- [4] R.J. Flatt, Chap. 7 - Superplasticizers and the rheology of concrete, in: *Underst. Rheol. Concr.*, Edited by N. Roussel, Woodhead Publishing, 2012, pp. 144–208
- [5] J. Hot, H. Bessaies-Bey, C. Brumaud, M. Duc, C. Castella, N. Roussel, Adsorbing polymers and viscosity of cement pastes, *Cement and Concrete Research*, 63 (2014) pp. 12-19
- [6] K.H. Khayat (1998), Viscosity-enhancing admixtures for cement-based materials, *Cement and Concrete Research*, vol. 20, pp. 171-188.
- [7] G.Giaccio, A. Giovambattista, Bleeding : Evaluation of its effects on concrete behaviour, *Matériaux and structures (RILEM) v112* , pages 265 - 71, juillet-aout , 1986
- [8] T. Powers, *The Bleeding of Portland Cement Paste, Mortar and Concrete Treated as a Special Case of Sedimentation*, Portland Cement Association, Bulletin No 2, Chicago, 1939.
- [9] L. Josserand, O. Coussy, F. de Larrard, Bleeding of concrete as an ageing consolidation process, *Cement and Concrete Research*, Volume 36, Issue 9, Pages 1603-1608, September 2006.
- [10] G.Giaccio, A. Giovambattista, Bleeding : Evaluation of its effects on concrete behaviour, *Matériaux and structures (RILEM) v112* , pages 265 - 71, juillet-aout , 1986



---

## **Chapitre 1**

# **Constatations expérimentales sur une pâte de ciment**

---



# **Chapitre 1: Constatations expérimentales**

## **sur une pâte de ciment**

Nous choisissons de commencer ce premier chapitre de cette thèse en présentant une expérience simple à partir de laquelle nous posons les questions traitées dans ce mémoire de thèse et les relierons à la littérature existante.

De façon à atteindre cet objectif de façon directe, nous ne rentrons pas ici dans les détails du protocole expérimental. Il est important de garder à l'esprit que cette expérience n'est simple qu'en apparence puisqu'elle se situe dans un régime spécifique dans lequel le ressuage se poursuit jusqu'à la consolidation finale de l'échantillon et dans lequel certains effets d'échelles sont spécifiques au matériau étudié. Une grande partie du travail de thèse présenté par la suite consistera à montrer qu'il existe d'autres régimes et que l'expérience simple décrite ici est en fait un cas particulier, courant certes mais loin d'être une réponse universelle des matériaux cimentaires.

Le lecteur, s'il le souhaite, trouvera tous les détails sur le matériau et le protocole expérimental dans le chapitre 2. Nous considérons à ce stade que ce choix de démarrer ce manuscrit par la description et l'analyse d'une expérience de « coin de table » et de repousser la description du long travail de mise au point de cette expérience sera favorable à la visibilité des points essentiels de ce travail et de la démarche scientifique retenue.

### **1.1 Constatations expérimentales et positionnement dans la littérature**

Nous mettrons l'accent, dans cette partie, sur cinq constatations expérimentales majeures. Les deux premières sont issues d'une analyse de la cinétique du phénomène

de ressuage. Les autres constatations sont issues des observations macroscopiques et microscopiques de l'échantillon testé.

### 1.1.1 Cinétique du ressuage

Afin d'étudier la cinétique du ressuage, trois échantillons de hauteurs différentes (16cm, 30cm et 40cm) ont été étudiés. La pâte testée est une pâte de rapport massique Eau/Ciment égal à 0,6 (Cf. Chapitre 2). L'essai réalisé, comme illustré sur la Figure 1-1, consiste à suivre la progression de l'épaisseur de la couche d'eau ressuée d'une pâte de ciment dans un cylindre transparent de diamètre 7,7cm. Le suivi est assuré à l'aide d'une technique d'acquisition et d'analyse d'image (Cf. Chapitre 2).



*Figure 1-1: Illustration de la méthode d'acquisition d'image par appareil photo*

A ce stade, il semble important de noter que, dans notre cas, le diamètre du tube est suffisamment large pour négliger tout effet de paroi sur le phénomène de ressuage. Nous reviendrons sur une analyse approfondie de l'effet de paroi et sur une description détaillée du protocole utilisé ainsi que la méthode d'acquisition d'image dans le deuxième chapitre.

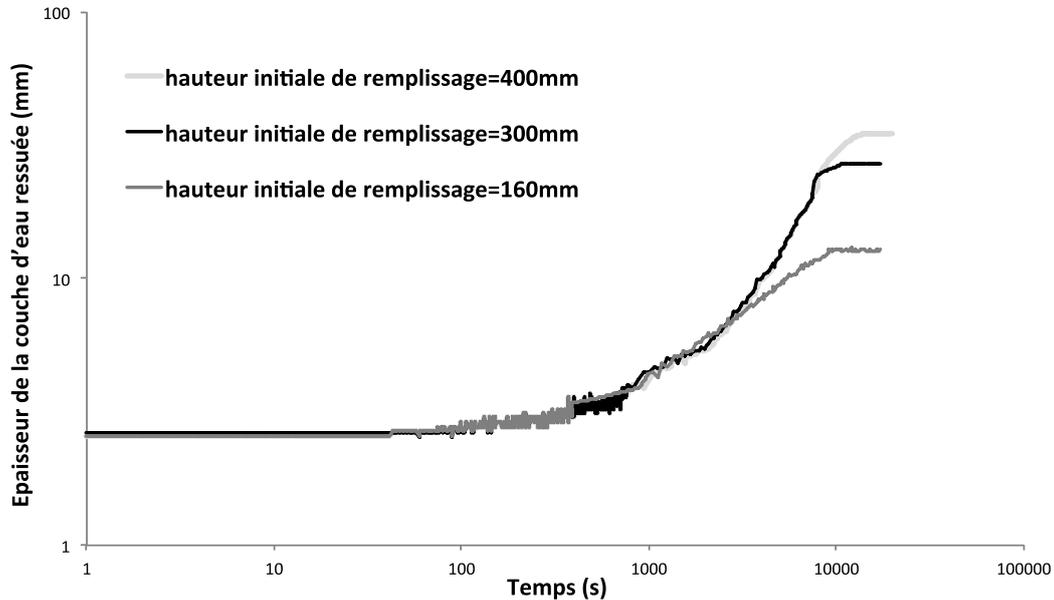


Figure 1-2 : Epaisseur de la couche d'eau ressuée en fonction du temps pour trois hauteurs de remplissage initiales différentes.

Nous traçons sur la Figure 1-2 l'épaisseur de la couche d'eau ressuée en fonction du temps pour les trois hauteurs étudiées. Les résultats expérimentaux présentés sur cette figure, mettent en évidence deux premières constatations :

#### 1.1.1.1 Première constatation: La présence de trois régimes

Nous notons, dans un premier temps, la présence de trois régimes. Ces régimes peuvent être présentés comme suit :

##### Régime 1 : Période d'induction

En dessous de 1000 secondes (environ 15 minutes), nous notons l'existence d'un régime de très faible épaisseur de couche d'eau ressuée. Nous remarquons également que la durée de cette période est toujours la même et ne dépend pas de la hauteur de l'échantillon testé. Par la suite, cette période sera appelée « période d'induction ».

Par ailleurs, il est important de préciser que cette période ne pourrait pas être capturée à une échelle de temps linéaire et que l'épaisseur d'eau ressuée dans cette période est celle qui existait déjà à la fin de la phase de remplissage du tube. Nous suggérons que cette épaisseur initiale est due essentiellement à une séparation de phases lors de l'écoulement nécessaire au remplissage et à la mise en place de l'échantillon [1].

### **Régime 2 : Période de vitesse d'extraction constante**

Dans les 4000 premières secondes (environ une heure), nous notons une période de vitesse d'extraction d'eau constante. Nous remarquons que, comme pour la période d'induction, cette période ne dépend pas de la hauteur de l'échantillon testé. Le ressuage se produit de la même manière quelle que soit la hauteur initiale de l'échantillon. Par la suite, cette période sera appelée « période de vitesse d'extraction constante ».

Une observation plus approfondie de la courbe nous a permis de souligner l'existence d'une période intermédiaire entre la période d'induction où la vitesse d'extraction est nulle et cette période où la vitesse d'extraction est constante. Cette période intermédiaire est une période d'accélération au cours de laquelle la vitesse augmente jusqu'à atteindre un régime constant. Nous notons qu'elle ne dépend pas non plus de la hauteur de l'échantillon testé.

### **Régime 3 : Période de consolidation**

Sur des échelles de temps plus longues, la vitesse de ressuage décroît lentement jusqu'à s'annuler. Il est important de noter que pour le matériau testé ici, il reste encore deux heures avant le début de la prise. La prise du matériau n'est pas alors à l'origine de ce ralentissement. De plus, pendant ce régime l'épaisseur finale d'eau ressuée est proportionnelle à la hauteur initiale de l'échantillon. Par la suite, cette période sera appelée « période de consolidation ».

En outre, en traçant sur la Figure 1-3, la fraction volumique solide finale en fonction de la hauteur initiale de l'échantillon, nous notons un même état de consolidation finale pour tous les échantillons étudiés.

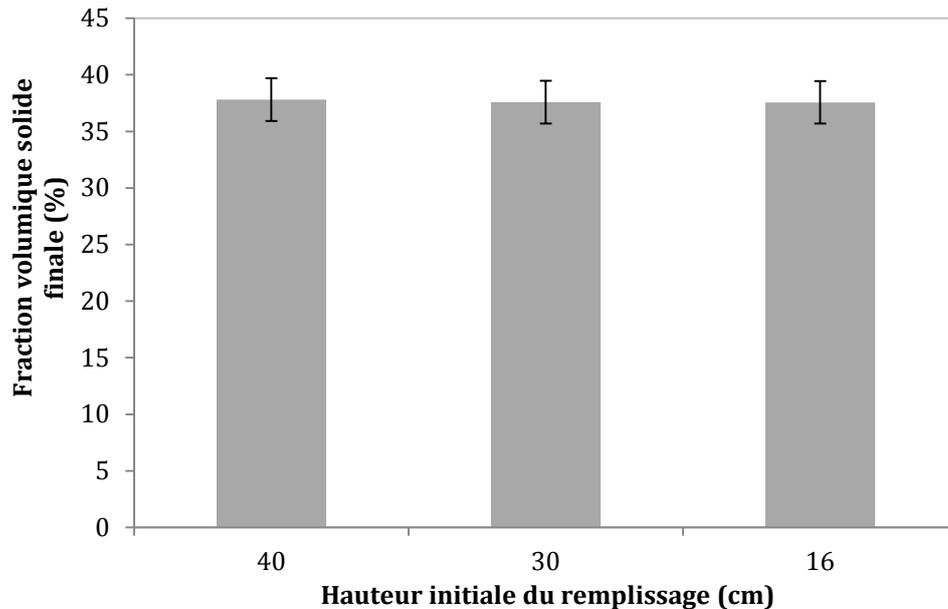


Figure 1-3: Fraction volumique solide finale pour les différentes hauteurs de remplissage initiales étudiées

### 1.1.1.2 Les trois régimes dans la littérature

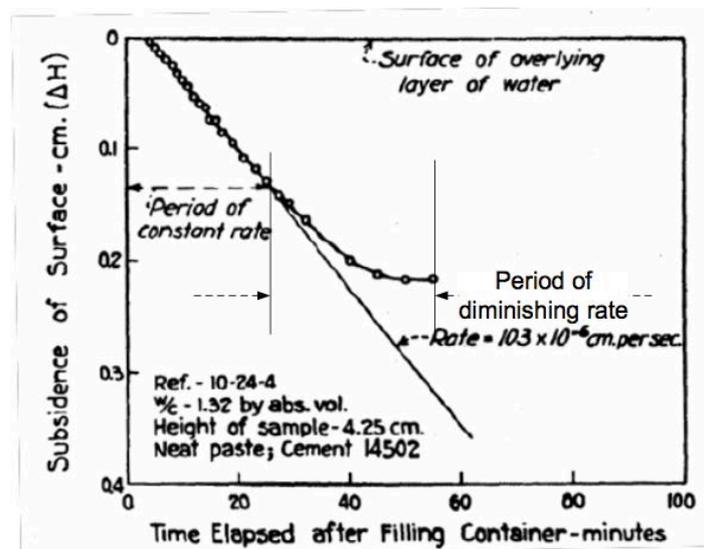
#### 1.1.1.2.1 Approche théorique

En théorie, si nous considérons que nous sommes face à une consolidation homogène d'un milieu poreux déformable, en appliquant la loi de Darcy, la quantité d'eau extraite de l'échantillon après un temps  $t$  devrait être proportionnelle à  $\Delta\rho g K t / \mu_0$  où  $\mu_0$  est la viscosité du fluide interstitiel,  $\Delta\rho$  est la différence de densité entre les particules et le liquide et  $K$  est la perméabilité de la pâte fraîche.

En considérant cette relation, nous nous attendons à ce que la vitesse de ressuage soit constante au début de l'essai. Ensuite, sur des échelles de temps plus longues, cette vitesse devrait diminuer suite à la diminution de la perméabilité pendant le phénomène de consolidation [2]. Quand l'état final de cette consolidation est atteint, nous devrions mesurer une même fraction volumique solide finale de la pâte pour les différentes hauteurs testées. Nos résultats, détaillés plus haut, sont en parfaite cohérence avec ces prédictions et par conséquent avec la vue du ressuage comme étant un phénomène de consolidation homogène d'un milieu poreux déformable.

### 1.1.1.2.2 Résultats de la littérature

Il existe une importante littérature dédiée à l'étude de la physique de ressuage. La plupart des auteurs montrent que le ressuage est caractérisé essentiellement par une période de vitesse d'extraction constante puis cette vitesse décroît lentement jusqu'à s'annuler. Cette approche a été développée il y a longtemps dans les travaux de Powers [3] et résumée dans sa courbe typique de ressuage (Figure 1-4). Par la suite, d'autres auteurs [4,5,6,7] ont confirmé cette approche dans leurs travaux.



Par ailleurs, bien que ces auteurs soient tous d'accord sur le fait que le ressuage est représenté par deux régimes, leurs études expliquent différemment l'origine du deuxième régime de ralentissement.

Les travaux de Powers et Steinour [3,8] ont traité le ressuage comme étant un phénomène provoqué principalement par la sédimentation de particules isolées.

Selon Tan et al. [9], le ressuage de la pâte de ciment d'un rapport E / C entre 0,32 et 0,63, est principalement provoqué par la consolidation des particules de ciment. Pour expliquer ses résultats, il s'est basé sur une analogie à la mécanique des sols et abordé le problème comme la réponse collective d'un assemblage de grains.

Plus tard en 1997, le même auteur a montré que le ressuage dans une pâte de ciment à base de ciment d'une surface spécifique d'environ 317 m<sup>2</sup> / kg avec un rapport E/C de 0,51 résulte à la fois d'un phénomène de sédimentation et de consolidation, alors que pour un rapport E/C de 0,44 le ressuage résulte uniquement du phénomène de consolidation. Ceci rejoint en partie l'hypothèse de Powers et Steinour [3, 8] selon laquelle le ressuage trouve son origine dans une sédimentation des grains.

Selon Yang et al. [10] la floculation est un autre processus qui pourrait influencer la sédimentation à l'origine du phénomène de ressuage. La formation de floccs de grains de ciment accélèreraient la sédimentation du système en augmentant le diamètre effectif des éléments sédimentant.

En revanche, les travaux de Josserand [2], ont considéré le ressuage comme étant un phénomène de consolidation plutôt qu'un phénomène de sédimentation.

A ce stade, nous pouvons conclure que, malgré la diversité des explications de l'origine de la période d'extraction constante, les travaux de la littérature montrent que le ressuage est homogène et capturé essentiellement par deux régimes. Cependant, il semble nécessaire de rappeler que nos constatations, présentées plus haut, ont souligné l'existence aussi d'un premier régime de très faible vitesse d'extraction appelé « période

d'induction ». Ce régime est connu des praticiens du béton qui connaissent l'existence d'une période durant laquelle le béton ne resseue pas (Cf. Figure 1-5). Ainsi, la question qui pourrait se poser, à ce stade est : quelle est l'origine de l'existence de cette période d'induction ?

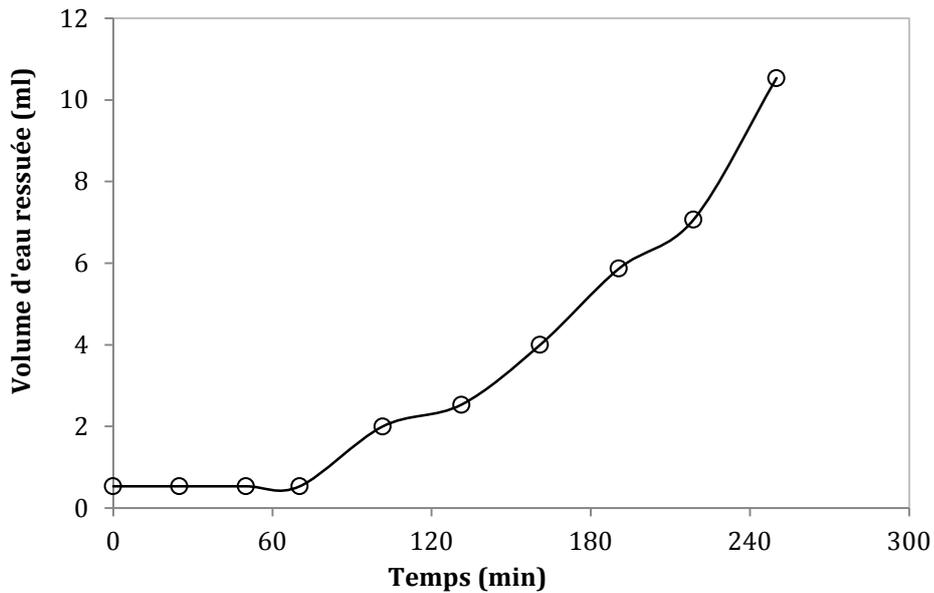


Figure 1-5 Volume d'eau ressuée en fonction du temps pour un béton sur chantier (Soletanche-Bachy)

### 1.1.1.3 Deuxième constatation: Paradoxe sur la perméabilité

Si nous considérons encore une fois la loi de Darcy et que nous sommes face à une consolidation homogène d'un milieu poreux déformable, la vitesse macroscopique d'extraction de l'eau  $V$  s'écrit alors :

$$V = \frac{\Delta\rho gk}{\mu_0} \quad (1-1)$$

où  $\mu_0$  est la viscosité du fluide interstitiel,  $\Delta\rho$  est la différence de densité entre les particules et le liquide et  $k$  est la perméabilité intrinsèque.

La perméabilité de cette pâte initialement homogène peut être estimée à l'aide de la relation de Kozeny-Carman

$$K = \frac{\varphi^3 d^2}{45 (1-\varphi)^2} \quad (1-2)$$

avec  $\varphi$  la porosité. Cette perméabilité est de l'ordre de  $10^{-14}$  m<sup>2</sup> pour le rapport E/C de 0,6 étudié ici. Nous rappelons que cette valeur est en corrélation avec des mesures récentes effectuées dans [11] sur des pâtes de ciment fraîches.

Par ailleurs, si nous considérons cette valeur théorique de perméabilité apparente, la valeur de la vitesse est estimée alors à  $10^{-6}$  m/s. Nous notons que cette valeur théorique est bien celle mesurée expérimentalement pendant la période d'induction. Toutefois, nous notons qu'elle est bien inférieure à la valeur de la vitesse mesurée expérimentalement pendant la période d'extraction constante qui est de l'ordre de  $5 \cdot 10^{-4}$  m/s. De plus, si nous considérons une valeur de vitesse de  $10^{-6}$  m/s, l'épaisseur de la couche d'eau ressuée à la fin de l'essai après  $10^4$  s (environ 3 heures) devrait être inférieure à 50 micromètres alors qu'elle a atteint 10 mm sur la Figure 1-2.

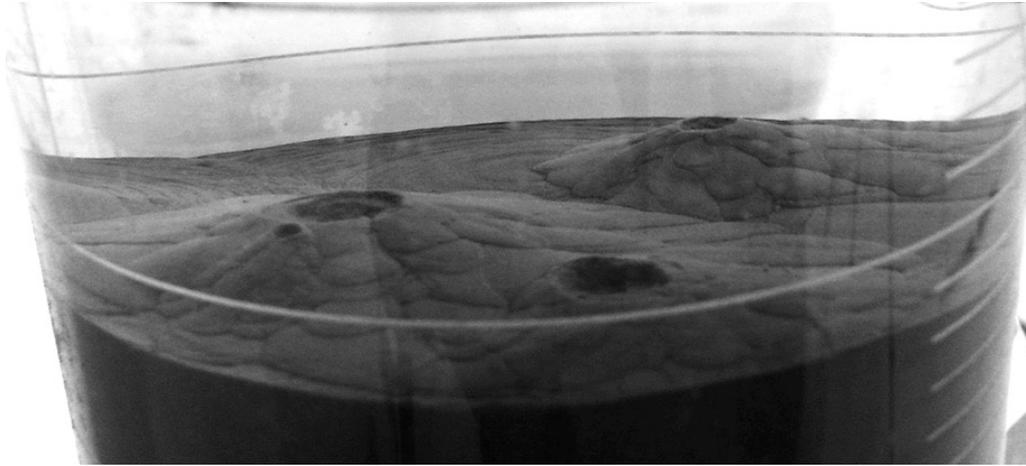
A ce stade, nous pouvons conclure que toutes ces observations mettent en évidence que la perméabilité apparente de l'échantillon pendant le régime de vitesse d'extraction constante est supérieure à la perméabilité initiale de l'échantillon après remplissage et elle augmente jusqu'à atteindre une valeur constante. Ceci nous permet de souligner que la perméabilité du système change et que le système n'est plus homogène. Ainsi, la deuxième question qui pourrait se poser est: quelle est l'origine de l'augmentation de la perméabilité et de l'hétérogénéité du système ?

## **1.1.2 Observation macroscopique et microscopique de l'échantillon**

### **1.1.2.1 Troisième constatation : Hétérogénéité à la surface**

Nous présentons sur la Figure 1-6 la surface des échantillons à la fin de l'essai de ressuage. En première observation, nous notons une forte hétérogénéité de la surface. Cette hétérogénéité est due à la création aléatoire de canaux d'extraction d'eau. Nous notons de même que des particules de ciment sont extraites de l'échantillon à travers

ces canaux. L'accumulation de ces particules de ciment à la surface est, par ailleurs, à l'origine de la formation des formes spécifiques représentées sur la Figure 1-6.



*Figure 1-6: Illustration des canaux d'extraction d'eau à la surface du tube à la fin de ressuage de la pâte de référence*

En outre, il semble intéressant de noter que la taille de ces canaux est inférieure à 1mm et se sont formés principalement pendant les 1000 premières secondes de l'essai. La progression de leur apparition à la surface à travers les différents régimes de ressuage peut être décrite comme suit :

Période d'induction : Absence de canaux.

Période d'accélération : Canaux partiellement formés et détectés visuellement à la surface de l'échantillon.

Période de vitesse d'extraction constante : Canaux complètement formés à la surface dont la taille et le nombre n'augmentent plus.

Période de consolidation : Mêmes canaux observés dans la période de la vitesse d'extraction constante.

### **1.1.2.2 Quatrième constatation : Hétérogénéité à l'intérieur de l'échantillon**

Les observations à la surface présentées ci-dessus fournissent une appréciation globale des caractéristiques des canaux. Cependant, elles ne fournissent aucune vision claire de leur existence et leur caractéristique à l'intérieur du système. Dans ce cadre, une étude microscopique à la micro-tomographie a été réalisée.

#### **1.1.2.2.1 Mesure par Micro-tomographie**

Pour notre étude, nous avons utilisé un micro-tomographe à rayons X XR- $\mu$ CT disponible au laboratoire Navier (Ultratom de RX-Solution). La tension ainsi que le courant du tube ont été fixés respectivement à 150 kV et 179  $\mu$ A. Le temps de scan était d'environ 30 minutes. Des images 3D ont été ainsi reconstruites avec une taille de voxel (un pixel 3D) de 54 x 54 x 54  $\mu$ m à l'aide du logiciel X-Act fourni par le fabricant du dispositif CT Computed tomography (Valton 2007). Pour notre analyse, les projections ont été décalées dans la direction verticale avant la reconstruction pour prendre en compte la progression de la consolidation de l'échantillon. La taille globale du volume de l'échantillon radiographié est de 1529 x 1529 x 1253 voxels. Plus de détails sur le protocole de mesure par micro-tomographie sont reportés en ANNEXE A.

#### **1.1.2.2.2 Résultats expérimentaux**

Nos images micro-tomographiques sont présentées dans la Figure 1-7. Les zones présentées correspondent à une même zone du matériau au centre de notre tube d'essai. Elles sont capturées 30 minutes (figure de gauche) et 2,5 heures après la mise en place de la pâte dans le tube (figure de droite).

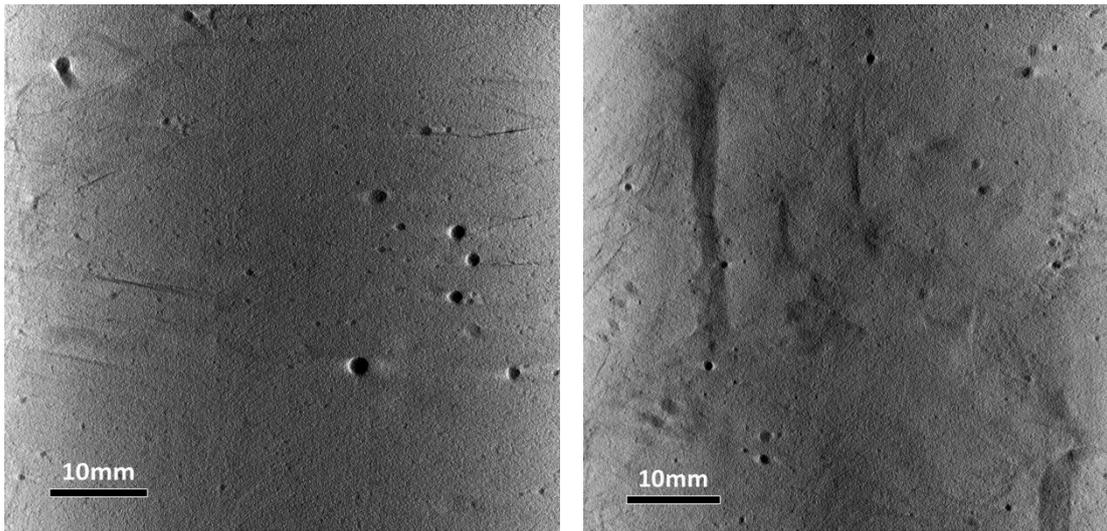


Figure 1-7: Images micro-tomographiques de la pâte de ciment de référence à 30 minutes (gauche) et 2,5 heures (droite) après la mise en place de la pâte dans le tube

Nous observons sur la Figure 1-7 (gauche), un matériau quasiment homogène avec la présence de quelques défauts. Ces défauts sont, à priori, les bulles d'air piégées à l'intérieur de la pâte de ciment. Sur la Figure 1-7 (droite), nous notons la disparition partielle de ces défauts et l'apparition des zones de localisation d'écoulement d'eau. Ces zones sont caractérisées par une densité plus faible. Elles contiennent cependant encore des particules.

### **1.1.2.3 Cinquième constatation : Diversité de configurations des canaux**

#### **1.1.2.3.1 Effet de la mise en place de l'échantillon**

Nous illustrons dans la Figure 1-8 la surface du tube à la fin du ressuage de la pâte sans vibration (gauche) et avec vibration (droite). Nous précisons que la vibration du tube a été réalisée directement après son remplissage et pendant 3 minutes. Nous notons ainsi qu'une vibration du tube après remplissage pourrait augmenter le nombre de canaux tout en diminuant leur diamètre. La quantité finale d'eau ressuée reste, toutefois, inchangée. Il semble important également de préciser que cet effet a été observé sur un ensemble d'essai.

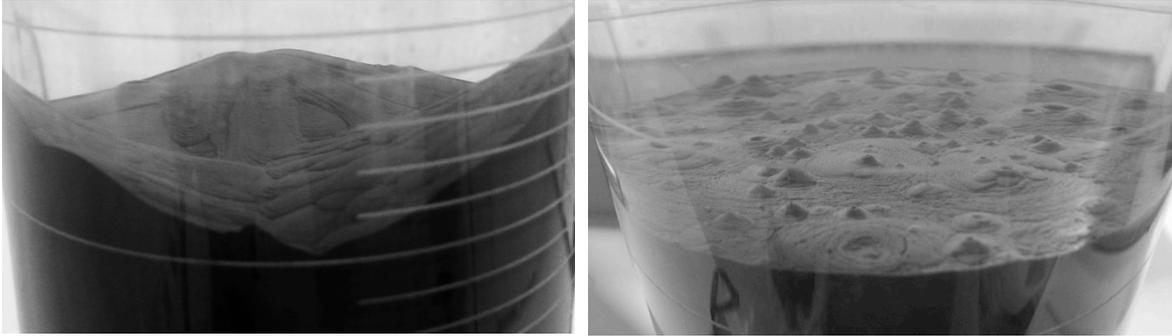


Figure 1-8: Illustrations de la surface du tube à la fin du ressuage de la pâte de référence sans vibration (gauche) et avec vibration (droite)

### 1.1.2.3.2 Essais réalisés dans des conditions identiques

Nous présentons sur la Figure 1-9 la surface du tube à la fin de deux essais identiques réalisés à partir d'une même pâte de ciment. Une attention particulière a été portée pour que la mise en place de la pâte soit identique. Nous notons que le nombre de canaux varie fortement et de manière aléatoire. Le ressuage final est, toutefois, le même. Il est important de noter que l'essai a été réalisé sur 5 échantillons et que nous présentons dans la Figure 1-9 les deux cas extrêmes. Par ailleurs, suite à ces constatations et face à un tel comportement, nous sommes confrontés à une quatrième question : quelle est l'origine de ces diverses configurations ?



Figure 1-9: Illustration des canaux d'extraction d'eau à la surface du tube à la fin du ressuage de la pâte de référence : Deux cas extrêmes de 5 essais réalisés dans des conditions identiques (contraste artificiellement amélioré).

### 1.1.2.3.3 Effet du rapport E/C

Nous présentons sur la Figure 1-10 une troisième illustration de la surface d'une pâte de ciment de E/C de 0,4. Nous notons que les canaux sont beaucoup moins visibles. Cette constatation nous amène aussi à se demander si ces canaux existent toujours et si le ressuage est toujours accompagné d'une formation de canaux à la surface ou pas.



Figure 1-10: Illustration de la surface du tube à la fin du ressuage d'une pâte de ciment de E/C de 0,4

### 1.1.2.4 Hétérogénéité dans la littérature

Dans la littérature, le phénomène du ressuage a souvent fait l'objet d'une étude macroscopique d'un phénomène homogène. En réalité, comme observé plus haut, le phénomène de ressuage semble être plus complexe puisqu'il semble impliquer une réorganisation de l'échantillon. Il paraît aussi être capable de générer des hétérogénéités et de provoquer une augmentation de la perméabilité effective de la pâte fraîche.

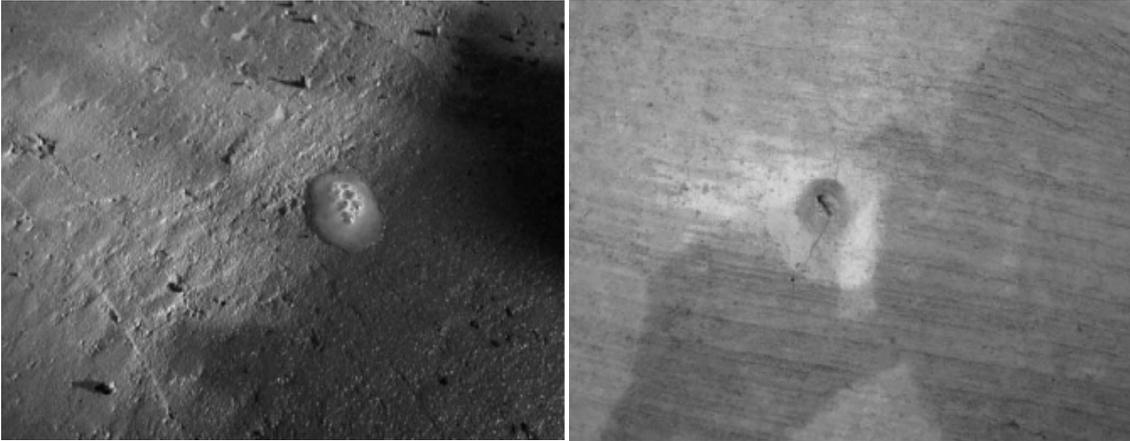
Dans ses travaux [3], Powers a distingué deux types de ressuage. Un ressuage homogène suite à une consolidation uniforme du matériau et un ressuage localisé à travers des canaux développés dans le matériau. Dans la suite de ses travaux, seulement le premier type de ressuage a fait l'objet d'une étude approfondie. En 1986, les travaux de Giaccio et

al. [5] ont également mis en évidence l'apparition de ces canaux. Ils ont suggéré que le phénomène de localisation n'apparaît que si la vitesse initiale du ressuage dépasse  $0,06 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$ . En 2002, les travaux de thèse de Josserand [7] ont présenté les deux types de ressuage. Cependant, dans le but de simplifier l'étude, une bonne partie de ces travaux s'est limitée au cas du ressuage homogène non localisé. Par ailleurs, une explication physique de l'apparition des canaux a fait partie de ses perspectives de recherche.

De plus, il est important de noter que le problème de localisation de ressuage, observé dans ces travaux à l'échelle de laboratoire, reflète, en outre, un phénomène réel rencontré en pratique. Ceci pourrait être illustré dans la Figure 1-11 et la Figure 1-12 qui présentent un ressuage localisé sur différents chantiers. Aussi, en 1968, dans le cadre d'un projet de pieux forés à Singapour, des chercheurs et des ingénieurs [12] ont signalé la présence des canaux pour un certain nombre de pieux forés. La présence de ces canaux a soulevé de sérieuses inquiétudes au sujet de la durabilité des pieux.



*Figure 1-11: Exemple 1: Localisation du ressuage sur chantier (parois moulées) [13]*



*Figure 1-12: Exemple 2 : Localisation du ressuage sur chantier*

## **1.2 Approche retenue dans ce travail**

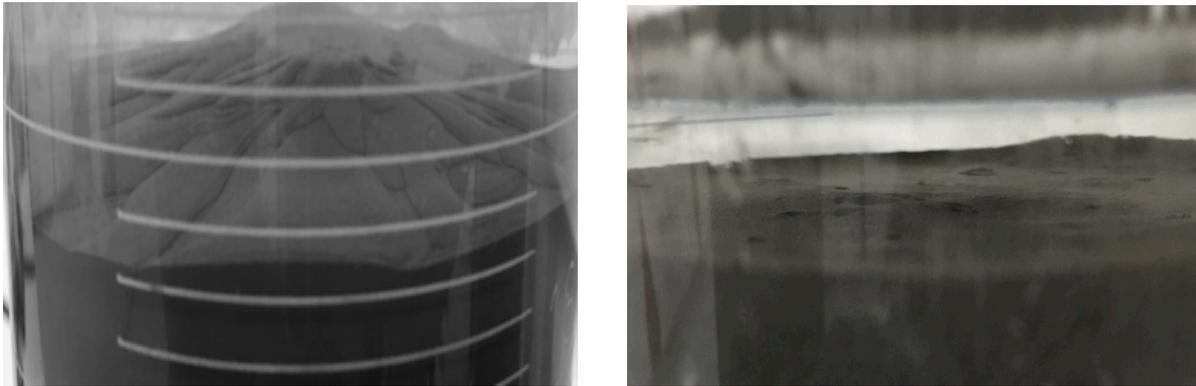
### **1.2.1 Origine des défauts du système**

Nous faisons l'hypothèse que, de façon similaire à l'initiation de fissures, l'initiation des canaux se localise à certains défauts locaux du système (i.e. les zones les plus perméables ou les zones les plus poreuses). Ceci nous permet de suggérer alors que la percolation des canaux est dictée par la distance moyenne entre ces défauts et ne pas par la hauteur de l'échantillon. Cette suggestion pourrait ainsi expliquer l'indépendance de la durée de la période d'induction à la hauteur de l'échantillon observée dans la section 1.1.1.

Dans ce cadre, la distribution de la taille des bulles d'air, par exemple, pourrait être considérée comme étant des défauts et jouer un rôle majeur. Afin d'appuyer cette première hypothèse, nous avons étudié de façon préliminaire le ressuage de deux pâtes de ciment de différentes distributions de taille de bulles d'air. Les deux pâtes sont préparées à un E/C égal à 0,5. La première contient un surfactant de type « entraîneur d'air » qui entraîne principalement de petites bulles d'air [14] et la deuxième ne contient pas de surfactant. A ce stade, nous nous contentons de retenir qu'on est capable, en

utilisant un tel surfactant, de réduire pour un même matériau la taille des bulles d'air. Ceci revient ainsi à diminuer l'hétérogénéité des défauts du matériau.

Des illustrations de la surface à la fin de l'essai sans et avec polymère sont présentées dans la Figure 1-13. Nous notons une disparition de la forte localisation observée dans une pâte sans ajout de surfactant.



*Figure 1-13: Illustrations des canaux d'extraction d'eau à la surface du tube à la fin du ressuage d'une pâte de ciment de E/C de 0,5 sans entraîneur d'air (gauche) et avec entraîneur d'air (droite)*

A ce stade, nous pouvons suggérer que la localisation et l'hétérogénéité semble se baser essentiellement sur les défauts du système (les bulles d'air au premier ordre). Nous suggérons alors que la durée de la période d'induction correspond au temps nécessaire pour percoler les défauts initiaux du système. Cette percolation, qui sera traitée en détail par la suite, est à l'origine de l'initiation de la formation de canaux. Dans ces canaux se localisent, les premiers écoulements qui sont capables de réorganiser le système.

### 1.2.2 Origine de la formation des canaux

Nous considérons maintenant, comme schématisé sur la Figure 1-14, un système constitué d'une pâte de ciment initialement homogène (sans formation de canaux). En faisant l'hypothèse que les chemins d'écoulement, dans ce cas, sont les réseaux de porosités formés entre les grains de ciment de diamètre  $d = 10 \mu\text{m}$ , ces chemins possèdent alors les caractéristiques suivantes :

Taille de la porosité:  $D \approx \frac{d}{5}$  (1-3)

Nombre de chemins d'écoulement:  $N_c \approx \frac{1}{d^2}$  (1-4)

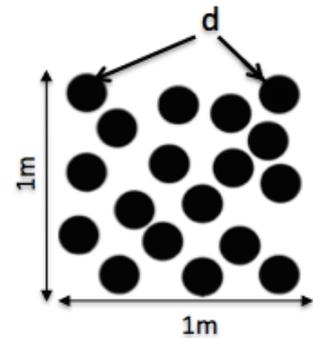


Figure 1-14: Présentation schématique d'une pâte homogène

La vitesse d'écoulement peut être alors estimée à partir de la loi de Poiseuille comme suit :

Débit dans un chemin d'écoulement :  $Q_0 = \frac{\pi R^4 \Delta P}{8\mu_0 \Delta x} = \frac{\pi (D/2)^4 \Delta \rho g}{8\mu_0} = \frac{\pi (d/10)^4 \Delta \rho g}{8\mu_0}$  (1-5)

Débit total initial :  $Q_{\text{tot}} = N_c Q_0 = N_c \frac{\pi (d/10)^4 \Delta \rho g}{8\mu_0} = \frac{\pi (d^2/10^4) \Delta \rho g}{8\mu_0}$  (1-6)

Vitesse d'écoulement :  $V = \frac{Q_{\text{tot}}}{N_c} \frac{1}{D^2} \approx 25 Q_{\text{tot}} \approx 10^{-6} \text{ m/s}$  (1-7)

Nous notons qu'une vitesse de même ordre de grandeur a été retrouvée expérimentalement pendant la période d'induction présentée dans la Figure 1-2. De plus, elle est cohérente avec la valeur théorique de la vitesse de darcy calculée avec une perméabilité de l'ordre de  $10^{-14} \text{ m}^2$  [15].

A ce stade la question qui se pose est la suivante : cette vitesse est-elle suffisante pour créer un réarrangement des plus petits grains dans le système et former des canaux ?

Le ciment est une suspension de particules de différentes tailles allant de  $1 \mu\text{m}$  à  $100 \mu\text{m}$ . De par cette poly-dispersité, il existe dans une pâte de ciment plusieurs types d'interactions. Toutefois, il a été montré dans [15] que le ressuage est dicté essentiellement par la présence des forces colloïdales et des forces de gravité dans une pâte de ciment à une fraction volumique solide donnée. Par ailleurs, dès que le ressuage se produit et l'eau s'écoule dans un tel milieu poreux, une force de traînée s'applique, en plus, sur les grains de ciment et elle s'amplifie avec la vitesse d'extraction de l'eau. Dans ce qui suit nous présenterons sommairement les intensités de ces interactions.

### Forces colloïdales

Quand elles ne sont pas en contact direct, plusieurs types d'interactions à distance existent entre les particules de ciment [16,17]. A courtes distances, ces interactions peuvent être via des forces attractives de Van der Waals [18]. Ainsi, les interactions de Van der Waals semblent, dans le cas des pâtes de ciment, dominer les autres forces attractives et impose par ailleurs la distance interparticulaire [19,20].

L'intensité des forces colloïdales entre particules peut être alors estimée à partir de l'intensité des forces attractives de Van der Waals de l'ordre de :  $(A_0 a^*) / (12H^2)$ .

Où  $a^*$  est le rayon de courbure des points de contact (i.e. rugosité typique de surface du grain).  $H$  est la distance de séparation inter-surfacique aux points de contacts (i.e. de l'ordre de quelques nanomètres [21, 17]). Cette distance est très affectée par la présence des polymères dans la suspension ce qui explique la diminution de la valeur des forces colloïdales en présence des polymères. Enfin,  $A_0$  est la constante d'Hamaker non

retardée [18]. Nous notons alors que l'intensité de ces forces colloïdales semble ne pas dépendre de la taille des particules mais semble dépendre de la rugosité de la surface qui pourrait être considérée la même pour toutes les particules.

### Force de gravité

En supposant que les particules sont sphériques, la force de gravité est de l'ordre de  $(\Delta\rho g \pi d^3) / 6$

avec  $\Delta\rho$  est la différence de densité entre les particules et le liquide et  $d$  est la taille de particule de ciment sphérique. Nous notons que cette force dépend de la taille des particules de ciment.

### Force de traînée

L'intensité de la force de traînée est exprimée selon la loi de Stokes par :

$$F_D = 3\pi\mu d V_{loc} \quad (1-8)$$

où  $\mu$  est la viscosité dynamique du fluide,  $d$  est la taille de particule de ciment sphérique et  $V_{loc}$  est la vitesse d'écoulement locale qui est de l'ordre de  $V_{loc} = Vd^2 / D^2$ . Avec  $D$  est la taille de la porosité et  $V$  est la vitesse macroscopique d'écoulement de Darcy :

$$V = \frac{\Delta\rho g k}{\mu_0} \quad (1-9)$$

Nous notons que cette force dépend également de la taille des particules de ciment.

Nous essayons maintenant de comparer l'intensité des trois forces présentées plus haut. Nous traçons dans la Figure 1-15 l'intensité de la force de traînée visqueuse, de la force colloïdale attractive et de la force de gravité en fonction de la taille des particules du ciment. À partir de ce graphe, nous pouvons identifier trois régimes.

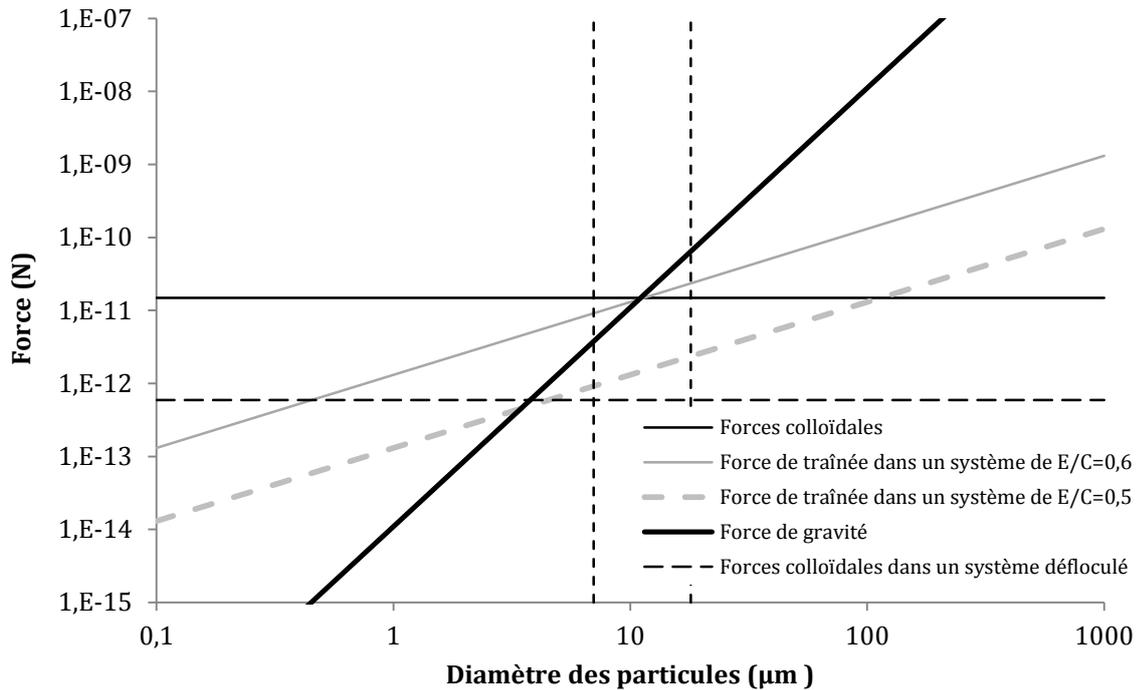
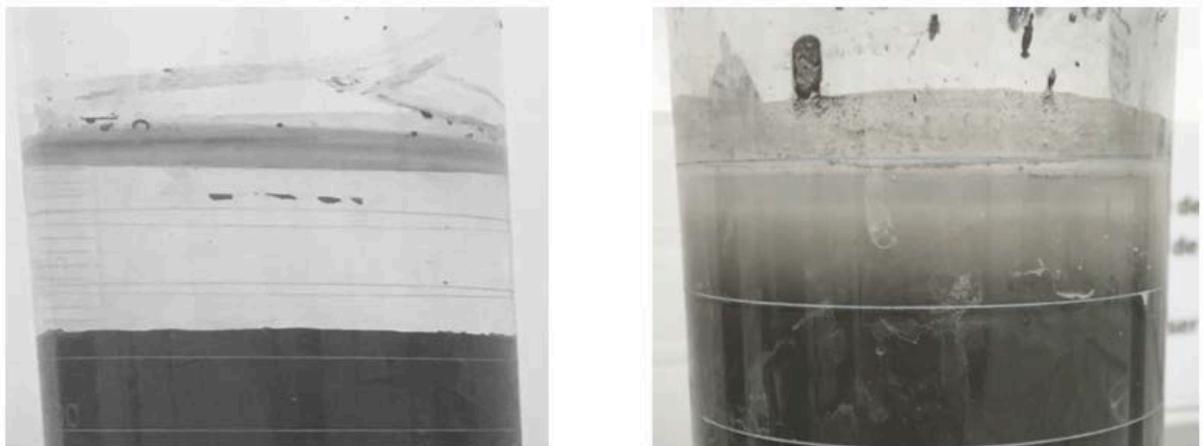


Figure 1-15: Compétition entre la force colloïdale, la force de traînée et la force de gravité en fonction de la taille des grains de ciment

Tout d'abord, la partie droite de la Figure 1-15 montre un premier régime de particules fines dans lequel les forces colloïdales dominent. Par conséquent, nous pouvons nous attendre à ce que ces grains fins soient floculés et n'arrivent pas à réarranger leurs positions. Ensuite, la partie droite de la Figure 1-15 montre un troisième régime de grosses particules dans lequel les forces de gravité dominent. Cela suggère que la force de traînée n'est pas capable de déplacer ces particules vers le haut et nous pouvons nous attendre à ce que ces particules sédimentent. Cependant, il existe un troisième régime dans la Figure 1-15 dans lequel les trois intensités de forces sont équivalentes pour des grains d'un diamètre de l'ordre de 10 µm. Nous rappelons que cette taille de grains domine, d'un point de vue fraction volumique, la distribution de taille des particules de ciment. Par conséquent, pour cette famille de particules, la force de traînée ne peut pas être négligée. Nous pouvons nous attendre alors à ce qu'elle puisse être à l'origine d'un déplacement de particules et d'un réarrangement du système.

A la lumière de cette étude comparative, nous pouvons suggérer que, bien que le débit d'eau soit extrêmement faible dans la période d'induction du ressuage, il est suffisant pour déplacer les particules du ciment de taille moyenne et créer une réorganisation locale progressive du système. Ceci entraînera des zones de densité inférieure (i.e perméabilité plus élevées), où se localise l'écoulement de l'eau. Ces zones ont été visualisées, plus haut, dans nos images micro-tomographiques. Cette localisation pourrait être, par ailleurs, à l'origine de la formation des canaux de surface observés dans la Figure 1-6.

Nous pouvons extrapoler, en outre, de cette étude préliminaire que l'addition d'un superplastifiant pourrait réduire l'amplitude des forces colloïdales attractives et permettre par la suite le déplacement des plus petites particules. En effet, le recouvrement de la surface des grains avec un polymère pourrait augmenter la distance de séparation inter-surfacique inter-particules d'un facteur de 5 [15] et diminuer, comme indiqué sur la Figure 1-15, la force colloïdale attractive moyenne par un facteur 25. En conséquence, la force de traînée dominera pour des particules aussi petites que plusieurs centaines de nanomètres et sera capable de les transporter à la surface. Ceci pourrait expliquer pourquoi dans la Figure 1-16 l'eau extraite passe d'une couche transparente à une couche opaque lorsqu'un adjuvant de type superplastifiant est ajouté à notre système. Cette caractéristique a également été détaillée dans [18].



*Figure 1-16: Couche d'eau ressuée à la fin de l'essai pour la pâte de référence sans superplastifiant (gauche) et avec superplastifiant (droite)*

### 1.2.3 Origine de la diversité de configurations des canaux à la surface

En faisant l'hypothèse que la porosité de notre système est constante (même nombre de canaux  $N_c$  de même diamètre  $D$ ), nous pouvons ainsi considérer que :

$$N_c \cdot D^2 \approx \text{cst} \text{ or d'après (1-7) } V = \frac{Q_{tot}}{N_c} \cdot \frac{1}{D^2} \quad (1-10)$$

donc  $V = Q_{tot}$  indépendamment de  $D$

Nous rappelons que  $N_c$  est le nombre de canaux et  $D$  et la taille d'un canal. Nous remarquons que, quelle que soit la façon dont se forment ces canaux (peu de canaux de grandes tailles ou beaucoup de canaux de petites tailles), le système atteint un même état d'équilibre et un même état final. Il existe alors une infinité de configurations que le système peut atteindre pour extraire la même quantité d'eau. Par conséquent, ceci pourrait expliquer les diverses configurations illustrées dans notre cinquième constatation. En outre, nous suggérons que, même s'ils ne peuvent pas être visuellement repérés ( $N_c$  élevé,  $D$  faible), comme dans le cas de notre pâte de ciment de  $E/C$  égale à 0,4 présentée plus haut dans la Figure 1-10: Illustration de la surface du tube à la fin du ressuage d'une pâte de ciment de  $E/C$  de 0,4, ces canaux existent et sont à l'origine de l'hétérogénéité de la pâte et de l'augmentation de la vitesse d'extraction de l'eau à la fin de la période d'induction.

### 1.2.4 Origine du paradoxe de la perméabilité

Nous traçons sur la Figure 1-17 la perméabilité calculée à partie de la loi de Darcy en fonction du temps de l'échantillon de hauteur 40cm étudié dans la section 1.1.1. En première observation, nous notons que la valeur de la perméabilité n'est pas constante. Initialement, pendant la période d'induction, cette perméabilité est de l'ordre de  $10^{-14}$  m<sup>2</sup>. Il semble important de rappeler que cette valeur est du même ordre de grandeur que la perméabilité d'une pâte initialement homogène estimée théoriquement à l'aide de

la relation de Kozeny-Carman. Ensuite, nous notons une augmentation de la perméabilité pendant la période d'accélération. Après, pendant une période plus longue le système possède une perméabilité constante avant de commencer à diminuer progressivement.

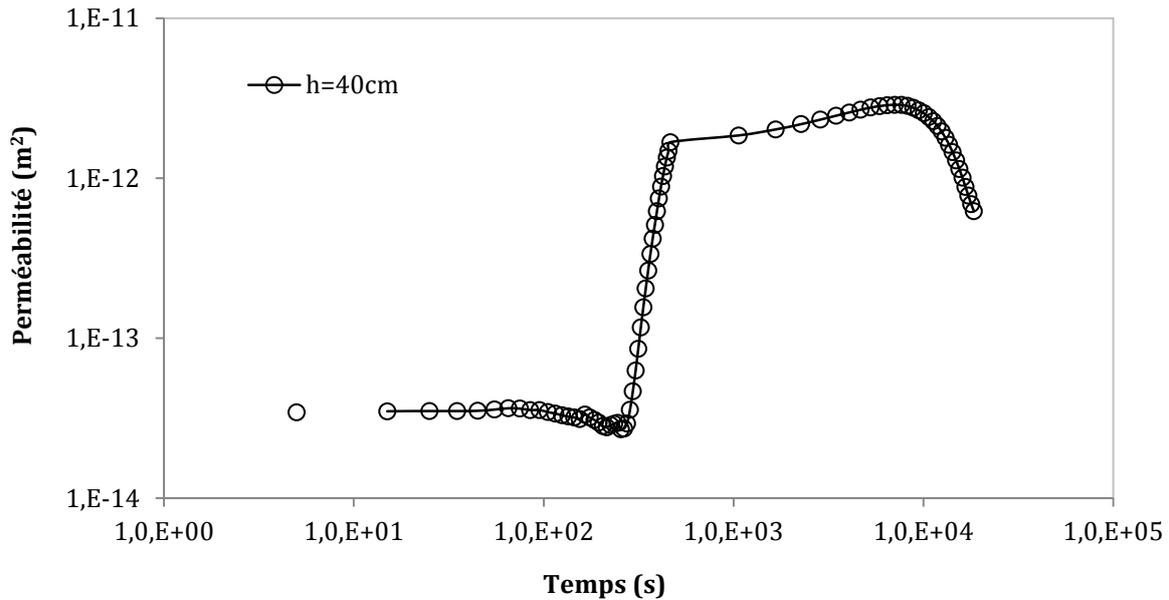


Figure 1-17: Perméabilité effective calculé à partir des quantités d'eau extraite en fonction du temps pour un échantillon de hauteur  $h=40\text{cm}$

Cette variation de perméabilité peut être expliquée par la formation progressive des canaux et la consolidation des zones situées entre les canaux. En effet, les canaux, comme montré plus haut, commencent à se former pendant la période d'induction. Les particules se déplacent ensuite et la taille des canaux augmente jusqu'à percoler à la surface pendant la période d'accélération. Cette évolution est à l'origine de l'augmentation de la perméabilité du système. Quand la taille des canaux ne change plus, nous sommes face alors à un système de perméabilité constante qui extrait l'eau à une vitesse elle-aussi constante. Enfin, les zones entre les canaux se consolident et la perméabilité du système diminue progressivement jusqu'à ce que la gravité ne soit plus capable de consolider encore plus le matériau.

### 1.3 Conclusions

Nous avons, dans une première partie, réalisé un certain nombre de constatations expérimentales à partir d'un essai simple de ressuage sur pâte de ciment. Nos observations nous ont permis d'identifier la présence de trois régimes décrivant la cinétique du ressuage. Elles ont également mis en évidence la création aléatoire de canaux d'extraction d'eau à la surface. Nos images micro-tomographiques ont souligné la présence de zones de localisation de l'écoulement de l'eau à l'intérieur de l'échantillon.

Nous avons positionné en parallèle ces constatations dans la littérature existante et nous avons ainsi pu mettre en évidence que le ressuage ne semble pas être un phénomène de consolidation homogène dicté seulement par deux régimes (régime d'extraction d'eau constante et régime de consolidation) comme considéré jusqu'à présent dans la littérature, mais qu'il est un phénomène de consolidation hétérogène d'un milieu poreux déformable accompagné d'une formation de canaux préférentiels d'écoulement.

Nous avons discuté dans une deuxième partie, l'origine de la formation des canaux et nous avons suggéré que, bien que le débit d'eau soit extrêmement faible dans la période d'induction du ressuage, il est suffisant pour induire une réorganisation locale progressive du système et conduire à la formation des canaux d'extraction d'eau à l'origine de la variation de la perméabilité du système.

Par ailleurs, nous avons suggéré que cette réorganisation semble se baser essentiellement sur les défauts du système (les bulles d'air au premier ordre). Il existe ainsi une infinité de configurations que le système peut atteindre à partir d'une répartition de défauts initiale pour extraire la même quantité d'eau. Dans ce contexte, nous avons suggéré que la durée de la période d'induction est le temps nécessaire pour percoler les défauts initiaux du système.

Enfin, et à la lumière des différents résultats recueillis ci-dessus, nous avons pu proposer une description sommaire de la formation des chemins préférentiels de l'écoulement de

l'eau générés pendant le phénomène de ressuage d'une pâte de ciment. Cette description est accompagnée d'une présentation schématique des canaux (Cf. Figure 1-18)

Une phase d'induction pendant laquelle la perméabilité semble rester constante et pendant laquelle nous notons une très faible extraction d'eau dans le système. Ensuite, lors d'une phase d'accélération, le système se réorganise via le déplacement de particules et la formation des canaux. Quand la taille des canaux n'augmente plus, nous soulignons le passage à un autre régime, déjà détecté par Josserand et Power, pendant lequel l'eau est extraite à travers un milieu poreux réorganisé et hétérogène de perméabilité apparente constante. Enfin, nous notons une phase de consolidation pendant laquelle la perméabilité diminue à cause de la compaction pour s'annuler finalement et atteindre un état consolidé.

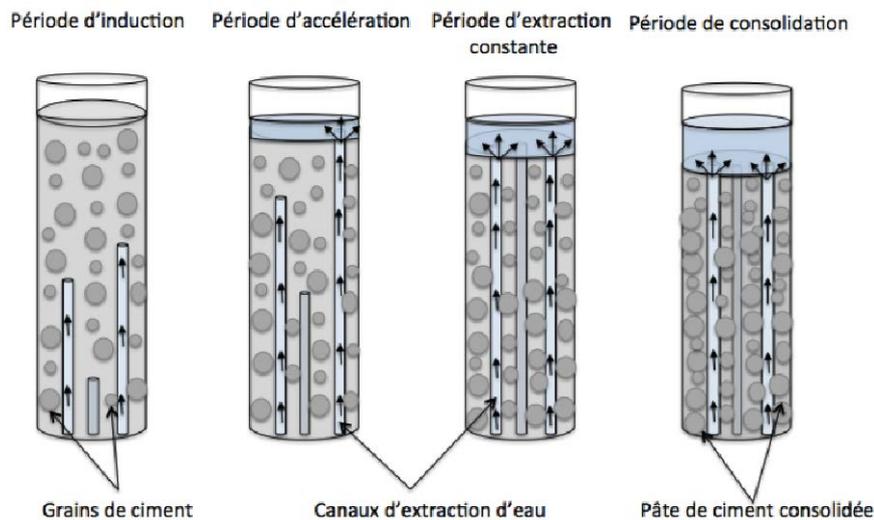


Figure 1-18 : Présentation schématique de la formation des canaux dans une pâte de ciment

## 1.4 Références

---

[1] J. Spangenberg, N. Roussel, J.H. Hattel, H. Stang, J. Skocek, M.R. Geiker, Flow induced particle migration in fresh concrete: Theoretical frame, numerical simulations and experimental results on model fluids, Cement and Concrete Research Volume: 42 Issue: 4 Pages: 633-641, 2012.

- [2] L. Josserand, O. Coussy, F. de Larrard, Bleeding of concrete as an ageing consolidation process, *Cement and Concrete Research*, Volume 36, Issue 9, Pages 1603-1608, September 2006.
- [3] T. Powers, *The Bleeding of Portland Cement Paste, Mortar and Concrete Treated as a Special Case of Sedimentation*, Portland Cement Association, Bulletin No 2, Chicago, 1939.
- [4] C. K.Loh, T.S. Tan, K.Y. Yong, T.H. Wee, An experimental study on bleeding and channelling of cement paste and mortar. *Advances in cement research*, Volume 10 n°1 Pages 1-16, janvier 1998.
- [5] G. Giaccio, A. Giovambattista, Bleeding : Evaluation of its effects on concrete behaviour, *Matériaux and structures (RILEM)* v112 , pages 265 - 71, juillet-août , 1986
- [6] P.J. WAINRIGHT, H. AIT AIDER, The influence of cement source and slag additions on the bleeding of concrete, *Cement and concrete research*, Volume 25 n°7, Pages : 1445-1456 .
- [7] L. Josserand, *Ressuage des bétons hydrauliques*, rapport de thèse, LCPC, 2002.
- [8] H. Steinour, *Further Studies of The Bleeding of Portland Cement Paste*, Portland Cement Assotiation, Bulletin No 4, Chicago, 1945.
- [9] T. Tan, T. Wee, S. Tan, C. Tam, S. Lee, A consolidation model for bleeding of cement paste. *Advances in Cement Research*, 1 , Pages :18-26, 1987.
- [10] M. Yang, C. Neubauer, H. Jennings, Interparticle Potential and Sedimentation Behaviour of Cement Suspensions, *Review and Results From Paste. Advanced Cement Based Materials*, 5 (1), Pages :1-7, 1997.
- [11] V. Picandet, D. Rangeard, A. Perrot, T. Lecompte, Permeability measurement of fresh cement paste, *Cement and Concrete Research*, Volume 41, Issue 3, Pages 330-338, Mars 2011.
- [12] C.K. Loh, T.S. Tan, K.Y. Yong, T.H. Wee, An experimental study on bleeding and channelling of cement paste and mortar, *Advances in Cement Research*, Université de Singapour, 1998.
- [13] A. Azzi, C. Djelal, Y. Vanhove, H. Kada, O. Madec, Influence des paramètres de formulation du béton sur les pathologies des parois moulées, *Rencontres Universitaires de Génie Civil*, <hal-01167733> , Bayonne, France, Mai 2015.
- [14] J. Hot, *Influence des polymères de type superplastifiants et agents entraîneurs d'air sur la viscosité macroscopique des matériaux cimentaires*, Thèse de doctorat, Université Paris-Est, 2013.
- [15] A. Perrot, T. Lecompte, H. Khelifi, C. Brumaud, J. Hot, N. Roussel, Yield stress and bleeding of fresh cement pastes, *Cement and Concrete Research*, Volume: 42 Issue: 7 Pages: 937-944, 2012.
- [16] P. Coussot, C. Ancey, Rheophysical classification of concentrated suspensions and granular pastes, *Physical Review E*, Pages : 4445-4457, 1999.

[17] R.J. Flatt, Towards a prediction of superplasticized concrete rheology, *Mater.Struct.* 27, Pages :289–300, 2004.

[18] R.J. Flatt, Dispersion forces in cement suspensions, *Cement and Concrete Research.* 34, Pages : 399–408, 2004.

[19] C.M. Neubauer, M. Yang, H.M. Jennings , Interparticle potential and sedimentation behaviour of cement suspensions: effects of admixtures, *Advanced cement based materials*, Volume. 8, Pages: 17– 27, 1998.

[20] K. Yoshioka, E. Sakai, M.Daimon, A. Kitahar , Role of steric hindrance in the performance of superplasticizers in concrete, *Journal of the American Ceramic Society*, Volume : 80 (10), Pages : 2667–2671 , 1997.

[21] N. Roussel, A. Lemaître, R.J. Flatt, P. Coussot, Steady state flow of cement suspensions: a micromechanical state of the art, *Cem. Concr. Res.* 40, Pages : 77–84, 2010.

---

## **Chapitre 2**

### **Ressuage de la pâte de ciment: Effet de paroi et de la mise en place de l'échantillon**

---



# **Chapitre 2: Ressuage de la pâte de ciment:**

## **Effet de paroi et de la mise en place de**

### **l'échantillon**

Dans ce chapitre, nous cherchons à identifier les paramètres non intrinsèques au matériau entrant en jeu dans un protocole d'essai de ressuage sur pâte de ciment. Nous cherchons également à étudier leurs influences sur la mesure du ressuage. Nous commençons, tout d'abord, par une description du protocole expérimental de référence que nous utilisons pour caractériser le ressuage de la pâte de ciment au laboratoire. Cette description nous permettra de mettre en avant les différents paramètres expérimentaux, non intrinsèques au matériau, qui pourraient avoir un effet sur le résultat de l'essai. Cet effet est ensuite classé en trois catégories : Effet des paramètres de préparation, effet des paramètres de mise en place et enfin effet de la géométrie du tube d'essai. Dans une deuxième partie, nous étudions ces effets sur le ressuage de notre pâte de référence.

## **2.1 Protocole de référence et répétabilité**

### **2.1.1 Protocole de référence**

Le protocole utilisé pour caractériser le ressuage de la pâte de ciment tout au long de cette thèse est le suivant :

### **2.1.1.1 Matériels utilisés**

- Malaxeur RAYNERI VMI haute turbulence
- Balance
- Chronomètre
- Eprouvette en verre transparente de diamètre 7,7cm
- Appareil photo numérique

### **2.1.1.2 Protocole de préparation de la pâte de ciment**

Après avoir pesé les quantités du ciment et d'eau prédéfinies, l'eau est mise sous agitation de 840 tpm (tours par minute). La quantité du ciment est ensuite introduite petit à petit. Juste après l'incorporation complète du ciment, le chronomètre est lancé. Après 90 secondes, le malaxage est arrêté et le mélange est homogénéisé manuellement pendant environ 30 secondes. Enfin, le mélange est remalaxé durant 90s.

### **2.1.1.3 Protocole de mise en place**

Après le malaxage et l'obtention d'une pâte de ciment homogène, le mélange est versé immédiatement dans une éprouvette transparente de diamètre de 7,7 cm et d'une hauteur de 40 cm. Puis, afin d'empêcher toute évaporation d'eau au cours de l'essai, l'éprouvette est scellée avec du Parafilm en plastique. Une attention particulière est portée pour que ces opérations de mise en place ne dépassent pas une minute et pour que l'éprouvette ne subisse pas de mouvement une fois l'essai commencé. En effet, nous verrons par la suite qu'un temps de mise en place long pourrait avoir un impact sur le phénomène du ressuage. Finalement, il est important de rappeler que l'essai est réalisé à 20 °C dans des tubes de taille suffisamment large pour négliger l'effet de paroi.

### **2.1.1.4 Procédure de mesure : Méthode d'acquisition d'images avec appareil photo**

Une fois l'éprouvette mise en place, nous mettons immédiatement l'appareil photo en

marche et nous commençons le suivi de la progression de l'épaisseur de la couche d'eau ressuée par le biais d'une acquisition d'images numériques.

### Méthode d'acquisition d'images avec appareil photo

Les méthodes présentes dans les littératures et résumées dans la thèse de Josserand [1] (Cf. ANNEXE A) ne sont pas jugées suffisamment précises et pratiques pour notre étude qui vise un suivi précis et continu de la cinétique du ressuage. Nous soulignons que, dans notre cas, la précision se traduit par un suivi du phénomène dès la première minute. Par ailleurs, un prélèvement manuel de l'eau ressuée s'est avéré difficile durant l'étude de faisabilité. Par conséquent, le développement d'une technique automatisée a été nécessaire.

La méthode de mesure que nous proposons dans cette thèse consiste à suivre la progression de l'épaisseur de la couche d'eau ressuée à l'aide d'une technique de prise de photos et de traitement d'images. Une fois l'éprouvette mise en place, nous commençons l'essai en prenant une série d'images. La période entre deux acquisitions est d'une seconde au cours des dix premières minutes, puis une minute pour le reste de l'essai. La durée totale de l'essai est de 4 heures. Il est intéressant de rappeler qu'à la fin de l'essai, pour le matériau testé ici, il reste encore deux heures avant le début de la prise.

Nous transformons tout d'abord cette série d'images en une séquence vidéo. Un trait sur la partie ressuée de l'échantillon est ensuite tracé. Grâce à un logiciel de traitement d'image, Image J, accompagné d'un programme Matlab (Cf. ANNEXE A), nous obtenons le niveau de gris de chaque point ou pixel traversé par le trait. Pour notre cas, nous avons uniquement deux niveaux de gris. Le premier correspond à l'eau transparente et a une valeur très élevée (proche de la valeur de gris correspondante au blanc). Et le deuxième correspond à la pâte de ciment et a une valeur très faible (presque la valeur correspondant au noir). Le changement de la valeur de gris correspond alors à la position de la couche d'eau ressuée. Afin de capturer ce changement de valeur de gris, nous avons développé un programme sur Excel. Nous entrons dans ce programme les

résultats obtenus par image J et ce dernier nous renvoie les valeurs correspondantes à ce changement de valeur de gris.

Par ailleurs, bien que cette méthode de mesure soit rapide et très pratique, elle présente toutefois certaines limites. En effet, afin d'obtenir un résultat fiable, il faut avoir absolument une couche transparente d'eau ressuée. Ceci ne pourrait pas être le cas par exemple en présence d'adjuvant (Cf. Figure 1-16, chapitre 1)

### 2.1.2 Pâte de référence

La pâte de référence utilisée dans ce manuscrit, comme précisé dans le premier chapitre, est une pâte de rapport E/C de 0,6. Elle est composée d'un ciment Portland de type CEM I. La composition chimique de ce ciment de référence est donnée dans le Tableau 2-1. Nous précisons que ces valeurs sont obtenues par ICP-AES et ATD-ATG. Sa surface spécifique Blaine est de 3390 cm<sup>2</sup>/g et sa fraction d'empilement maximale est estimée autour de 59%. [2]. La courbe granulométrique de ce ciment est reportée en ANNEXE B.

*Tableau 2-1 Composition chimique du ciment de référence*

<b>SiO<sub>2</sub></b>	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>CaO</b>	<b>Mgo</b>	<b>Na<sub>2</sub>O</b>	<b>K<sub>2</sub>O</b>	<b>SO<sub>3</sub></b>	<b>Cl</b>	<b>CAO</b>
21.04%	3.34%	4.14%	65.43%	0.83%	0.22%	0.35%	2.31%	0.02%	0.69%

### 2.1.3 Répétabilité

Une étude de répétabilité est réalisée sur 5 essais de ressuage de notre pâte de référence. Les pâtes de ciment testées sont préparées séparément suivant notre protocole de référence et dans des conditions identiques. Nous présentons dans la Figure 2-1 le ressuage final des 5 essais réalisés. Nous constatons une légère variation des résultats obtenus et par conséquent une bonne répétabilité de l'essai. En effet, une incertitude de 10% est estimée à partir de l'écart-type déterminé expérimentalement.

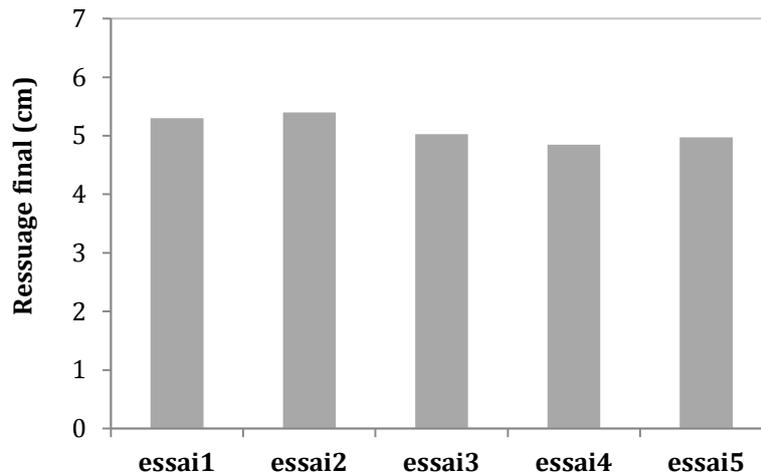


Figure 2-1 Ressuage final pour 5 essais de ressuage réalisés dans les mêmes conditions

## 2.2 Effet des paramètres non intrinsèques au matériau

Nous essayerons dans cette partie d'étudier la sensibilité de l'essai à la variation des paramètres non intrinsèques au matériau. Dans notre cas, les paramètres non intrinsèques suivants ont été identifiés et étudiés:

- En cours de la préparation de la pâte de ciment :
  - Conditions du stockage du ciment
  - Moment d'introduction de l'eau
  - Malaxage
- En cours de la mise en place de la pâte de ciment :
  - Instant de démarrage de l'essai
  - Vibration
  - Température
- En cours de l'essai :
  - Géométrie du tube d'essai : Paroi

Avant d'étudier les conséquences de la variation de ces paramètres, il nous semble nécessaire de rappeler ici les notions liées à l'évolution physico-chimique d'une pâte de ciment fraîche.

## 2.2.1 Evolution d'une pâte de ciment

### 2.2.1.1 Hydratation du ciment

L'hydratation du ciment est un processus physico-chimique complexe. Lorsque le ciment est au contact avec l'eau, une réaction chimique a lieu. Les principaux composés du ciment  $C_3S$ ,  $C_2S$ ,  $C_3A$  et  $C_4AF$  se réorganisent ainsi pour former de nouveaux composés insolubles dans l'eau et qui durcissent avec le temps [3]. Nous parlons, alors, d'une pâte de ciment hydraté et les nouveaux composés sont les hydrates.

La pâte de ciment hydraté, comme montré dans la Figure 2-2, est formée par des espaces capillaires remplis ou partiellement remplis d'eau, des grains de ciment non hydratés et des hydrates (C-S-H, portlandite, ettringite).

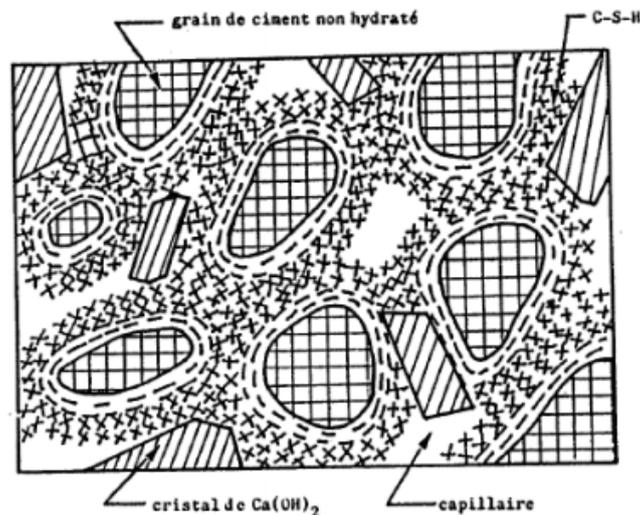
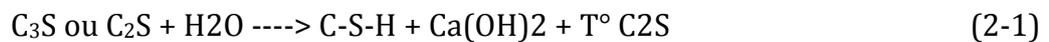


Figure 2-2 Représentation schématique de la pâte de ciment partiellement hydratée [4].

Les hydrates les plus importants sont les silicates de calcium hydratés appelés C-S-H qui proviennent de l'hydratation des silicates tricalciques ( $C_3S$ ). Ils constituent la partie majeure de la phase liante du ciment et occupent entre 50% et 60% du volume solide d'une pâte de ciment complètement hydratée. La portlandite  $Ca(OH)_2$  provient de l'hydratation des dicalciques ( $C_2S$ ) et représente de 25 à 27% des hydrates. [5, 6]

Très sommairement et sans prendre en considération la complexité de la réaction, la réaction d'hydratation du  $C_3S$  et du  $C_2S$  peut être représentée par l'équation suivante :



Par ailleurs, l'aluminate tricalcique ( $C_3A$ ) est le composé du ciment le plus réactif avec l'eau. Celui-ci réagit avec les ions calcium et sulfate pour former le trisulfoaluminate de calcium (ettringite de type AFt dite primaire, se formant dans le matériau non encore durci). Une fois les sulfates du gypse épuisés, l'ettringite de type AFt se dissout afin de se transformer en ettringite de type (AFm) [7,8]

Enfin, il semble important de savoir que la formation et le développement de ces produits d'hydratation dépendent de la concentration des espèces en solution, de la disponibilité de l'eau, et du niveau des interfaces solide/liquide [9,10].

### **2.2.1.2 Conséquences physiques de la réaction d'hydratation sur l'évolution des matériaux cimentaires**

Les réactions mises en jeu au cours du phénomène d'hydratation ont lieu simultanément et à des vitesses différentes. Ainsi, l'évolution des matériaux cimentaires peut être décrite par les quatre périodes suivantes :

**Période de gâchage (les premières minutes, de 0 à 15 min) :** Après le malaxage les grains de ciment sont dispersés. Chargés électriquement, les grains de ciment ont tendance naturelle à flocculer à cause des forces attractives de Van der Waals. A quelques secondes, le réseau flocculé formé n'évolue plus et les interactions « molles » entre les grains de ciment se transforment localement en des interactions rigides [11].

**Période dormante (environ 4 heures) :** La formation de C-S-H se poursuit lentement et conduit à la formation des ponts initiaux de CSH. Leurs nombres, leurs tailles et leurs rigidités continuent à augmenter avec le temps en rigidifiant tout d'abord les points de contact entre les grains anhydres [11]. Ceci conduit par conséquence à l'augmentation du seuil de la pâte de ciment.

Cette période est appelée dormante car son activité chimique est faible et elle peut durer une ou plusieurs heures selon le type du ciment. Durant cette période, le matériau est toujours maniable.

Les différentes étapes de l'évolution des matériaux cimentaires pendant la période de gâchage et la période dormante sont présentées sur la Figure 2-3.

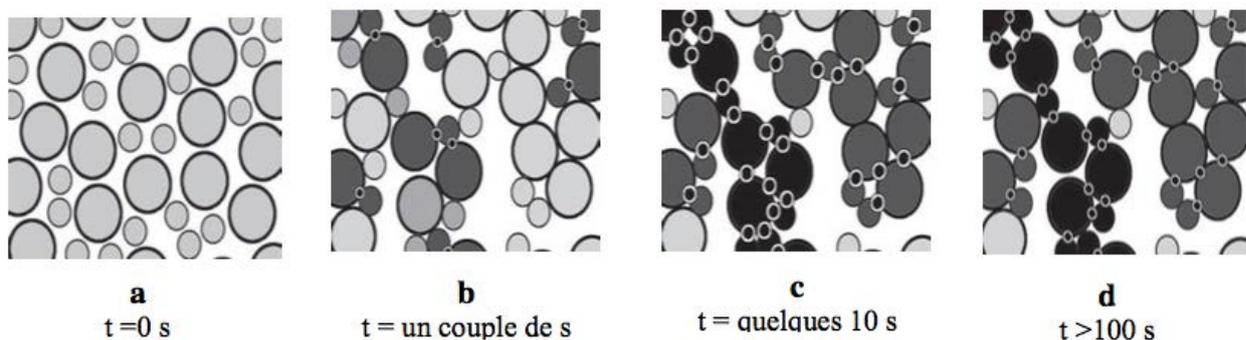


Figure 2-3: réseaux des particules de ciment en interactions. (a) particules de ciment dispersé juste après la fin du malaxage ; (b) Formation du réseau d'interactions colloïdales quelques secondes après le malaxage, transformation des interactions molles en interactions rigides ; (c) Apparition des ponts CSH et formation d'un réseau de particules rigide; (d) Augmentation des nombres des CSH, de leurs tailles et rigidités [11]

**Période d'accélération :** La formation du C-S-H diminue progressivement la concentration de la solution en ions sulfates. L'ettringite réagit rapidement avec le C<sub>3</sub>A restant pour former du monosulfoaluminate de calcium hydraté, d'où une accélération de l'hydratation.

**Période de ralentissement :** Au bout de quelques heures, la couche d'hydrates recouvrant la partie des grains de ciment anhydres devient assez épaisse. Ceci ralentit la diffusion de l'eau vers ces grains et ralentit par la suite l'hydratation. Ce phénomène peut s'étaler sur des mois voir des années en permettant une amélioration des propriétés mécaniques du béton.

### **2.2.1.3 L'eau dans une pâte de ciment : Rappel de la typologie de l'eau présente dans une pâte de ciment hydraté**

Dans la pâte de ciment hydratée, l'eau se retrouve sous différentes formes que nous classerons comme suit [9]:

**L'eau adsorbée :** C'est l'eau retenue par les forces de surface sur les parois externes des grains de ciment. Quand elle est soumise aux forces d'attraction de type Van der Waals, l'eau est alors adsorbée physiquement sans modification de la structure moléculaire.

**L'eau combinée :** C'est l'eau consommée au cours de la réaction d'hydratation. L'eau peut être alors chimiquement combinée avec d'autres composants pour former des C-S-H, la Portlandite ou de l'ettringite. [12,13].

**L'eau des pores de gel :** C'est l'eau présente dans les pores de gel de C-S-H. Cette eau n'est pas libre puisqu'elle est fortement retenue sur les surfaces entre les feuillettes. Elle est présente en faible quantité.

**L'eau libre :** C'est l'eau présente dans les pores capillaires entre les grains de ciment. Cette eau n'est pas encore consommée pour l'hydratation et elle n'est pas soumise aux effets de surface des solides. Pour cela, elle se trouve libre dans les pores capillaires inter-granulaires.

Ces différentes formes d'eau sont schématisées dans la Figure 2-4 suivante :

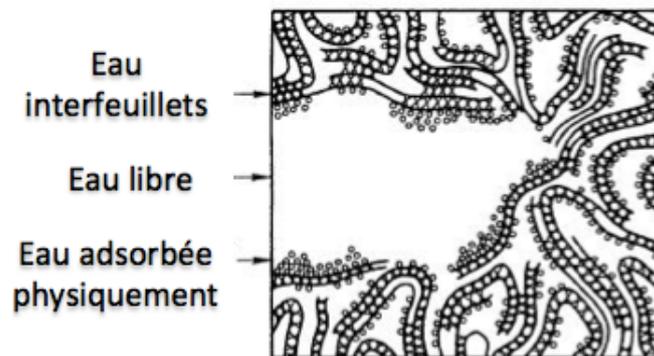


Figure 2-4 Représentation schématique du C-S-H et de l'état de l'eau qui y est associé [14]

### 2.2.2 Influence des paramètres de préparation

Nous rappelons que la pâte étudiée dans toute cette partie est notre pâte de référence présentée plus haut. Cette pâte est préparée selon notre protocole de référence. Pour chaque étude, seulement le paramètre étudié est varié. Tous les autres paramètres restent alors inchangés. Nous précisons également que le ressuage final correspond à l'épaisseur finale de la couche d'eau ressuée.

### 2.2.2.1 Conditions du stockage du ciment

Les conditions de conservation du ciment semblent avoir une influence importante sur le maintien des qualités du ciment et par conséquent sur la répétabilité de l'essai. En effet, les principaux ennemis du ciment sont l'humidité et le dioxyde de carbone présent dans l'air. De ce fait, une exposition du ciment à un air humide pourrait réduire considérablement son activité au point de le rendre complètement inutilisable [15]. L'impact de ce paramètre sur le phénomène de ressuage est étudié sur six ciments différents (Cf. Tableau 2-2). Nous trouvons la nature de ces ciments ainsi que les courbes granulométriques en ANNEXE B.

Tableau 2-2 : Propriétés des ciments utilisés

<b>Ciment</b>	<b>CEMI</b>	<b>CEMII/A</b>	<b>CEMII/B</b>	<b>CEMIII/A</b>	<b>CEMV/A</b>
% Clinker	98	85	69	36	54
%C3A	10	8	8	10	11
% gypse	5	4,3	3,8	-	2
% addition	0	12(L)	15(S)	64(S)	23(S)
			16(L)		23(V)
MV	3090	3060	2990	2960	2910
<b>(kg/m3)</b>					
S. Blaine ( <b>m<sup>2</sup>/kg</b> )	395	490	405	415	-
Chaleur	375	321	268	288	292
<b>(J/g) à 41h</b>					
Début de prise	180	215	200	210	230
<b>(min) à20 °C</b>					

Les ciments sont exposés, tout d'abord, à l'air dans une salle d'une humidité de 72,7% et d'une température de 18,1° C pendant 45 jours. Ensuite, les pâtes de ciment sont préparées à une fraction volumique constante en utilisant notre protocole de référence. Nous rappelons que la fraction volumique solide est le rapport entre le volume de la partie solide et le volume total.

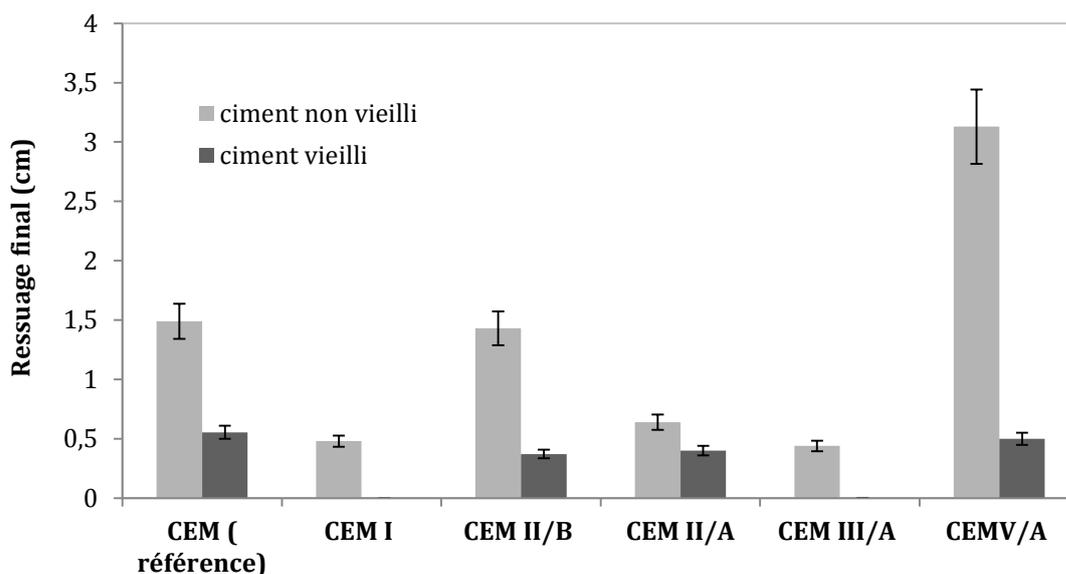


Figure 2-5 Ressuage final en fonction du type du ciment : influence du vieillissement du ciment sur le ressuage

Nous traçons sur la Figure 2-5 le ressuage final de ces différents ciments. A titre comparatif, nous ajoutons à cette figure le ressuage final des mêmes ciments stockés à l'abri de l'humidité et dans des conditions qui garantissent une bonne conservation du matériau. En première observation, nous notons que le ressuage final diminue considérablement suite à un vieillissement du ciment. Ceci pourrait être expliqué par l'évolution du matériau dans le temps qui est un paramètre déterminant dans le degré d'hydratation du matériau cimentaire.

A ce stade, nous n'allons pas rentrer dans les détails qui justifient cette diminution. Nous nous contenterons de souligner l'importance de l'effet des conditions de stockage du ciment sur les résultats du ressuage. Par ailleurs, nous remarquons, tout au long de cette thèse, qu'une conservation totale des propriétés du ciment semble être difficile. Une légère variation des résultats de notre essai de référence est notée. Nous décidons ainsi de ne comparer que des essais réalisés au même moment ou à un intervalle de temps court.

Par ailleurs, cet effet a été capturé également dans les travaux de [16]. Ces auteurs montrent, comme présenté dans la Figure 2-6, qu'un ciment de 7 mois d'âge diminue le

ressuage. Ce résultat a été expliqué par le phénomène de floculation irréversible de la poudre de ciment.

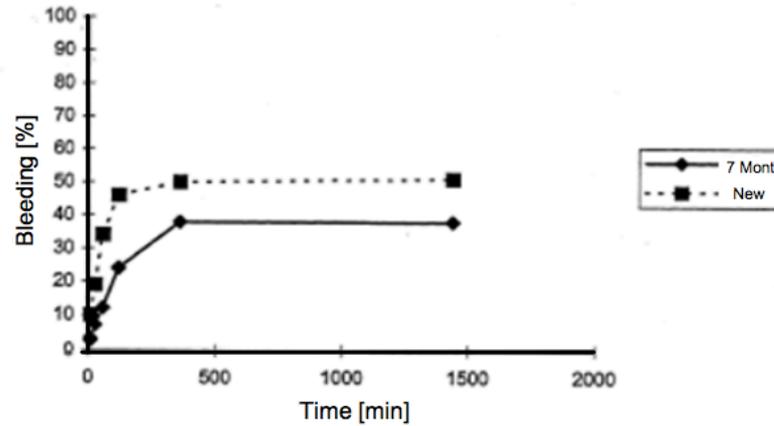


Figure 2-6 Influence du vieillissement du ciment sur le ressuage [16]

### 2.2.2.2 Moment d'introduction de l'eau

Afin d'étudier ce paramètre, nous testons deux pâtes de ciment. La première est préparée avec une introduction instantanée de la totalité de la quantité de l'eau (i.e protocole de référence). La deuxième est préparée avec une introduction différée de l'eau. 2/3 de la quantité totale de l'eau est mélangé avec le ciment dès le début. Ensuite, après 2 min de malaxage, le reste de la quantité de l'eau est rajouté au mélange et remalaxé pendant une minute.

Les résultats sont présentés dans la Figure 2-7, et montrent qu'un ajout différé de l'eau augmente le ressuage final. Cette augmentation pourrait être liée à la réaction d'hydratation du ciment. En effet, comme développé au début de ce chapitre, dès les premières secondes suivant le gâchage, les composants des grains de ciment réagissent immédiatement avec l'eau. Ce premier contact a lieu dans des conditions de ratio liquide/solide différentes et semble modifier la façon dont le système ressué.

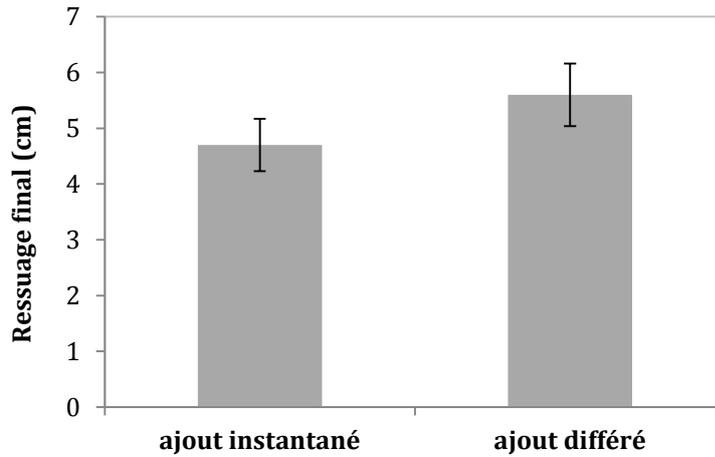


Figure 2-7 Ressuage final en fonction du moment d'introduction de l'eau

### 2.2.2.3 Malaxage

Le protocole de malaxage réunit deux paramètres : la vitesse et la durée de malaxage. Par la suite, nous essayerons d'étudier séparément l'impact de ces deux paramètres.

➤ Effet du temps de malaxage :

Afin d'étudier l'impact de la variation du temps de malaxage, nous réalisons des mesures avec différents temps de malaxage (3min, 6min et 15min) à une même vitesse de 840tours/min. Les valeurs de ressuage final qui en résultent sont données dans la Figure 2-8. Nous notons que l'augmentation du temps de malaxage n'a pas d'effet sur le ressuage final.

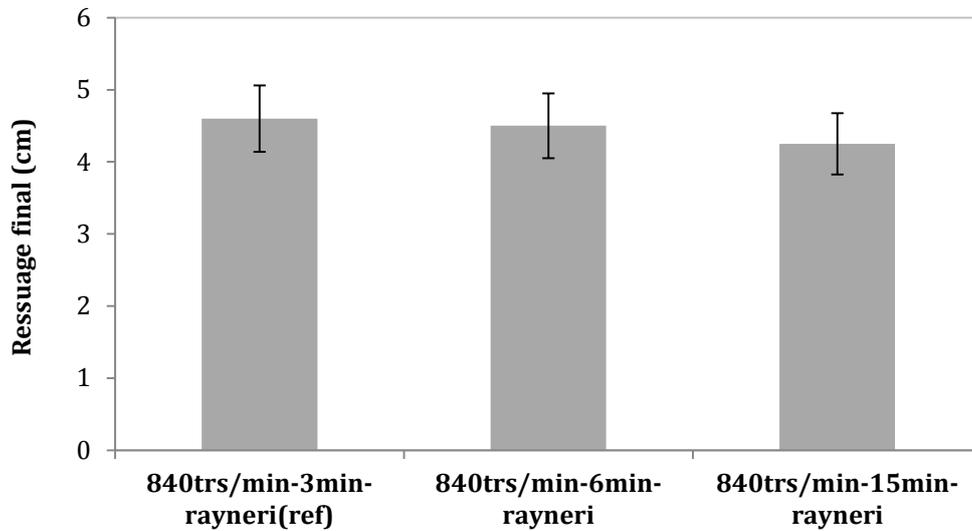


Figure 2-8 Ressuage final en fonction du temps du malaxage : influence du temps du malaxage

➤ Effet de la vitesse du malaxage

Pour cette étude, trois essais sont réalisés en variant la vitesse de malaxage (840tours/min, 1500tours/min et 2800tours/min). L'essai est malaxé pendant 3min à l'aide du malaxeur Rayeneri. Les résultats ainsi obtenus sont présentés dans la Figure 2-9. Nous notons qu'une augmentation de la vitesse de malaxage diminue considérablement le ressuage final.

Afin d'expliquer cet effet, il semble ainsi important de rappeler que la nucléation des premiers hydrates (C-S-H) à la surface des particules de ciment anhydre a lieu dès les premiers instants. En augmentant l'énergie de malaxage, nous favorisons la création de surface pour la formation des premiers hydrates. Ainsi, nous créons plus de liaisons qui se renforcent avec le temps pour former un système plus rigide. Cette rigidité pourrait empêcher par la suite l'eau libre de migrer vers la surface, d'où une diminution du ressuage.

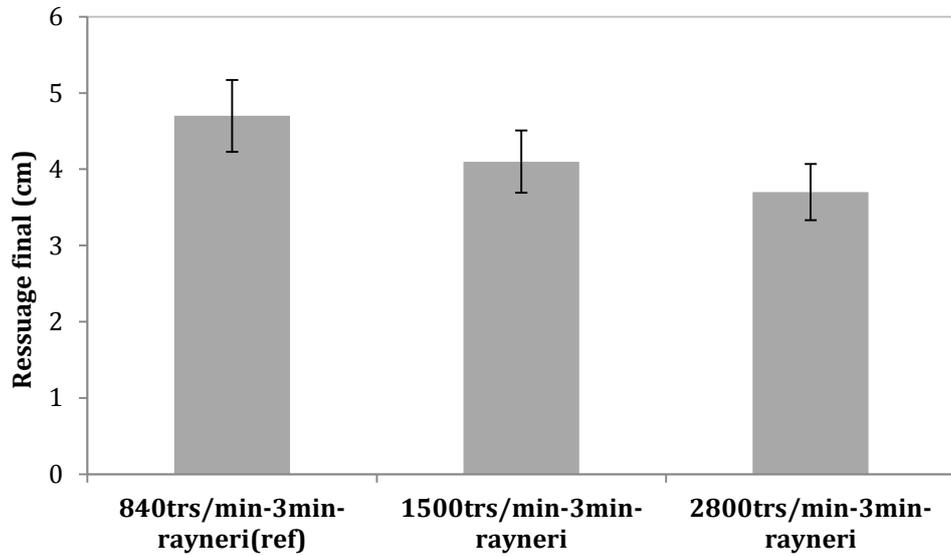


Figure 2-9 Ressuage final en fonction de la vitesse du malaxage : influence de la vitesse du malaxage

Par ailleurs, ce résultat rejoint des anciens travaux de [17]. Ces travaux montrent, comme présenté dans la Figure 2-10, que le ressuage diminue avec l'augmentation du temps et de l'énergie du malaxage.

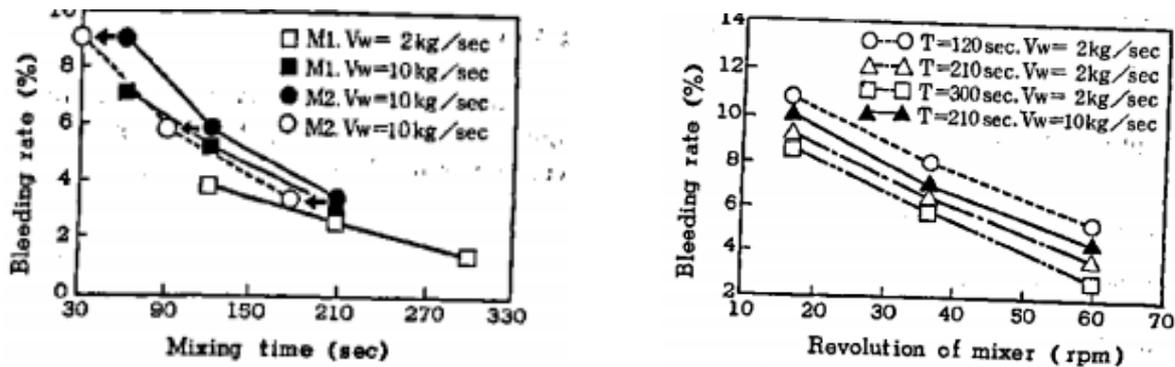


Figure 2-10 Influence du temps et de l'énergie du malaxage sur le ressuage [17]

### 2.2.3 Influence des paramètres de mise en place

#### 2.2.3.1 Vibration

Afin d'étudier cet effet, nous réalisons des essais avec des temps de vibration différents (0, 3, 6 et 12min). Les résultats sont reportés dans la Figure 2-11. A faible temps de vibration, nous ne notons pas d'effet majeur. Cependant, pour un temps de vibration long, l'effet devient significatif. Ceci a été expliqué dans les travaux de [18,19] par un meilleur réarrangement des grains lors du phénomène de sédimentation et d'un tassement du squelette granulaire accentué par la vibration.

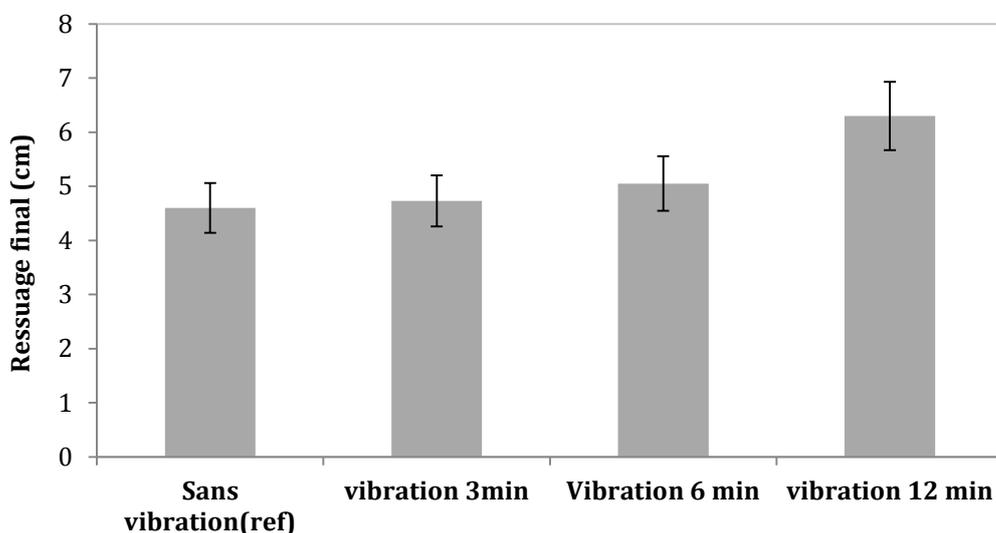


Figure 2-11 Ressuage final en fonction du temps de vibration

#### 2.2.3.2 Instant de démarrage de l'essai

Afin d'étudier cet effet, trois essais sont réalisés à trois échéance de mesure différentes. Un premier essai est lancé juste après le malaxage. Un deuxième et un troisième essai sont lancés après un temps de repos de 30 et 60 minutes respectivement. Concernant le

protocole, il est important de mentionner que le mélange est remalaxé avant le démarrage de l'essai.

Nous traçons sur la Figure 2-12 l'épaisseur de la couche d'eau ressuée en fonction du temps pour les trois cas étudiés. Tout d'abord, nous constatons qu'une variation de l'instant de démarrage de l'essai n'a pas d'effet sur la durée de la période d'induction, ni sur la vitesse d'extraction d'eau. Cependant, nous notons que le ressuage final diminue considérablement avec l'augmentation de l'échéance de mesure.

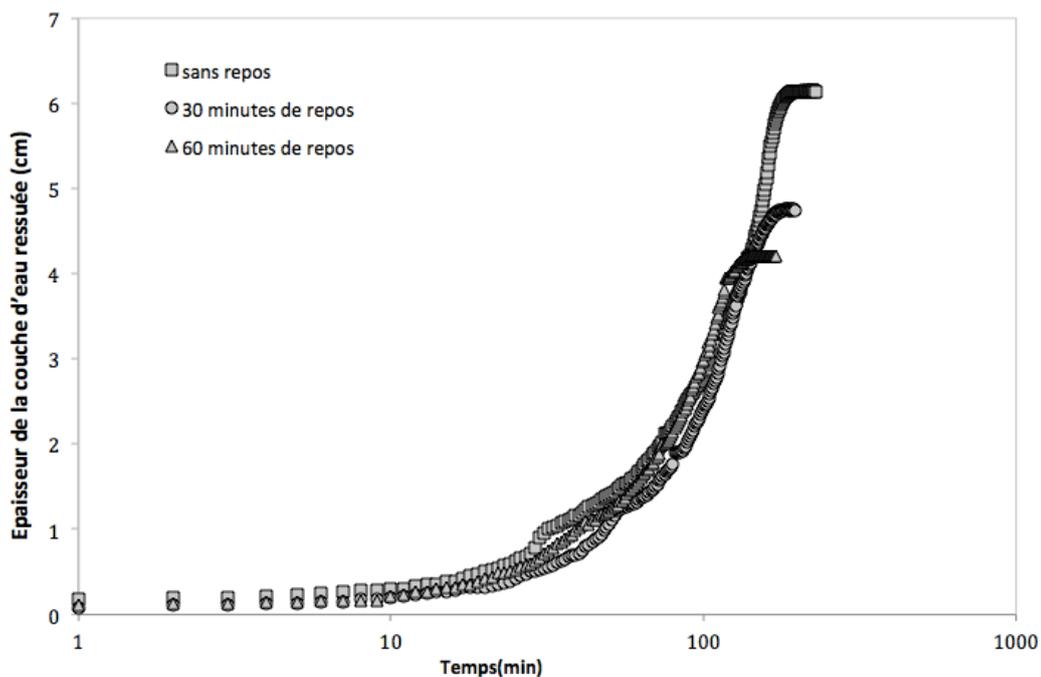


Figure 2-12 Epaisseur de la couche d'eau ressuée en fonction du temps: influence du temps de démarrage de l'essai sur le ressuage de la pâte de ciment

Il semble nécessaire de noter que cet effet apparaît aussi à l'échelle du béton. Nous présentons sur Figure 2-12 la même étude à l'échelle du béton. Nous notons que, tout comme à l'échelle de la pâte, le ressuage final diminue considérablement avec l'augmentation de l'instant de démarrage de l'essai. Toutefois, contrairement à une pâte de ciment, nous constatons que la cinétique du ressuage est aussi impactée.

Nous reviendrons dans le chapitre 5 plus en détails sur la formulation du béton testé ainsi que son protocole de mesure.

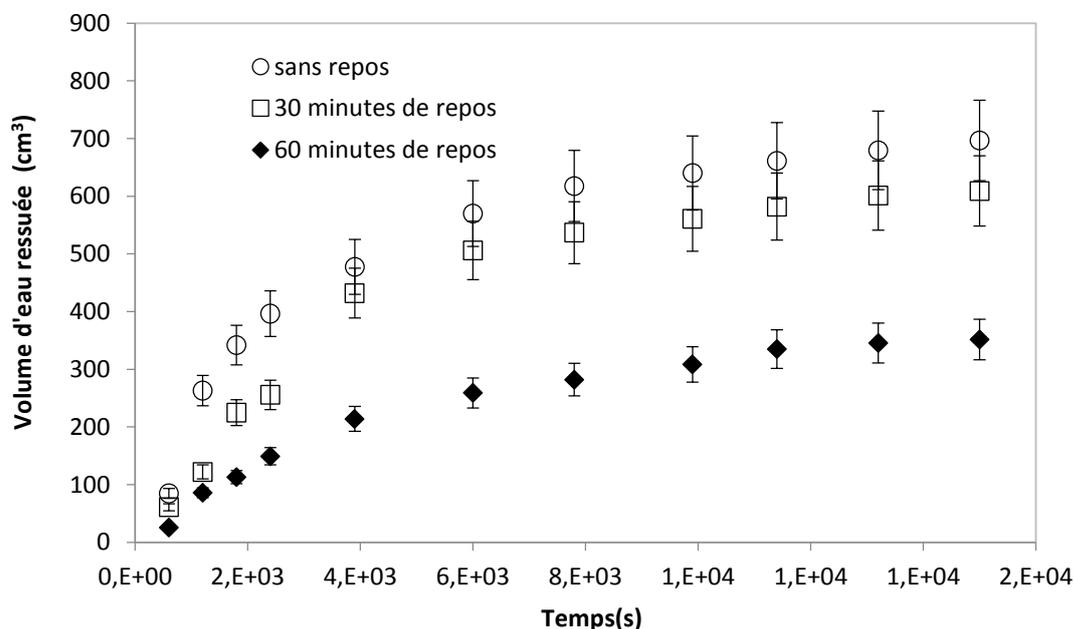


Figure 2-13 Volume de l'eau ressuée en fonction du temps: influence du temps de démarrage de l'essai sur le ressuage du béton

Cet effet pourrait être expliqué par le fait que, pendant la période de repos, les floccs de grains de ciment deviennent de plus en plus rigides suite à la nucléation de C-S-H. Ces floccs sont difficiles à détruire et il est ainsi difficile de ramener le système à son état de référence initial par un simple remalaxage. Ce système plus rigide pourrait réduire par conséquent le ressuage.

### 2.2.3.3 Température

La température est également un facteur qui pourrait avoir un effet sur le ressuage. Même si l'influence de ce facteur ne fait pas l'objet de la présente étude, il reste néanmoins important de rappeler que Powers [20] dans ces travaux a constaté une légère diminution du ressuage finale (autour de 5%) et une augmentation de 15% de sa

vitesse. L'étude a été réalisée à 23 et 32°C. Plus tard, en 1990 [Suhr & Schöner 1990] [21] ont confirmé ces résultats.

Pour conclure, les résultats présentés ci-dessus, montrent que de multiples paramètres peuvent influencer la mesure du ressuage et potentiellement la répétabilité des résultats d'essais. Dans une optique d'obtention de résultats fiables et comparables, une fixation d'un protocole de référence précis semble donc être primordiale. De plus, cette étude a souligné l'importance de prendre en compte le facteur de vieillissement du ciment tout au long de la thèse ainsi que la nécessité de ramener les résultats obtenus à ceux d'une pâte de référence réalisés à intervalles réguliers au cours de la thèse.

#### **2.2.4 Influence de la géométrie: effet de paroi**

Dans le cas des fluides à seuil dont les matériaux cimentaires font partie, l'effet de la géométrie de l'éprouvette semble être très important lors d'un essai de ressuage. Cet effet est connu par l'effet d'adhérence à la paroi ou l'effet de paroi. Une élimination de cet effet pourrait ainsi simplifier l'étude et garantir une bonne compréhension des résultats.

Nous nous focaliserons dans notre cadre d'étude sur la paroi du tube testé. Il semble important de garder à l'esprit que la paroi peut être celle du récipient contenant l'échantillon, celle du coffrage ou celle de la surface d'un granulat ou d'une armature.

##### **2.2.4.1 Fluide à seuil**

Avant d'aborder les problèmes des fluides à seuil, il n'est pas inutile de rappeler qu'il s'agit des fluides particuliers. Leurs comportements mécaniques et leurs caractéristiques physiques sont assez originaux et ils sont intermédiaires entre ceux des liquides et des solides. En effet, depuis l'apparition du concept de Bingham en 1922 [22] il a été implicitement considéré que ces matériaux ne s'écoulent comme des fluides visqueux que lorsqu'ils sont soumis à une contrainte supérieure à une valeur critique appelée le seuil de contrainte [23]. En deçà de ce seuil, ils ne s'écoulent pas mais peuvent se déformer de façon homogène dans leur régime solide.

### 2.2.4.2 Effet du diamètre

Afin d'étudier l'effet du diamètre du tube sur le ressuage, nous essayerons dans un premier temps d'établir une approche simplifiée du problème mécanique. Cette approche consiste à estimer, à partir du seuil d'écoulement du matériau, une valeur de diamètre critique du tube. Au-dessous de cette valeur, la contrainte à la paroi empêche ou au moins limite le ressuage.

Ensuite et afin d'appuyer cette approche, nous essayerons d'étudier expérimentalement le ressuage dans des tubes de différents diamètres. Nous montrerons que les valeurs de diamètres critiques ainsi obtenus sont en parfaite cohérence avec les valeurs estimées à partir de l'approche théorique.

#### 2.2.4.2.1 Approche théorique

Les différentes forces susceptibles d'être présentes au voisinage de la paroi sont présentées sur la Figure 2-14. Où  $P_v$  est la pression (ou une contrainte) verticale appliquée sur le matériau sous l'effet de la gravité. Une fois appliquée, cette force génère une pression latérale  $P_h$  (normale à la surface). Cette pression latérale va être par la suite transférée à la surface de la paroi verticale sous forme de contrainte tangentielle  $\tau$ . Par la suite, nous appellerons cette contrainte tangentielle contrainte à la paroi.

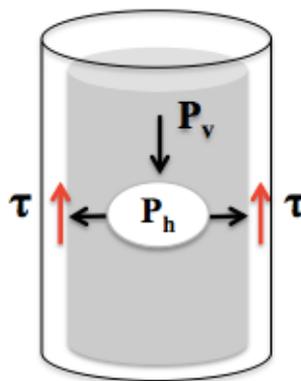


Figure 2-14 Bilan des forces exercées par le matériau sur les parois

Par ailleurs, un bilan d'équilibre de ces forces nous fournit un seuil de contrainte maximum et donc une contrainte potentielle à la paroi. Cette contrainte s'écrit

$$\tau = \rho g R / 2 \quad [24], \quad (2-2)$$

où  $\rho$  est la densité du matériau et  $R$  est le rayon du tube.

Si le seuil d'écoulement du matériau est supérieur à cette valeur, cette contrainte doit empêcher le matériau de s'écouler. Cela signifie que la contrainte générée par la gravité seule n'est pas suffisante pour remplir le cylindre. Il faut, dans ce cas, apporter une énergie supplémentaire telle que celle fournie par vibration [25].

Si nous considérons maintenant un matériau cimentaire, il existe une différence de densité  $\Delta\rho$  entre les particules de ciment en interaction et le fluide. Un équilibre de force semblable suggère qu'une contrainte à la paroi supérieure à  $\tau = \Delta\rho g R / 2$  empêche le ressuage. En effet, la contrainte induite dans le squelette par la différence de densité génère des forces de cisaillement. Ces forces, si elles sont reprises à la paroi, empêchent la séparation de la partie solide et liquide du matériau situé entre deux parois parallèles. Ceci empêche, par conséquent, tout mouvement d'eau.

#### **2.2.4.2.2 Présence de trois régimes**

L'approche que nous venons de présenter nous permet, selon la valeur du seuil, d'identifier 3 régimes. Ces trois régimes sont schématisés dans la Figure 2-15 et détaillés par la suite.

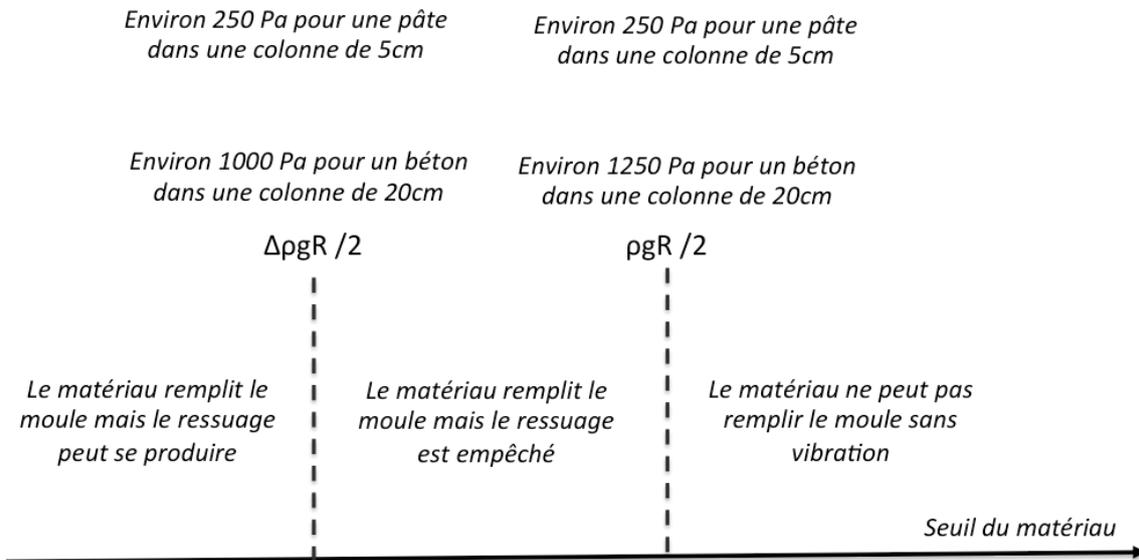


Figure 2-15 Remplissage et ressuage dans une colonne en fonction du seuil du matériau.

**Premier régime :** Dans le premier régime (à gauche sur la Figure 2-15), le seuil du matériau est négligeable devant  $\Delta\rho gR/2$ . Le matériau est suffisamment fluide pour remplir le moule mais peut potentiellement ressuer. Dans cette configuration, la contrainte à la paroi n'est pas suffisamment élevée pour reprendre la différence de densité entre les différents composants. Par conséquent, le matériau doit se consolider comme dans une géométrie semi-infinie où la présence de la paroi et des interfaces pourrait être négligée.

Dans ce régime, le ressuage pourrait être considéré comme une caractéristique intrinsèque du matériau qui ne dépend pas de la géométrie du moule. La stabilité du matériau est donc le résultat de la compétition entre les interactions colloïdales de particules et de la gravité comme a été montré dans [2] et développé dans le premier chapitre (section 1.2.2). De façon à nous focaliser sur le ressuage intrinsèque du matériau, c'est dans ce régime que nous cherchons à réaliser nos essais de ressuage.

**Deuxième régime :** Dans un second régime (zone centrale sur la Figure 2-15), la contrainte de cisaillement à la paroi n'empêche pas le remplissage de l'éprouvette. Elle est, toutefois, suffisamment élevée pour empêcher le ressuage. En conséquence, dans ce régime, un matériau intrinsèquement non stable pourrait être stabilisé par la présence des interfaces de la paroi.

**Troisième régime :** Dans le troisième régime (à droite sur la Figure 2-15), la contrainte à la paroi pourrait empêcher à la fois le ressuage et le remplissage du tube sous l'effet de la gravité seule. Néanmoins, comme décrit plus haut, des vibrations externes ou internes pourraient garantir un remplissage convenable. Par conséquent et de façon similaire au deuxième régime, la stabilité du matériau serait assurée par les interfaces de la paroi.

#### 2.2.4.2.3 Conséquences

Après avoir détaillé cette approche, nous essayerons maintenant de l'appliquer sur deux systèmes différents. Le premier est une pâte de ciment et le deuxième est un mortier à une fraction volumique en sable de 50%. Nous précisons aussi que ces deux systèmes contiennent le même ciment de référence et préparés à un même rapport E / C de 0,5.

Les mesures rhéologiques sur ces deux systèmes sont réalisées à l'aide d'un rhéomètre Bohlin C-VOR équipé d'une géométrie de type Vane [26]. La géométrie Vane utilisée est une ailette de 4 pâles d'un diamètre de 25 mm, le diamètre extérieur de la cuve est de 50 mm et sa profondeur est de 60 mm.

Une minute après la fin du malaxage du mélange, la cuve du rhéomètre est remplie. Les échantillons n'ont pas été pré-cisaillés afin d'éviter une éventuelle migration des particules de sable dans le cas des mortiers [27,28]. Une attention particulière est portée afin de garder un même état initial du matériau (malaxage et mise en place identiques sans avoir besoin d'effacer son historique mécanique).

Après une minute de repos, nous mesurons le seuil d'écoulement en appliquant une vitesse de cisaillement constante de 0,05 s<sup>-1</sup>. Ensuite, nous laissons le matériau au repos pendant 2h (bien avant que le ressuage final soit atteint). Finalement, nous mesurons une autre fois le seuil d'écoulement en appliquant une même vitesse de 0,05 s<sup>-1</sup>. Les contraintes de cisaillement ainsi mesurées pour les deux matériaux après malaxage et après 2h de repos sont tracées en fonction de la déformation dans la Figure 2-16. Par ailleurs, à partir de la Figure 2-16 nous pouvons déduire le seuil d'écoulement du matériau. Ce dernier correspond en fait au pic de contrainte avant le début de l'écoulement. Les seuils d'écoulement pour la pâte et le mortier ainsi déduits sont rassemblés dans le Tableau 2-3.

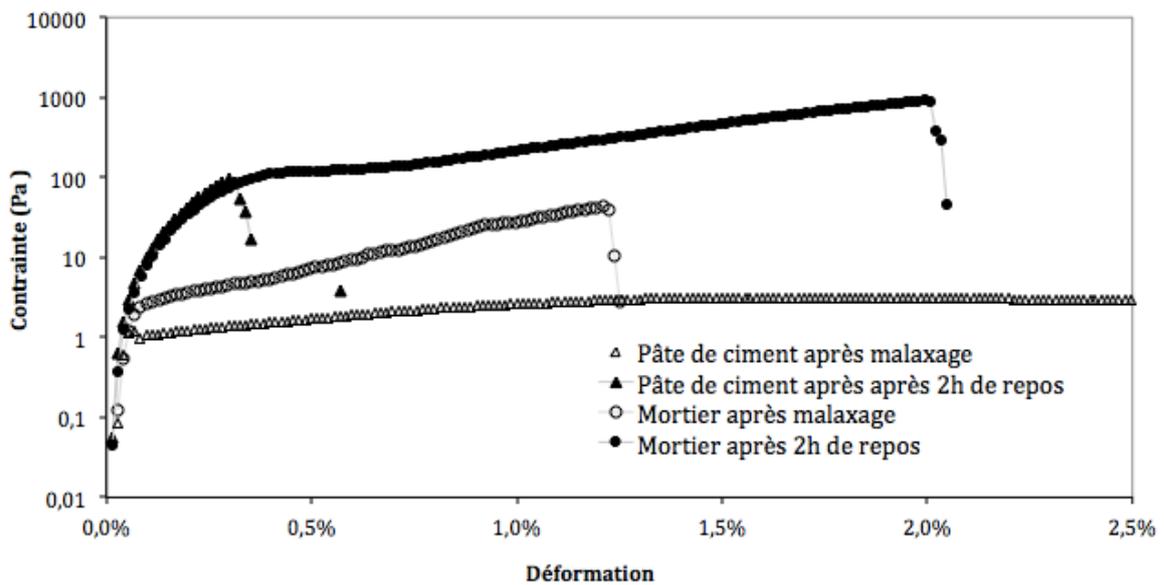


Figure 2-16 Contrainte de cisaillement en fonction de la déformation pour la pâte de ciment et le mortier : après malaxage et après 2h de repos

Tableau 2-3 Seuil d'écoulement de la pâte du ciment et du mortier : après malaxage et après 2h de repos

Matériau	Seuil d'écoulement
Pâte de ciment après malaxage (E/C = 0.5)	3 Pa
Pâte de ciment après 2h de repos (E/C = 0.5)	100 Pa
Mortier après malaxage – 50% fraction volumique du sable (E/C = 0.5)	40 Pa
Mortier après 2h de repos – 50% fraction volumique du sable (E/C = 0.5)	900 Pa

Une étude comparative des seuils présentés dans le Tableau 2-3 nous permet de noter que le seuil d'écoulement du mortier est plus élevé que celui de la pâte. Ceci trouve son origine dans la présence des inclusions rigides de sable [29]. Nous notons également que la structuration de la pâte se produit à un taux d' $A_{\text{thix}} = 1,3 \times 10^{-2} \text{ Pa / s}$  [30] alors qu'elle se produit à un taux plus élevé pour le mortier (i.e.  $1,2 \times 10^{-1} \text{ Pa / s}$ ). Nous rappelons que  $A_{\text{thix}}$  correspond à la vitesse de restructuration du matériau. De plus, le temps caractéristique de la structuration (i.e. le temps nécessaire pour doubler le seuil d'écoulement initial du matériau) pour ces deux systèmes contenant le même ciment au même rapport E/C est similaire et d'environ 300 s [30, 11]. Ce résultat est en accord avec l'influence des inclusions sur la thixotropie des matériaux cimentaires [29]. Il résulte du fait que la cinétique de l'évolution de la structuration du matériau trouve son origine au niveau de la pâte constitutive (qui est la même ici pour les pâtes et mortiers). Cette structuration est simplement amplifiée par la présence des inclusions du sable [29].

A partir de ces valeurs mesurées du seuil d'écoulement et des relations présentées plus haut, les diamètres critiques calculés sont d'environ 2 cm pour la pâte de ciment et environ 10 cm pour le mortier pour un rapport E/C égale à 0,5 et une fraction volumique en sable de 50%.

#### **2.2.4.2.4 Résultats expérimentaux**

Nous présentons dans Figure 2-17 la fraction volumique solide finale de la pâte calculée à partir du ressuage final en fonction du diamètre du tube pour les deux matériaux étudiés. Nous rappelons que la pâte dans un mortier est sa pâte constitutive présente entre les grains de sable. Le ressuage du mortier est ainsi naturellement dicté par le ressuage de sa pâte. A titre comparatif, nous avons ajouté à cette figure la fraction volumique initiale de la pâte.

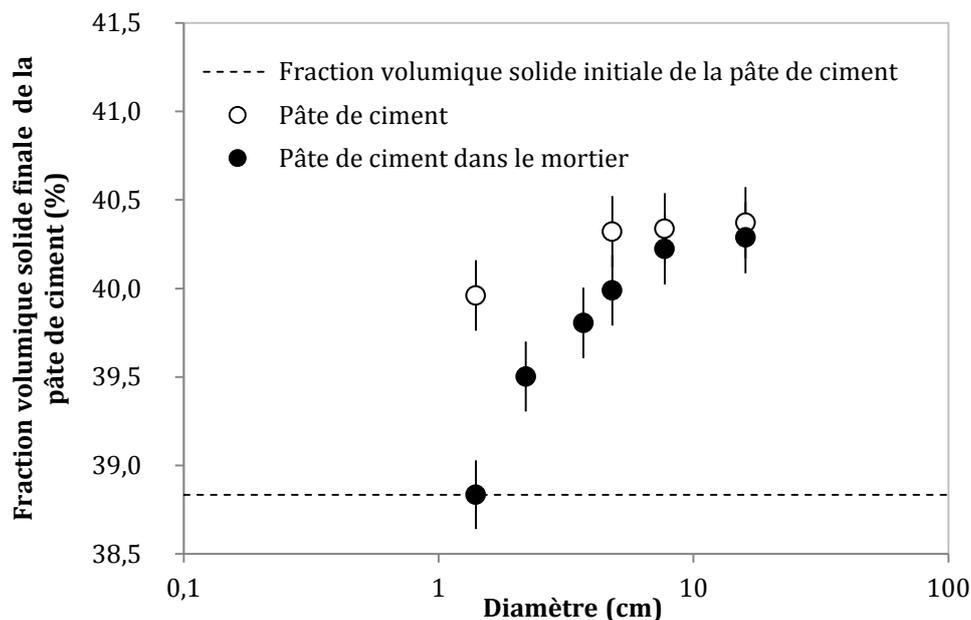


Figure 2-17 Fraction volumique solide finale en fonction du diamètre du tube pour la pâte de ciment dans les deux systèmes : Pâte seule et pâte dans le mortier

Nous notons qu'au-dessus d'environ 2 cm pour la pâte de ciment et environ 10 cm pour le mortier, la fraction volumique finale de la pâte devient constante. Ceci suggère que le matériau atteint son état de consolidation final sans être influencé par la présence de la paroi et des interfaces. Nous nous plaçons ainsi dans le premier régime de Figure 2-15. Nous remarquons également que l'état de consolidation final de la pâte constitutive du mortier n'est pas affecté par la présence des grains de sable. Nous observons, en effet, une fraction identique pour le mortier et la pâte. Par ailleurs, nous observons qu'en deçà de ces valeurs la fraction volumique finale de la pâte diminue. Ceci suggère alors qu'une partie de la différence de densité entre les grains de ciment et l'eau est transférée à la paroi du tube. A ce stade, il est important de souligner que ces valeurs critiques sont en parfaite cohérence avec les diamètres critiques calculés à partir des mesures du seuil et présentés plus haut.

Notons tout de même qu'aucun ressuage n'est mesuré dans le cas du diamètre de 1,4 cm. La fraction volumique solide finale de la pâte reste égale à sa fraction volumique solide initiale. Il semble important de préciser que le remplissage de ce tube, dans ce cas, était

difficile et nécessitait une légère vibration. Par conséquent, cet essai illustre le troisième régime de la Figure 2-15.

A ce stade, nous pouvons conclure tout d'abord que cette étude valide notre choix de diamètre du tube de 7,7cm dans notre protocole de référence. Le ressuage a ainsi lieu dans une configuration qui pourrait être considérée comme semi-infinie (i.e pas d'influence de l'interface).

### 2.2.4.3 Effet de la hauteur

#### 2.2.4.3.1 Constatations expérimentales

Nous essayerons maintenant d'étudier l'effet de paroi pour des gammes de hauteurs plus importantes que les essais des sections précédentes. Pour cela, deux tubes de hauteurs différentes (1m et 1,9m) et de diamètre 10cm sont étudiés. La pâte de ciment est toujours notre pâte de référence préparée selon notre protocole de référence. Le ressuage est suivi avec notre méthode d'acquisition d'image. A titre comparatif, nous avons réalisé en parallèle notre essai de référence de hauteur 40cm. Pour rappel, nous avons montré, plus haut, l'absence de l'effet de diamètre pour ce tube. Il est donc important de garder à l'esprit que la différence de diamètre des tubes étudiés n'a a priori aucun effet sur nos résultats.

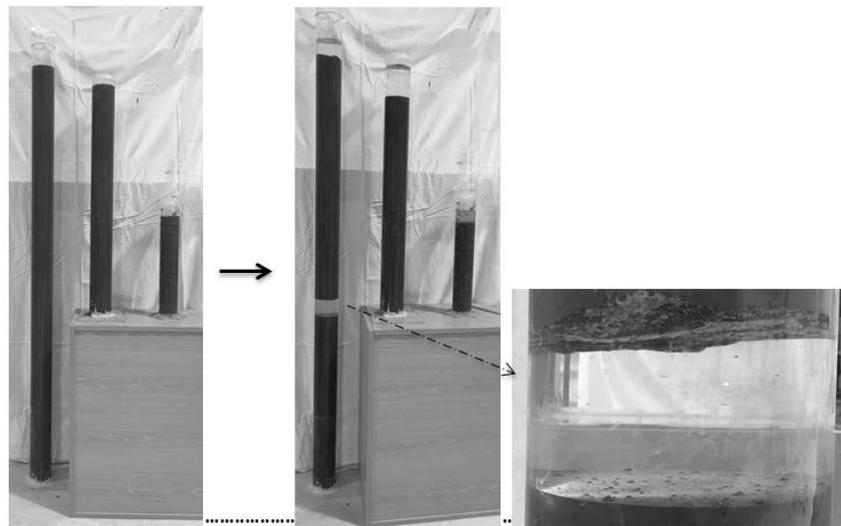


Figure 2-18 illustration du ressuage pour trois hauteurs différentes (0,4m, 1m et 1,9m)

En première observation des tubes au cours de l'essai, nous avons constaté une apparition progressive d'une couche d'eau à mi-hauteur du tube de 1,9m. Cette couche, comme illustré sur la Figure 2-18, divise la pâte en deux morceaux. Il semble important de garder à l'esprit que l'essai a été répété trois fois et à chaque fois nous notons l'apparition de cette couche.

Ensuite, nous traçons dans la Figure 2-19 les résultats de ressuage obtenus en fonction du temps. Nous notons que les trois hauteurs ont une même période d'induction et également une vitesse d'extraction identique. Par ailleurs, ces durées et vitesses sont identiques aux résultats des gammes de hauteurs plus faibles étudiées dans le premier chapitre.

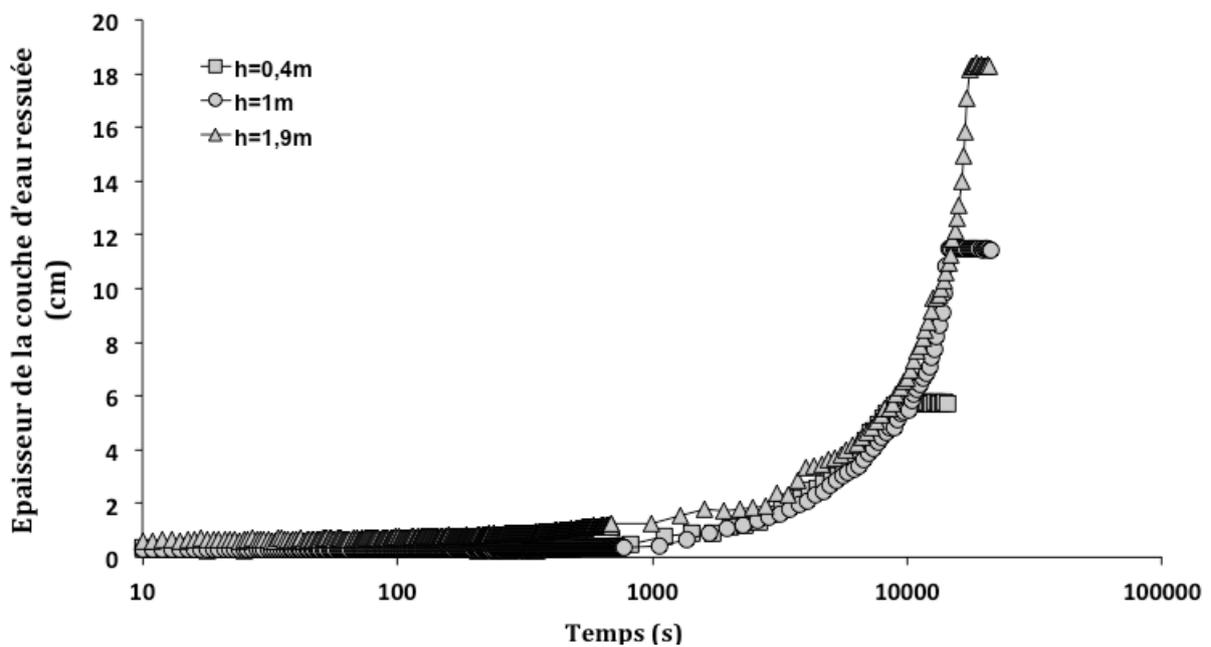


Figure 2-19 Epaisseur de la couche d'eau ressuée en fonction du temps pour les trois hauteurs étudiées

Enfin, nous traçons sur la Figure 2-20 la fraction volumique solide finale pour les trois hauteurs. Nous constatons que, contrairement à des gammes de hauteurs faibles, la

fraction volumique solide finale dépend considérablement de la hauteur. Elle diminue en augmentant la hauteur du tube. Ceci suggère que le ressuage s'arrête avant que le matériau atteigne sa consolidation finale.

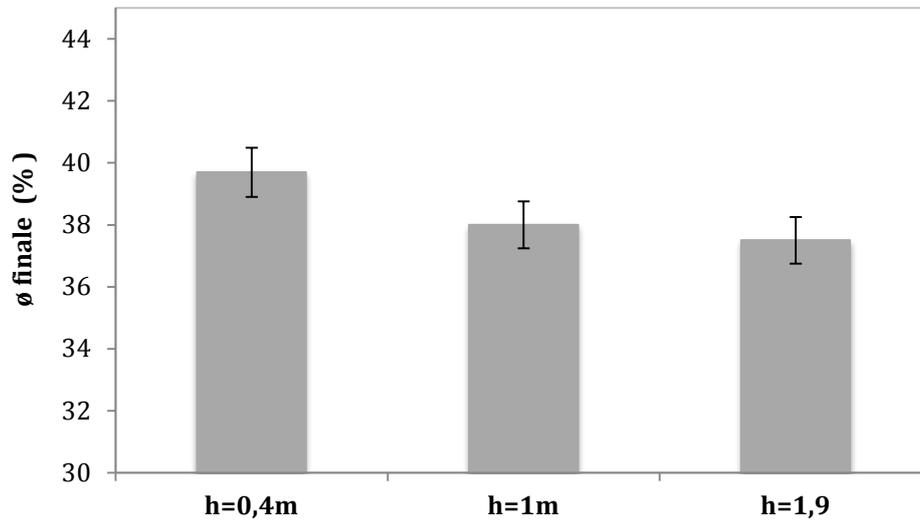


Figure 2-20 Fraction volumique solide en fonction du temps pour les trois hauteurs étudiées

La question qui se pose à ce stade est l'origine de cette diminution de consolidation finale du matériau alors que la hauteur augmente ainsi que l'apparition de la couche de séparation observée dans le tube de 1,9m.

#### 2.2.4.3.2 Interprétations et discussions

Nous faisons l'hypothèse qu'un effet de paroi dû essentiellement à un changement des propriétés intrinsèques du matériau pourrait être à l'origine de l'arrêt du ressuage observé pour le cas des tubes de 1m et 1,9m. Nous rappelons aussi que, la vitesse, comme montré ci-dessus et dans le premier chapitre, est toujours la même quel que soit la hauteur du tube. Ceci suggère qu'un tube de hauteur élevée nécessite plus de temps pour extraire l'eau. Entre temps, les propriétés intrinsèques du matériau pourraient changer soit par un effet de thixotropie [31,32,33], soit par le phénomène de consolidation lui-même [34]. Ceci pourrait augmenter par conséquence le seuil du

matériau et donc la contrainte à la paroi. Il semble important de rappeler ainsi que la thixotropie est un phénomène de structuration réversible associé aux phénomènes physicochimiques du ciment. À court terme, elle est due à l'évolution du réseau colloïdal. À long terme elle est le résultat de la nucléation des CSH et la formation de ponts de CSH entre les grains de ciment suite à la réaction continue d'hydratation [11].

Afin d'éliminer cet effet et d'appuyer notre hypothèse, nous essayons de retarder cette hydratation à l'origine de la thixotropie et de la structuration du matériau. Ceci est réalisé en utilisant une technique d'ajout différé de sucrose [35]. Cette technique nous permet de retarder fortement l'hydratation du ciment sans modifier la rhéologie du système ni le défloculer. Dans la littérature, plusieurs auteurs [36, 37, 38] ont prouvé cet effet des sucres sur la prise des matériaux cimentaires.

Par la suite, les deux essais de tube de 1m et de 0,4m sont étudiés avec un ajout de sucrose. Afin de couvrir toutes les surfaces des particules de ciment, un dosage de 0,05% de sucrose est utilisé. Nous précisons que le dosage en polymère est exprimé en pourcentage de la masse de ciment. Nous présentons dans la Figure 2-21 la structure chimique du sucrose utilisé.

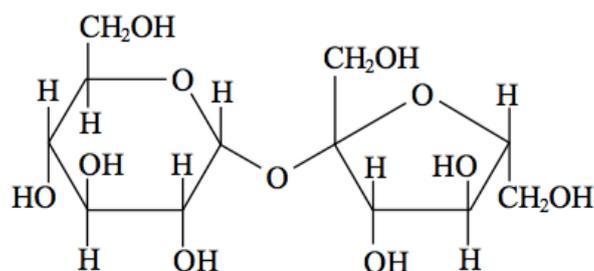


Figure 2-21: Structure chimique du sucrose utilisé

**Le protocole de préparation :** Le ciment est malaxé, tout d'abord, avec 80% de l'eau totale pendant 2 minutes. Ensuite, l'ensemble est laissé au repos pendant 10min. Le sucrose ajouté au 20% du volume d'eau restant est ajouté, enfin, au mélange et malaxé durant 1 minute.

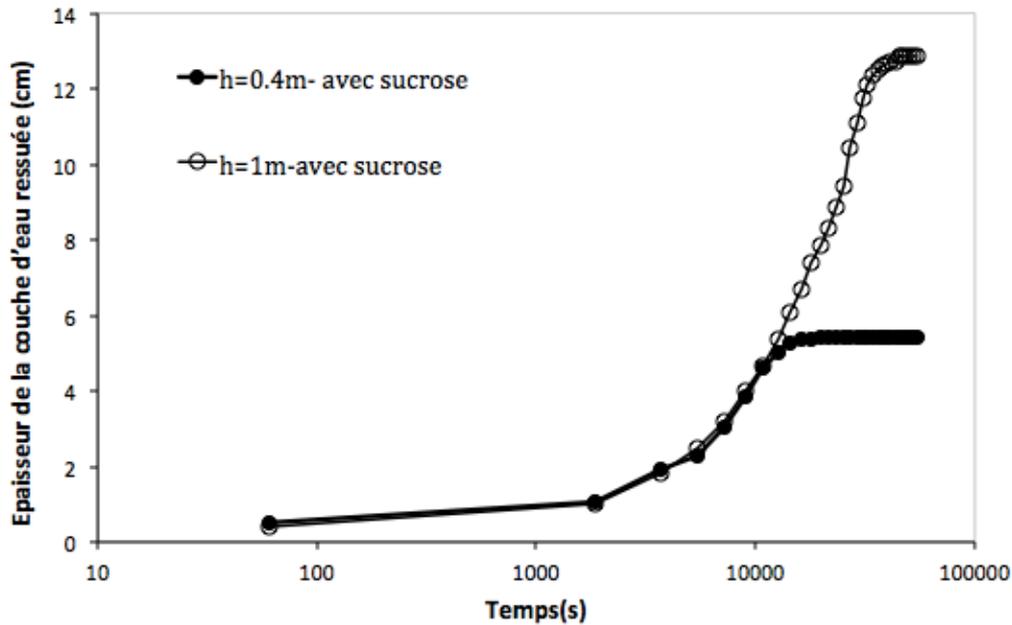


Figure 2-22 Epaisseur de la couche d'eau ressuée en fonction du temps pour les deux hauteurs (0,4m et 1m) avec ajout de sucre

Nous traçons sur la Figure 2-22 un suivi du ressuage en fonction du temps pour ces systèmes retardés. Nous notons, comme en absence de sucre, une indépendance de la période d'induction et de la vitesse d'extraction à la hauteur du tube. Pour étudier l'état final, nous présentons dans la Figure 2-23 leurs fractions volumiques solides finales. A titre comparatif, nous avons ajouté les fractions volumiques solides finales sans sucre. Nous notons, comme attendu, un même état de consolidation finale. Ceci pourrait, par conséquent, appuyer notre hypothèse qui suggère que l'effet de paroi dans le cas de tubes de grande hauteur est à l'origine de l'arrêt de ressuage. Il pourrait également répondre à notre question sur l'origine de la diminution de consolidation finale du matériau ainsi que la couche de séparation observée dans le tube de 1,9m.

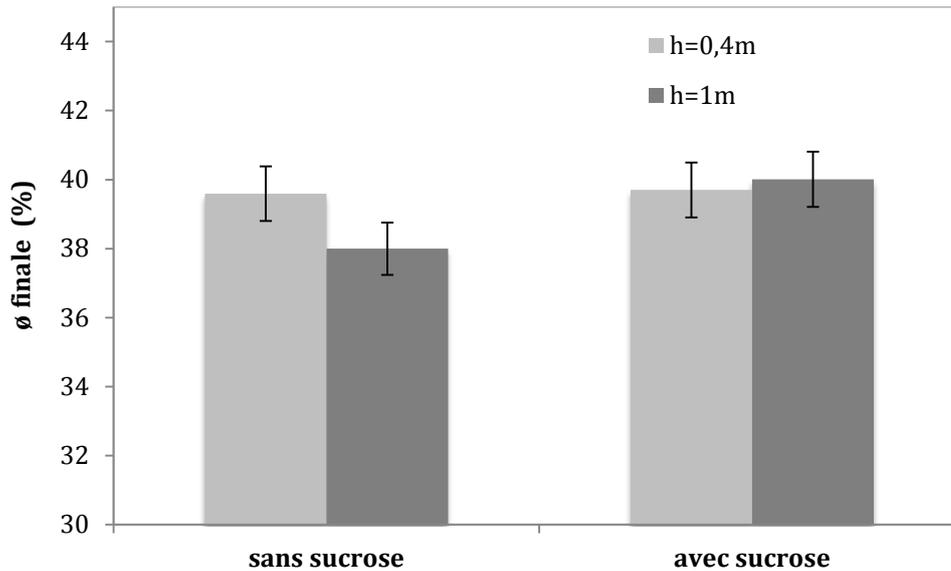


Figure 2-23 Fraction volumique solide en fonction du temps pour les deux hauteurs (0,4m et 1m) avec ajout de sucrose

Pour conclure, afin de négliger l'effet de paroi et de mesurer un ressuage intrinsèque, il semble indispensable d'avoir un large diamètre et aussi une hauteur pas trop élevée. Le matériau doit être en mesure d'extraire son eau avant que les effets de l'hydratation ne fassent augmenter son seuil au-dessus d'une valeur critique permettant la reprise de la différence de densité à la paroi. En pratique et dans le cas des fondations profondes en particulier, ce résultat pourrait, toutefois, être bénéfique. En effet, un matériau intrinsèquement non stable pourrait être stabilisé par la présence des interfaces de la paroi lors de l'augmentation de la consistance liée à l'avancement de la réaction d'hydratation en phase dormante.

### 2.3 Conclusion

Nous avons, présenté dans ce chapitre un protocole expérimental développé au cours de cette thèse pour caractériser le ressuage d'une pâte de ciment au laboratoire. Celui-ci nous a permis d'identifier les différents paramètres non intrinsèques au matériau affectant le résultat de l'essai. Nos résultats ont attiré notre attention sur deux effets

majeurs. Le premier est la diminution du ressuage en raison du vieillissement du ciment. Nous décidons ainsi de ramener les résultats obtenus à ceux d'une pâte de référence réalisés à intervalles réguliers au cours de la thèse. Le deuxième est la diminution significative du ressuage suite à une augmentation de l'instant de démarrage de l'essai.

Ensuite, notre étude sur l'effet de paroi nous a montré qu'au-dessous de certains diamètres critiques, le ressuage pourrait être empêché si le seuil du matériau est élevé. Ces valeurs critiques sont ainsi estimées dans le cas des matériaux de cette étude. Elles sont d'environ 2 cm pour la pâte de ciment et environ 10 cm pour le mortier pour un rapport E/C égal à 0,5 et une fraction volumique en sable de 50%.

Enfin, nous avons pu capturer l'effet de paroi sur des gammes de hauteurs élevées. Nous avons noté ainsi que les propriétés intrinsèques du matériau peuvent changer au cours de l'essai. Ceci peut arrêter également le ressuage. Enfin, pour les matériaux thixotropes ou de seuils importants comme les bétons, notre essai de référence atteint ses limites. D'autres essais normalisés sont utilisés et ils seront présentés en détail dans le chapitre 4.

## 2.4 Références

- 
- [1] L. Josserand, Ressuage des bétons hydrauliques, rapport de thèse, LCPC, 2002
- [2] A. Perrot, T. Lecompte, H. Khelifi, C. Brumaud, J. Hot, N. Roussel, Yield stress and bleeding of fresh cement pastes, *Cement and Concrete Research*, Volume: 42 Issue: 7 Pages: 937-944, 2012.
- [3] H.F.W. Taylor, *Cement chemistry*, Ed. London Academic Press, 1990.
- [4] Pigeon, Composition et hydratation du ciment Portland, Séminaire progrès dans le domaine du béton, Québec, Pages: 36-72, septembre 1981.
- [5] C. Famy, K. Scrivener, A.K. Crumbie, What causes differences of C-S-H grey level in backscattered electron images ?, *Cement and Concrete Research*, Volume: 32 Issue: 9, Pages: 1465-1471, 2002.
- [6] E. Gallucci, P. Mathur, K. Scrivener, Microstructural studies of early age hydration of OPC using TEM, 12th International Congress on the Chemistry of Cement, 2008.

- [7] K.L. Scrivener, R. Snellings, B. Lothenbach, A practical guide to microstructure analysis of cementitious materials, CRC Press, 22 décembre 2015.
- [8] M. Michel, accélération de ciment au laitier par du ciment sulfo-alumineux, thèse de doctorat, INSA Lyon, 2009.
- [9] M. Regourd, L'hydratation du ciment Portland, Le Béton Hydraulique, Chapitre 10, extrait de Connaissance et Pratique, Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées (ENPC), 1995.
- [10] J.W. Bullard, H.M. Jennings, R.A. Livingston, A. Nonat, G.W. Scherer, J.S. Schweitzer, et al., Mechanisms of cement hydration, Cement and Concrete Research, Volume 41 Pages: 1208–1223, 2011.
- [11] N. Roussel, G. Ovarlez, S. Garrault, C. Brumaud, The origins of thixotropy of fresh cement pastes, Cement and Concrete Research, Volume 42 Pages: 148–157, 2012.
- [12] V. Baroghel-Bouny, Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons. Méthodes, analyse, interprétation. Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1994.
- [13] T. Hansen, Physical structure of hardened cement paste, A classical approach, Materials and Structures, 1986.
- [14] Metha, Concrete structure, properties, and materials, Prentice-Hall, Page 450, 1986.
- [15] Bulletin du Ciment No 13, la revue "Bulletin du ciment/ ETH bibliothèque, Tome 10-11, cahier 14, 1942-1943.
- [16] M. Eriksson, T. Dalmalm, M. Brantberger, H. Stille, Separations- och filtreringsstabilitet hos cementbaserade injekteringsmedel, Kungliga Tekniska Högskolan, Avd för Jord- och bergmekanik, Rapport 3065, Stockholm, 1999.
- [17] S. Soga, K. Takagi, A. Kimura, Influence of the mixing energy on fresh concrete, Transactions of the japan concrete institute, Volume: 8, Pages : 73-80, 1986.
- [18] E. Bielak, Testing of cement, cement paste and concrete, including bleeding - part 1 : Laboratory test, Colloque de Hannover - properties of fresh concrete, Pages : 154 – 166, Octobre 1990.
- [19] P. Schiessl, J. W. Weber, Bleeding of concrete, Iberoamerican R.M.C. congress, congress report section XII/B-4, Madrid, 23-26 juin 1992.
- [20] T.C. Power, The properties of fresh concrete, Pages: 533-652, New York, U.S.A, 1968.
- [21] S. Suhr, W. Schöner, Bleeding of cement paste, Colloque de Hannover - properties of fresh concrete, Pages: 33 – 40, octobre 1990.

- [22] E.C. Bingham, *Fluidity and Plasticity*, McGraw-Hill, New York, 1922.
- [23] P. Coussot , *Rheometry of Pastes, Suspensions and Granular Materials–Application in Industry and Environment* Wiley, New York , 2005.
- [24] N. Roussel, P. Coussot, *Ecoulements d'affaissement et d'étalement :modélisation, analyse et limites pratiques*, *Revue Européenne de Génie Civil*, Janvier 2006.
- [25] N. Roussel, *Rheology of fresh concrete: from measurements to predictions of casting processes*, *Materials and Structures*, Volume: 40 Issue: 10 Pages: 1001-1012, 2007.
- [26] Q.D. Nguyen, D.V. Boger, *Direct yield stress measurement with the vane method*, *J. Rheol.* 29, 335–347, 1985.
- [27] J. Spangenberg, N. Roussel, J.H. Hattel, H. Stang, J. Skocek, M.R. Geiker, *Flow induced particle migration in fresh concrete: Theoretical frame, numerical simulations and experimental results on model fluids*, *Cement and Concrete Research* Volume: 42 Issue: 4 Pages: 633-641, 2012.
- [28] H. Hafid, G. Ovarlez, F. Toussaint, P.H. Jezequel, N. Roussel, *Assessment of potential concrete and mortar rheometry artifacts using magnetic resonance imaging* , *Cement and Concrete Research*, Volume : 71 Pages: 29-35, 2015 .
- [29] F. Mahaut, S. Mokeddem, X. Chateau, N. Roussel, G. Ovarlez, *Effect of coarse particle volume fraction on the yield stress and thixotropy of cementitious materials*, *Cement and Concrete Research*, Volume: 38 Issue: 11 Pages: 1276-1285, 2008.
- [30] N. Roussel, *A thixotropy model for fresh fluid concretes: Theory, validation and applications*, *Cement and Concrete Research*, Volume: 36 Issue: 10 Pages: 1797-1806, 2006.
- [31] G. Ovarlez, N. Roussel, *A physical model for the prediction of lateral stress exerted by self-compacting concrete on formwork*, *Materials and Structures*, Volume: 39 Issue: 2 Pages: 269-279, 2006.
- [32] P.H. Billberg, N. Roussel, S. Amziane, M. Beitzel, G. Charitou, B. Freund, J.N. Gardner, G. Grampeix, C.A. Graubner, L. Keller, K.H. Khayat, D. Lange, A.F. Omran, A. Perrot, T. Proske, R. Quattrociochi, Y.Vanhove, *Field validation of models for predicting lateral form pressure exerted by SCC*, *Cement & Concrete Composites*, Volume: 54 Pages: 70–79, 2014.
- [33] J.C. Tchamba, S. Amziane, G. Ovarlez, N. Roussel, *Lateral stress exerted by fresh cement paste on formwork: Laboratory experiments*, *Cement and Concrete Research*, Volume: 38 Issue: 4 Pages: 459-466, 2008.
- [34] Y. Peng, S. Jacobsen, *Influence of water/cement ratio, admixtures and filler on sedimentation and bleeding of cement paste*, *Cement and Concrete Research*, Volume 54, Pages 133–142, December 2013.

[35] L. Reiter, T. Wangler, N. Roussel, R. Flatt , Distinguishing flocculation and hydration effects on the thixotropy of cement pastes.

[36] Simatupang, Abbaureaktionen von Glucose, cellobiose und Holz unter dem Einfluss von Portlandzementmörtel, Holzforschung, Volume: 40 Pages: 149-155, 1986.

[37] M. C. Garci Juenger , H. M. Jennings, New insights into the effects of sugar one the hydration and microstructure of cement pastes, Cement and Concrete Research, Volume : 32 Pages :393 –399, 2002.

[38] K. Bilba, Arsene, M.A, Ouensanga, A, « Sugar cane bagasse fibre reinforced cement composites. Part I. Influence of the botanical components of bagasse on the setting of bagasse/cement composites, Cement Concrete Composites, Volume: 25 Pages : 1-96, 2003.



---

## **Chapitre 3: Ressuage de la pâte de ciment:**

**Effet de la formulation de la matrice**

**cimentaire**

---



# **Chapitre 3: Ressuage de la pâte de ciment:**

## **Effet de la formulation de la matrice cimentaire**

Après avoir étudié, dans le chapitre précédent, l'effet des paramètres non intrinsèques au matériau sur le ressuage de la matrice cimentaire, nous nous focaliserons, dans ce chapitre, sur l'étude de l'effet des paramètres intrinsèques. Ces variables sont liées, par ailleurs, aux principaux composants de la matrice cimentaire. Nous identifions les variables suivantes :

- Ciment : minéralogie, granulométrie, surface spécifique, morphologie
- Eau : rapport E/C
- Air : quantité et taille des bulles d'air
- Additions : fibre, polymère...

Nous précisons ici que l'étude de la relation entre ressuage et formulation est un sujet majeur et un sujet en soi. Nous ne reportons ici que des résultats exploratoires qu'il nous a parus important de rassembler dans ce chapitre. L'accent est mis sur le rôle du rapport E/C et sur le rôle des bulles d'air au vu du rôle de l'eau libre et des défauts initiaux du système mis en évidence dans les chapitres précédents.

### **3.1 Effet de E/C**

Afin d'étudier l'effet du rapport E/C sur le ressuage, cinq essais à différents E/C (0,45 ; 0,5 ; 0,55 ; 0,6 ; 0,65) ont été réalisés. Nous rappelons que la préparation de la pâte de

ciment de cette étude ainsi que toutes les prochaines études est réalisée selon notre protocole de référence. Nous traçons sur la Figure 3-1 la progression de l'épaisseur de la couche d'eau ressuée en fonction du temps. En première observation, nous constatons que le ressuage final augmente en augmentant le rapport E/C. Cette augmentation a été capturée aussi dans plusieurs travaux de la littérature [1, 2, 3]. De plus, d'autres travaux [4,5] ont montré que ce résultat reste vrai même en présence d'adjuvant. Nous notons de même que, à l'exception de E/C égal à 0,45, la cinétique du ressuage est indépendante du rapport E/C. Nous observons, ainsi, une même période d'induction et une même vitesse d'extraction d'eau.

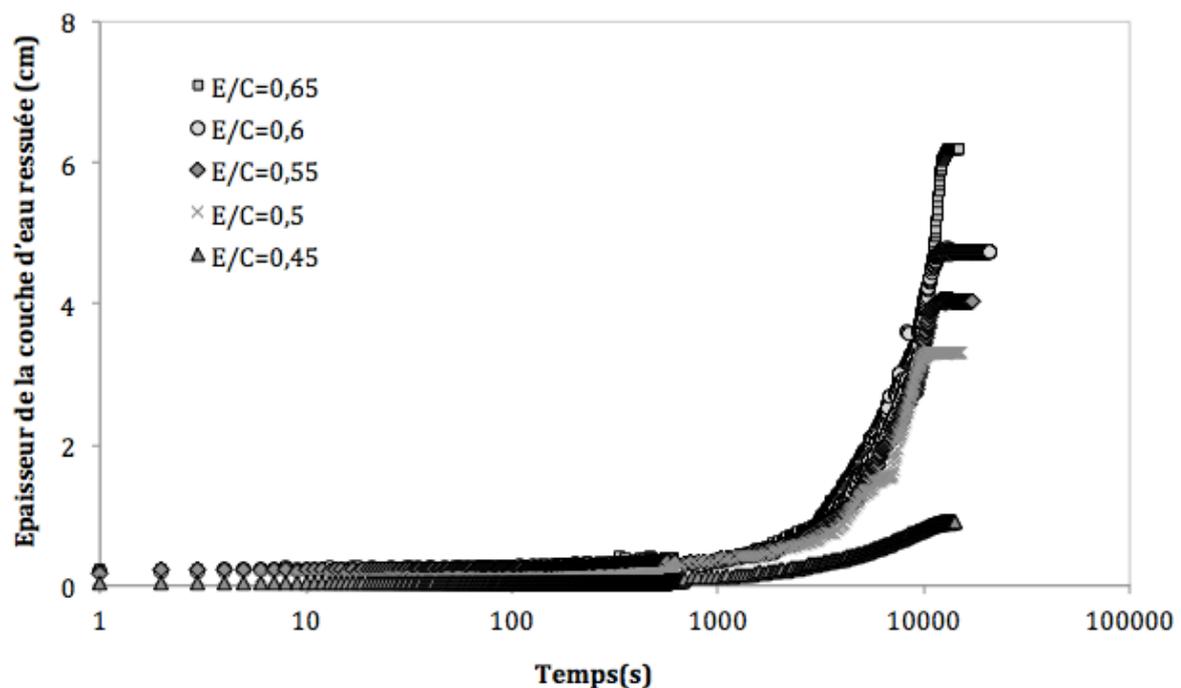


Figure 3-1 Epaisseur de la couche d'eau ressuée en fonction du temps pour une pâte de ciment à différents E/C

### 3.2 Effet du type de ciment

Pour cette étude, six ciments différents ont été testés. Nous précisons que les essais sont réalisés à une fraction volumique solide constante et non pas à un rapport E/C constant.

Nous résumons dans le Tableau 3-1 les masses volumiques des différents ciments ainsi que les différents rapports E/C des pâtes étudiées. Pour rappel, ces ciments sont les mêmes que ceux testés pour l'étude du vieillissement du ciment dans le chapitre précédent (Cf. ANNEXE B).

*Tableau 3-1 les différents E/C des ciments étudiés*

<b>Type de ciment</b>	<b>Masse volumique (Kg/m<sup>3</sup>)</b>	<b>E/C</b>
CEM (référence)	3150	0,56
CEM I	3130	0,57
CEM II/A	3060	0,58
CEM II/B	2990	0,59
CEM III/A	2960	0,6
CEM V/A	2910	0,61

Nous traçons sur la Figure 3-2 la progression de l'épaisseur de la couche d'eau ressuée en fonction du temps pour les six pâtes étudiées. Nous notons, tout d'abord, que la nature du ciment a un effet considérable sur le ressuage final de la pâte. En effet, nous remarquons que le CEM V/A a un ressuage largement supérieur aux autres ciments. Le ressuage le plus faible est relevé pour le CEM III/A. De plus, nous notons que la cinétique du ressuage est également impactée par la nature du ciment.

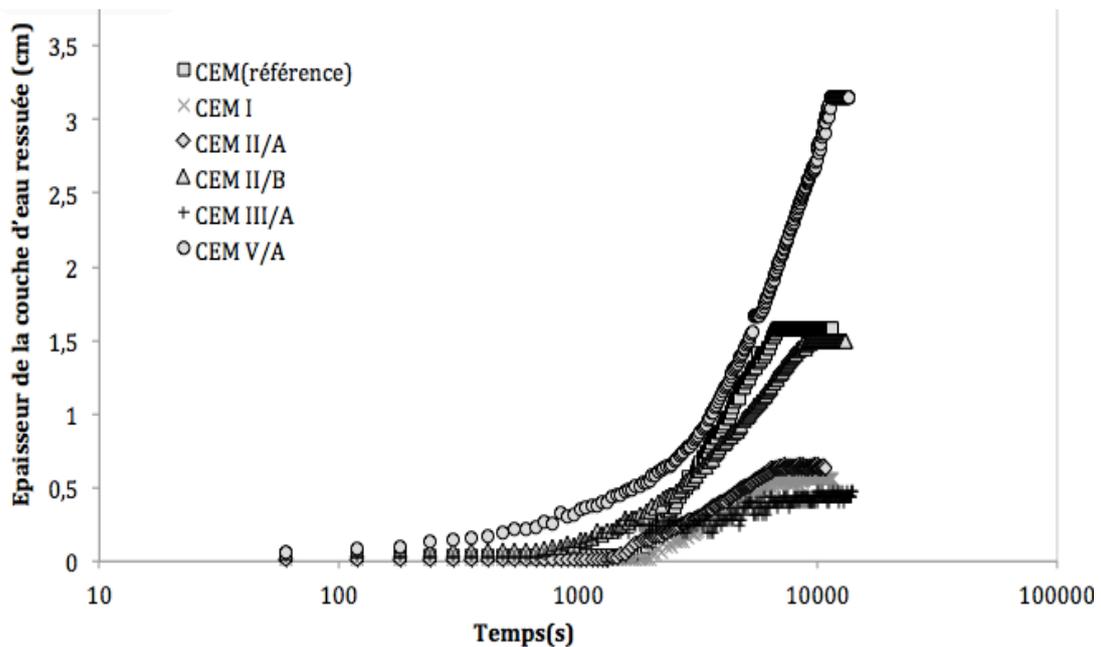


Figure 3-2 : Epaisseur de la couche d'eau ressuée de l'eau ressuée en fonction du temps pour des pâtes à différents types de ciment et à fraction volumique solide constante

### 3.3 Effet des additions minérales

Le ciment Portland pur, tel que notre ciment de référence, est un ciment anhydre sans additions minérales. Il est composé essentiellement de clinker et de gypse. Nous rappelons que le gypse est ajouté pour réguler la prise du ciment en contact avec l'eau. En parallèle du gypse, des additions secondaires peuvent être ajoutées au clinker pour former ainsi un ciment composé [6]. Les additions minérales d'un ciment composé peuvent être de différents types. Elles peuvent être de type hydraulique tels que les laitiers de haut fourneau, de type inerte tels que les fillers calcaires et/ou de type pouzzolanique tels que les cendres volantes et les fumées de silice [7].

Afin d'étudier l'effet de ces additions sur le phénomène de ressuage, une substitution volumique partielle (30 %) du ciment de la pâte de référence par différentes additions minérales a été réalisée. Nous avons testé, tout d'abord, deux différents types de laitier,

ensuite, une cendre volante et finalement un filler calcaire. Les compositions ainsi que les granulométries des différentes additions utilisées sont fournies en ANNEXE B.

Nous présentons sur la Figure 3-3 la progression de l'épaisseur de la couche d'eau ressuée en fonction du temps. Avant de commencer l'analyse des résultats, il est important de garder à l'esprit que toutes nos comparaisons sont faites par rapport au ressuage de notre pâte de référence sans addition. Ainsi, nous notons, une diminution du ressuage final suite à une substitution volumique en laitier. Cette diminution est beaucoup plus marquée pour le laitier anglais. Nous observons également une diminution du ressuage final suite à une substitution en filler calcaire. En revanche, en présence de la cendre volante, nous mesurons un ressuage final identique. De plus, nous constatons que la cinétique du ressuage sur des temps courts et intermédiaires ne semble pas être affectée par la présence des additions minérales.

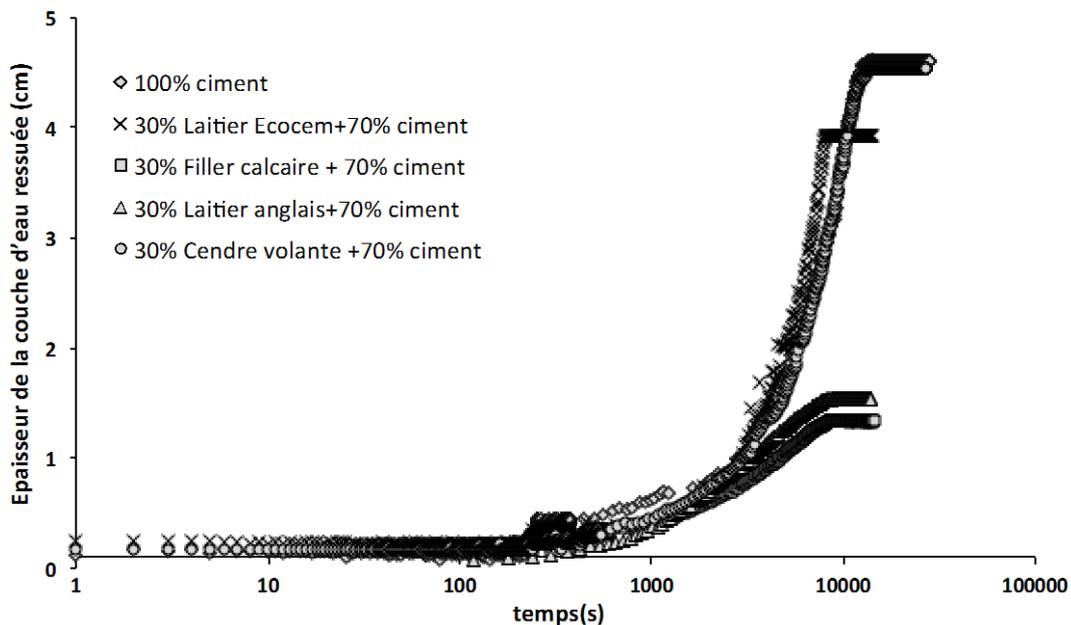


Figure 3-3 : Épaisseur de la couche d'eau ressuée de l'eau ressuée en fonction du temps : effet d'une substitution partielle (30%) du ciment par différentes additions minérales

Relativement peu de publications sont disponibles sur cet angle d'étude. La plupart traite surtout l'influence du laitier sur le phénomène du ressuage. Cependant et contrairement à nos résultats, ces travaux montrent qu'une substitution en laitier contribue à une augmentation de la vitesse et de l'épaisseur finale de la couche d'eau ressuée du ressuage [8,9]. Cette augmentation est souvent expliquée par l'incorporation d'un matériau peu réactif chimiquement qui retarde le phénomène d'hydratation et par conséquent la formation des hydrates. Le degré d'hydratation dépend fortement de la nature du laitier [10]. Dans ce cadre, des essais supplémentaires ont été réalisés pour vérifier cette diminution surprenante observée dans notre étude. Nous avons, tout d'abord vérifié la répétabilité de l'essai pour 30% de substitution. Ensuite, nous avons augmenté le pourcentage de substitution à 60 puis à 100%. Nous précisons que cette vérification est réalisée sur le laitier Ecocem. Ainsi, comme montré sur la Figure 3-4, nous notons toujours une diminution du ressuage en présence du laitier. En outre, nous avons étudié cet effet sur un autre type de ciment CEM I (Cf. Figure 3-4). De même, nous notons toujours une diminution du ressuage. Malheureusement, nous n'arrivons pas, à ce stade, à identifier l'origine de cette différence de comportement. Par conséquent, des mesures supplémentaires mériteraient d'être réalisées pour clarifier ce comportement.

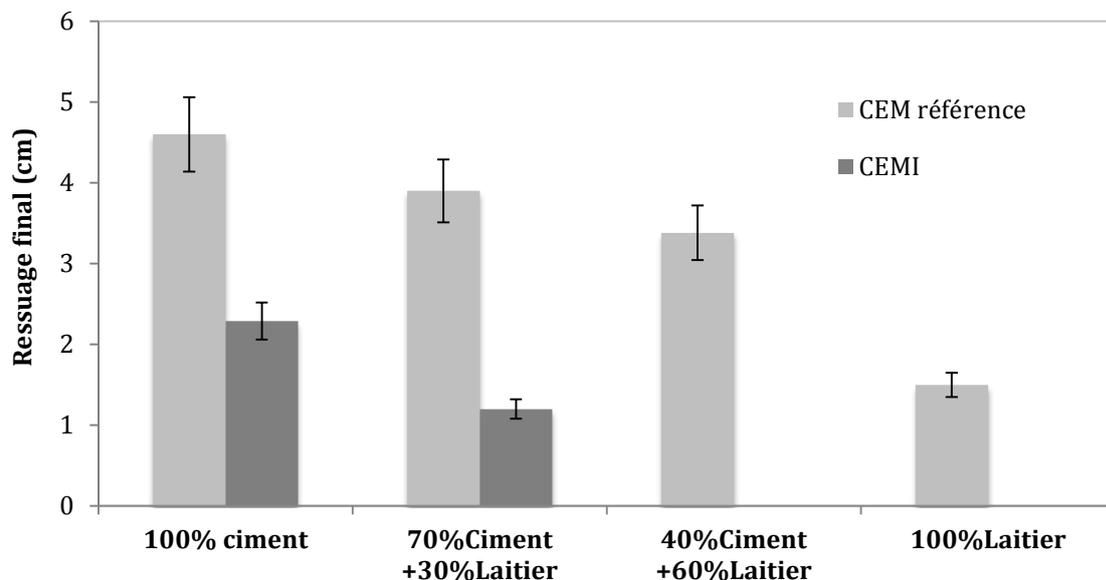


Figure 3-4 : Effet du laitier Ecocem à des pourcentages de substitution différents et pour deux types de ciments différents

Par ailleurs, la diminution du ressuage suite à la présence du filler calcaire est cohérente avec les travaux cités dans la littérature [11]. Ceci est expliqué par le fait que les fillers agissent comme des sites de nucléation des hydrates du ciment. Ils favorisent ainsi la nucléation des CSH et accélèrent par conséquent l'hydratation. [12, 13,14].

Finalement, la fumée de silice n'a pas fait l'objet de notre étude mais il semblerait d'après la littérature [15] qu'elle diminue considérablement le ressuage. En parallèle de l'accélération de l'hydratation, cette diminution est expliquée également par sa taille qui est 100 à 150 fois plus fine qu'une particule de ciment.

### **3.4 Effet de la distribution de taille de particules**

L'étude de l'effet de la distribution de taille de particules a nécessité une série d'analyses granulométriques de tous les ciments ainsi que des additions minérales testés ci-dessus. Pour cela, nous avons utilisé un granulomètre Laser Mastersizer 3000E de Malvern Instruments (Cf. Figure 3-5). Les courbes granulométriques obtenues sont reportées en ANNEXE B. Ces mesures nous ont permis de déterminer des diamètres caractéristiques de la distribution granulométrique. Ces diamètres sont appelés  $D_{10}$ ,  $D_{50}$  et  $D_{90}$ . Ils correspondent aux diamètres à 10, 50 et 90% du volume cumulé des particules. Par ailleurs, avant d'interpréter les résultats, il semble important de rappeler brièvement le principe de la granulométrie laser.



*Figure 3-5 : Granulomètre Laser Mastersizer 3000E de Malvern Instruments*

### 3.4.1 Granulomètre laser

La granulométrie laser est une technique de mesure de distribution de taille des particules qui date des années 1970. Les mesures obtenues permettent d'accéder à une distribution de taille de particules en suspension comprise entre 0,05 et 900 $\mu\text{m}$ . Nous remarquons que cette technique est bien plus précise que la technique par tamis et elle convient ainsi à tout type de poudre (minérale ou organique). La mesure est basée essentiellement sur la diffraction de la lumière et elle est réalisée sur différentes étapes.

Nous commençons, tout d'abord, par préparer notre solution constituée de poudre et de solvant. Nous précisons que le choix du solvant dépend de la nature de la poudre à tester. Pour nos poudres, le solvant utilisé est l'isopropanol [16]. La dispersion de suspensions est ensuite réalisée à l'aide d'un bain à ultrason pendant 5 minutes. Après avoir ajusté le bruit de fond, la solution préparée est injectée progressivement dans la cellule de mesure jusqu'à atteindre une obscurité de 15%. Chaque passage de particule devant le faisceau lumineux provoque une déviation de la lumière. Cette déviation est capturée, par la suite, par des détecteurs placés en aval de la cellule de mesure. Finalement, les données sont analysées à partir d'un modèle mathématique de diffusion intégré dans le logiciel de l'appareil.

Dans un logiciel d'un granulomètre laser, nous trouvons généralement deux modèles mathématiques : le modèle de Fraunhofer et le modèle de Mie. En pratique, le modèle le plus conseillé, et utilisé pour nos mesures, est le modèle de la diffusion de Mie. En effet, ce modèle est considéré comme le modèle le plus complet vu qu'il prend en compte dans son calcul l'ensemble des phénomènes optiques liés à la diffusion des particules (diffraction, réfraction, réflexion). Son utilisation dépend alors, en outre de la distribution granulométrique théorique considérée, des propriétés optiques du matériau. Pour cela, il faut connaître au préalable l'indice de réfraction complexe du matériau qui s'écrit :

$$m = n - ik \tag{3-1}$$

Avec  $n$  la partie réelle de l'indice de réfraction et  $k$  la partie imaginaire de l'indice de réfraction, appelée aussi indice d'absorption.

### 3.4.2 Résultats et interprétations

Comme montré dans le premier chapitre, le ressuage peut être décrit par trois paramètres : durée de la période d'induction, vitesse d'extraction et consolidation finale. Dans cette partie, nous cherchons à trouver une corrélation entre ces trois paramètres et les caractéristiques géométriques des particules déterminées par nos mesures granulométriques. Dans ce cadre et après avoir étudié toutes les combinaisons possibles, la seule corrélation capturée est celle entre la vitesse d'extraction et le  $D_{90}$ . Cette corrélation est illustrée sur la Figure 3-6.

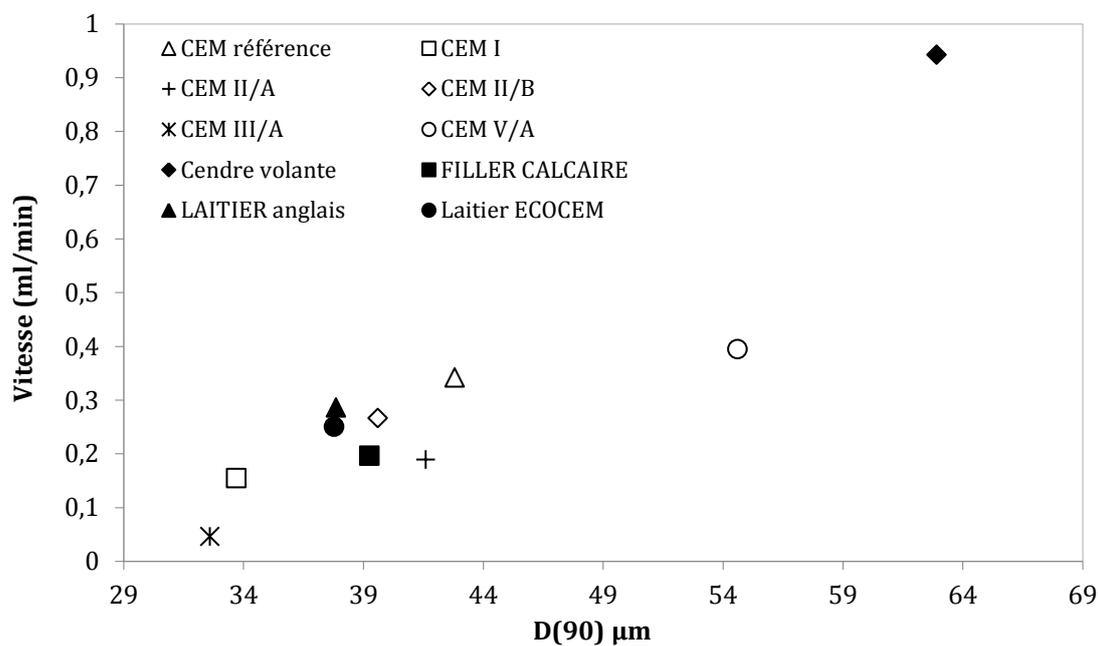


Figure 3-6 : Vitesse du ressuage en fonction de  $D_{90}$  pour différents types de ciments et différentes additions minérales étudiés précédemment

Nous notons que la vitesse du ressuage augmente en augmentant la quantité des grosses particules. Ce résultat pourrait être expliqué par le phénomène de floculation des granulats. Plusieurs travaux de la littérature [1,2,3] se rejoignent sur le fait que la présence des petites particules favorise le phénomène de floculation. Cet effet a fait également l'objet d'une étude détaillée dans [17]. En effet, les petites particules ont tendance à se fixer aux grosses par le biais de forces attractives colloïdales. Ceci pourrait ainsi limiter la réorganisation des grosses particules avec les autres particules de mêmes tailles pendant le phénomène de sédimentation (Cf. schéma simplifié de la Figure 3-7). Par conséquent, ceci limite la réorganisation du système. Ainsi, nous pouvons suggérer que la capacité du système à se réorganiser est plus élevée quand la quantité de grosses particules est plus importante d'où l'origine d'une extraction d'eau plus rapide.

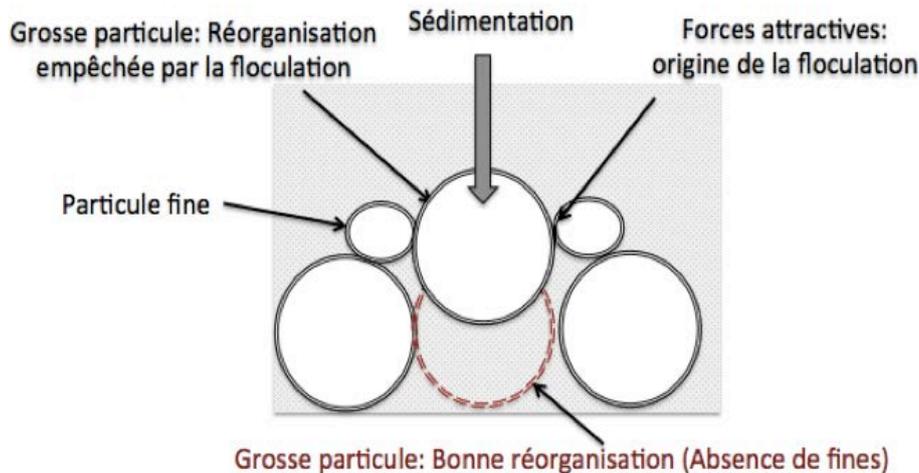


Figure 3-7 : Schéma simplifié du comportement de sédimentation d'une grosse particule en présence et en absence de fines

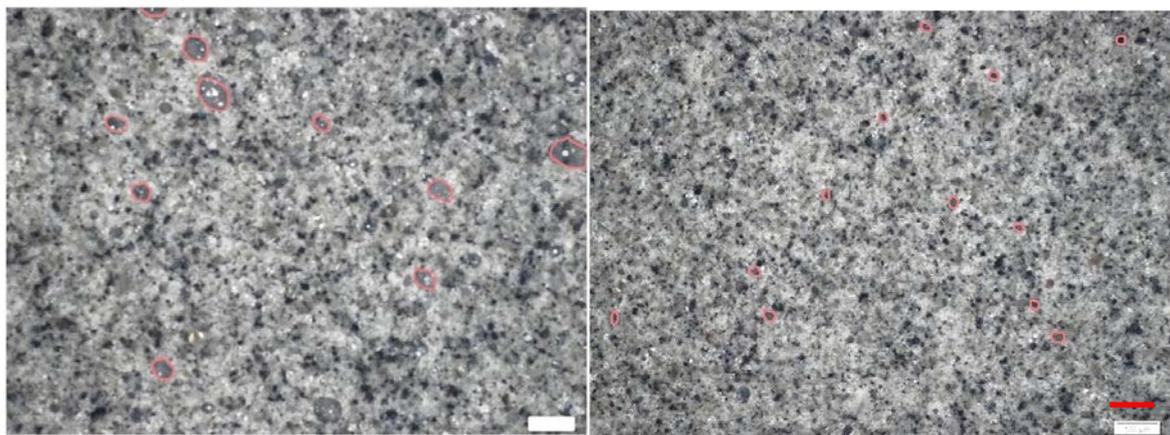
### 3.5 Effet de l'air occlus

L'effet de l'air occlus sur le phénomène du ressuage est largement reconnu dans la littérature. En effet, différentes études expérimentales et numériques ont été réalisées

sur ce sujet [1,18, 19, 20]. Elles capturent toutes une diminution de la vitesse de ressuage et du ressuage final suite à l'augmentation de la teneur en air occlus. Toutefois, l'étude sur l'effet de la taille de ces bulles d'air présentes dans le matériau est beaucoup moins abordée. Compte tenu de la complexité d'un tel sujet, les résultats présentés ici ne constituent qu'une étude exploratoire.

### 3.5.1 Description des entraîneurs d'air utilisés

Deux polymères commerciaux de type entraîneurs d'air sont étudiés. L'un semble entraîner des petites bulles d'air tandis que l'autre semble entraîner des grosses bulles. Par la suite, afin de faciliter la lecture des résultats, les deux types d'entraîneurs d'air sont dénommés comme suit : **PBA** pour le polymère qui entraîne des petites bulles d'air de taille inférieure à 100 micromètres et **GBA** pour le polymère qui entraîne des petites bulles d'air et aussi des grosses bulles d'air de taille de quelques centaines de microns. Ces propriétés ont été étudiées dans les travaux de thèse de [21] afin de comprendre l'influence des agents entraîneurs d'air sur la viscosité des matériaux cimentaires. Elles sont également illustrées dans nos observations en microscope optique présentées dans la Figure 3-8.



100  $\mu\text{m}$

Figure 3-8 : Observations en microscope optique d'une pâte de ciment avec 0,5% de PBA (droite) et 0,5% GBA (gauche) ( $E/C=0,6$ )

Nos observations des bulles d'air dans une pâte de ciment ont été réalisées à l'aide d'un microscope optique de type OLYMPUS GX51. Nos essais sont réalisés sur une goutte de pâte de ciment placée entre 2 lames séparées de 250 microns à un grossissement  $G = 10X$  en réflexion.

### **3.5.2 Protocole de préparation de la pâte de ciment**

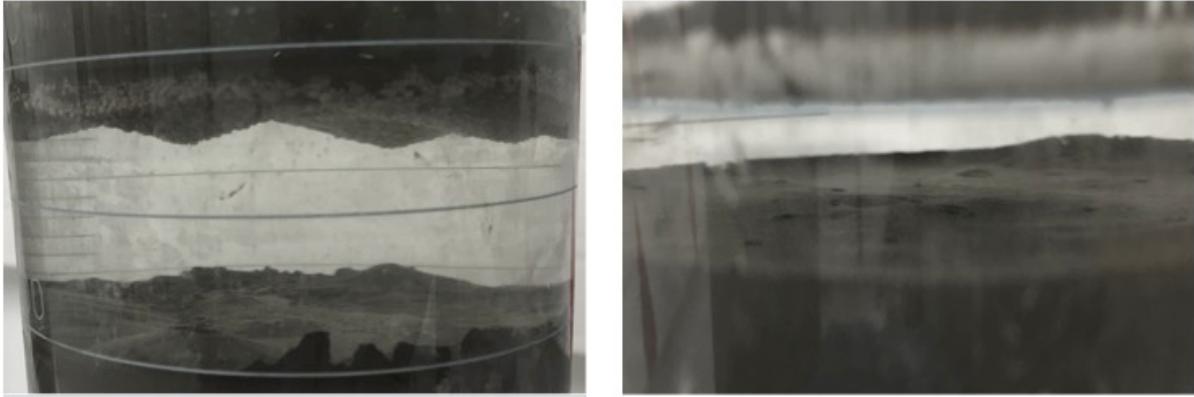
Pour cette étude, trois pâtes de ciment à dosages différents de polymère (0,25% ; 0,5% ; 1% en pourcentage de ciment) ont été préparées. L'étude est réalisée sur deux rapports E/C différents (0,6 et 0,5). Nous rappelons que nos pâtes de ciment sont préparées selon un protocole d'ajout différé développé dans les travaux de [22]. Ce protocole consiste à limiter les conséquences de toute interaction chimique des polymères avec les premiers produits d'hydratation. Ainsi, le ciment est mélangé manuellement avec 80% de l'eau totale pendant quelques secondes puis malaxé durant 1 minute à l'aide d'un Turbo-Test Rayneri VMI mixer à une vitesse de 840 tpm. L'ensemble est laissé au repos pendant 15min. Le polymère ajouté au 20% du volume d'eau restant est ajouté ensuite au mélange et malaxé durant 1 minute. Après 15 minutes de repos, la pâte de ciment est finalement malaxée pendant 1 minute.

### **3.5.3 Résultats et interprétations**

Avant de commencer l'interprétation des résultats obtenus, nous rappelons que nous ne cherchons pas dans cette partie à étudier l'impact du polymère sur le ressuage qui est une étude beaucoup plus complexe. L'objectif est de capturer uniquement l'effet de la présence de petites et grosses bulles d'air sur le ressuage final.

#### **3.5.3.1 Observation macroscopique de la surface de l'échantillon**

La Figure 3-9 (gauche) montre la surface d'une pâte de ciment avec 0,25% de GBA à la fin de l'essai de ressuage. Nous notons la formation de canaux de diamètres importants. Cette localisation engendre une forte hétérogénéité de la surface. Nous notons également une sortie massive de bulles d'air couvertes de petites particules de ciment et de tailles de l'ordre de quelques centaines de microns. Ces bulles forment ainsi une couche de quelques centimètres de hauteur au-dessus de l'eau ressuée



*Figure 3-9 : Surface d'une pâte de ciment avec 0,5% de PBA (droite) et 0,5% GBA( gauche) (E/C=0,6) à la fin de l'essai*

Par ailleurs, la Figure 3-9 (droite) présente la surface d'une pâte de ciment avec 0,5% de PBA. Nous remarquons la disparition de la localisation et la formation de quelques canaux beaucoup plus petits que dans le cas du GBA. La couche de bulles d'air a également disparue.

### **3.5.3.2 Résultats expérimentaux**

Nous traçons sur la Figure 3-10 le volume de l'eau ressuée en fonction du dosage en entraîneur d'air pour un E/C de 0,5. A titre comparatif, nous ajoutons le volume d'eau ressuée pour la pâte sans entraîneur d'air. Nous avons pu montrer dans le deuxième chapitre que le ressuage est fortement sensible au protocole d'ajout de l'eau (instantané ou différé). Dans ce cadre, il est important de garder à l'esprit qu'un protocole d'ajout différé a été également utilisé pour l'essai de la pâte sans entraîneur d'air.

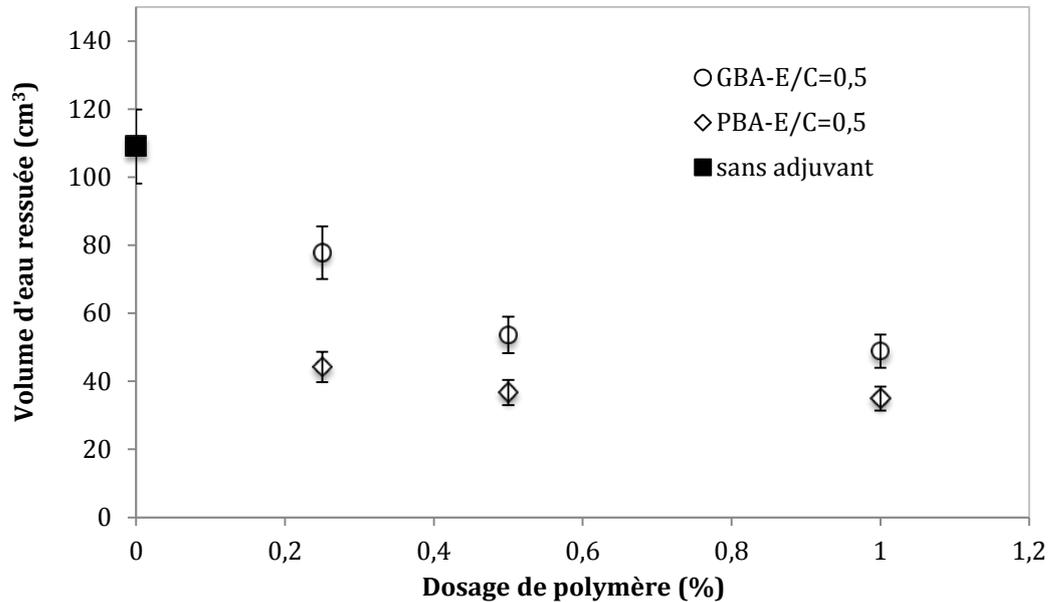


Figure 3-10 Volume d'eau ressuée en fonction du dosage de polymère (entraîneur d'air)

Nous remarquons, comme attendu et en cohérence avec les résultats de la littérature, que la présence des bulles d'air diminue considérablement le ressuage final. Par ailleurs, cette diminution est plus accentuée dans le cas du PBA.

### 3.5.3.3 Analyses et interprétations

Nos constatations à la surface nous permettent d'identifier deux cas :

Un premier cas où nous n'observons pas d'hétérogénéité et de sortie de bulles à la surface. Nous suggérons que les bulles d'air introduites sont restées piégées à l'intérieur du matériau. Par conséquent, ces bulles pourraient bloquer, d'une part, le mouvement de l'eau. D'autre part, elles pourraient être considérées comme des inclusions rigides. Ceci reviendrait à changer la fraction volumique solide effective du système (diminution équivalente de E/C). Une diminution du ressuage final est alors attendue dans ce cas.

Un deuxième cas où nous observons une partie des bulles d'air à la surface. Nous pourrions suggérer qu'une partie des bulles introduites est suffisamment grosse pour pouvoir se déplacer vers la surface.

Afin d'appuyer ces points, nous traçons sur la Figure 3-11 la fraction volumique solide finale en fonction de la fraction volumique solide initiale des essais des pâtes avec différents dosages de PBA et GBA. Pour simplifier l'interprétation, quelques points de différents E/C (0,4 ; 0,45 ; 0,5 et 0,6) sans ajout d'entraineurs d'air et la droite  $y=x$  ont été placés sur la Figure 3-11. L'écart entre le résultat est cette droite correspond au tassement de la pâte du ciment testée. Nous notons pour le cas E/C=0,6 que la présence de PBA diminue le tassement du squelette granulaire. Cette diminution rejoint le résultat de E/C de 0,45. Ceci prouve que les bulles d'air piégées dans le système sont considérées comme des inclusions rigides et diminuent la fraction volumique solide effective du système. Cette diminution est, comme attendu, moins marquée pour le cas du GPA. De plus, ce comportement est observé également pour le cas de E/C de 0,5.

A ce stade, nous pouvons suggérer que la présence de ses bulles d'air dans une pâte de ciment diminue considérablement le ressuage. De plus, nous pouvons suggérer que cette diminution est plus marquée dans le cas des petites bulles d'air.

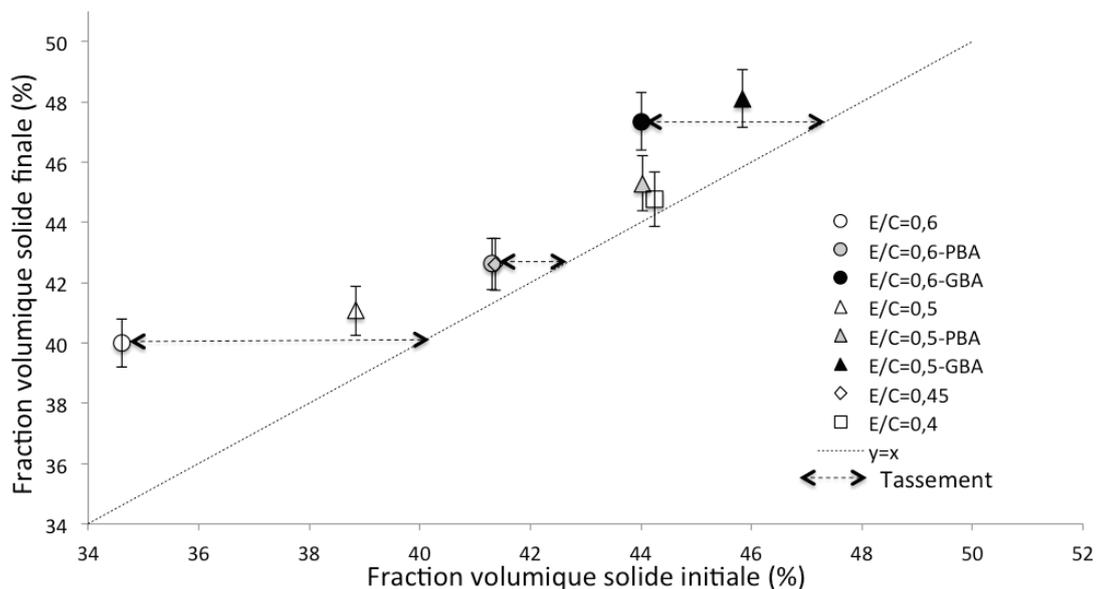


Figure 3-11 : Fraction volumique solide finale en fonction de la fraction volumique solide initiale

### 3.6 Effet de fibre

L'effet de l'ajout de fibres a fait l'objet d'une brève étude. Après 2 minutes de malaxage, 0,28% de fibres fines ont été ajoutées à la pâte de ciment de E/C égal à 0,6. L'ensemble a été ensuite malaxé manuellement pendant 1 minute. Un deuxième essai avec 0,21% de fibres grossières a été également réalisé. A noter que les dosages sont exprimés en pourcentage de la masse de ciment et que les dosages utilisés sont recommandés par le fournisseur.

Dans la Figure 3-12, nous présentons le volume de l'eau ressuée pour les deux essais réalisés. A titre comparatif, nous ajoutons le résultat de la pâte de référence sans ajout de fibre. Nous notons qu'une fibre grossière augmente le ressuage contrairement à une fibre fine qui diminue le ressuage. A ce stade, nous n'arrivons pas à expliquer ce résultat. Nous nous contenterons, toutefois, de suggérer que l'air occlus pourrait avoir un rôle majeur dans l'explication de cette différence.

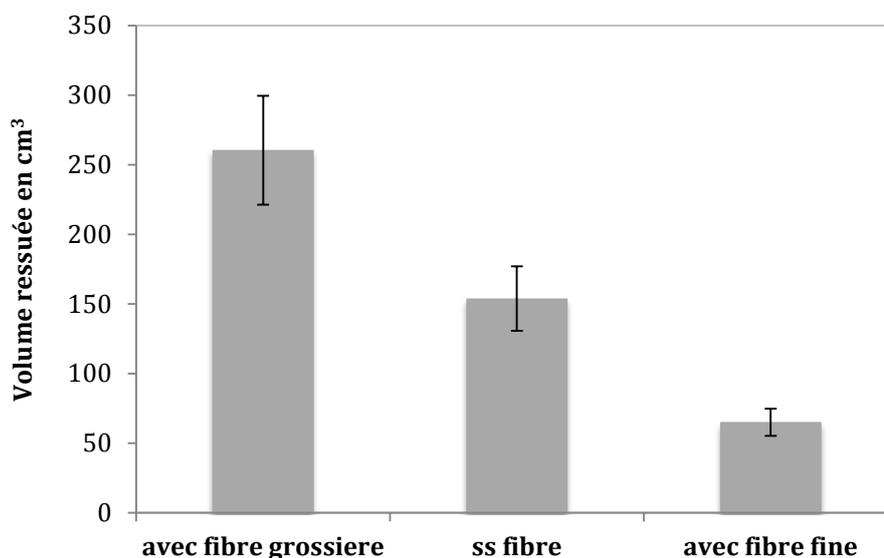


Figure 3-12 : Volume d'eau ressuée pour une pâte de ciment contenant des fibres grossières et fines

### 3.7 Conclusions

Nous avons étudié dans ce chapitre l'effet de la formulation sur le ressuage de la matrice cimentaire. Concernant le ressuage final, nos résultats ont, tout d'abord, montré que le ressuage final augmente en augmentant le rapport E/C et aussi en introduisant des fibres grossières dans la matrice. Il pourrait, toutefois, diminuer en présence de filler calcaire, du laitier, de fibre fine et de bulles d'air. Nous avons aussi noté que l'effet des petites bulles d'air est plus marqué sur la diminution du ressuage.

Par ailleurs, concernant la vitesse du ressuage, nos mesures granulométriques ont montré qu'elle augmente en augmentant la quantité des grosses particules ( $D_{90}$ ). Elle est indépendante du rapport E/C mais semble dépendre fortement de la nature du ciment.

### 3.8 Références

- 
- [1] T.C. Power, The properties of fresh concrete, Pages : 533-652, New York, U.S.A, 1968.
- [2] A. Houlby, Construction and Design of Cement Grouting, A Guide to Grouting in Rock Foundations, New York, 1990.
- [3] H. Steinour, Further Studies of The Bleeding of Portland Cement Paste, Portland Cement Assotiation, Bulletin No 4, Chicago, 1945
- [4] Y. Peng, S. Jacobsen, Influence of water/cement ratio, admixtures and filler on sedimentation and bleeding of cement paste Norwegian University of Science and Technology, Norway , Cement and Concrete Research, Volume :54 Pages: 133-142, 2013.
- [5] A. Perrot, T. Lecompte, H. Khelifi, C. Brumaud, J. Hot, N. Roussel, Yield stress and bleeding of fresh cement pastes, Cement and Concrete Research, Volume : 42 Pages : 937-944, 2012
- [6] V. BAROGHEL-BOUNY, « Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons, méthodes, analyse et interprétations ». Paris: Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, 1994.

- [7] S.Caré, R. Linder, V. Baroghel-Bouny, F. de Larrard, Y. Charonnat, Effet des additions minérales sur les propriétés d'usage des bétons, Plan d'expérience et analyse statistique, laboratoire central des ponts et chaussées, 2000.
- [8] F.T. Olorunsogo, Particles size distribution of GGBS and bleeding characteristics of slag cement mortars, Cement and concrete research, Volume :28, Pages: 907 – 919, Juin 1998
- [9] P. J. Wainright, H. Ait Aider, The influence of cement source and slag additions on the bleeding of concrete, Cement and concrete research, Volume : 25 n°7 Pages : 1445-1456, 1995
- [10 ] Z. Tan, G. De Schutter, G. Ye, Y. Gao, L. Machiels, Influence of particle size on the early hydration of slag particle activated by  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  solution, Construction and Building Materials, Volume : 52 Pages : 488–493, 2014.
- [11] J. Yamine Rhéologie des bétons fluides à hautes performances : relations entre formulations, propriétés rhéologiques, physico-chimie et propriétés mécaniques, Thèse de doctorat, Ecole normale supérieure de cachan, 2007.
- [12] J. Pera , S. Husson, B. Guilhot, Influence of finely ground limestone on cement hydration, Cement and Concrete Composite, Volume : 21 Pages: 99-105, 1999.
- [13] M. Regourd, B. Mortureux, H. Hornain, Liaison pâte de ciment- filler dans les ciments composés, Colloque international Liaisons pâtes de ciment matériaux associés, Toulouse, Pages : 17-19, novembre 1982.
- [14] P. J. M. Monteiro, P. K. Mehta, Interaction between carbonate rock and cement paste, Cement and concrete research, Volume : 16 Issue : 2 Pages : 127-134, March 1986.
- [15] F. de Larrard, C. Ferraris, Rhéologie du béton frais remanié : Plan expérimental et dépouillement des résultats, Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées n°213, Pages : 73-89, 1998
- [16] K. Scrivener, R. Snellings, B. Lothenbach, A Practical Guide to Microstructural Analysis of Cementitious Materials , chapitre 10, Pages :445-449 , 2016.
- [17] A. Draganović, Bleeding and filtration of cement-Based grout, Thèse de doctorat, Division of soil and rock mechanics department of civil and architectural engineering, Royal institute of technology, Stockholm, 2009.
- [18] M. Hoshino, Relationship between bleeding, coarse aggregate, and specimen height of concrete, A.C.I. Materials journal , N°86 - 2 Pages : 185 – 190, Mars 1989.
- [19] C.A. Clear, D.G. Bonner, Settlement of fresh concrete - an effective stress model, magazine of concrete research , Volume :40 n°142 Pages : 3- 12, Mars 1988.

[20] S. Soga, K.Takagi, A. Kimura, Influence of the mixing energy on fresh concrete, Transactions of the japan concrete institute, Volume : 8, Pages: 73-80, 1986.

[21] J.Hot, Influence des polymères de type superplastifiants et agents entraîneurs d'air sur la viscosité macroscopique des matériaux cimentaires, Thèse de doctorat, Université Paris-Est,2013

[22] H. Bessaies-Bey, Polymères et propriétés rhéologiques d'une pâte de ciment : une approche physique générique, Thèse de doctorat, Université Paris-Est,2015



---

**Chapitre 4 : Analyse de la mesure de  
ressuage à l'aide des essais normalisés**

---



# **Chapitre 4 : Analyse de la mesure de ressuage à l'aide des essais normalisés**

Plusieurs méthodes de mesures de ressuage sont proposées dans la littérature. Toutefois, vu leur complexité, leur application reste limitée à une étude à l'échelle d'une pâte de ciment ou d'un mortier. Ainsi, en essayant de comprendre et de prédire le ressuage d'un vrai matériau de fondation, le béton, nous nous posons toujours les mêmes questions : Quel essai utilisons-nous pour reproduire un vrai phénomène de ressuage d'un béton ? Existe-t-il un essai fiable et pratique ?

A ce jour, les industriels utilisent principalement deux types d'essais pour la mesure du ressuage sur chantier. L'essai « ASTM » qui pourrait présenter un bon compromis entre la simplicité de l'essai et sa représentativité d'un phénomène réel de ressuage. Cet essai est souvent accompagné d'un essai de ressuage forcé appelé « essai Bauer » qui est un essai simple et très rapide. Une autre question pourrait se poser, à ce stade, sur l'utilité de la réalisation de ces deux essais en parallèle et le degré de corrélation entre eux.

Par ailleurs, lorsque nous nous intéressons à l'exploitation des résultats, nous nous trouvons confrontés à une seconde difficulté. En effet, il n'existe pas encore de méthodes d'essais unifiées pour déterminer le ressuage avec l'ASTM. Des changements sur la norme s'effectuent encore aujourd'hui. De plus, aucun texte d'utilisation et d'exploitation précis vis-à-vis de l'essai forcé n'existe.

Après une étude détaillée du protocole des deux essais, nous essayerons dans ce chapitre d'identifier, dans un premier temps, l'origine des limites d'utilisation susceptibles d'être rencontrées pour chaque essai. Cette étude nous permettra par la suite de mettre en avant les différents paramètres à modifier et de proposer ainsi des améliorations potentielles de ces essais. Par souci de simplicité, toutes nos études, sauf

exception mentionnée dans le texte, seront réalisées sur notre pâte de référence dont le comportement a été explicité dans les chapitres précédents. Enfin, la dernière partie de ce chapitre sera consacrée à l'étude du degré de corrélation entre ces deux essais.

## 4.1 Essai gravitaire ASTM

C'est un essai issue la norme américaine ASTM C323 méthode A [1], d'où son nom. Il consiste à prélever à l'aide d'une pipette l'eau ressuée par le matériau sous l'effet de la gravité.

### 4.1.1 Protocole de mesure

#### 4.1.1.1 Matériels nécessaires

Pour la préparation de l'échantillon :

- Récipient cylindrique en métal possédant les caractéristiques suivantes (Cf. Figure 4-1)

- ✓ Etanche avec une face intérieure lisse
- ✓ Diamètre interne :  $(250 \pm 10)$  mm
- ✓ Hauteur intérieure :  $(280 \pm 10)$  mm.



Figure 4-1: Récipient ASTM

- Tige de piquage : conforme à la norme NF EN 12350-1:2012.
- Truelle en acier : Pour lisser la surface supérieure du béton.
- Couvercle : Pour minimiser l'évaporation de l'eau. Il est nécessaire de rajouter aussi un film en plastique entre la partie haute du récipient et le couvercle.

Pour la réalisation de la mesure :

- Chronomètre
- Cale : D'une épaisseur comprise entre 40 et 50 mm d'un matériau suffisamment résistant. A placer sous un coté du moule ce qui permet l'accumulation d'eau de l'autre côté et facilite par la suite le prélèvement de l'eau.
- Balance : Pour peser le récipient: avec une EMT\* de 0,03 kg.
- Pipette ou seringue : Pour prélever l'eau ressuée.
- Éprouvette : d'une contenance de 100 ml pour recueillir le volume d'eau prélevé.
- Balance : Pour peser la quantité d'eau ressuée : avec une EMT\* de 0,5 g.

\*EMT erreur maximale tolérée

**4.1.1.2 Procédure de l'essai**

Remplissage

Après avoir pesé le récipient vide et noté sa masse ( $m_1$ , exprimée en g), ce dernier est rempli sur trois couches d'égale hauteur jusqu'à une hauteur de  $(250 \pm 5)$  mm. Chaque couche est piquée à l'aide d'une tige à raison de 25 coups par couche. Ensuite, la surface du béton est lissée avec la truelle. A la fin de la préparation de l'échantillon, le récipient rempli est pesé. La masse ( $m_2$ , exprimée en g) et le temps de début de l'essai  $T_1$  sont notés. Ensuite, le récipient est recouvert avec le film en plastique et le couvercle. Une attention doit être portée pour éviter tout contact entre le film en plastique et la surface supérieure du béton. Enfin, ce dernier est laissé en place pendant toute la durée de l'essai sauf pendant le temps nécessaire aux prélèvements.

Réalisation des mesures

L'eau accumulée en surface est prélevée à l'aide d'une pipette. Le prélèvement s'effectue à des intervalles de 10 minutes pendant les 40 premières minutes puis à des intervalles de 30 minutes jusqu'à la fin de la mesure ou la fin du ressuage. Deux minutes avant chaque prélèvement, une cale est placée sous un coté du récipient. Ensuite, après chaque

prélèvement, elle est retirée soigneusement pour redonner au récipient sa position verticale sans le secouer. Le volume d'eau ainsi prélevé ( $E_i$ ) est pesé et enregistré au demi-millilitre. A la fin de l'essai, le récipient plein est pesé et sa masse ( $m_3$ , exprimée en g) est notée.

### Exploitation des résultats

Selon la norme, à partir des résultats obtenus, nous pouvons exprimer le ressuage total en :

- Volume surfacique :  $\text{Volume (ml/cm}^2\text{)} = V / S$  (4-1)

Où  $V$  est le volume d'eau totale cumulé (ml)  
 $S$  est la surface du cylindre ( $\text{cm}^2$ )

- Volume ressué en % de l'eau totale présente dans le béton testé (4-2)

$$\text{Volume (\%)} = (M_{\text{ressuée}} / M_{\text{eau}}) \times 100$$

Où  $M_{\text{ressuée}}$  = masse totale de l'eau ressuée (g)  
 $M_{\text{eau}}$  = masse de l'eau dans le béton testé (g)

#### **4.1.1.3 Norme modifiée : AFNOR- XP P18-468**

Une nouvelle norme AFNOR- XP P18-468 [2] publiée récemment (Octobre 2016) a apporté quelques modifications sur l'échéance de mesure et la méthode d'exploitation des résultats de la norme ASTM C 323. Elle possède, toutefois, la même procédure de mesure.

Il faut garder à l'esprit que, sauf indication dans le texte, tous les essais réalisés dans ce travail ont suivi la méthode ASTM C323. Par la suite, nous résumons les modifications apportées par la norme AFNOR- XP P18-468. La première modification a été effectuée sur l'intervalle de mesure au début de l'essai. Selon cette norme, le premier prélèvement se fait à 30 minutes au lieu de 10 minutes. De plus, la durée de l'essai a été fixée selon le paramètre à étudier. En effet, pour déterminer la vitesse moyenne de ressuage ( $V_R$ ), l'essai doit être poursuivi pendant 2 h après la détection du début de ressuage. Le début

de ressuage correspond, dans ce cas, à la première mesure  $E_i$  supérieure ou égale à 0,5 ml. Ainsi,  $V_R$  est exprimée à 0,01 ml/min près et calculée par l'équation suivante :

$$V_R = \frac{E_{i+1} + E_{i+2} + E_{i+3} + E_{i+4}}{T_{i+4} - T_i} = \frac{Ec_{i+4} - Ec_i}{T_{i+4} - T_i} \quad (4-3)$$

Où :  $E_i$  est le premier prélèvement  
 $Ec_i$  est le volume d'eau cumulé jusqu'à  $T_i$ .

Par ailleurs, pour déterminer le ressuage total  $R_T$ , l'essai doit être poursuivi jusqu'à la fin du ressuage. La fin du ressuage correspond à 2 mesures consécutives  $E_i$  dont la différence est inférieure à 0,5 ml ou à la prise du béton.  $R_T$  est exprimé en mm/m, arrondi à 0,1 près et calculé par l'équation suivante :

$$R_T = \frac{Ec_{total}}{V_{béton}} \quad (4-4)$$

Où :  $Ec_{total}$  est le volume d'eau cumulé total (ml)  
 $V_{béton}$  est le volume de l'échantillon, en litres

$$V_{béton} = \frac{m_2 - m_1}{D} \quad (4-5)$$

Où :  $m_1$  masse du récipient (g)  
 $m_2$  masse de l'échantillon et du récipient (g) au début de l'essai  
 $D$  masse volumique du béton frais (kg/m<sup>3</sup>)

#### 4.1.2 Résultats expérimentaux et interprétations

Nous essayerons maintenant d'étudier la réponse de notre pâte de référence réalisée selon l'essai ASTM. La préparation et la mise en place de la pâte ont été réalisées selon notre protocole de référence détaillé dans le chapitre 2. Nous avons montré au chapitre

1 qu'en absence d'effet de paroi et pour la gamme de hauteur étudiée dans ce chapitre, la durée de la période d'induction, la vitesse d'extraction et la consolidation finale de l'échantillon sont des paramètres intrinsèques au matériau. Ils ne dépendent pas de la géométrie du système. Dans ce cadre, le récipient de l'essai ASTM peut être alors considéré comme étant simplement un tube de géométrie différente. De plus, le diamètre du récipient ASTM est suffisamment large pour pouvoir négliger l'effet de paroi étudié au chapitre 2. Ainsi, nous nous attendons à ce que les résultats de l'ASTM rejoignent les résultats de notre tube de référence.

Nous traçons sur la Figure 4-2 la progression de l'épaisseur de la couche d'eau ressuée en fonction du temps pour l'essai ASTM. A titre comparatif, nous ajoutons le résultat de notre essai de référence (Tube). Comme attendu, nous notons la même durée de la période d'induction et la même vitesse d'extraction. Nous notons qu'une incertitude de 15% est estimée à partir de l'écart-type déterminé expérimentalement.

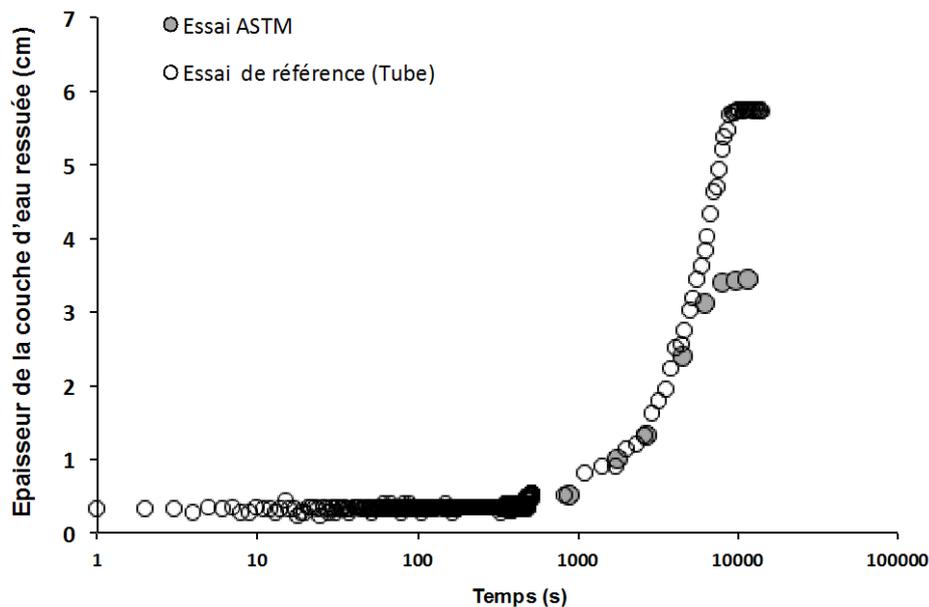


Figure 4-2 Epaisseur de la couche d'eau ressuée en fonction du temps pour la pâte de référence

De plus, nous traçons sur la Figure 4-3 la fraction volumique solide finale obtenue à la fin de ces deux essais. Nous notons que les deux essais mesurent une même consolidation finale. Ceci est aussi en parfaite cohérence avec nos résultats du chapitre 1. A ce stade, nous pouvons alors conclure que l'essai ASTM nous permet de capturer la physique déjà étudiée dans notre essai tube de référence.

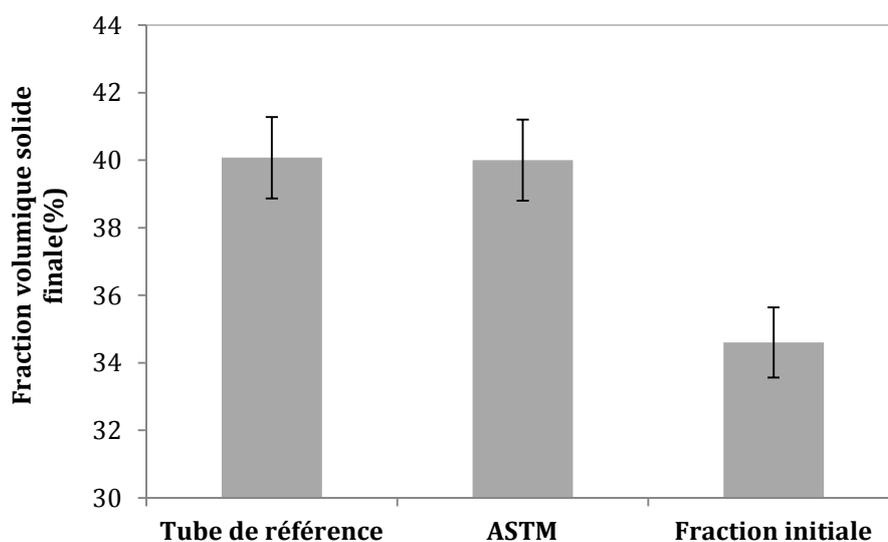


Figure 4-3 Fraction volumique solide finale de la pâte de référence

#### 4.1.3 Limites de l'essai

En cherchant à mesurer le ressuage total, l'essai ASTM, comme décrit dans la section 4.1.1.2, peut durer plusieurs heures et ne semble donc pas obéir aux critères fondamentaux d'un essai sur chantier : **rapidité**, simplicité et efficacité. Cette durée limite aussi son utilisation en laboratoire. Ainsi, un deuxième essai accéléré est proposé. Cet essai, connu sous le nom de « filtre-presse BAUER », pourrait être un outil rapide et efficace s'il est correctement exploité. En revanche, nous montrerons par la suite qu'il ne pourra pas remplacer l'essai ASTM. Il nous permettra de connaître seulement la valeur finale de la consolidation. Dans ce cadre, l'essai ASTM pourrait alors être utile si nous

cherchons à connaître la durée de la période d'induction et calculer la vitesse d'extraction de l'eau. Nous ne serions pas amenés, dans ce cas, à poursuivre l'essai jusqu'à la fin.

## **4.2 Essai de ressuage forcé**

Nous cherchons dans cette partie à étudier le phénomène de ressuage à partir d'un essai forcé. Nous cherchons ainsi à mesurer une valeur finale de consolidation. Nous rappelons que les essais étudiés jusqu'à présent sont des essais gravitaires. Nous rappelons aussi que pour la gamme de hauteur étudiée nous n'avons pas capturé de dépendance de cette consolidation finale à la contrainte appliquée.

Dans ce cadre, plusieurs questions pourraient se poser :

- Comment fonctionnent les essais forcés et en quoi consiste leur principe ?
- Comment pouvons-nous vérifier que le résultat obtenu correspond bien à un état réaliste de consolidation finale ?
- L'état final, en utilisant cet essai, dépend-t-il de la pression extérieure appliquée ?

Afin de répondre à ces questions, une analyse détaillée de cet essai semble être nécessaire. Par la suite, nous consacrons une première partie à rappeler quelques essais forcés existants dans la littérature. Nous présenterons, ensuite, l'essai forcé « Bauer » utilisé actuellement pour caractériser le ressuage d'un béton. Enfin, nous analyserons, dans une troisième partie, les différentes réponses de cet essai afin de proposer un protocole alternatif. Ce protocole nous permettra par la suite d'extrapoler un régime de consolidation représentatif.

### 4.2.1 Essais existants dans la littérature

Il existe plusieurs essais forcés dans la littérature des matériaux de construction cimentaire. Chaque essai est dédié à une application spécifique mais ils possèdent tous le même principe. En effet, un essai de ressuage forcé consiste à appliquer une pression sur un béton à l'état frais et à mesurer l'eau de gâchage extraite en fonction du temps. Par la suite, nous présentons quelques essais forcés utilisés dans la littérature.

#### Essai de Browne et Bamforth [3]

C'est un essai développé en 1977 par Browne et Bamforth pour étudier la stabilité des bétons lors du pompage. Nous présentons dans la Figure 4-4 l'appareil de ressuage forcé de Browne et Bamforth. Nous notons que la pression suggérée pour la réalisation de l'essai est de 34,5 bars. Elle est appliquée par l'intermédiaire d'un piston hydraulique pendant 140 secondes. Selon ces travaux, la quantité d'eau extraite après 140 secondes est négligeable.

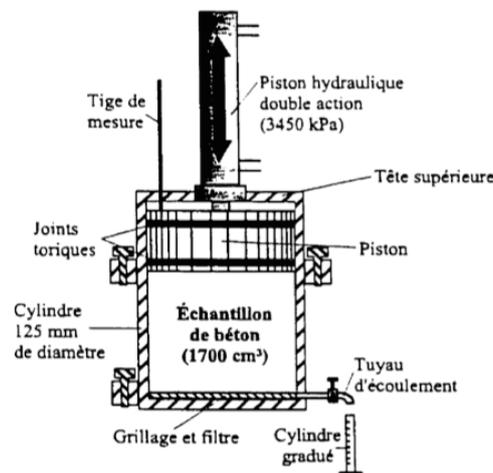


Figure 4-4 Appareil de ressuage forcé de Browne et Bamforth [3]

Version modifiée par Beaupré [4] :

En 1994, Beaupré a développé une version modifiée de l'appareil de Browne et Bamforth. Cette version consiste à appliquer une pression de 20,7 bars par l'intermédiaire d'un piston piloté par un système d'air comprimé. Plus de détails sur l'appareil sont présentés dans la Figure 4-5.

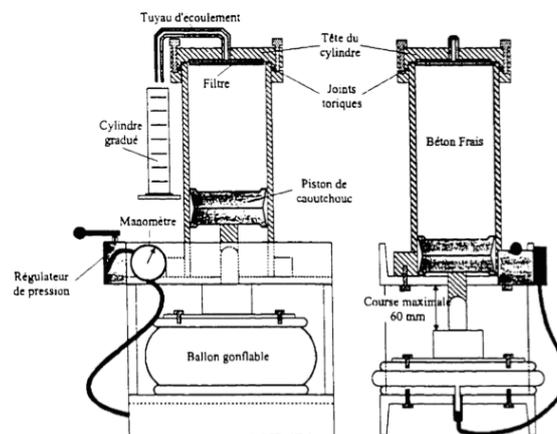


Figure 4.4 - Appareil de ressuage forcé développé par Beaupré (1994)

Figure 4-5 Appareil de ressuage forcé développé par Beaupré [4]

Un comparatif des différentes caractéristiques des deux appareils est présenté dans le Tableau 4-1. Nous remarquons, par ailleurs, que les pressions appliquées pour ces essais sont élevées. En effet, ces pressions correspondent à des ordres de grandeur des pressions de pompes rencontrées sur chantier.

Tableau 4-1 Résumé des caractéristiques des deux appareils de ressuage forcé [5]

Éléments	Browne et Bamforth	Beaupré
Diamètre du piston	12,5 cm	12,5 cm
Longueur du cylindre	13,9 cm	21,5 cm
Volume de l'échantillon	1700 cm <sup>3</sup>	2640 cm <sup>3</sup>
Pression exercée sur le béton	3450 kPa (500 psi)	2070 kPa (300 psi)

### Essai Baroid [6]

C'est un essai développé pour évaluer l'état de la boue utilisée dans les forages. La pression appliquée est de 7 bars pendant 30 minutes. L'évaluation se fait par la suite en comparant l'épaisseur du cake formé à la fin de l'essai à une épaisseur critique. Par ailleurs, une norme américaine [7] a également exigé une valeur d'eau ressuée à ne pas dépasser. Selon cette norme, le ressuage d'une boue contenant 7,5 g de bentonite dans 100 ml d'eau ne doit pas dépasser 15 ml.

L'essai est réalisé dans un cylindre normalisé de volume 600 cm<sup>3</sup> environ, de diamètre intérieur de 7,62 cm et de hauteur 12,7 cm [6]. Plus de détails sur l'appareil sont présentés dans la Figure 4-6.

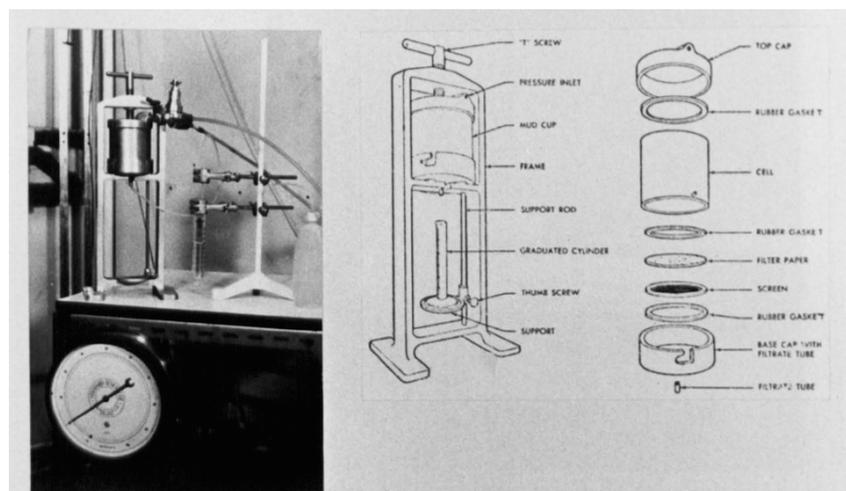


Figure 4-6 Appareil de ressuage forcé : Baroid [6]

Essai récipient sous pression « Pressure vessel test » [8]

C'est un essai développé pour évaluer le ressuage d'un béton frais sous une haute pression. Il consiste, comme illustré sur la Figure 4-7, à appliquer une pression de 2,5 bars sur un récipient d'une hauteur de 30 cm et d'un diamètre intérieur de 15 cm. L'échantillon testé est placé dans le récipient avec un remplissage partiel à une hauteur de 17 cm. Un piston interne est monté pour appliquer une pression sur l'échantillon. Le mouvement du piston est contrôlé par air comprimé. La pression est mesurée continuellement avec un capteur de déplacement.

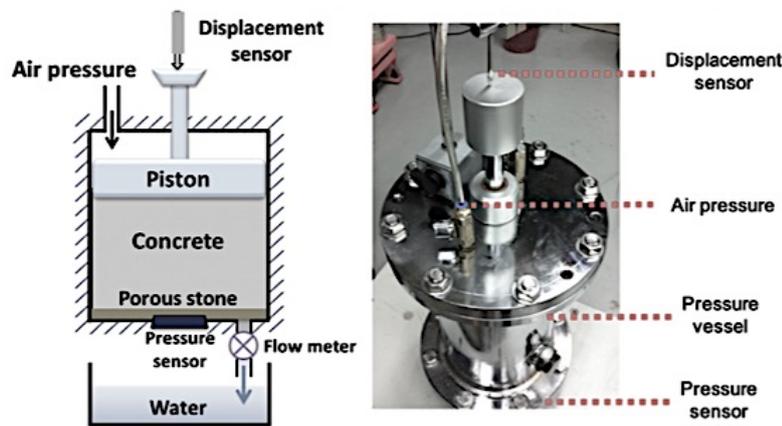


Figure 4-7 Appareil de ressuage forcé « Pressure vessel test »

**4.2.2 Essai in situ: Filtre-presse BAUER**

**4.2.2.1 Protocole standard [8]**

**4.2.2.1.1 Principe de l'essai**

L'essai accéléré recommandé actuellement en laboratoire et sur chantier est l'essai filtre-presse Bauer. Il consiste, comme illustré sur la Figure 4-8, à appliquer une pression de **5 bars pendant 5 min** sur un matériau de **hauteur 29 cm** et de diamètre 8 cm. La pression est appliquée par le biais de cartouche d'air comprimé dont la capacité

est **limitée à environ 5 bars pendant 10 minutes**. Par ailleurs, nous remarquons qu'à l'exception de la hauteur, l'appareil semble être identique à l'appareil Baroid présenté ci-dessus.

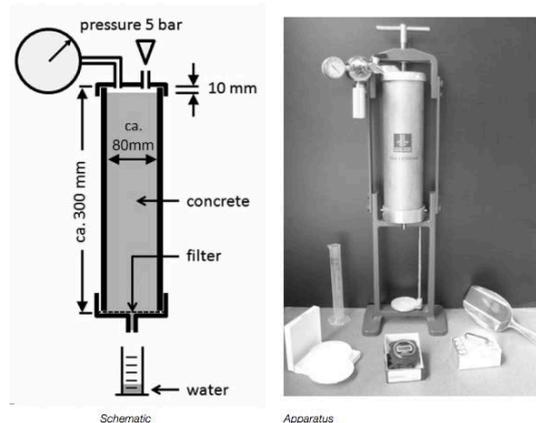


Figure 4-8 Principe ressuage forcé à l'aide d'un filtre presse BAUER [9]

#### 4.2.2.1.2 Protocole de l'essai

##### Matériels nécessaires

- Unité filtre-presse comprenant :

1-Un cylindre en acier normalisé (hauteur de 30cm et diamètre de 8cm) dans lequel ont été introduits un filtre et un tamis sur la base inférieure. Il possède également un orifice de sortie en bas.

2-Une unité de pression avec un joint d'étanchéité et un manomètre de contrôle de pression (maximum 5bars) à placer au-dessus du cylindre

- Récipient de mesure : Placé sur une balance de précision 0,01g au-dessous de l'orifice de sortie de l'eau (ou plusieurs béciers) pour recueillir l'eau extraite.
- Chronomètre ou horloge : Pour suivre l'essai à la minute près.
- Tige de piquage : conforme à la norme NF EN 12350-1:2012.

### **Procédure de l'essai**

Le béton frais est introduit dans le cylindre en acier à une hauteur de 29 cm sur 3 couches. Chaque couche est piquée à l'aide d'une tige à raison de 5 coups par couche. L'unité de pression est placée ensuite au-dessus du cylindre. Une attention particulière doit être portée pour que l'ensemble soit étanche. Puis le chronomètre est déclenché et la pression du manomètre est augmentée jusqu'à atteindre une pression  $P$  souhaitée. Cette pression sera maintenue tout au long de l'essai. Enfin, les mesures de la quantité d'eau extraite seront notées.

A ce stade, nous pouvons souligner la rapidité et la simplicité de cet essai. Toutefois, comme cela sera traité en détails par la suite, les résultats fournis par le protocole suggéré actuellement (5 bars-5 min-remplissage complet) semblent être difficile à interpréter. Dans ce cadre, le développement d'un nouveau protocole semble être nécessaire.

#### **4.2.2.2 Mise au point d'un protocole modifié**

Nous cherchons, dans cette section, à fixer un protocole qui nous permettra de reproduire un phénomène réaliste de consolidation. Ceci suggère que la réponse du matériau devrait obéir aux propriétés d'une consolidation réelle. Nous rappelons ainsi que, d'après la loi de Darcy, la réponse du matériau pendant le phénomène de consolidation devrait dépendre de la pression appliquée. Quand l'état de consolidation finale est atteint, la vitesse devrait diminuer en fonction du temps jusqu'à s'annuler. Dans ce cadre, une série d'essais sera réalisée en variant la hauteur de remplissage du cylindre et la pression appliquée. Une étude comparative de la réponse du système au cours de ces essais nous permettra alors d'exclure les paramètres qui ne répondent pas aux caractéristiques d'une consolidation citées ci-dessus. Par ailleurs, il est important de garder à l'esprit que nous avons choisi de réaliser cette étude sur un béton. Ceci nous permettra de se rapprocher de la pratique. Ainsi, nos éventuelles suggestions de modifications ne se limiteront pas à l'échelle de la pâte de ciment en laboratoire.

Ensuite, une fois le protocole mis au point, nous essayerons de développer une méthode

d'extrapolation de la valeur finale de consolidation. Afin de faciliter l'analyse, nous avons choisi pour cette étude de tester notre pâte de référence. Cette méthode sera enfin validée aussi sur des résultats à l'échelle béton.

#### 4.2.2.2.1 Résultats expérimentaux

Nous avons réalisé des essais Bauer sur béton en variant la hauteur du remplissage (complet,  $2/3 h_{tot}$  et  $1/3 h_{tot}$ ). Pour chaque hauteur, nous avons varié la pression appliquée (5bars ; 3bars et 1bar). Les mesures ont été ensuite réalisées toutes les minutes pendant au minimum 15 minutes. La formule du béton testé est présentée dans le Tableau 4-2 et les fiches des matériaux utilisés sont fournies en ANNEXE B.

Tableau 4-2 Formule du béton testé (dosages en kg par m<sup>3</sup> de béton)

Formule	Kg/m <sup>3</sup>
CEM (Référence)	410,00
Eau	184,50
S1	904,65
G1	863,53
E/C	0,45

Nous traçons sur la Figure 4-9, la Figure 4-10 et la Figure 4-11 le volume d'eau récupérée en fonction du temps pour les trois hauteurs testées.

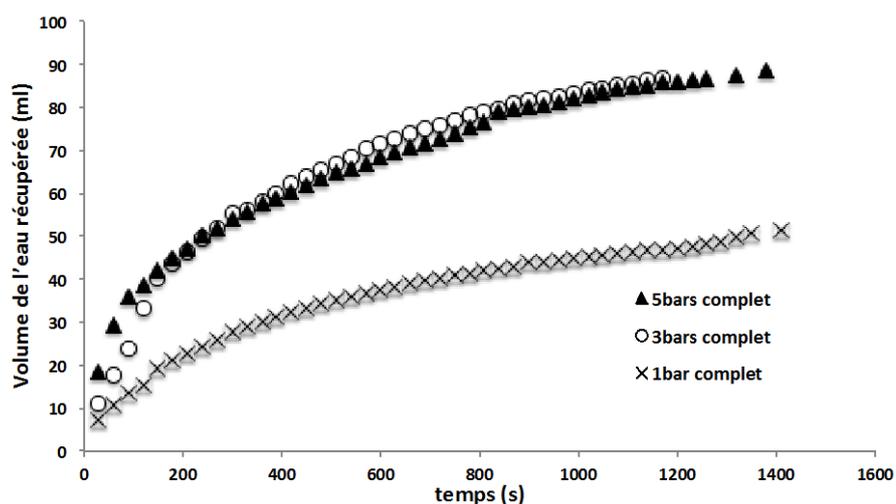


Figure 4-9 Volume d'eau récupérée à différentes pressions du Bauer en fonction du temps : Pressions (5 bars, 3 bars et 1 bar) – Remplissage (Complet)

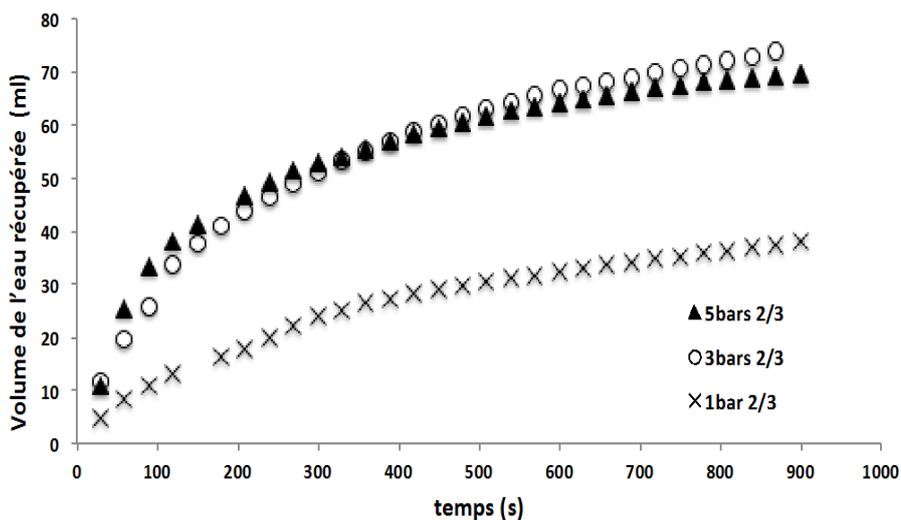


Figure 4-10 Volume de l'eau récupérée à différentes pressions du Bauer en fonction du temps : Pressions(5 bars, 3bars et 1 bars) - Remplissage(2/3)

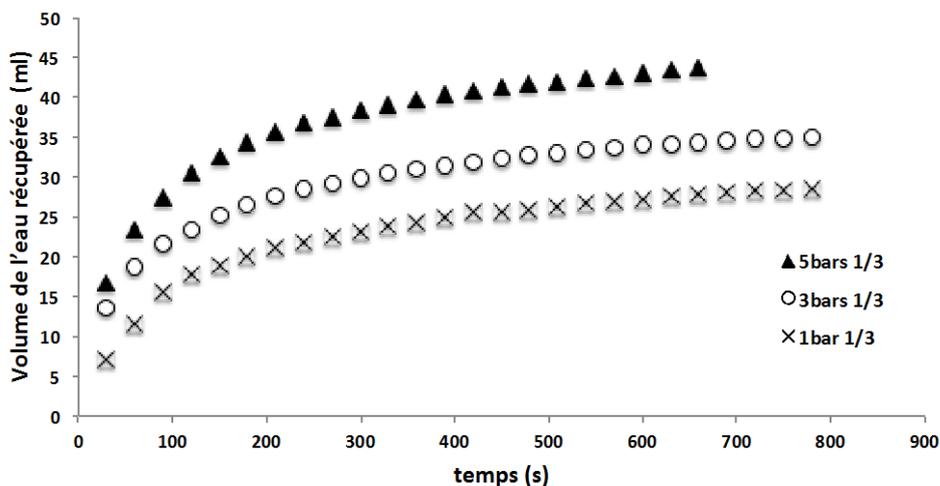


Figure 4-11 Volume de l'eau récupérée à différentes pressions du Bauer en fonction du temps : Pressions(5 bars, 3bars et 1 bars) - Remplissage(1/3)

#### 4.2.2.2.2 Analyses et discussions

Nous notons pour toutes les courbes tracées une période d'accélération suivie d'une période de ralentissement. Ce comportement est en cohérence avec le comportement

d'un phénomène de consolidation. En revanche, nous observons pour les deux hauteurs de remplissage les plus élevées (complet et 2/3) que le volume récupéré ne dépend pas de la pression appliquée. Nous notons ainsi une réponse identique du système sous une pression de 5 et 3 bars. Ce résultat n'est pas cohérent avec les propriétés d'une consolidation réelle. Il suggère par conséquent que, outre que la consolidation, un autre phénomène entre en jeu dans l'extraction d'eau mesurée.

Par ailleurs, si nous nous focalisons sur les 2 premières minutes de l'essai (Cf. Figure 4-12), nous observons une phase de dépendance à la pression très courte. Puis, au bout de 3min, les deux courbes se superposent (Cf. Figure 4-9 et Figure 4-10). Ceci pourrait être expliqué par le fait qu'au début l'intégralité de l'échantillon est homogène. Ensuite, rapidement et au bout de quelques minutes, nous pourrions noter la création d'une couche dense dans la partie inférieure de l'échantillon. La compacité de cette couche augmente avec le temps. Ceci suggère que le ralentissement de la vitesse est dû à l'atteinte de la compacité maximale de cette couche et non pas de l'intégralité du matériau. Il semble important de noter que la présence de cette couche est observée en vidant le cylindre du Bauer à la fin de l'essai.

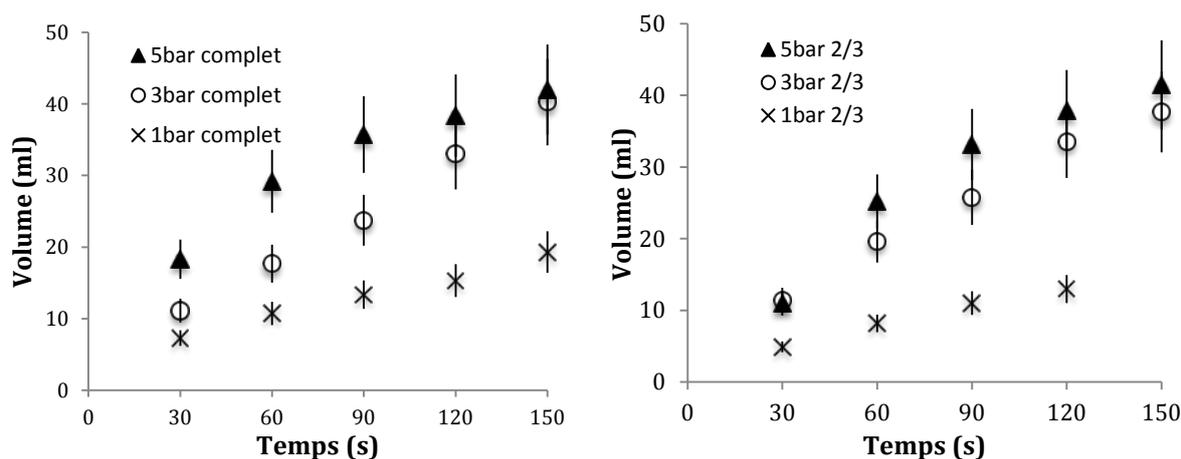


Figure 4-12 Volume de l'eau récupérée à différentes pressions du Bauer en fonction du temps : Début de l'essai (150s)- Remplissage (complet-2/3)

A la lumière de ces constatations, nous pouvons alors conclure que l'utilisation de ces deux hauteurs semble être non représentative d'une consolidation homogène. Cependant, un remplissage de 1/3 (10cm) semble être avantageux afin de reproduire un phénomène réel de consolidation. En effet, comme illustré sur la Figure 4-11, nous notons pour ce cas une forte dépendance à la pression appliquée pour les trois pressions étudiées. Cette nouvelle hauteur de remplissage nous permet par ailleurs de suggérer que l'essai Bauer pourrait être réalisé dans un appareil d'essai Baroid présenté dans la section 4.2.1 De plus, notre choix de remplissage partiel du récipient rejoint le choix de la hauteur de remplissage du récipient de l'essai « Pressure vessel test » décrit dans la section 4.1.1. Pour cet essai, sans fournir de raison précise, ils ont choisi une hauteur de remplissage de 17cm d'un récipient de hauteur totale de 30cm.

Concernant le choix de la pression, il semblerait indispensable, pour la précision de l'analyse, de réaliser l'essai pendant 15 minutes au minimum. Ainsi, il est nécessaire de garder à l'esprit que la durée de la cartouche d'air comprimé, comme mentionné plus haut, est limitée et pourrait limiter ainsi la durée de l'essai Bauer. Nous proposons alors de choisir une pression de 1bar ou 3bars qui permet d'augmenter la durée d'application de la pression avec une seule cartouche

#### **4.2.2.2.3 Protocole modifié**

Toutes nos observations et analyses nous permettent de retenir les paramètres suivants :

- Pression = 1bar ou 3bars
- Hauteur de remplissage = 10cm (1/3 de la hauteur totale)
- Durée de l'essai = minimum 15min

Ce protocole est appelé par la suite « Protocole modifié ». Nous rappelons que le protocole de base est appelé « Protocole standard ».

### 4.2.2.3 Extrapolation d'une valeur finale de ressuage

#### 4.2.2.3.1 Proposition d'une méthode d'extrapolation

L'idée étudiée ici est d'extrapoler à partir d'une courbe analytique fittée sur les résultats expérimentaux une valeur finale de consolidation. Dans ce cadre, 5 essais Bauer ont été réalisés en variant la pression de 1 à 5 bars. Nous rappelons que, pour les raisons développées plus haut, les essais sont réalisés sur notre pâte de référence préparée selon notre protocole de référence. Nous précisons également que nous utilisons notre protocole modifié du Bauer.

Nous traçons sur la Figure 4-13 les résultats expérimentaux obtenus en fonction du temps. Ensuite, nous ajoutons sur la même figure les résultats analytiques de l'équation empirique :

$$V=V_f (1-\exp ((t/t_{cp})^{1,5})) \quad (4-6)$$

Avec  $V_f$  le volume final et  $t_{cp}$  le temps de changement de pente. Nous notons que les courbes analytiques se superposent avec nos courbes expérimentales. Ceci pourrait valider la forme de l'équation analytique choisie et nous permet d'estimer par conséquent une valeur finale de volume d'eau ressuée. Cette valeur est appelée par la suite volume extrapolé.

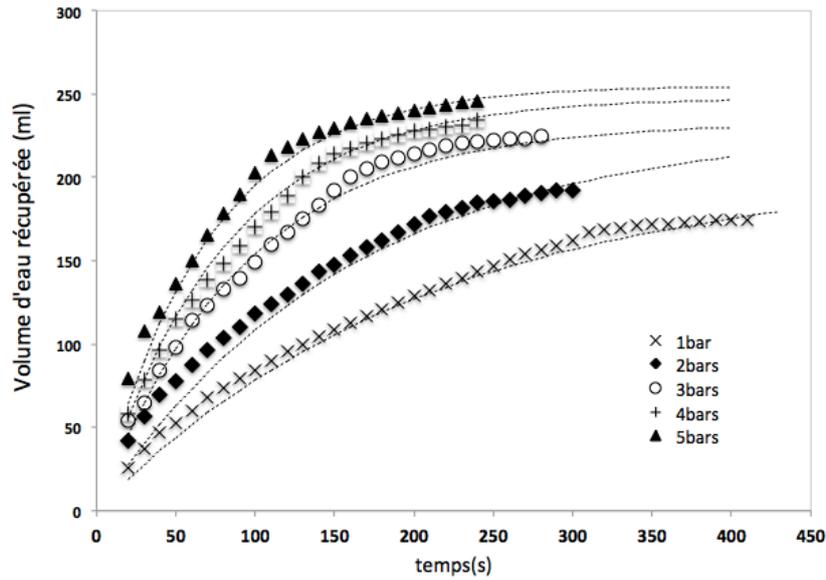


Figure 4-13 Superposition des courbes analytiques et expérimentales

#### 4.2.2.3.2 Vérification de la méthode

Nous essayerons maintenant d'évaluer la fiabilité des valeurs extrapolées par rapport à la compacité maximale du système. Nous traçons, tout d'abord, sur la Figure 4-14 une courbe de compacité maximale théorique calculée à partir d'un modèle analytique tiré de la littérature [10]. Ce modèle permet de passer de la compacité virtuelle d'empilement maximal, qu'on ne peut pas atteindre en pratique, à une compacité réelle d'empilement et il s'écrit :

$$\phi_{RLP} = \phi_m \left( 1 - \exp\left(-2.457 \chi^{-0.212}\right) \right) \quad (4-7)$$

Avec :

$\phi_{RLP}$  : Fraction d'empilement maximale réelle : la fraction d'empilement aléatoire le plus lâche, ou « Random Loose Packing » .

$\phi_m$  : Fraction volumique solide maximale virtuelle (ou fraction d'empilement maximal) est de l'ordre de 60%- 64% [11].

$\chi$  : Rapport entre les forces d'interaction  $F_i/F_j$ .

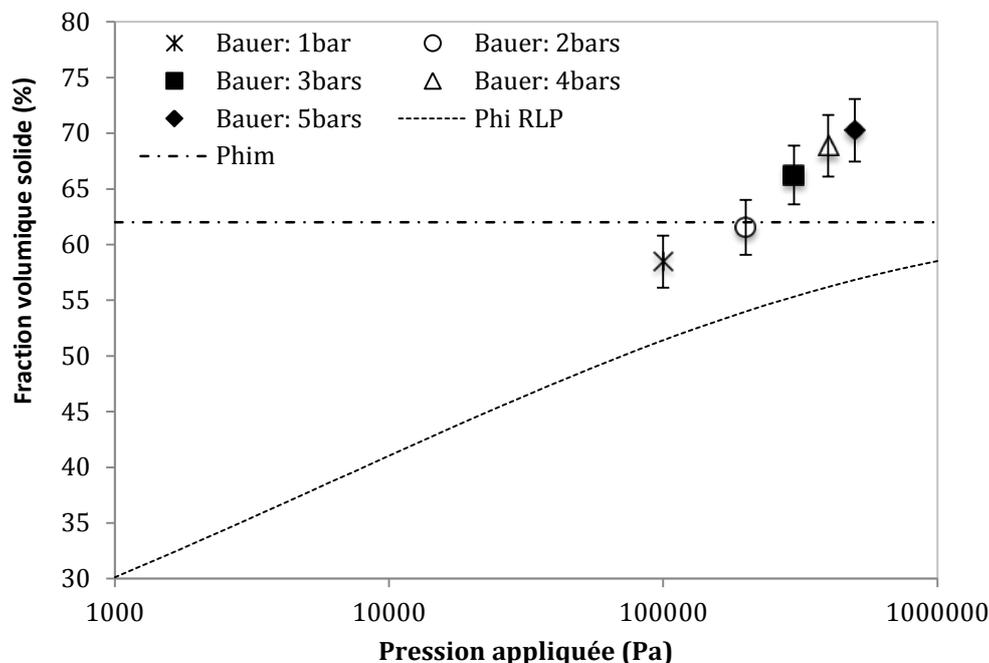


Figure 4-14 Fraction volumique solide finale de la pâte de référence en fonction de la pression appliquée par le Bauer : vérification de la méthode d'extrapolation

Ensuite, nous plaçons sur la même figure les fractions volumiques solides finales obtenues à partir des volumes extrapolés. Nous notons ainsi que ces valeurs sont au-dessus de la courbe théorique d'empilement et certaines dépassent la compacité virtuelle d'empilement maximal d'une pâte de ciment. Ce comportement n'est pas possible en pratique. Ceci suggère qu'un autre phénomène, outre que la consolidation, est à l'origine de la quantité d'eau récupérée lors de l'essai Bauer. En effet, une fois que

le système atteint la compacité maximale, il devrait résister à la charge extérieure et le ressuage devrait s'arrêter. Dans ce cadre, nous suggérons que l'eau sortie au-delà de cette valeur maximale est due à l'infiltration d'air dans l'échantillon. Nous suggérons

également que ce régime existe dès le début de l'essai et continue après la fin de la consolidation.

Par ailleurs, ce régime peut être capturé, comme montré sur la Figure 4-15, par une partie d'extraction linéaire à la fin de l'essai. De plus, comme ce régime est un régime d'écoulement d'eau à travers la porosité du matériau sans consolidation supplémentaire, sa vitesse d'écoulement devrait alors dépendre de la pression appliquée. Pour vérifier, nous traçons sur la Figure 4-15 la vitesse de la partie linéaire en fonction de la pression appliquée. Comme attendu, nous notons une proportion de cette vitesse à la pression appliquée. Il est important de garder à l'esprit que le choix de la partie linéaire de ralentissement a été fixé selon un critère identique pour toutes les courbes. Nous avons choisi de prendre dix valeurs successives quand  $(V_{i+1}-V_i/V_i)$  est inférieur à 1,5 %.

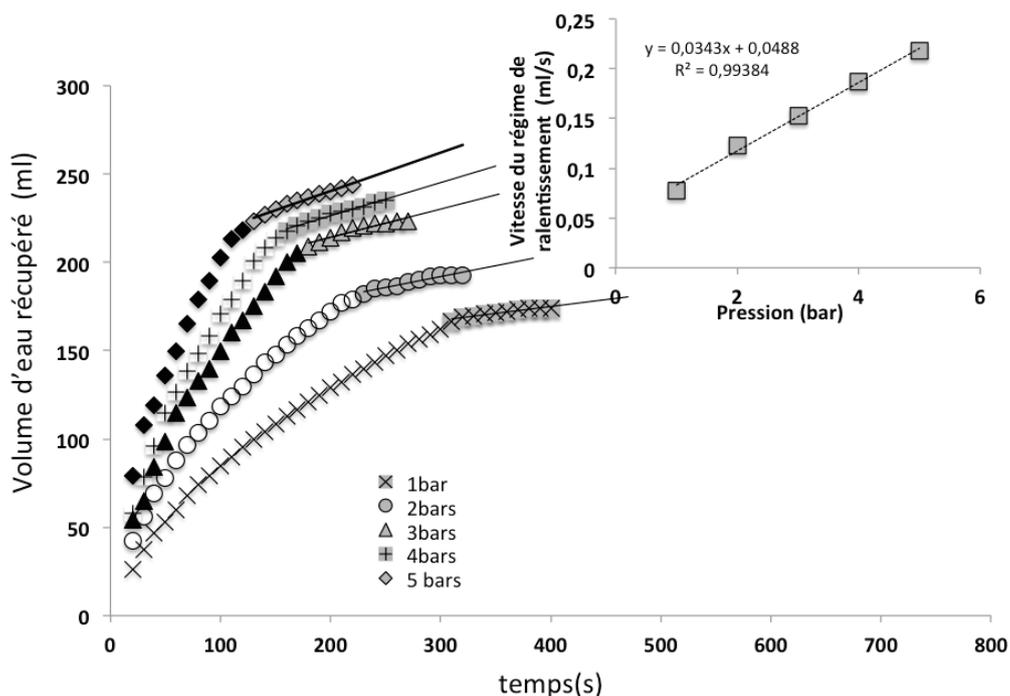


Figure 4-15 Illustration de la partie linéaire du régime d'écoulement d'eau à travers la porosité du matériau

Ces régimes ont été également capturés dans les travaux de la littérature réalisés avec l'essai « Pressure vessel test » décrit dans la section 4.2.1 et qui consiste à évaluer le ressuage d'un béton frais sous une haute pression. Dans ses travaux, ces régimes ont été schématisés comme illustré sur la Figure 4-16

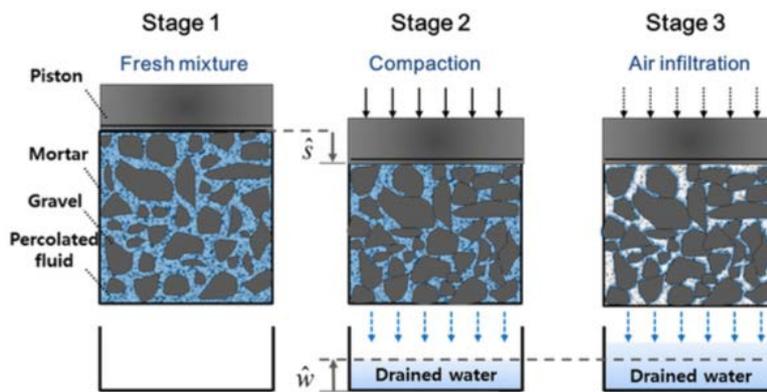


Figure 4-16: Illustration des régimes de ressuage d'un essai forcé « Pressure vessel test »

A ce stade, nous pouvons conclure que l'eau récupérée lors d'un essai BAUER est le résultat de deux phénomènes. Le premier est un phénomène de consolidation forcée du matériau suite à l'application d'une force extérieure. Le deuxième est un phénomène d'infiltration d'air et d'écoulement d'eau à travers la porosité du matériau. Ainsi une correction de la méthode d'extrapolation testée au-dessus est nécessaire.

#### 4.2.2.3.3 Correction de la méthode

Le but recherché à partir de l'essai Bauer suggère que seulement la partie consolidation pourrait nous intéresser pour cette étude. Pour cette raison, nous avons éliminé la quantité d'eau provenant de l'écoulement d'infiltration durant tout l'essai Bauer. Les volumes corrigés sont présentés sur la Figure 4-17.

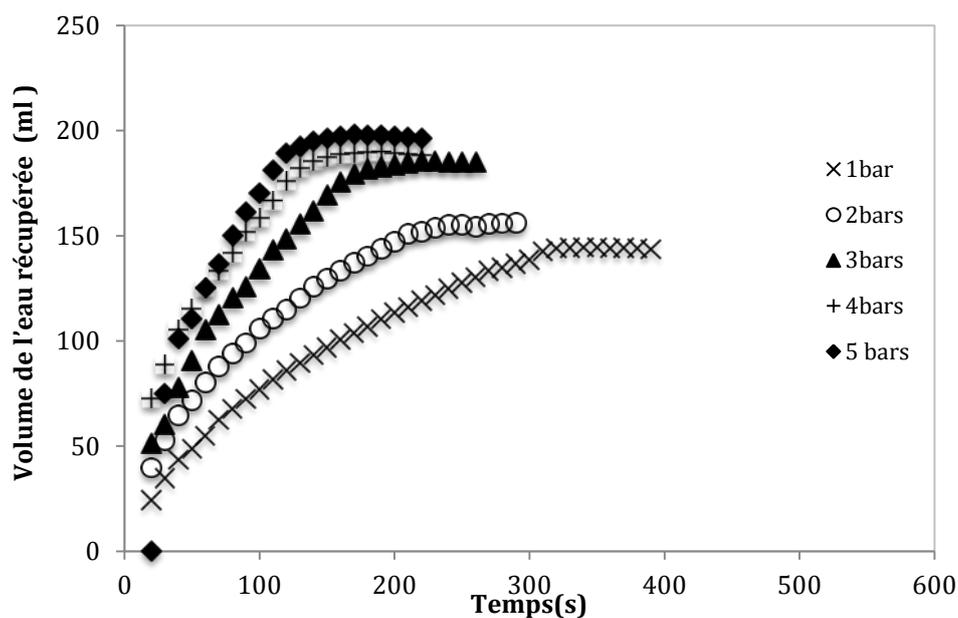


Figure 4-17 Volume de l'eau corrigé en fonction du temps pour 5 pressions différentes (1bar, 2bar, 3bar, 4bar et 5bar).

Nous notons que, suite à cette correction, toutes les courbes ont un comportement de consolidation qui tend évidemment vers un plateau. Nous notons de même que les valeurs finales ainsi extrapolées rejoignent la courbe théorique tracée sur la Figure 4-18.

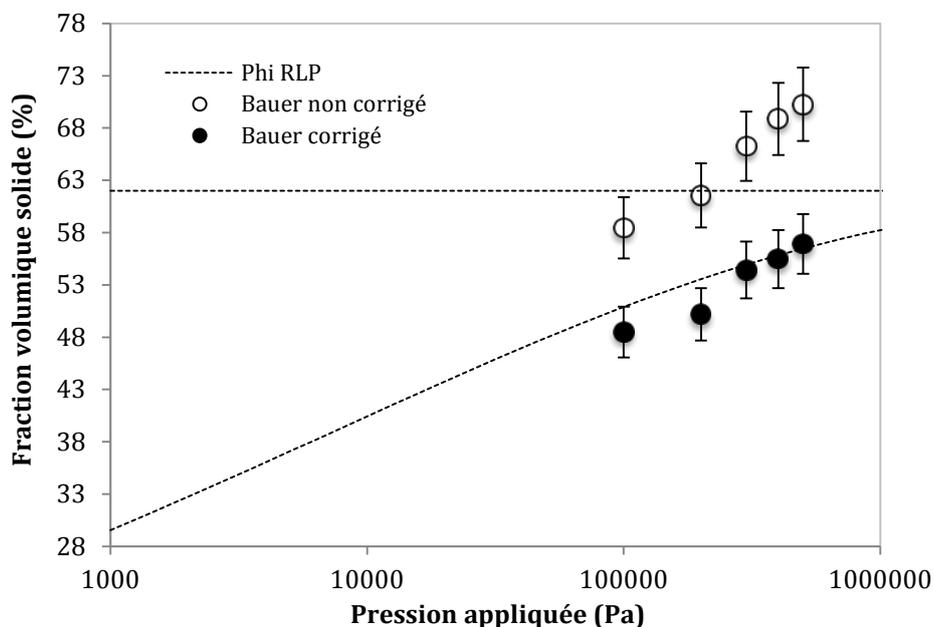


Figure 4-18 Fraction volumique solide finale de la pâte de référence en fonction de la pression appliquée par le Bauer : vérification de la méthode de correction

Enfin, il semble important de garder à l'esprit que cette méthode a été validée également sur les résultats bétons présentés plus haut. Nous nous contenterons de présenter le graphe de la courbe de validation théorique dans la Figure 4-19. Les autres courbes de validation sont présentées dans l'ANNEXE C. Nous notons, toutefois, que les fractions volumiques solides de la pâte ne rejoignent pas la courbe théorique. Elles sont inférieures à la compacité maximale. Nous étudierons en détails l'origine de cette diminution dans le prochain chapitre.

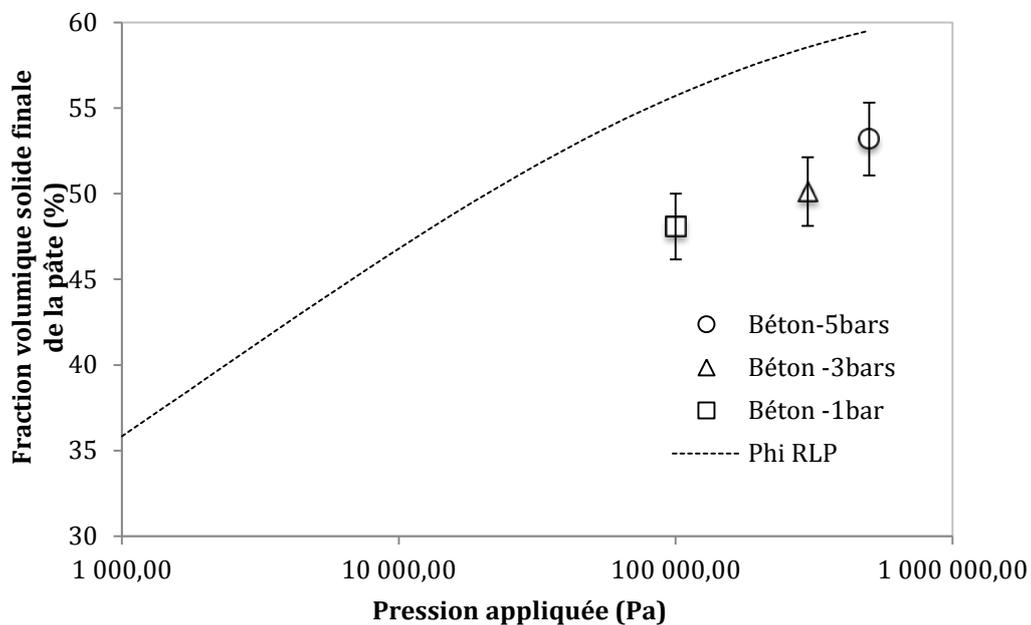


Figure 4-19 Fraction volumique solide finale de la pâte en fonction de la pression appliquée par le Bauer : vérification de la méthode de correction : **BETON**

### 4.3 Etude de la corrélation entre les essais ASTM et Bauer

En pratique, comme noté plus haut, les deux essais ASTM et Bauer sont réalisés pour évaluer le ressuage des bétons sur chantier. La question qui se pose à ce stade est : si les deux essais sont corrélés et captent le même phénomène, pourquoi ne pas se contenter de l'essai Bauer qui est, comme montré plus haut, l'essai le plus rapide ?

Cette question a fait également partie d'une étude R&D dans le cadre d'un projet européen « Groupe Miroir » piloté par la FNTP. Dans le but d'enrichir le cadre normatif et prescriptif des nouveaux bétons de fondations, un certain nombre d'essais a été réalisé sur 12 chantiers différents en France. Parmi ces essais, nous notons l'essai ASTM et Bauer. Notre participation à ce projet nous a permis d'étudier la corrélation entre les deux essais. Une description détaillée du projet, des bétons testés ainsi que les résultats obtenus sont fournis en ANNEXE D.

Nous nous contenterons de tracer sur la Figure 4-20 la vitesse de ressuage de l'ASTM en fonction du volume d'eau récupérée du Bauer. Pour élargir notre étude, nous ajoutons des résultats réalisés sur quelques chantiers « Soletanche –Bachy ». Nous précisons que ces résultats ont été récupérés directement de la base de données « Soletanche –Bachy ». Nous rappelons également que l'essai Bauer est réalisé selon le protocole standard (Cf. section 4.2.2.1) et la vitesse de ressuage ASTM est calculée selon la méthode AFNOR- XP P18-468 (Cf. section 4.1.1.3 ). Par ailleurs, nous notons que ces résultats mettent en évidence une absence de corrélation entre les deux essais.

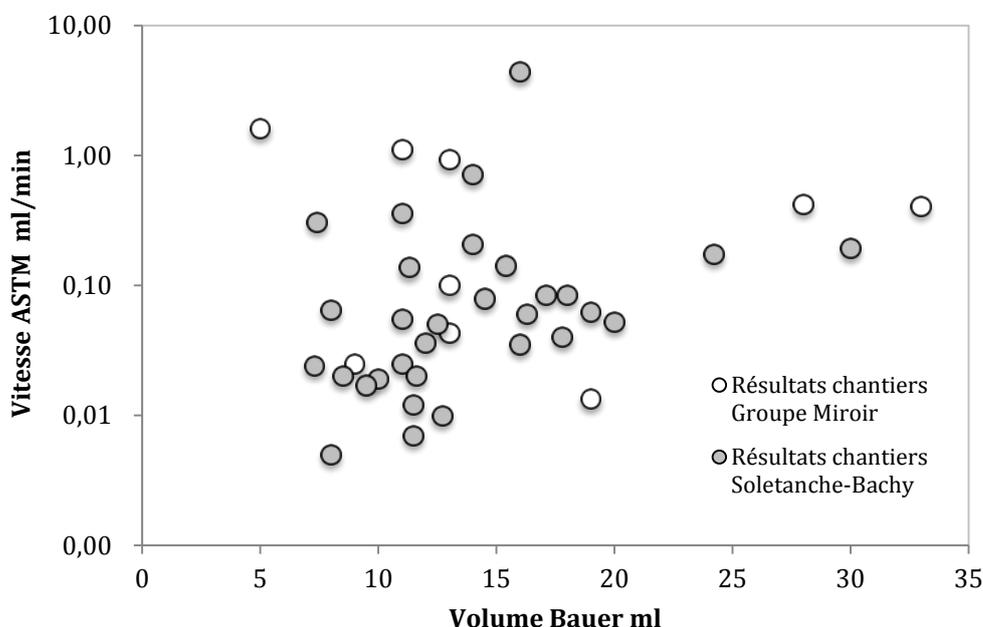


Figure 4-20 La vitesse de l'eau ressuée avec l'essai ASTM en fonction du volume d'eau récupérée à l'aide de l'essai Bauer

Dans un premier temps, ceci pourrait être expliqué par la limite d'utilisation du protocole standard développé plus haut. Cependant, nous suggérons que ceci est vrai même en utilisant le protocole modifié. En effet, les phénomènes impliqués dans les deux essais sont différents. Contrairement à un essai ASTM, l'écoulement de l'eau (forcé) dans l'essai Bauer est dans le même sens que le déplacement des grains alors que, lors d'un ressuage, grain et liquide se déplacent dans des directions opposées. Ceci est à l'origine de la formation des canaux étudiés dans les chapitres précédents et impose la cinétique de ressuage. C'est cette cinétique qui nous intéresse pour la pratique et non pas la cinétique de l'essai forcé.

Par ailleurs, si nous considérons encore une fois la figure comparative des forces présentée dans le premier chapitre, nous pourrions noter que la force appliquée par le Bauer dominera toutes les autres forces. Ainsi, nous éliminons la force de traînée à l'origine des premières réorganisations du système et de la percolation des canaux. De plus, nous avons montré dans le premier chapitre que la perméabilité du système augmente suite à la formation des canaux d'extraction d'eau. Puis elle diminue progressivement pendant la phase de consolidation. Par conséquent, en absence de ces canaux et en présence uniquement du phénomène de consolidation, nous nous attendons à une diminution continue de la perméabilité.

Ce résultat est illustré dans la Figure 4-21. Nous traçons la perméabilité en fonction du temps de notre pâte de référence testée à l'aide d'un essai gravitaire tube et un essai forcé Bauer. Nous rappelons que les résultats Bauer sont les mêmes étudiés plus haut dans la section 4.2.2.1 Nous notons ainsi que la perméabilité initiale est identique pour les deux systèmes et elle est de l'ordre de  $10^{-14}$  m<sup>2</sup>. Cette perméabilité est, par ailleurs, en cohérence avec la perméabilité d'une pâte initialement homogène estimée à l'aide de la relation de Kozeny-Carman [12]. Au cours du temps, comme étudié dans le premier chapitre, nous notons une augmentation de la perméabilité pendant l'essai au tube puis une diminution. Cependant, nous observons comme attendu une diminution de la perméabilité tout au long de l'essai Bauer.

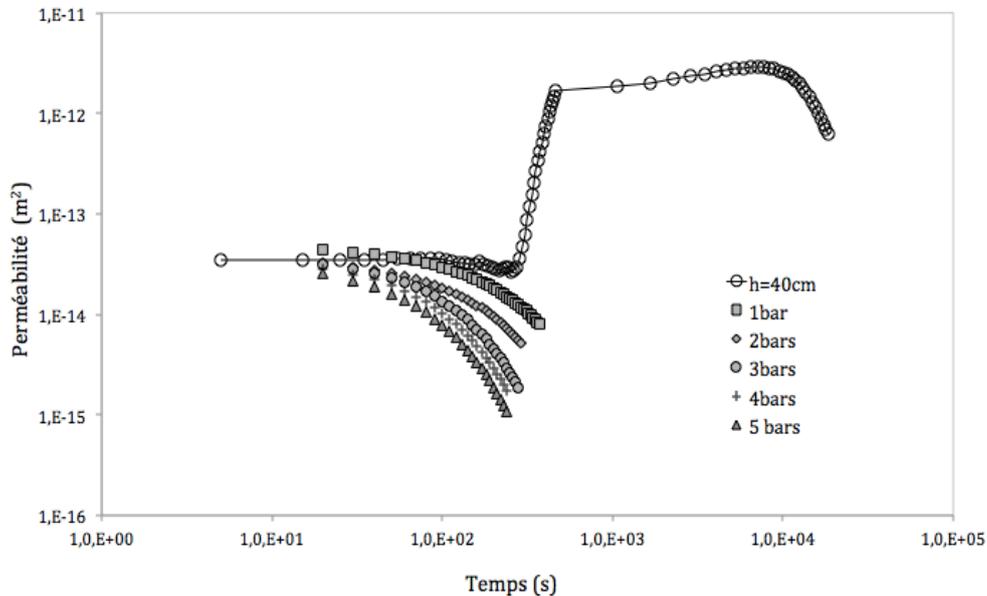


Figure 4-21 Perméabilité en fonction du temps d'une pâte de ciment de référence testée à l'aide d'un essai gravitaire tube et d'un essai forcé Bauer à différentes pression

A ce stade nous pouvons suggérer que la cinétique mesurée par l'essai Bauer ne correspond pas à une cinétique d'un ressuage gravitaire observé en pratique. Ces résultats nous permettent ainsi de conclure qu'un essai Bauer ne nous donnera pas une information sur la cinétique du ressuage. En revanche, il pourrait être utile pour capturer l'état de consolidation finale du matériau. Nous pouvons conclure également que toutes ces constatations soulignent le fait qu'un essai aussi rapide que l'essai Bauer n'est malheureusement pas suffisant pour prédire intégralement le phénomène de ressuage.

#### 4.4 Conclusions

Nous avons étudié dans ce chapitre deux essais de mesure de ressuage normalisés (ASTM-Bauer). Nous avons étudié, dans un premier temps le protocole de mesure et la réponse d'un essai ASTM. Nous avons ainsi pu illustrer que cet essai nous permet de capturer la physique déjà étudiée dans notre essai tube de référence. Cependant, il est souvent jugé trop long.

Par ailleurs, en nous focalisant sur l'étude de l'essai Bauer, nous avons pu tout d'abord capturer à partir d'une analyse détaillée la limite de l'utilisation de son protocole actuel. Un nouveau protocole a été alors proposé. Ensuite, nous avons mis en place une méthode d'extrapolation de valeur finale de consolidation. Nous avons ainsi identifié deux phénomènes à l'origine de l'écoulement de l'eau lors d'un essai BAUER. Le premier est un phénomène de consolidation forcée du matériau suite à l'application d'une force extérieure. Le deuxième est un phénomène d'infiltration d'air et d'écoulement d'eau à travers la porosité du matériau. Pour répondre à l'objectif de l'essai, nous avons choisi d'éliminer la quantité d'eau provenant du deuxième phénomène.

Enfin, les résultats expérimentaux réalisés dans le cadre du projet européen « Groupe miroir » nous ont permis de mettre en évidence l'absence de corrélation entre les deux essais. Dans ce cadre, nous avons pu souligner que l'essai Bauer nous permet de connaître seulement la valeur finale de la consolidation. Sa cinétique est loin d'être représentative de la réalité. Toutefois, l'essai ASTM pourrait être utile si nous cherchons à connaître la cinétique de ressuage. Nous ne serions pas amenés, dans ce cas, à poursuivre l'essai jusqu'à la fin.

## 4.5 Références

---

[1] American Society for Testing and Materials : « Standard Test Methods for Bleeding of Concrete. », ASTM C 232 - 87, Pages :144-147, 1987.

[2] Béton — Essai pour béton frais — Ressuage, normalisation française, AFNOR- XP P18-468, 12 Octobre 2016

[3] R.D. Browne, P.B. Bamfonh, Tests to Establish Concrete Pumpability, Journal of American Concrete Institute, Volume :74 Pages : 193-207, 1977.

[4] D. Beaupré, Rheology of high performance shotcrete , thèse de doctorat, University of British Columbia, 1994.

- [5] B. Chouinard, Etude des relations entre la rhéologie du béton et sa pompabilité, Mémoire pour l'obtention du grade de maître en sciences, Université Laval, 1999.
- [6] National lead industries, INC, Baroid Mud Technologie Handbook, Baroid Division, NL Industries, Houston, Texas, BAROID 1965
- [7] Recommended Practice 29, Standard Field Procedure for Testing Drilling Fluids, American Petroleum Institute, Division of Production, Texas, Page 23, 1957.
- [8] Experimental simulation of bleeding under a high concrete column Hong Jae Yim a, Jae Hong Kim b, Hyo-Gyoung Kwak, Cement and Concrete Research 57 (2014) 61–69
- [9] Recommended Practice, Tremie Concrete for deep foundations, Recommendation, Concrete Institute of Australia, 2012
- [10] K. Dong, R. Yang, R. Zou, A. Yu, Role of interparticle forces in the formation of random loose packing, Physical Review Letters. 96 (2006) 145505.
- [11] F. de Larrard, Concrete Mixture Proportioning, E & FN Spon, London, 1999.
- [12] V. Picandet, D. Rangeard, A. Perrot, T. Lecompte, Permeability measurement of fresh cement paste, Cement and Concrete Research, Volume 41, Issue 3, Pages 330-338, Mars 2011

---

# **Chapitre 5 : Changement d'échelle pâte- mortier-béton**

---



# **Chapitre 5 : Changement d'échelle pâte- mortier-béton**

Notre étude à l'échelle de la pâte de ciment développée dans le premier chapitre nous a permis de caractériser le ressuage par trois régimes. L'étude du comportement de la pâte pendant ces régimes, nous a permis de mieux comprendre l'origine de la physique du phénomène et de capturer également sa dépendance à certains paramètres intrinsèques et non intrinsèques au matériau. Pour ces études, même s'il est important de garder à l'esprit que la présence d'un adjuvant peut influencer le comportement de la matrice, nous avons choisi par souci de simplicité d'étudier des systèmes non adjuvés. En pratique, à l'échelle du béton, ces trois régimes ont été également identifiés. La question qui se pose à ce stade est à quel point les phénomènes précédemment caractérisés à l'échelle de la pâte pourraient être suffisants pour comprendre la réponse d'un système plus complexe tel que le béton.

Pour répondre à cette question et dans le but de comprendre le phénomène de ressuage d'un béton, nous essayerons dans ce chapitre de capturer, dans un premier temps, l'effet du passage de l'échelle de la pâte à l'échelle du mortier et ensuite à l'échelle du béton. A l'échelle du béton, deux études ont été réalisées. La première est réalisée sur des bétons à ciments différents en utilisant des essais de laboratoire. Toutefois, quand nous avons cherché à étudier le ressuage sur des hauteurs représentatives d'une fondation réelle, la réalisation de ces essais n'était pas possible en laboratoire. Nous avons alors été amenés à tester de vrais pieux sur chantier, d'où la deuxième étude in situ.

Par la suite, après une description détaillée de la formulation des matériaux utilisés, de leurs protocoles de préparation ainsi que des essais réalisés, nous essayerons de capturer dans un premier temps l'effet de ce changement d'échelle. Ensuite, nous essayerons de comprendre et d'analyser l'origine de cet effet.

## 5.1 Matériaux étudiés et essais réalisés

### 5.1.1 Mortier

#### 5.1.1.1 Formulation

##### Sables

Trois sables ont été testés pour notre étude du mortier. Ils sont définis comme suit :

**Sable normal** : Sable industriel de type boulonnais concassé qui contient 20% de particules fines et 80% de grosses particules.

**Sable fin** : Formulé à partir des particules fines du sable normal extraites par tamisage.

**Sable grossier** : Formulé des particules les plus grossières du sable normal extraites par tamisage.

Nous précisons que, pour notre étude, les particules fines du sable sont les particules de diamètre inférieur à 0,160 mm tandis que les particules grossières sont les particules de diamètre supérieur à 0,160 mm. Nous précisons aussi que les pourcentages (%) sont des fractions volumiques.

Pâte de ciment

Le mortier est formulé à partir d'une pâte de ciment de E/C égal à 0,65. Le ciment étudié est le ciment de référence de cette thèse.

Pour notre étude de passage à l'échelle du mortier, les trois mortiers suivants sont testés. Ils portent les dénominations suivantes tout au long de ce chapitre :

**Mortier normal** : Composé de 70% de pâte de ciment et 30% de sable normal.

**Mortier fin** : Composé de la partie pâte et des fines présente dans le Mortier normal :  
Absence du sable grossier

**Mortier grossier**: Composé de 70% de pâte de ciment et 30% de sable grossier :  
Absence du sable fin

Nous présentons dans la Figure 5-1 un schéma simplifié des composants des trois mortiers étudiés.

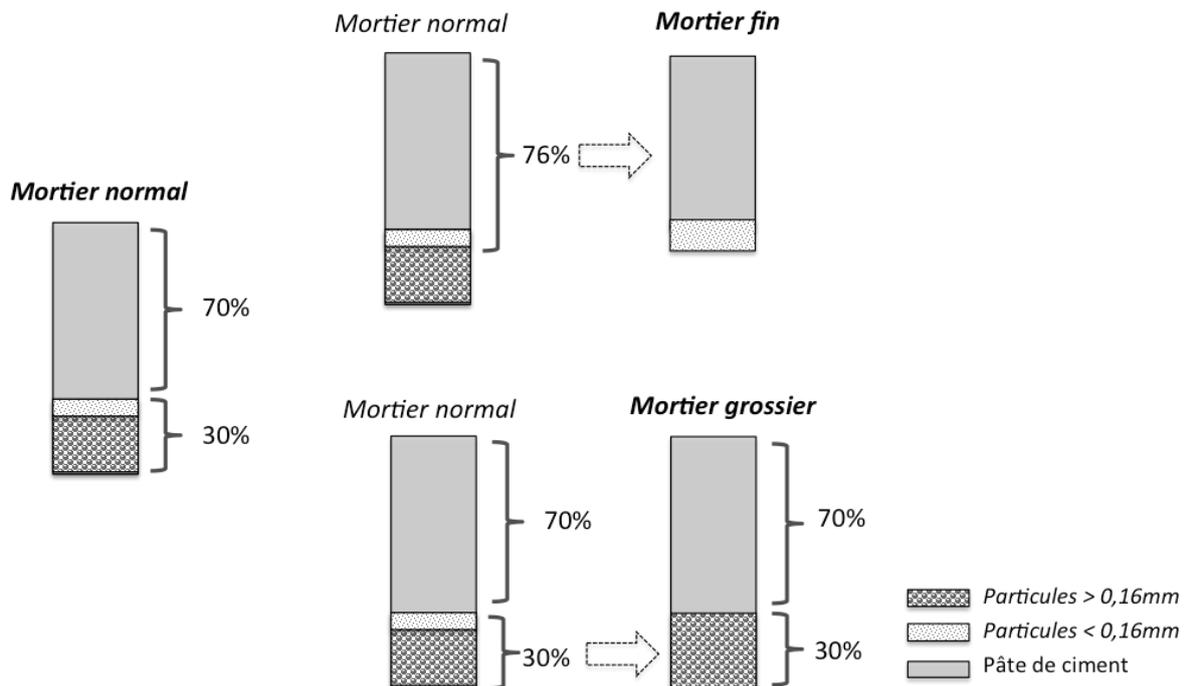


Figure 5-1 : schéma simplifié des composants des trois mortiers étudiés

### **5.1.1.2 Protocole de fabrication**

Le ciment est mélangé avec l'eau pendant deux minutes à l'aide du Turbo-Test Rayneri VMI mixer à une vitesse de 840 tpm. Le sable est ajouté ensuite à la pâte de ciment obtenue. Afin de ne pas imposer à la pâte un cisaillement important en présence des grains qui pourraient modifier sa rhéologie et cacher l'effet que nous souhaitons étudier, l'ensemble a été mélangé manuellement durant deux minutes. Il est important de noter que, dans notre cas, un malaxage de deux minutes semble suffisant pour obtenir un mélange homogène.

### **5.1.1.3 Essais réalisés**

Les trois mortiers préparés sont mis en place selon notre protocole de référence. Pour rappel, le tube utilisé est suffisamment large pour éviter tout effet de paroi au cours du ressuage. Enfin, le suivi de la cinétique de ressuage en fonction du temps est réalisé à l'aide de notre technique d'acquisition d'images décrite dans le chapitre 2.

## **5.1.2 Bétons**

### **5.1.2.1 Etude laboratoire**

#### **5.1.2.1.1 Formulation**

Six bétons composés de six ciments différents sont testés pour cette étude. La fraction volumique de la pâte de ciment est maintenue constante à 37% du volume total. Les bétons étudiés sont des bétons non adjuvantés qui obéissent dans leurs formulations à la norme NF EN 206-CN (Annexe D) [1].

Nous présentons dans le Tableau 2-1 les propriétés des matériaux utilisés. Plus de détails ainsi que la granulométrie sont fournies en ANNEXE A mais il est important de garder à l'esprit que le sable utilisé contient très peu de fines (3%).

Tableau 5-1 : Formule du béton testé au laboratoire

Type	Désignation	Formule sèche (kg/m <sup>3</sup> )
Ciment	Voir Tableau 1-2	Voir Tableau 1-2
Eau	Eau d'apport (Eau efficace)	272 (246)
Sable	S1	823
Gravillon	G1	786
Adjuvant	Pas d'adjuvant	0

Tableau 5-2 : Caractéristiques des différents ciments utilisés

Ciments	Quantité (kg/m <sup>3</sup> )	E/C
CEM (référence)	439,29	0,56
CEM I	431,58	0,57
CEM II/A	424,14	0,58
CEM II/B	416,95	0,59
CEM III/A	410,00	0,6
CEM V/A	403,28	0,61

#### 5.1.2.1.2 Protocole de fabrication

Après pré-saturation des granulats avec la quantité d'eau nécessaire à leur absorption, le ciment est ajouté et le mélange est malaxé pendant une minute. Ensuite, l'eau est ajoutée pendant 30 secondes. Enfin, le mélange est malaxé pendant 3 minutes.

#### 5.1.2.1.3 Essais réalisés

L'étude du ressuage de ces bétons est réalisée à l'aide de l'essai ASTM C323 présenté au chapitre 4

#### 5.1.2.1.4 Notion de pâte constitutive

Nous appelons une pâte constitutive, une pâte ayant les mêmes caractéristiques que la pâte présente dans le béton mais étudiée seule sans présence d'inclusions. Pour rappel, dans le cas de ces bétons de laboratoire, les pâtes constitutives ont été déjà étudiées dans la section 3.2 du chapitre 3 dédiée à l'étude de l'effet de la nature du ciment sur le ressuage de la pâte.

#### 5.1.2.2 Etude in situ

##### 5.1.2.2.1 Formulation

Nous présentons dans le Tableau 5-3 la formule du béton testé sur chantier. Il est important de noter que le sable utilisé contient très peu de fines (5%) et que la fraction volumique de la pâte est de 29%.

Tableau 5-3 : Formule du béton testé sur chantier

Type	Désignation	Formule sèche (kg/m <sup>3</sup> )
Ciment	CEM III/A 52,5 L - LH/SR CE PM NF	350
Eau	Eau d'apport (Eau efficace)	187,6 (170)
Sable	S2	810
Gravillon	G2	390
Gravillon	G3	610
Adjuvant 1	Sika Viscocrete Tempo 600	1,75 (0,46% <sub>pd</sub> )

Le béton a été livré en deux camions. Afin d'éliminer l'effet de l'instant de démarrage de l'essai capturé au chapitre 2, nous avons porté une attention particulière pour que le temps total de livraison et de démarrage de l'essai soit le même pour les deux camions (environ 40min).

#### 5.1.2.2 Essais réalisés

- Essai d'affaissement réalisé selon la norme La norme NF EN 12350-2 [2]
- Essai de teneur en air réalisé à l'aide d'un aéromètre à béton
- **Essai ASTM C232** réalisé dans un récipient ASTM (h=25cm) selon le protocole présenté au chapitre 4. Cet essai est appelé par la suite **ASTM Normal**.

Afin d'élargir notre analyse de l'effet de la hauteur, deux essais complémentaires ont été réalisés. Un essai réalisé dans un récipient ASTM rempli à une hauteur plus faible (h=10cm) et un autre essai réalisé dans un récipient similaire au récipient ASTM avec une hauteur plus élevée (h=40cm). Ces essais sont appelés par la suite essai **ASTM 10** et **ASTM 40**.

- **Essai Bauer** réalisé selon notre nouveau protocole (Cf. Chapitre 4) à trois pressions différentes (1bar, 3bars et 5bars)
- **Essai Pieux** : réalisé sur trois pieux tubés de profondeurs différentes (3m, 7m et 12m). Ces pieux sont notés par la suite **P3**, **P7** et **P12**.

Description des pieux testés

Afin d'éliminer toute interaction avec le sol, les pieux testés sont des pieux tubés dont les caractéristiques sont rassemblées dans le Tableau 5-4. Tout d'abord, le pieu est préalablement foré en diamètre de 1,02m. Ensuite, le tube est installé dans le forage et le béton est coulé à l'aide d'une colonne de bétonnage. La durée de coulage est de 5 min pour P3 et P7 et elle est de 10min pour P13. A noter que le niveau supérieur des pieux se trouve à 1m sous le niveau de la plateforme. Nous trouvons dans la Figure 5-2 le plan d'implantation des pieux. Une photo des pieux sur le chantier est présentée également sur la Figure 5-3.

Tableau 5-4 : Caractéristiques des pieux testés

Pieux	Diamètre extérieur (m)	Epaisseur (m)	Longueur (m)	Poids tube (T)	Volume béton (m3)
P3	0.914	0.01	3	0.669	1.9
P7	0.914	0.01	7	1.560	4.4
P12	0.914	0.01	12	2.675	7.5

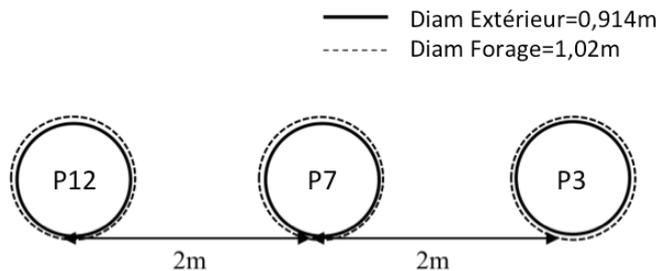


Figure 5-2 : Plan d'implantation du plot d'essais

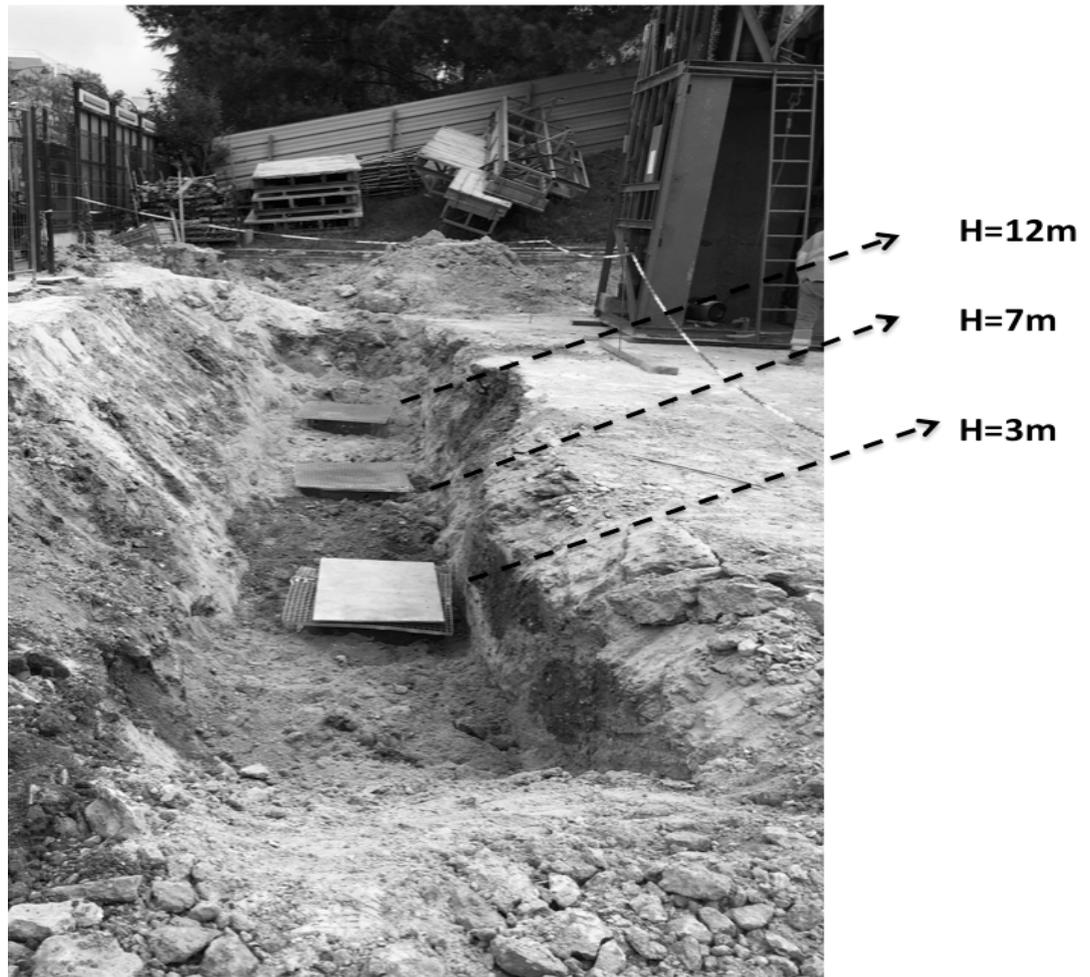


Figure 5-3 : Les trois pieux testés sur chantier

#### 5.1.2.2.3 Pâte constitutive

La pâte constitutive du béton chantier est une pâte adjuvantée et testée au laboratoire selon notre protocole de référence.

## 5.2 Changement d'échelle: pâte -mortier-béton

A la lumière des résultats obtenus et en se basant sur l'étude réalisée à l'échelle de la pâte de ciment, nous essayerons dans cette partie de capturer l'effet du passage à l'échelle du mortier et du béton sur la physique du ressuage.

## 5.2.1 Durée de la période d'induction: constatations expérimentales

### 5.2.1.1 Changement d'échelle: pâte -mortier

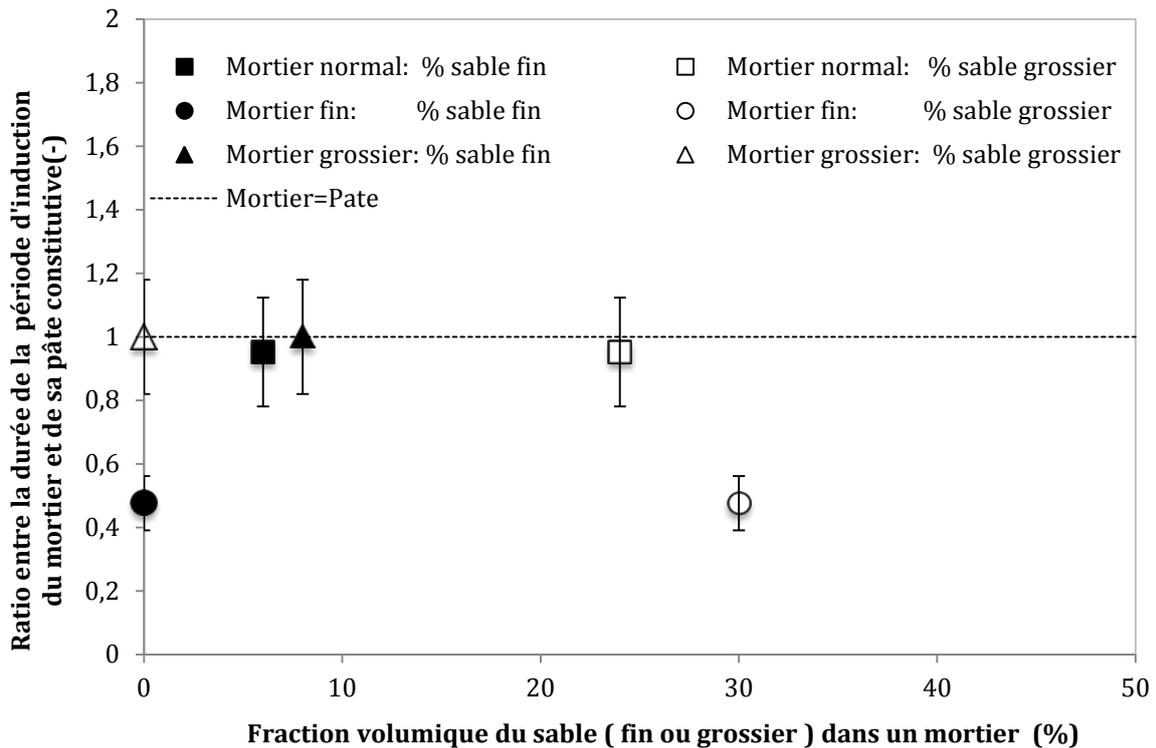


Figure 5-4 : ratio entre la durée de la période d'induction du mortier et celle de sa pâte constitutive en fonction de la fraction volumique du sable (fin ou grossier)

Nous traçons sur la Figure 5-4 le ratio entre la durée de la période d'induction du mortier et celle de sa pâte constitutive en fonction de la fraction volumique du sable (fin ou grossier) dans le mortier. La ligne pointillée sur la figure correspond à deux durées périodes d'induction égales. En première observation, nous notons que le mortier normal et le mortier fin (0% de grossier) se trouvent sur cette ligne. Le seul mortier qui ne rejoint pas cette ligne est le mortier grossier. Ce mortier est formulé à partir de 0% de sable fin et 30% de sable grossier. Ceci suggère que le sable fin n'est pas à l'origine de

la diminution de la durée de la période d'induction du mortier. Ce résultat ne nous permet pas, en revanche, d'expliquer cette diminution par la présence du sable grossier. En effet, si nous regardons le sable normal contenant 24% de sable grossier, il rejoint la ligne pointillée. A ce stade, nous pouvons uniquement conclure que la diminution de la durée de la période d'induction semble se déclencher lorsque la concentration en sable grossier devient importante (>24% dans notre cas).

### 5.2.1.2 Changement d'échelle: pâte -béton

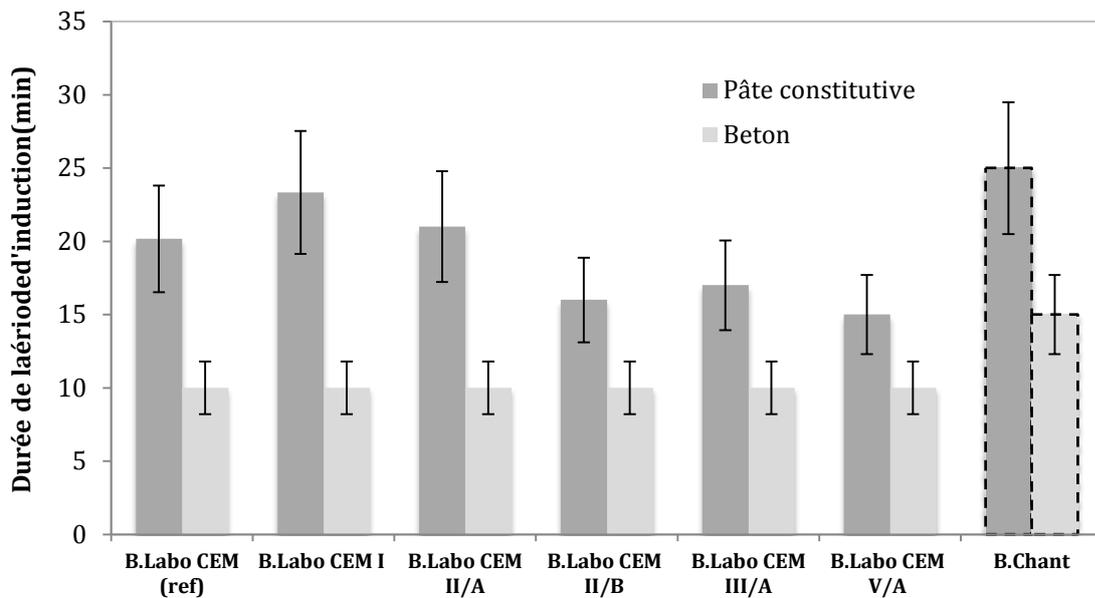


Figure 5-5 Durée de période d'induction des bétons étudiés (laboratoire et chantier) et de leurs pâtes constitutives

Nous traçons sur la Figure 5-5 les durées des périodes d'induction des bétons étudiés (laboratoire et chantier) ainsi que celles de leurs pâtes constitutives. Pour rappel, les résultats de cette étude sont obtenus à partir des essais ASTM.

Nous constatons, dans un premier temps, qu'en passant à l'échelle du béton, la durée de la période d'induction diminue. Nous notons de même que ce résultat est vrai pour les deux types de bétons. Nous suggérons ainsi que la présence des inclusions est à l'origine de cette diminution. De plus, en rappelant que les deux bétons sont formulés avec des sables contenant très peu de fines, nous pouvons alors préciser que cette diminution pourrait être due essentiellement à la présence des inclusions les plus grossières (sable grossier et gravillon). Par ailleurs, ce résultat est cohérent avec nos observations à l'échelle du mortier présenté plus haut.

### 5.2.1.3 Béton chantier: Effet de la hauteur

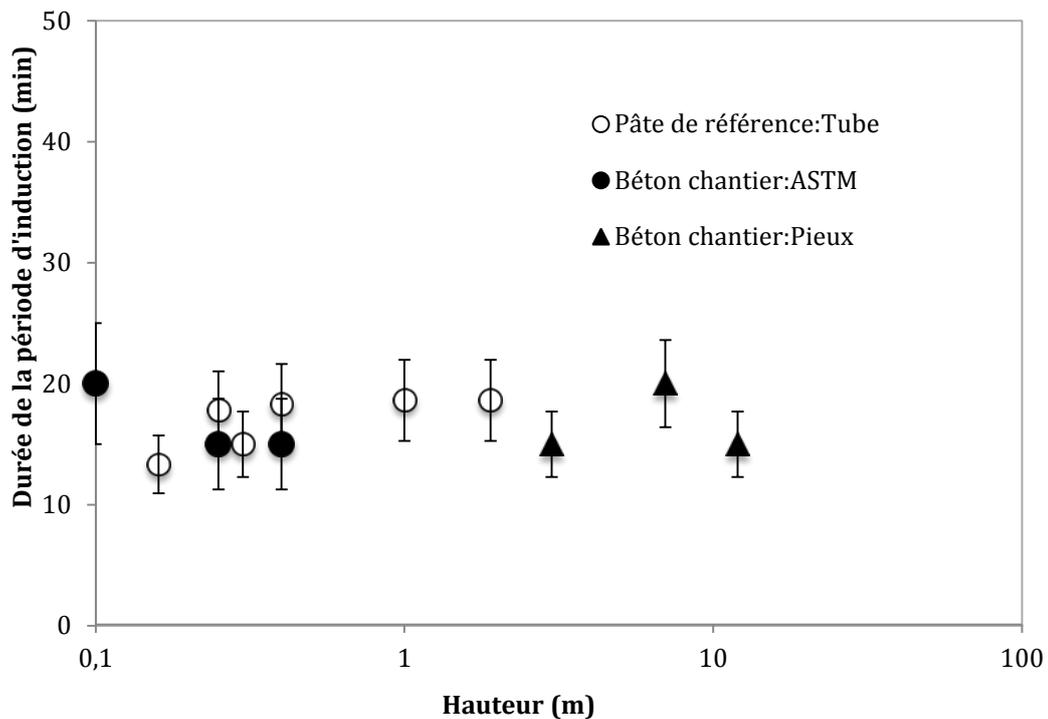


Figure 5-6 : Durée de la période d'induction en fonction de la hauteur de remplissage : béton chantier

Nous traçons sur la Figure 5-6 la durée de la période d'induction du béton du chantier en fonction de la hauteur de l'échantillon testé. Les résultats sont obtenus à partir des

essais ASTM (ASTM Normal, ASTM 10 et ASTM40) et des essais sur pieux (P3, P7 et P12) décrits plus haut. Nous notons que la durée de la période d'induction ne dépend pas de la hauteur. Cet effet, comme montré sur la figure, est déjà capturé à l'échelle de notre pâte de référence. A ce stade, il est important de rappeler que cette durée de période d'induction, comme détaillé dans le premier chapitre, semble être une propriété intrinsèque au matériau. Nous avons suggéré dans le premier chapitre qu'elle correspond au temps nécessaire pour percoler les défauts initiaux du système (les bulles d'air au premier ordre) qui sont à l'origine de la formation des canaux.

## 5.2.2 Vitesse d'extraction de l'eau ressuée: constatations expérimentales

### 5.2.2.1 Changement d'échelle: pâte -mortier

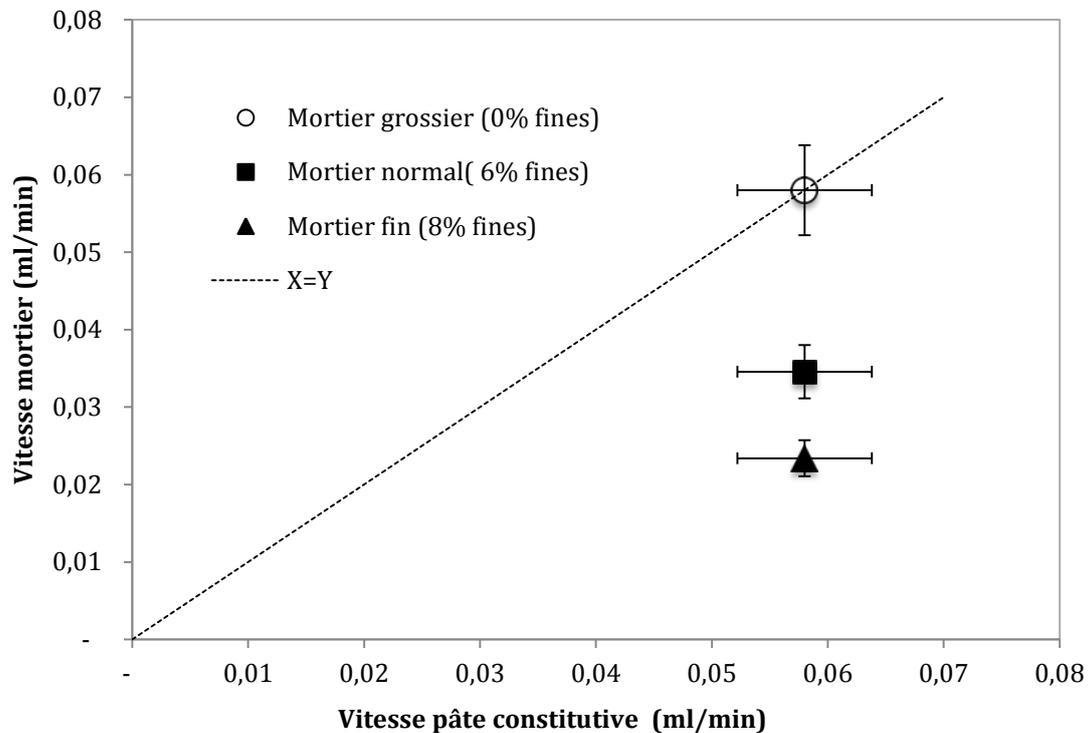


Figure 5-7 : Vitesse du mortier en fonction de la vitesse de la pâte constitutive. Ligne pointillée est la droite  $y=x$ .

Nous traçons sur la Figure 5-7 la vitesse d'extraction d'eau du mortier en fonction de la vitesse de sa pâte constitutive. Nous notons que, contrairement à la durée de la période d'induction, la présence du sable fin (dans le mortier normal et le mortier fin) diminue la vitesse d'extraction dans un mortier. Nous notons également qu'en absence totale de sable fin et à 30% de sable grossier (mortier grossier), la vitesse reste inchangée par rapport à la pâte constitutive.

### 5.2.2.2 Changement d'échelle: pâte -béton

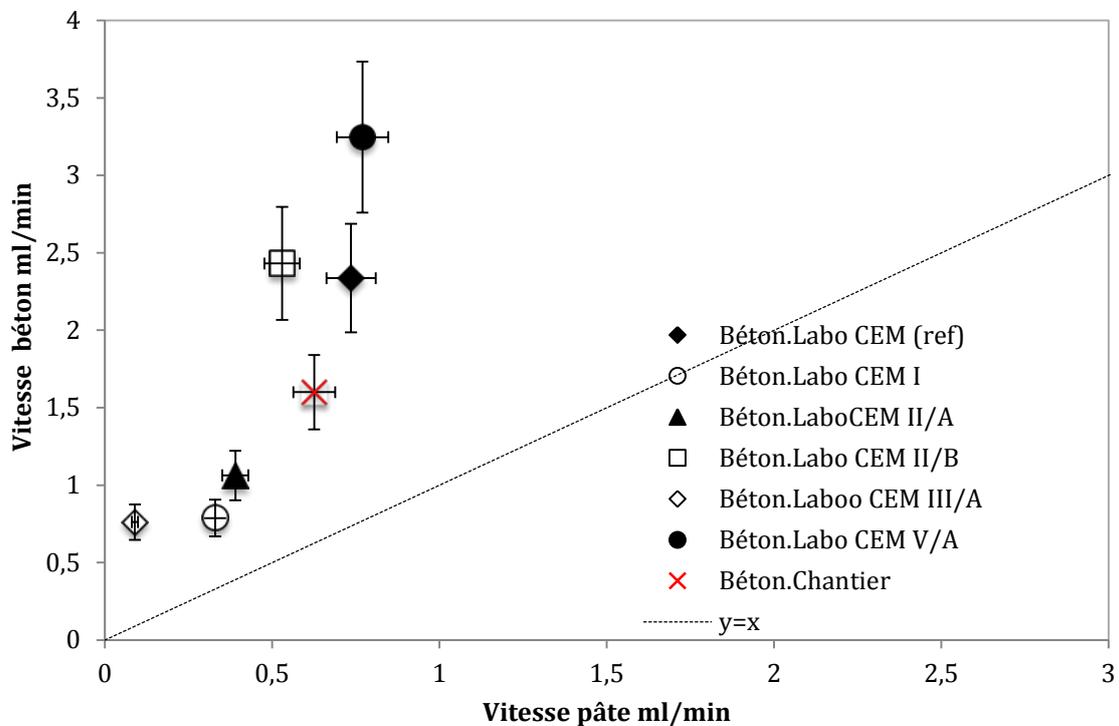


Figure 5-8 : Vitesse de l'eau ressuée du béton en fonction de la vitesse de l'eau ressuée de sa pâte constitutive (béton laboratoire et béton chantier)

Nous traçons sur la Figure 5-8 les vitesses des bétons étudiés fonction des vitesses de leurs pâtes constitutives. Nous notons que pour tous ces bétons, la vitesse de ressuage est plus élevée que celle de leur pâte constitutive. Comme précisé plus haut, les bétons testés contiennent très peu de fines Ce résultat nous permet de suggérer que la présence

des granulats (sable grossier et gravillon) semble amplifier la vitesse du ressuage. Ceci vient compléter alors notre constatation à l'échelle mortier qui montre qu'à une certaine concentration en sable grossier la vitesse reste inchangée.

### 5.2.2.3 Béton chantier : Effet de la hauteur

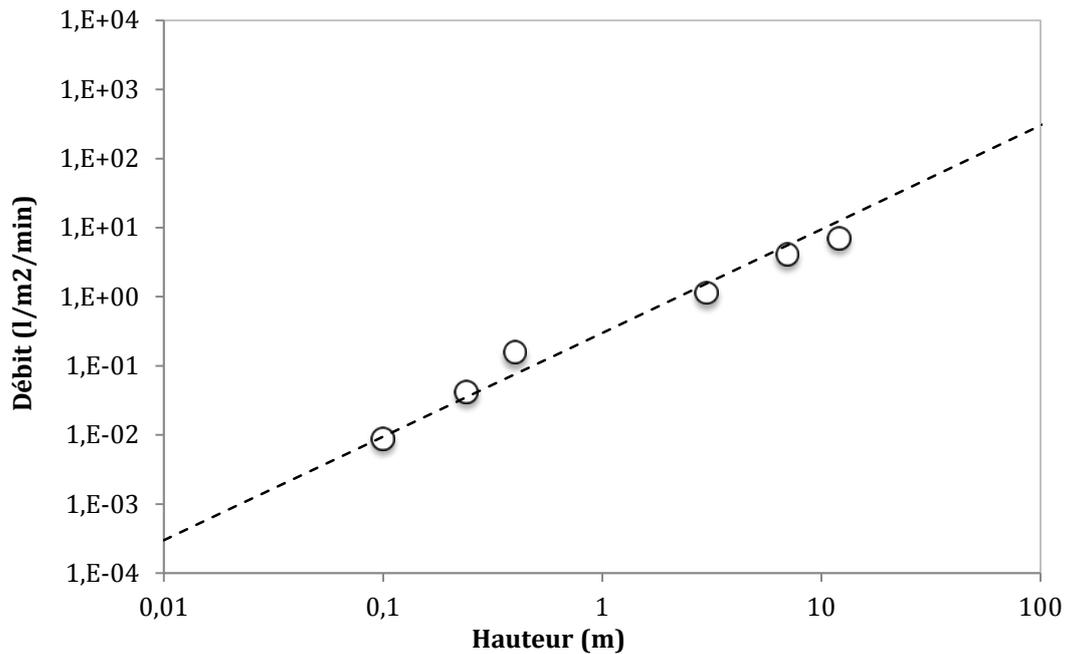


Figure 5-9 : Débit par unité de surface en fonction de la hauteur de différents remplissages pour le béton chantier. La ligne pointillée est une puissance  $3/2$  de la hauteur

Nous traçons sur la Figure 5-9 le débit par unité de surface du béton chantier pour différents remplissages de l'ASTM (ASTM Normal, ASTM 10 et ASTM40) et différentes profondeurs des pieux (P3, P7 et P12). Nous notons que, contrairement à l'échelle de la pâte de ciment, le débit de l'eau ressuée dans un béton dépend de la hauteur de l'échantillon. Nous notons également que cette dépendance semble être en  $h^{3/2}$ .

## 5.2.3 Analyses et discussions

### 5.2.3.1 Conditions d'érosion des canaux

Pour éroder un canal et augmenter progressivement son diamètre, la force de traînée doit dépasser la force de gravité pour les plus grosses particules de la matrice.

Le débit dans un canal cylindrique d'extraction d'eau s'écrit selon la loi de Poiseuille :

$$Q_1 = \frac{\pi \Delta \rho g R^4}{8 \mu_0} \quad (5-1)$$

La vitesse moyenne s'écrit

$$V = \frac{\Delta \rho g R^2}{8 \mu_0} \quad (5-2)$$

Et la force de traînée résultante est

$$F = 6 \pi \mu_0 d V \quad (5-3)$$

tandis que la force de gravité est

$$F = \frac{\Delta \rho g \pi d^3}{6} \quad (5-4)$$

Le rapport entre la force de traînée et la force de gravité pour des particules de 100 micromètres (les plus grosses particules du ciment) est supérieur à 1 seulement si le diamètre du canal est supérieur à 100 micromètres.

Si cette situation est atteinte, les canaux seront érodés car toutes les particules du ciment peuvent être déplacées et réorganisées par l'écoulement de l'eau vers la surface. Sinon, comme montré dans le premier chapitre, seules les particules de taille moyenne seront réorganisées, ce qui entraînera des zones de densité plus faible, où se localise l'écoulement de l'eau. Ces zones ont été visualisées dans notre premier chapitre à l'aide d'une mesure par micro-tomographie (Cf. Figure 1-7 Chapitre 1)

### **5.2.3.2 Stabilisation du diamètre du canal pendant le régime d'érosion**

Dans une pâte, comme indiqué dans le premier chapitre et comme indiqué ci-dessus, à l'état initial homogène, seules les particules de taille moyenne peuvent être réorganisées. La taille maximale attendue des canaux sera donc la taille des premières bulles d'air déplacées vers la surface. Pour des raisons de stabilité des bulles d'air, toutes les bulles d'air dans une pâte fluide comme celle testé ici sont inférieures à 100 micromètres. La taille maximale des canaux sera donc inférieure à 100 micromètres. Dans ce régime, les canaux ne peuvent pas être érodés par l'écoulement de l'eau vers la surface. Leur diamètre est simplement imposé par la taille des bulles d'air. Ceci pourrait expliquer l'indépendance de la vitesse d'extraction à la hauteur observée à l'échelle de la pâte de ciment.

Dans un béton, dans un mortier, les granulats permettent de piéger dans le matériau lors du malaxage des bulles d'air dont la taille initiale est supérieure à 100 micromètres. Lorsque ces bulles migrent à la surface, elles créent des canaux, à l'intérieur desquels la vitesse peut atteindre des valeurs suffisamment élevées pour permettre une érosion et une augmentation progressive de la taille de ces canaux.

Par ailleurs, la différence de tailles des bulles d'air entre béton, mortier et pâte pourrait expliquer la variation de la durée de la période d'induction capturée plus haut. En effet, les grosses bulles d'air piégées entre les grains de sable grossier d'un mortier ou entre

les granulats d'un béton ont tendance à se déplacer plus vite à la surface en créant des chemins préférentiels d'extraction d'eau.

L'augmentation progressive du diamètre dans le cas des bétons est cependant limitée par la capacité du matériau, entourant les canaux, à les alimenter avec de l'eau.

A une profondeur  $z$ , le gradient hydraulique permettant l'écoulement vers les canaux est de l'ordre de

$$A = \frac{2\Delta\rho gz}{\delta} \quad (5-5)$$

$\delta$  étant la distance moyenne entre deux canaux. À une profondeur  $z$ , la vitesse d'alimentation du canal par le matériau environnant est donc:

$$V_z = \frac{2\Delta\rho gKz}{\delta\mu_0} \quad (5-6)$$

L'intégration de cette vitesse d'alimentation en eau sur la surface du canal cylindrique jusqu'à une profondeur  $H$  conduit à un débit égal à :

$$V_z = \frac{2\Delta\rho gKz}{\delta\mu_0} \quad (5-7)$$

$$Q_2 = \frac{2\pi\Delta\rho gKRH^2}{\delta\mu_0} \quad (5-8)$$

Il semble intéressant de noter que cette expression est celle obtenue à partir du modèle de Hooghoudt pour le régime permanent du drainage des sols par des drains artificiels en mécanique des sols, avec une puissance 2 de la profondeur [3].

La taille  $R_c$  des canaux se stabilise lorsque le débit dans le canal et le débit d'alimentation sont égaux ( $Q_1 = Q_2$ ). Ceci a lieu pour

$$R_c = \left( \frac{16KH^2}{\delta} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (5-9)$$

### 5.2.3.3 Nombre de canaux et débit global

Nous supposons ici que nous sommes face à un réarrangement des particules du système uniquement. La porosité globale peut alors être considérée comme constante. Par conséquent, dans une section horizontale donnée, la section globale des canaux est constante. Cette hypothèse nous permet d'écrire  $\frac{\pi R_c^2}{\delta^2} = S_{\%}$  où  $S_{\%}$  est la section relative des canaux. Cela signifie que, comme le diamètre de certains canaux augmente suite à l'érosion progressive, la distance entre les canaux augmente et le nombre de canaux préférentiels « actifs » diminue. Ainsi, la configuration géométrique des canaux atteinte en état d'équilibre peut être définie par les deux paramètres  $R_c$  et  $\delta$ . Les valeurs de ces deux paramètres s'écrivent respectivement:

$$R_c = \left( \frac{16\sqrt{S_{\%}}KH^2}{\pi} \right)^{1/4} \quad (5-10)$$

$$\delta = \frac{(K/\pi)^{1/4}H^{1/2}}{S_{\%}^{3/8}} \quad (5-11)$$

Le débit global par mètre carré s'écrit donc :

$$Q_{global} = \frac{2\Delta\rho g K^{3/4} S_{\%}^{11/8} H^{3/2}}{\mu_0} \quad (5-12)$$

Il semble important de noter que la puissance 3/2 sur la profondeur H est en parfaite cohérence avec nos résultats expérimentaux sur le béton, comme le montre la Figure 5-9 sur une profondeur allant de 10 cm à 12 m.

Par ailleurs, si nous supposons que la perméabilité K de la pâte est d'environ  $10^{-14} \text{ m}^2$  [4], les valeurs de  $S_{\%}$  calculées à partir de la pente de la ligne pointillée de la Figure 5-9 sont autour de quelques %. Cette valeur est du même ordre de grandeur que la teneur en air du béton testé ici. En outre, le scaling ci-dessus suggère que, en moyenne, les canaux de diamètre environ 300 micromètres devraient apparaître tous les 2 mm dans l'essai ASTM alors que les canaux de diamètre d'environ 2 mm devraient apparaître tous les 2 cm dans une fondation profonde de 12 mètres.

Dans ce cadre, ce modèle nous permet alors d'extrapoler une vitesse d'extraction d'eau d'une fondation de profondeur H à partir d'une mesure ASTM. La vitesse d'extraction dans la fondation sera ainsi proportionnelle à la vitesse mesurée à l'ASTM et au ratio entre profondeur de la fondation et hauteur de l'échantillon ASTM à la puissance 3/2.

#### 5.2.3.4 Limite supérieure critique de la vitesse d'extraction d'eau

Si la vitesse dans les canaux préférentiels d'extraction d'eau devient aussi élevée que la valeur critique de la vitesse capable de déplacer des particules millimétriques de sable, nous nous attendons à ce qu'un phénomène de «lessivage» local du béton puisse se produire. Le matériau se transformera ainsi en un ensemble granulaire dépourvu de toutes particules inférieures à 1 mm.

Par ailleurs, la vitesse locale nécessaire pour transporter des particules millimétriques est d'environ 2 m / s. En pratique, une vitesse de 0,1 ml/min pour un essai ASTM sur un béton approprié est considérée comme une vitesse limite. Le modèle ci-dessus nous permet de prédire, selon les valeurs relatives de K et S%, une profondeur limite pour qu'une telle valeur n'atteint pas une valeur de lessivage. Cependant, pour des profondeurs plus élevées un «lessivage» local pourrait se produire. Il est toutefois important de garder à l'esprit qu'une compétition entre le niveau progressif du béton dans la fondation et le ressuage pourrait se produire au cours du coulage. Le béton pourrait donc atteindre son ressuage final et sa consolidation maximale avant que le coulage de la fondation ne soit fini. En conséquence, la profondeur utilisée pour calculer la vitesse instantanée d'extraction de l'eau peut être inférieure à la profondeur réelle de la fondation.

#### **5.2.4 Consolidation finale**

##### **5.2.4.1 Changement d'échelle: pâte -mortier**

Avant de commencer cette étude, il semble important de rappeler que :

**Le Mortier normal** est le mortier de base qui contient **6% de sable fin**.

**Le Mortier grossier** est la reformulation du Mortier normal **sans sable fin**.

**Le Mortier fin** est la reformulation de seulement **la partie pâte et le sable fin** présente dans le Mortier normal. Ces deux mortiers contiennent alors un même pourcentage de sable fin

Si nous faisons l'hypothèse qu'en absence de sable fin la consolidation finale du mortier est dictée par la consolidation de sa pâte constitutive, nous nous attendons dans le cas de nos mortiers à ce que :

- ✓ La consolidation finale du **Mortier normal** soit **inférieure** à la consolidation **de la pâte** constitutive puisque il contient des fines.
- ✓ Par contre, la consolidation du **Mortier grossier** soit **égale** à la consolidation **de la pâte** constitutive puisque il ne contient pas de fines.
- ✓ Et, la consolidation finale du **Mortier normal** soit **égale** à la consolidation **de Mortier fin** puisque ils ont un même pourcentage de fines.

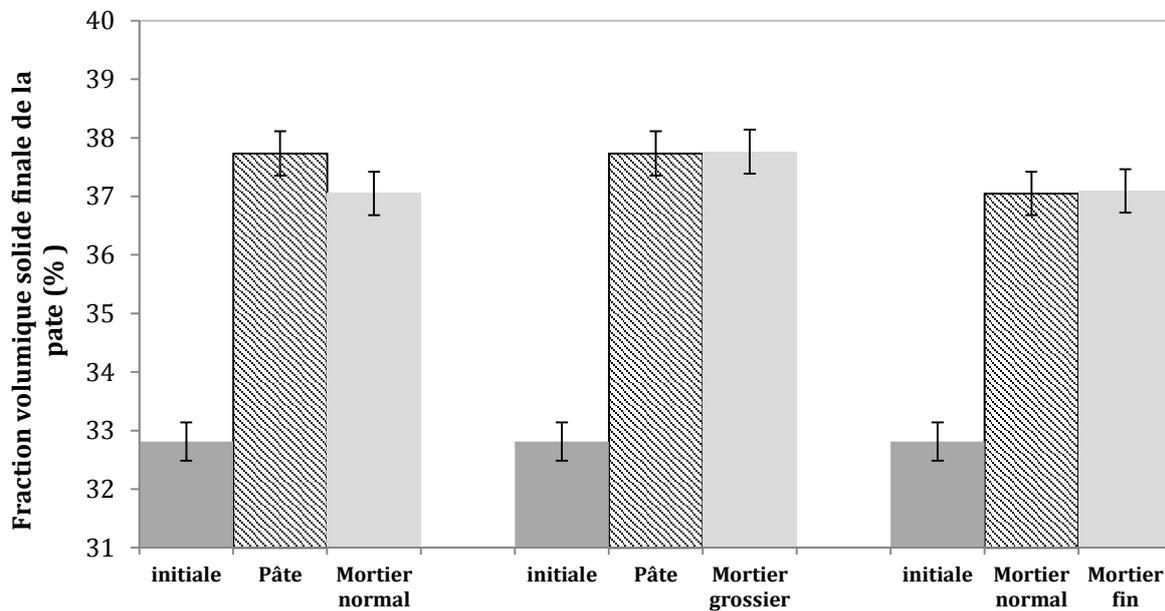


Figure 5-10 : fraction volumique solide finale de la pâte dans chaque mortier étudié

Nous traçons sur la Figure 5-10 la fraction volumique solide finale de la pâte dans chaque mortier. Nous ajoutons également les fractions volumiques solides initiale et finale de la pâte constitutive. Nous notons que toutes nos prédictions sont vérifiées. Ce résultat n'est pas surprenant puisque le sable fin pourrait augmenter la fraction volumique solide équivalente de la partie matrice et diminuer par conséquent la consolidation finale. Ainsi, nous pouvons conclure que la présence des fines dans un mortier diminue considérablement le ressuage final et donc la consolidation finale en augmentant la fraction volumique solide effective de la matrice.

### 5.2.4.2 Changement d'échelle: pâte -béton

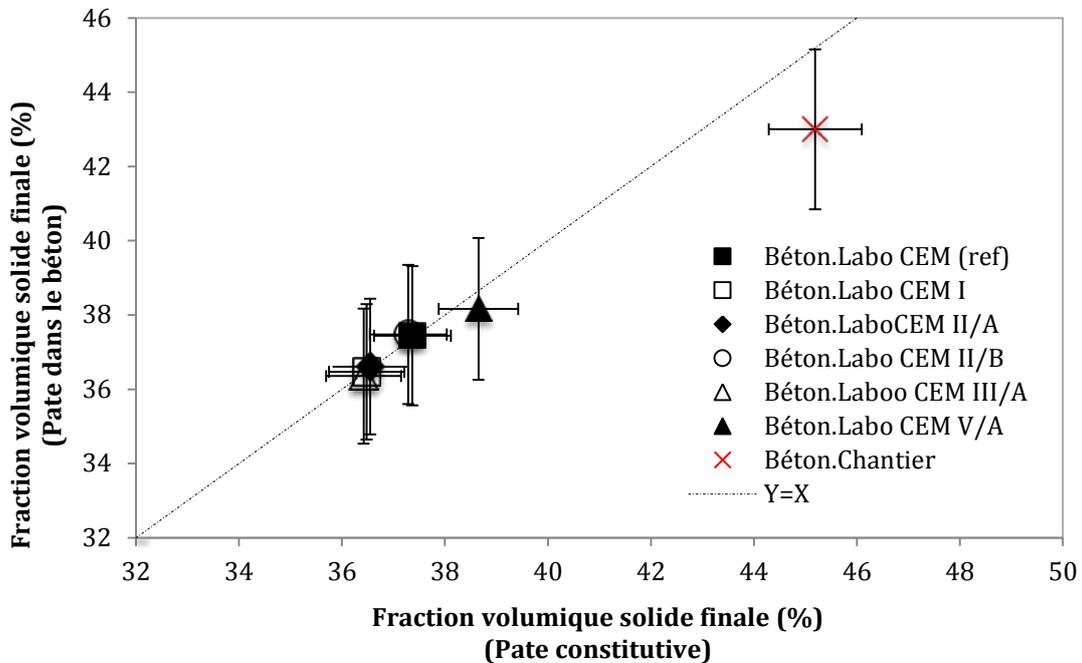


Figure 5-11 : fraction volumique solide finale de la pâte présente dans le béton en fonction de la fraction volumique solide finale de la pâte constitutive (béton laboratoire et béton chantier)

Nous traçons sur la Figure 5-11 la fraction volumique solide finale de la pâte présente dans ces bétons dont le squelette ne contient que très peu de fines en fonction de la fraction volumique solide finale de la pâte constitutive. Les résultats sont obtenus à partir des essais ASTM. Nous constatons que tous les résultats de l'étude béton laboratoire se trouvent sur la droite  $y=x$ . Ceci montre que, pour ces bétons, la pâte atteint un même état de consolidation final que la pâte constitutive. Le squelette granulaire n'a alors aucun effet et le ressuage final est dicté essentiellement par le ressuage de la pâte. Nous notons, toutefois, que la pâte présente dans le béton chantier se consolide moins que sa pâte constitutive. La différence entre ce béton et les bétons de laboratoire est une concentration volumique en granulats plus élevés (ou une fraction volumique en matrice plus faible). Nous suggérons ainsi que le degré de compacité du

squelette granulaire présent dans ce béton pourrait être à l'origine de cette limitation de consolidation.

### 5.2.4.3 Béton: Effet de la pression

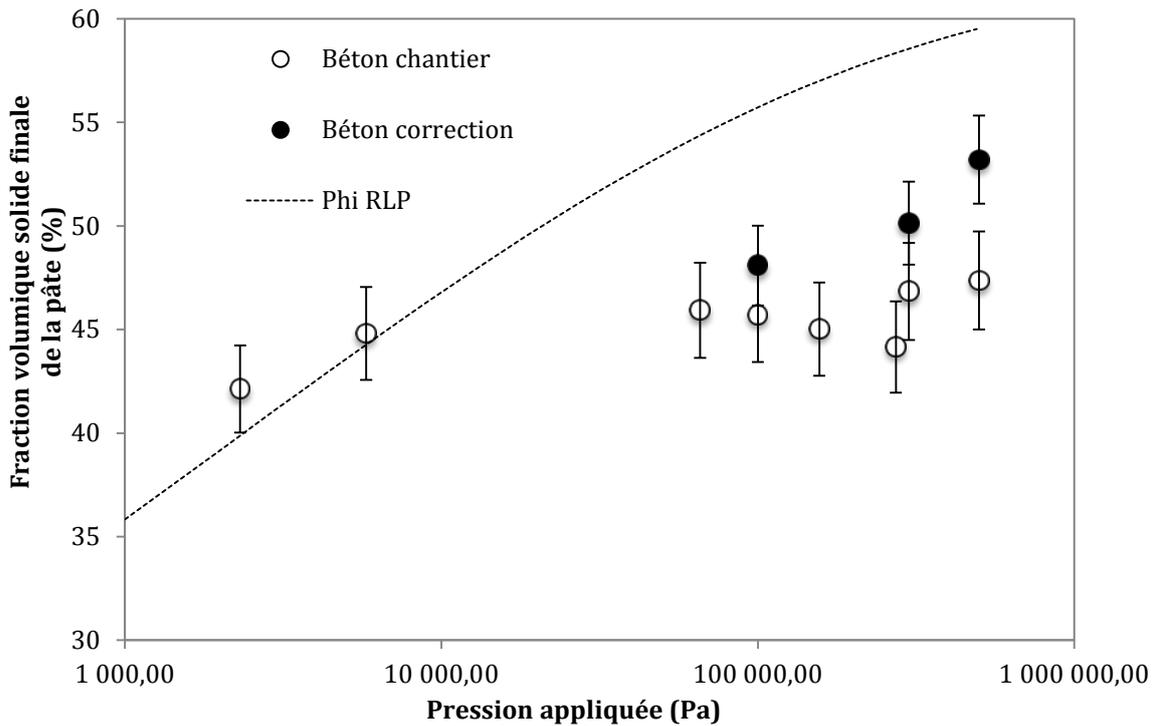


Figure 5-12: fraction volumique solide finale de la pâte présente dans le béton en fonction de la pression appliquée (béton chantier)

Nous traçons sur la Figure 5-12 la fraction volumique solide finale de la pâte présente dans le béton en fonction de la pression appliquée. Nous présentons les résultats des essais (Pieux-ASTM) réalisés à différentes hauteurs sur béton chantier. Pour le même béton, nous présentons également des résultats de l'essai forcé Bauer réalisé à différentes pressions (1bar, 3bars et 5 bars). Ensuite, pour élargir notre analyse, nous considérons ici le béton étudié précédemment dans le chapitre 4 (section dédiée à la correction du protocole Bauer). Nous précisons que tous les essais Bauer sont réalisés

selon notre protocole modifié. Enfin et pour rappel, l'allure de la courbe de consolidation d'une pâte de ciment, précédemment identifiée, est tracée également sur cette figure.

Nous constatons que ce béton a une réponse qui ressemble à celle de la pâte de ciment avec une consolidation finale qui dépend de la pression appliquée. Cependant, nous remarquons que la réponse du béton chantier ne dépend pas de la pression appliquée. Il s'arrête à un état constant de consolidation quelque soit la pression appliquée

### 5.2.5 Analyses et discussions

Dans un béton, comme constaté plus haut, la pâte ne semble pas toujours capable d'atteindre son état de consolidation maximale. En effet, la pâte dans notre béton de laboratoire se consolide librement jusqu'à atteindre son état maximal de consolidation. Cependant, dans notre béton chantier, elle s'arrête à un état de consolidation bien inférieur. Cet état ne change plus même en appliquant des pressions très élevées.

Nous cherchons par la suite à expliquer cette différence à partir de la fraction volumique en granulats et de la mesure de la compacité maximale du squelette granulaire présent dans le béton. Cette compacité n'est pas la même pour tous les bétons et elle dépend de la nature des granulats utilisés. Nous traçons ainsi sur la Figure 5-13 la compacité relative finale et initiale des trois bétons étudiés (chantier, laboratoire et correction) avec :

$$\text{Compacité relative initiale} = \frac{\Phi_{\text{initiale}}}{\Phi_{\text{max}}} \quad (5-13)$$

$$\text{Compacité relative finale} = \frac{\Phi_{\text{finale}}}{\Phi_{\text{max}}} \quad (5-14)$$

Avec :

$\Phi_{\text{initiale}}$  : Fraction volumique solide initiale du squelette granulaire

$\Phi_{\text{finale}}$  : Fraction volumique solide finale du squelette granulaire

$\Phi_{\text{max}}$  : Fraction volumique solide maximale du squelette granulaire

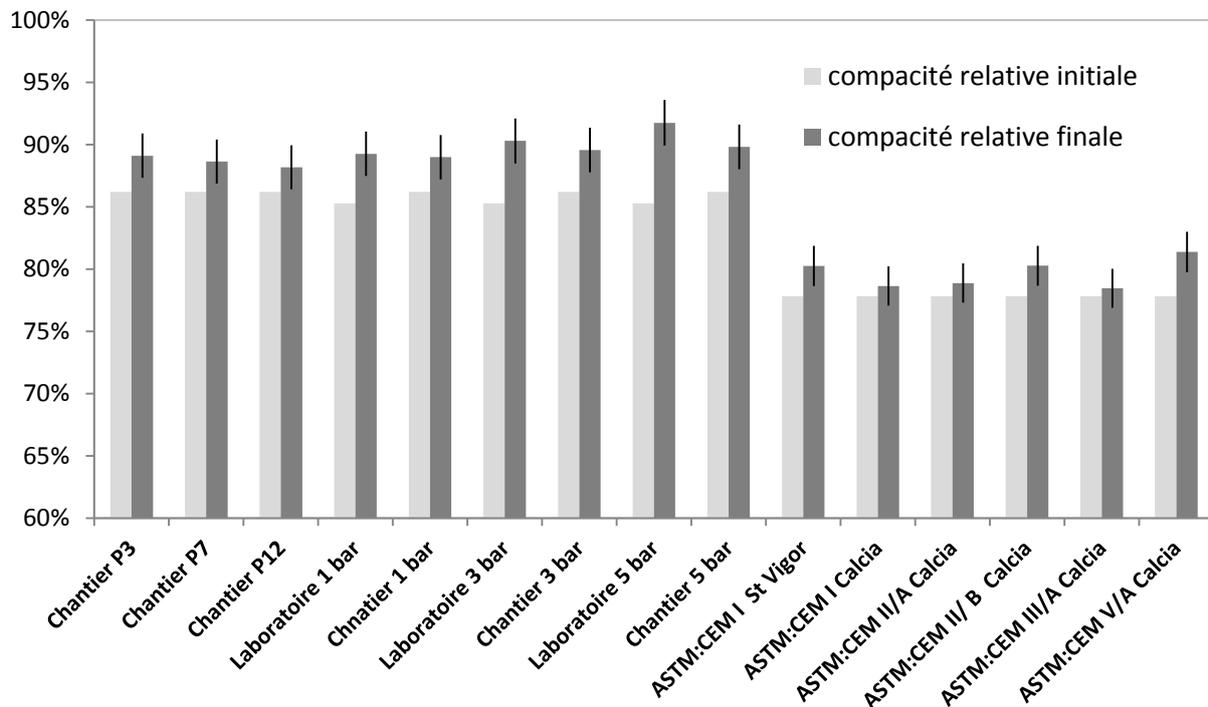


Figure 5-13 : compacité relative finale et initiale des trois bétons étudiés (chantier, laboratoire et correction)

Nous notons que tous les bétons laboratoires sont formulés avec une faible fraction volumique initiale en granulats (78%). Ceci semble permettre à la pâte de se consolider librement avant que les grains entrent en contact et arrêtent le ressuage. Nous constatons aussi que, même en se compactant, la compacité finale du squelette granulaire de ce béton n'atteint que 80% de la compacité maximale. Ceci pourrait expliquer la parfaite corrélation observée entre les consolidations finales des pâtes des

bétons de laboratoire et celles de leurs pâtes constitutives de la Figure 5-11. En revanche, nous observons que les bétons formulés avec des fractions initiales plus élevées ont une réponse différente. En se compactant, ces bétons atteignent très vite des valeurs proches de la compacité maximale (entre 90% et 92%). Nous suggérons alors que ces ratios sont suffisants pour provoquer une mise en contact des grains et arrêter le ressuage de la pâte de ciment.

A ce stade, nous pouvons conclure qu'en absence de fines, deux comportements de la pâte dans un béton peuvent être identifiés. En absence de contact entre les granulats pendant le phénomène de ressuage, la pâte de ciment a la capacité de se réorganiser comme si elle était seule. La consolidation du béton est alors dictée par la consolidation de la pâte et dépend par conséquent de la pression appliquée. Cependant, en présence de contact entre les granulats pendant le phénomène de ressuage, le ressuage s'arrête lorsque le squelette granulaire atteint une compacité proche de sa compacité maximale ce qui empêche la pâte de ressuier davantage. Dans ce cas, la consolidation est alors limitée par le squelette granulaire et ne dépend pas de la pression appliquée.

### **5.3 Conclusions**

Nous avons étudié dans ce chapitre l'effet de changement de l'échelle de la pâte de ciment à l'échelle du mortier et du béton sur la physique du ressuage du matériau. Nous avons pu, tout d'abord, montrer que le paramètre principal dictant l'érosion des canaux est la taille des bulles d'air piégées dans le système. Comme cette taille n'est pas la même dans une pâte et dans un béton, nous avons ainsi pu identifier deux cas.

Dans le cas d'une pâte de ciment où la taille des bulles d'air est inférieure à 100 micromètres, les canaux ne peuvent pas être érodés par l'écoulement de l'eau vers la surface. Leur diamètre est simplement imposé par la taille des bulles d'air.

Dans le cas d'un béton, d'un mortier ou d'une pâte à air entraîné, la taille des bulles d'air est supérieure à 100 micromètres. Dans ces matériaux, les canaux sont érodés par l'écoulement de l'eau et leurs diamètres augmentent. Cette augmentation est cependant limitée par la capacité du matériau entourant les canaux à les alimenter avec l'eau.

Par ailleurs, à partir de ces illustrations, nous avons pu expliquer les conséquences de l'introduction des inclusions sur la durée de la période d'induction et la vitesse d'extraction d'eau ressuée.

Ensuite, en nous focalisant sur l'effet de la hauteur de la fondation sur le débit du ressuage, nos résultats expérimentaux nous ont permis d'identifier une courbe maitresse de la forme  $Q = a H^{3/2}$ . Nous avons pu aussi retrouver cette forme analytiquement sous la forme :  $Q = \left( \frac{2\Delta\rho g K^{3/4} S_{\%}^{11/8}}{\mu_0} \right) H^{3/2}$  avec  $S_{\%}$  est la section relative des canaux. Par ailleurs, ce modèle nous permettra d'extrapoler une vitesse d'extraction d'eau d'une fondation de profondeur  $H$  à partir d'une mesure ASTM. La vitesse d'extraction dans la fondation sera ainsi proportionnelle à la vitesse mesurée à l'ASTM et au ratio entre profondeur de la fondation et hauteur de l'échantillon ASTM à la puissance  $3/2$ . La valeur représentative de  $H$  à utiliser a été discutée. De plus, nous avons montré qu'à partir de ce modèle nous sommes capable d'estimer la vitesse locale dans les canaux en fonction de la hauteur. Cette vitesse nous permettra de fixer une vitesse critique à ne pas dépasser afin empêcher le phénomène de « lessivage » local du béton.

Enfin, la mesure de la consolidation finale de la pâte dans nos bétons ainsi que la compacité de leurs squelettes granulaires ont mis en évidence l'existence de deux modes d'arrêt du ressuage. En absence de fines ces deux modes sont dictés essentiellement par le contact entre les granulats pendant le phénomène de ressuage.

## 5.4 Références

---

[1] NF EN 206/CN (Annexe D) Exigences complémentaires relatives à la spécification et à la conformité du béton destiné aux travaux géotechniques spéciaux, Novembre 2014

[2] NF EN 12350-2, Essais pour béton frais - Partie 2 : essai d'affaissement, Avril 2012

[3] Dieleman, P.J. & Trafford, B.D., 1976. Drainage Testing. FAO Irrigation and Drainage paper no.28. Food and Agricultural Organization, ed., Rome, Italy.

[4] A. Perrot, T. Lecompte, H. Khelifi, C. Brumaud, J. Hot, N. Roussel, Yield stress and bleeding of fresh cement pastes, Cement and Concrete Research, Volume: 42 Issue: 7 Pages: 937-944, 2012.



---

## **Conclusion générale**

---



# Conclusion générale

Nous avons traité dans ces travaux de thèse une problématique souvent rencontrée sur les chantiers de construction : Le ressuage des bétons. Nous avons cherché à identifier les phénomènes physiques à l'origine du ressuage de façon à proposer une méthodologie de mesure adaptée et un cadre théorique prédictif. Afin d'atteindre cet objectif, nous avons commencé par l'étude d'un matériau simple à l'échelle de la pâte de ciment en laboratoire pour aller jusqu'à l'échelle d'un béton coulé sur chantier.

Dans un premier chapitre, nous avons commencé par une description et une analyse d'une expérience simple sur une pâte de ciment. Nos constatations nous ont permis d'identifier la présence de trois régimes décrivant la cinétique du ressuage. Elles ont également mis en évidence la création aléatoire de canaux d'extraction d'eau à la surface. Nos images micro-tomographiques ont souligné la présence de zones de localisation de l'écoulement de l'eau à l'intérieur de l'échantillon. En comparant ces constatations à celles de la littérature existante, nous avons pu mettre en évidence que le ressuage ne semble pas être un phénomène de consolidation homogène dicté seulement par deux régimes (régime d'extraction d'eau constante et régime de consolidation) comme considéré jusqu'à présent dans la littérature, mais qu'il est un phénomène de consolidation hétérogène d'un milieu poreux déformable accompagné d'une formation de canaux préférentiels d'écoulement.

Nous avons discuté l'origine de la formation des canaux. Nous avons suggéré que, bien que le débit d'eau soit extrêmement faible dans la période d'induction du ressuage, il est suffisant pour induire une réorganisation locale progressive du système et conduire à la

formation des canaux d'extraction d'eau. Ces canaux sont à l'origine de la variation de la perméabilité du système.

Par ailleurs, nous avons suggéré que cette réorganisation semble se baser essentiellement sur les défauts du système (les bulles d'air au premier ordre). Il existe ainsi une infinité de configurations que le système peut atteindre à partir d'une répartition de défauts initiale pour extraire la même quantité d'eau. Dans ce cadre, nous avons suggéré que la durée de la période d'induction est le temps nécessaire pour percoler les défauts initiaux du système.

Dans un second chapitre, nous avons présenté le matériau et le protocole expérimental de référence que nous utilisons pour caractériser le ressuage de la pâte de ciment en laboratoire. Nous avons proposé une méthode expérimentale de mesure basé sur une technique automatisée de prise de photos et de traitement d'image nous permettant de suivre la cinétique du ressuage avec précision. Ensuite, nous avons étudié l'effet des différents paramètres expérimentaux, non intrinsèques au matériau, entrant en jeu dans un protocole d'essai de ressuage sur pâte de ciment. Nos résultats ont mis en évidence deux effets majeurs. Le premier est la diminution du ressuage en raison du vieillissement du ciment. Nous avons ainsi décidé de ramener les résultats obtenus à ceux d'une pâte de référence réalisés à intervalles réguliers au cours de la thèse. Le deuxième est la diminution significative du ressuage suite à une augmentation de l'instant de démarrage de l'essai par rapport à la fin de malaxage.

Par ailleurs, notre étude sur l'effet de paroi nous a montré qu'au-dessous de certains diamètres critiques, le ressuage pourrait être empêché si le seuil du matériau est élevé. Ces valeurs critiques du tube sont ainsi estimées dans le cas des matériaux de cette étude. Elles sont d'environ 2 cm pour la pâte de ciment et environ 10 cm pour le mortier pour un rapport E/C égal à 0,5 et une fraction volumique en sable de 50%.

Enfin, nous avons pu capturer l'effet de paroi sur des gammes de hauteurs élevées. Nous avons ainsi noté que les propriétés intrinsèques du matériau peuvent changer au cours

de l'essai. Ceci peut également arrêter le ressuage. Enfin, pour les matériaux thixotropes ou de seuils importants comme les bétons, notre essai de référence atteint ses limites. D'autres essais normalisés sont utilisés.

Dans un troisième chapitre, nous avons étudié, d'une manière exploratoire, l'influence des paramètres de la formulation sur le phénomène de ressuage de la **pâte de ciment**. L'accent est mis sur le rôle du rapport E/C et sur le rôle des bulles d'air. Nous avons pu montrer que le ressuage final augmente avec le rapport E/C et aussi en introduisant des fibres grossières dans la matrice. Il peut, toutefois, diminuer en présence de filler calcaire, du laitier, de fibre fine et de bulles d'air. Nous avons pu aussi capturer que l'effet des petites bulles d'air est plus marqué sur la diminution du ressuage. Nous n'avons malheureusement pas pu pousser cette étude plus loin. Nous pensons néanmoins qu'il est intéressant d'explorer cette piste afin de mettre en place des méthodes précises de mesure des tailles des bulles d'air à l'état frais. Ceci nous permettra de prédire leur effet sur le phénomène de ressuage. De même pour l'effet du laitier, nous n'arrivons pas, à ce stade, à identifier l'origine de la différence de comportement entre nos résultats et ceux cités dans la littérature. Des mesures supplémentaires mériteraient d'être réalisées pour clarifier ce comportement.

Concernant la vitesse de ressuage, nos mesures granulométriques ont montré qu'elle augmente en augmentant la quantité des grosses particules ( $D_{90}$ ). Elle est indépendante du rapport E/C mais semble dépendre fortement de la nature du ciment.

Dans un quatrième chapitre, nous avons étudié deux essais normalisés utilisés à ce jour par les industriels pour la mesure du ressuage des **bétons** sur chantier.

Nous avons étudié, dans un premier temps le protocole de mesure et la réponse d'un essai ASTM. Nous avons ainsi pu illustrer que cet essai nous permet de capturer la physique déjà étudiée dans notre essai tube de référence. Cependant, il est souvent jugé trop long.

Par ailleurs, en nous focalisant sur l'étude de l'essai filtration Bauer, nous avons d'abord pu analyser de façon détaillée la limite de l'utilisation de son protocole actuel. Un nouveau protocole a été alors proposé. Ensuite, nous avons pu mettre en place une

méthode d'extrapolation de la valeur finale de consolidation. Nous avons ainsi identifié deux phénomènes à l'origine de l'écoulement de l'eau lors d'un essai BAUER. Le premier est un phénomène de consolidation forcée du matériau suite à l'application d'une force extérieure. Le deuxième est un phénomène d'infiltration d'air et d'écoulement d'eau à travers la porosité du matériau. Pour répondre à l'objectif prédictif de l'essai, nous avons choisi d'éliminer la quantité d'eau provenant du deuxième phénomène. Pendant cette thèse, si nous avons validé ce nouveau protocole en laboratoire nous n'avons malheureusement pas pu le tester qu'une seule fois sur chantier. Il est, cependant, intéressant de le faire en l'adaptant aux conditions du chantier si nécessaire. Ceci nous permettra également de trouver une corrélation entre cet essai modifié et l'essai Bauer utilisé actuellement afin de ne pas écarter tous les résultats de l'essai Bauer réalisés jusqu'à présent.

Enfin, les résultats expérimentaux réalisés dans le cadre du projet européen « Groupe miroir » nous ont permis de mettre en évidence l'absence de corrélation entre les essais ASTM et Bauer. Dans ce cadre, nous avons pu souligner que l'essai Bauer nous permet de connaître seulement **la valeur finale de la consolidation**. Sa cinétique est loin d'être représentative de la réalité. Dans ce cadre, l'essai ASTM doit être mis en place en complément au Bauer, sans être contraint de le poursuivre jusqu'à stabilisation.

Dans un cinquième chapitre, nous avons étudié **l'effet de changement d'échelle** de la **pâte de ciment** au **mortier** et ensuite au **béton** sur la physique du ressuage du matériau. Nous avons montré, tout d'abord, que le paramètre principal dictant l'érosion des canaux est la taille des bulles d'air piégées dans le système. Cette taille n'étant pas la même dans une pâte et dans un béton, nous avons identifié deux cas :

Dans le cas d'une pâte de ciment où la taille des bulles d'air est inférieure à 100 micromètres, nous suggérons que les canaux ne peuvent pas être érodés par l'écoulement de l'eau vers la surface. Leur diamètre est simplement imposé par la taille des bulles d'air.

Dans le cas d'un béton, d'un mortier ou d'une pâte à air entraîné, la taille des bulles d'air est supérieure à 100 micromètres. Dans ces matériaux, les canaux sont érodés par

l'écoulement de l'eau et leurs diamètres augmentent. Cette augmentation est cependant limitée par la capacité du matériau entourant les canaux à les alimenter avec l'eau.

Par ailleurs, à partir de ces illustrations, nous avons pu expliquer les conséquences de l'introduction des inclusions sur la durée de la période d'induction et la vitesse d'extraction d'eau ressuée.

Ensuite, en nous focalisant sur l'effet de la hauteur de la fondation sur le débit du ressuage, nos résultats expérimentaux nous ont permis d'identifier une courbe maîtresse de la forme  $Q = a H^{3/2}$ , qui nous a permis de développer un modèle prédictif analytique. Ce modèle nous permettra d'extrapoler une vitesse de ressuage dans une fondation à partir d'une mesure ASTM. La valeur représentative de  $H$  à utiliser a été discutée. De plus, nous avons montré qu'à partir de ce modèle nous sommes capables d'estimer la vitesse locale dans les canaux en fonction de la hauteur. Cette vitesse nous permettra de fixer une vitesse critique à ne pas dépasser afin empêcher le phénomène de « lessivage » local du béton.

Enfin, la mesure de la consolidation finale de la pâte dans nos bétons ainsi que la compacité de leurs squelettes granulaires ont mis en évidence l'existence de deux modes d'arrêt du ressuage. En absence de fines ces deux modes sont dictés essentiellement par le contact entre les granulats pendant le phénomène de ressuage.

Pour simplifier l'étude, nous avons ignoré dans les travaux de cette thèse l'effet de l'adjuvant sur le ressuage. Néanmoins, l'adjuvant est devenu aujourd'hui un composant essentiel et présent pratiquement dans toutes les formulations des bétons. L'étude de son effet sur le ressuage est indispensable. Nous pensons à ce stade que les travaux de cette thèse apportent des outils nécessaires qui pourraient simplifier cette étude. Plusieurs travaux ont abordé ce sujet. Powers 1968 a souligné dans ses travaux que l'ajout de chlorure de calcium diminue de 40% l'amplitude totale du ressuage et de 20% sa vitesse initiale. Larrard et Ferraris [de Larrard & Ferraris 1998] ont aussi étudié cet effet et ils ont souligné que l'ajout d'un superplastifiant à saturation et un dosage faible à modéré en ciment augmente le ressuage. Finalement, une étude expérimentale réalisée par Khayat et Guizani [Khayat & Guizani 1997] a mis en avant l'effet d'un adjuvant modificateur de viscosité (le « Welan gum ») dans la diminution de l'amplitude et de la

vitesse du ressuage.

Au cours de cette thèse, nous avons commencé à étudier l'influence de l'adjuvant en réalisant des essais exploratoires ASTM au laboratoire sur des bétons contenant trois superplastifiants différents. Nous avons constaté que l'effet de l'adjuvant dépend fortement de sa nature et de sa composition. Il peut augmenter comme il peut diminuer le ressuage. Une compréhension des modes d'action des adjuvants vis-à-vis du phénomène de ressuage pourrait être alors une piste à explorer par la suite.

---

## **ANNEXES**

---



# ANNEXES

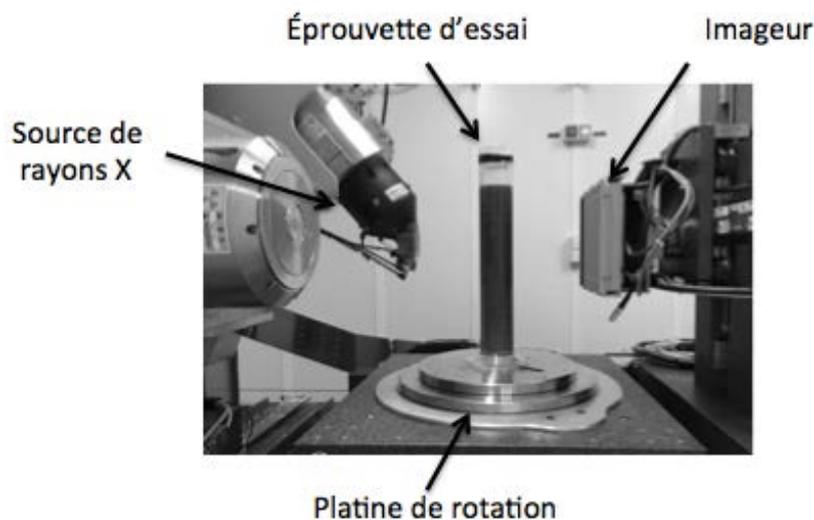
## ANNEXE A : PROTOCOLE DE MESURE

### MICRO-TOMOGRAPHIE

La micro-tomographie à rayons X est une technique d'imagerie non destructive développée dès les années 70 dans le domaine médical et utilisée depuis une dizaine d'années pour l'analyse microstructurale des matériaux denses et poreux.

Dans ce manuscrit, nous nous contenterons de décrire brièvement le principe de cette technique. Un descriptif complet se trouve dans la littérature par exemple [1, 2, 3].

Les principaux composants d'un micro-tomographe :



*Figure 0-1: Un micro-tomographe à rayons X disponible au Laboratoire Navier*

Comme illustré dans la Figure 0-1, un micro-tomographe est constitué d'un tube à rayons X qui joue le rôle d'un générateur ou d'une source, d'une platine de rotation permet de tourner l'éprouvette sur elle-même, d'un imageur qui joue le rôle d'un détecteur numérique de signal et enfin d'une unité informatique pour calculer les images microtomographiques.

Principe de fonctionnement :

La tomographie permet à partir d'une radiographie X sur 360° la reconstruction 3D des images en coupes d'un objet.

Le matériau est traversé tout d'abord par un faisceau de rayon X produit à partir d'une source de rayons X placé en amont de l'échantillon. Lorsque le faisceau de rayons X pénètre le matériau, nous remarquons une diminution de son intensité due principalement à l'interaction de ce dernier avec le matériau. Le rayonnement transmis après traversée de l'échantillon est enregistré avec un imageur placé en aval de l'échantillon. Ces données sont convertie ensuite en signal numérique et finalement en image numérique calculée et reconstruite mathématiquement par le biais de différents logiciels.

Ces images en coupe sont prises sous différents angles de vues en faisant tourner l'éprouvette sur elle-même. Elles permettent d'accéder à la structure interne de l'échantillon, localiser toute hétérogénéité ou vide et dans certain cas suivre l'évolution de l'état du matériau au cours du temps.

## ESSAIS EXISTANTS DANS LA LITTÉRATURE POUR LA MESURE DU RESSUAGE

Dans la littérature, nous distinguons deux façons pour mesurer le ressuage. La première consiste à prélever l'eau ressuée et la deuxième consiste à mesurer le tassement de l'échantillon. Un résumé complet des méthodes utilisées est présenté dans la thèse de Josserand. Nous rappelons par la suite quelques-unes.

### ❖ Méthode par prélèvement d'eau :

**Méthode de la norme suédoise B5 6.33 [4]** : Consiste à introduire le béton dans un moule tronconique renversé. Après serrage, le béton est arasé. L'écoulement de l'eau ressuée s'effectue à travers un cylindre placé à l'intérieur du moule. Cette eau est enfin récupérée dans un tube gradué placé sous le moule (Cf. Figure 0-2)

### ➤ La forme conique du cylindre complique le dépouillement des résultats

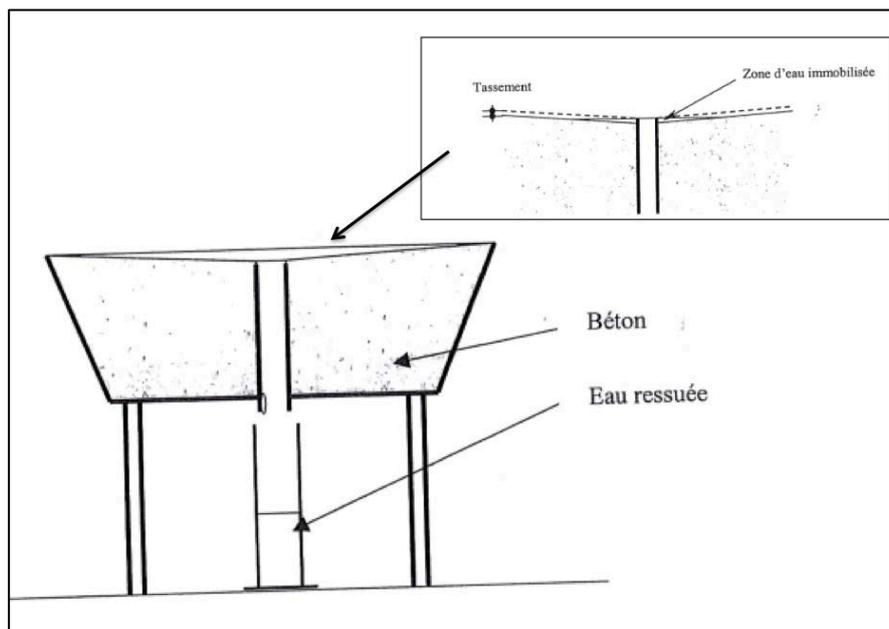


Figure 0-2: Essai de la norme suédoise B5 6.33 [4]

**Méthode de Sawaide & Iketani 1992** (Méthodes volumétriques par séparation au moyen d'un liquide dense [5]) : Consiste à séparer l'eau ressuée du béton en introduisant un liquide dense non miscible avec l'eau et prélever par la suite l'eau ressuée. Ce prélèvement s'effectue selon la méthode ASTM C243 ou selon le type d'appareillage

présenté en Figure 0-3

- L'échéance de la première mesure est reculée suite à un temps de mise en place trop long.

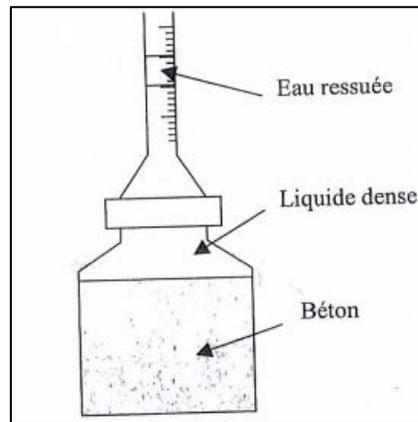


Figure 0-3: Dispositif de l'essai de Sawaide & Iketani [5]

**Méthode de sillons de Josserand [4]** : Consiste à verser le matériau dans un moule cylindrique en au moins trois couches. Ensuite après avoir placé le moule sur une balance précise au dixième du Kg, des sillons sont immédiatement tracés sur la surface. Ces sillons ont pour point bas le centre de la surface. Enfin, l'eau ressuée au centre de l'échantillon est prélevée (Cf. Figure 0-4) .

- Essai assez sensible aux vibrations du moule.

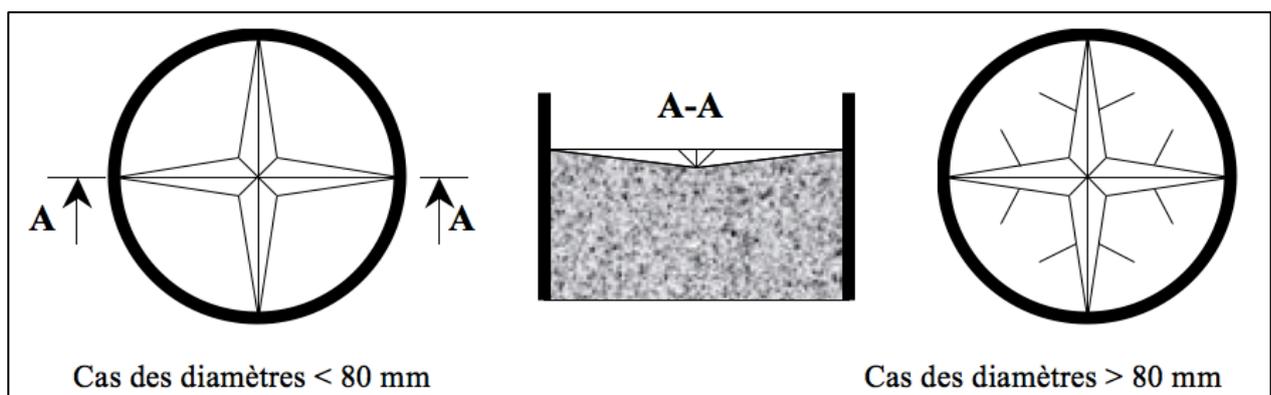


Figure 0-4: Dispositif de la méthode de sillons de Josserand [4]

## ❖ Méthode par mesure de tassement

**Méthode visuelle de Powers** « float method » [6] : Consiste à placer à la surface du matériau un flotteur. Ce flotteur est sous forme de disque plat de 13 mm de diamètre et 3 mm d'épaisseur surmené d'un mât. Le déplacement de la surface est ensuite estimé par la mesure de l'altitude du sommet de ce mât à l'aide d'une lunette optique (Cf. Figure 0-5).

## ➤ Essai assez sensible aux vibrations extérieures.

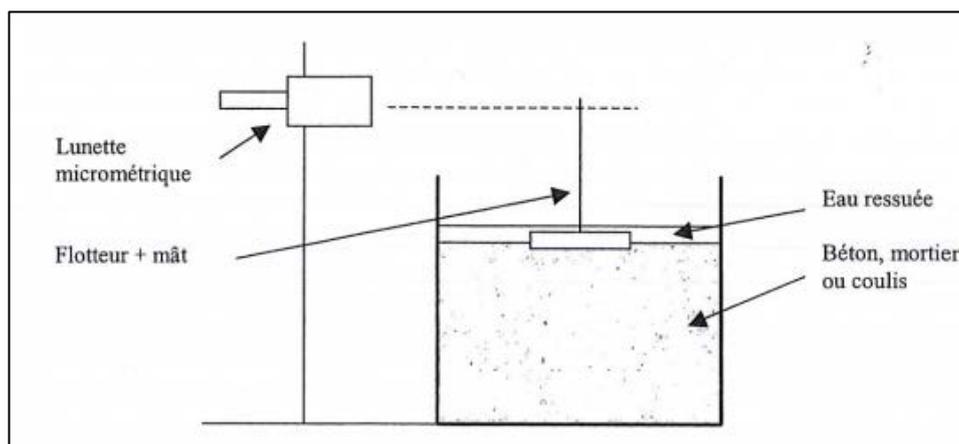


Figure 0-5: Dispositif de la méthode visuelle de Powers [6]

**Méthode de Khayat** [7] : Le flotteur dans cette étude est un miroir placé à la surface du matériau. Le déplacement de la surface est ensuite estimé à l'aide d'un faisceau laser. En effet, la pellicule d'eau ressuée engendre une modification de direction du faisceau suite au changement d'indice. Cette modification permet de détecter le niveau de la surface (Cf. Figure 0-6).

- Mesure faussée suite à la moindre inclinaison du miroir.

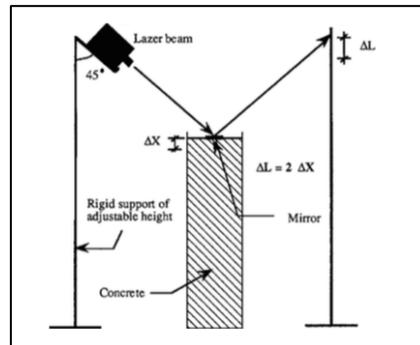


Figure 0-6: Dispositif de la méthode de Khayat

PROGRAMME MATLAB POUR LA METHODE D'ACQUISITION D'IMAGES PAR APPAREIL  
PHOTO : PROTOCOLE DE REFERENCE

```

macro "Stack profile Data" {
    if (!(selectionType()==0 || selectionType==5 || selectionType==6))
        exit("Line or Rectangle Selection Required");
    setBatchMode(true);

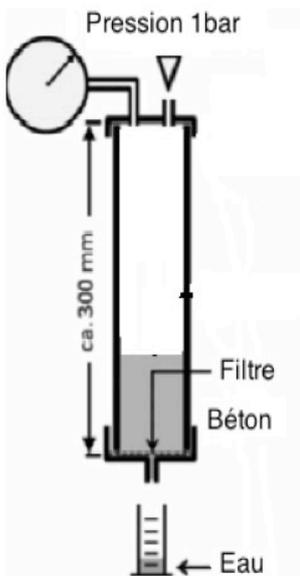
    run("Plot Profile");
    Plot.getValues(x, y);
    run("Clear Results");
    for (i=0; i<x.length; i++)
        setResult("x", i, x[i]);
    close();

    n = nSlices;
    for (slice=1; slice<=n; slice++) {
        showProgress(slice, n);
        setSlice(slice);
        profile = getProfile();
        sliceLabel = toString(slice);
        sliceData = split(getMetadata("Label"), "\n");
        if (sliceData.length>0) {
            line0 = sliceData[0];
            if (lengthOf(sliceLabel) > 0)
                sliceLabel = sliceLabel+ " (" + line0 + ")";
        }
        for (i=0; i<profile.length; i++)
            setResult(sliceLabel, i, profile[i]);
    }
    setBatchMode(false);
    updateResults;
}

```

## PROTOCOLE BAUER MODIFIÉ ET FEUILLE DE DEPOUILLEMENT RESULTATS

### MATERIELS NECESSAIRES



#### **Unité filtre-presse** comprenant :

- Un cylindre en acier normalisé dans lequel a été introduit un filtre et un tamis sur la base inférieure.
- Une unité de pression avec un joint d'étanchéité et un manomètre de contrôle de pression (maximum 5bar) à placer au dessus du cylindre

**Récipient** de mesure placé sur une balance de précision 0,01g au dessous de l'orifice de sortie de l'eau (ou plusieurs béchers)

#### **Chronomètre**

### PROCEDURE DE L'ESSAI

1. Introduire le béton frais dans le cylindre à une hauteur de 100mm (le 1/3 de la hauteur totale du cylindre).
2. Placer l'unité de pression au dessus du cylindre (assurez-vous de l'étanchéité de l'ensemble)
3. Déclencher le chronomètre et augmenter la pression du manomètre jusqu'à atteindre 3bar dans environ 10 secondes.
4. Maintenir la pression à 3bar et noter les mesures de la quantité d'eau ressuée toutes les minutes pendant 15 minutes

Fiche de résultat d'essai Bauer
---------------------------------

Date : / /

T°<sub>Ext</sub> :

Temps de fabrication :	h : min
Temps d'arrivée sur chantier :	h : min
Temps de début de l'essai :	h : min
Temps de fin de l'essai :	h : min

**FORMULE BETON**

Désignations	Quantité (kg/m <sup>3</sup> )

**ESSAIS BETON**

Ref béton	
T° Béton	
Air occlus	
Affaissement	
Densité	

**RESULTATS**

Temps (min)	Volume (ml)
1	
2	
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	
10	
11	
12	
13	
14	
15	
16	
17	
18	
19	
20	

Temps (min)	Volume (ml)
1	
2	
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	
10	
11	
12	
13	
14	
15	
16	
17	
18	
19	
20	

- 
- [1] J.Baruchel, J.Y.Buffière, E.Maire, P.Merle, G.Peix, X-ray tomography in material science, 2000.
- [2] E.Maire, L. Salvo, P. Cloetens, M. DiMichiel, Tomographie à rayons X appliquée à l'étude des matériaux, Technique de l'ingénieur, IN20, Page 1, Septembre 2004
- [3] P. Cloetens, M. Pateyron-Salomé, J.Y.Buffière, et al., Observation of microstructure and damage in materials by phase sensitive radiography and tomography, J-Appl, Phys, Page : 5878-5887, 1997.
- [4] L. Josserand, Ressuage des bétons hydrauliques, rapport de thèse, LCPC, 2002.
- [5] M. Sawaide, J. Iketani, Rheological analysis of the behavior of bleed water from freshly cast mortar and concrete, A.C.I. Materials Journal, Volume : 89 Pages : 323 - 327, Juillet 1992.
- [6] T.C.Power, The properties of fresh concrete, Pages :533-652, New York, U.S.A, 1968.
- [7] K.H.Khayat, Z. Guizani, Use of viscosity- modifying admixture to enhance stability of fluid concrete, A.C.I. Materials journal , Volume :94 Pages : 332-340, juillet 1997

# ANNEXE B : FICHES CARACTERISTIQUES DES MATÉRIAUX

## CIMENTS ET ADDITIONS MINÉRALES

### ❖ Compositions

**CEM (référence) 52,5** (Saint Vigor- LAFARGE)

**CEM I 52,5 N-CE-CP2 NF** (CALCIA)

**CEM II/A 42,5 LL-R-CE CP2- NF** (CALCIA)

**CEM II/B 32,5-M(S-LL) R-CE CP1- NF** (CALCIA)

**CEM III/A 52,5 L -CE PM- CP1 NF** (CALCIA)

**CEM V/A 42,5-(S-V) N-CE PM-ES-CP1- NF** (CALCIA)

**Filler Calcaire BETOCARB** (ORGON, France)

**Laitier ECOCEM** (Fos sur Mer (13), France)

**Cendre volante** (SILICOLINE, Gardanne Centrale de Provence)

	CEM (REF)	CEMI	CEMII/A	CEMII/B	CEMIII/A	CEMV/A	FILLER Calcaire	LAITIER	Cendre volante
% Clinker		98	85	69	36	54			
%C3A		10	8	8	10	11			
% gypse		5	4,3	3,8	-	2			
% addition		0	12(L)	15(S) 16(L)	64(S)	23(S) 23(V)			
MV <b>(kg/m3)</b>		3090	3060	2990	2960	2910	2700	2900	2210
S. Blaine <b>(m<sup>2</sup>/kg)</b>		395	490	405	415	-			
Chaleur <b>(J/g) à 41h</b>		375	321	268	288	292			
Début de prise <b>(min) à20 °C</b>		180	215	200	210	230			

**S** : Laitier

**L** : Calcaire

**V** : Cendres

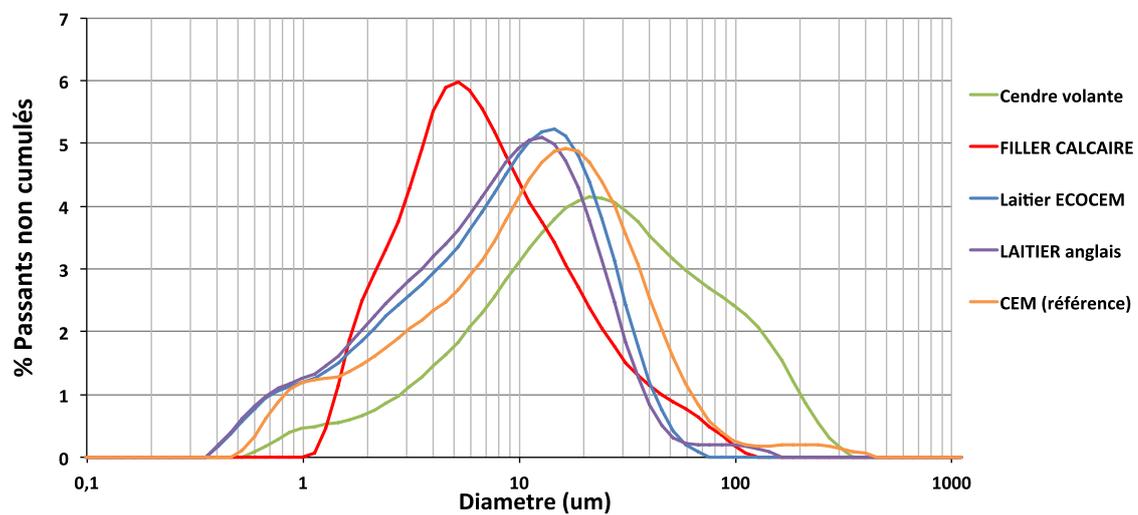
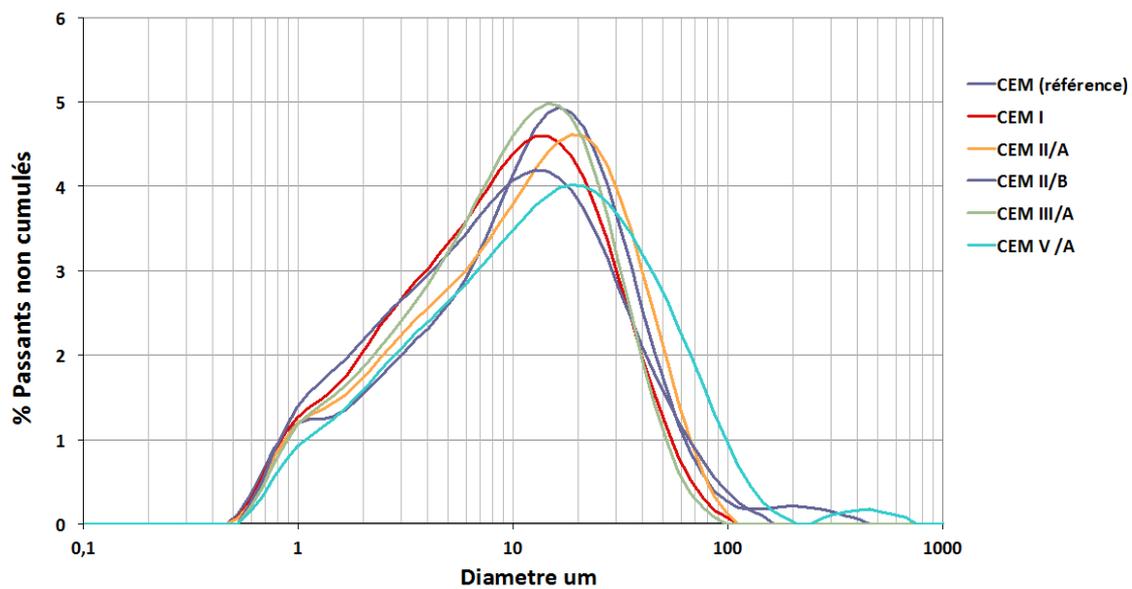
**MV** : Masse volumique

**S.Blaine** : Surface blaine

## ❖ Granulométrie

( $\mu\text{m}$ )	<b>Dx (10)</b>	<b>Dx (50)</b>	<b>Dx (90)</b>
<b>Cendre volante</b>	4,33	24,2	116
<b>FILLER CALCAIRE</b>	2,52	6,96	27,6
<b>LAITIER ECOCEM</b>	1,6	9,41	27,4
<b>LAITIER anglais</b>	1,53	8,52	25,9
<b>CEM (Référence)</b>	1,98	12,9	42,8
<b>CEM I</b>	1,83	9,84	33,7
<b>CEM II/A</b>	1,96	12,5	41,6
<b>CEM II/B</b>	1,73	9,84	39,6
<b>CEM III/A</b>	1,96	10,5	32,6
<b>CEM V/A</b>	2,2	13,3	54,6

## ❖ COURBES GRANULOMETRIQUES



## SABLES

### ❖ Compositions

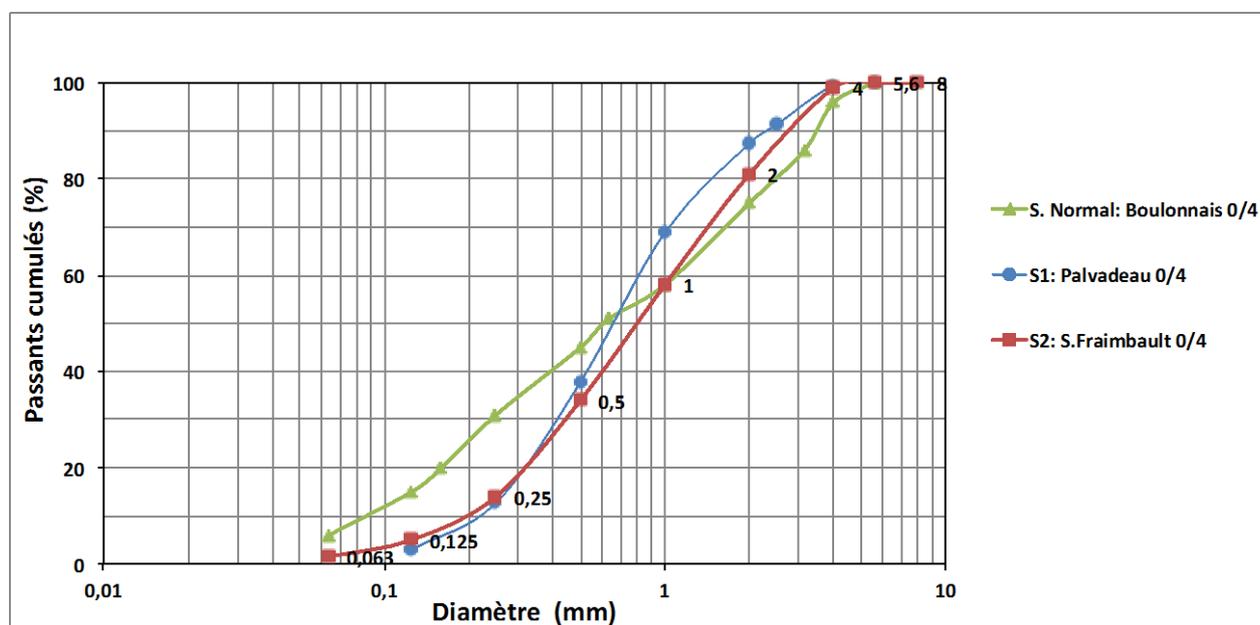
**Sable Normal** : Sable boulonnais 0/4

**S1** Sable alluvionnaire Palvadeau 0/4-Les Douèmes

**S2** Sable alluvionnaire du Pliocène- Saint Fraimbault-BAGLIONE

Nom	Sable Normal	S1	S2
MV (kg/m <sup>3</sup> )	2662	2640	2660
Absorption (%)	0,6	0,9	0,5
d/D	0/4	0/4	0/4

### ❖ COURBES GRANULOMETRIQUES



## GRAVILLONS

### ❖ Compositions

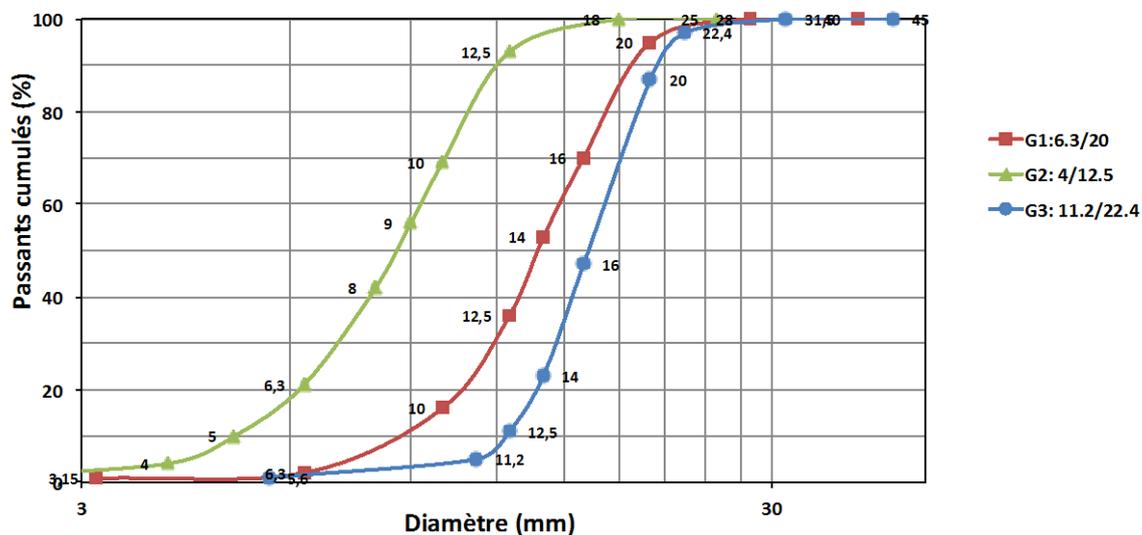
**G1:** Gravillon seine 6,3/20 SANDRANCOURT

**G2** Gravillon 4/12 Saint Fraimbault

**G3** Gravillon 11,2/22,4 Saint Fraimbault

Nom	G1	G2	G3
MV (kg/m <sup>3</sup> )	2520	2620	2620
Absorption (%)	2,3	1,2	0,6
d/D	6,3/20	4/12	11,2/22,4

### ❖ Courbes granulométriques



**ADIUVANT (béton chantier)**

Notice Produit  
Edition Août 2016  
Numéro 602  
Version 2016-131  
SIKA VISCOCRETE TEMPO 600

**SIKA VISCOCRETE TEMPO 600**

Plastifiant / Réducteur d'eau

Conforme à la norme NF EN 934-2 Tab.2



Construction

<b>Présentation</b>	SIKA VISCOCRETE TEMPO 600 est un plastifiant / réducteur d'eau formulé à partir d'un mélange de polycarboxylates qui confère au béton des longs à très longs maintiens de rhéologie. SIKA VISCOCRETE TEMPO 600 permet l'obtention de béton frais faiblement visqueux, sur une large gamme de ciments.
<b>Domaines d'application</b>	SIKA VISCOCRETE TEMPO 600 est utilisé pour les applications suivantes : <ul style="list-style-type: none"> <li>■ Travaux géotechniques spéciaux : parois moulées, fondations profondes</li> <li>■ Ouvrages exposés à des environnements agressifs (formulés avec du CEM III ou CEM V)</li> </ul>
<b>Caractères généraux</b>	SIKA VISCOCRETE TEMPO 600 est un fluidifiant qui permet la fabrication de bétons S3 à autoplaçants transportés sur de très longues distances. SIKA VISCOCRETE TEMPO 600 confère aux bétons les propriétés suivantes : <ul style="list-style-type: none"> <li>■ Longs à très longs maintiens de rhéologie (2h à 10h selon le dosage)</li> <li>■ Réduction importante du ressuage</li> <li>■ Faible viscosité</li> <li>■ Pompabilité sur de très longues distances</li> </ul>
<b>Caractéristiques</b>	
<b>Aspect</b>	Liquide brun
<b>Conditionnement</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>■ Vrac</li> <li>■ Conteneur Perdu de 1000 litres</li> <li>■ Fût de 210 litres</li> </ul>
<b>Stockage</b>	A l'abri du gel. En cas de gel accidentel, le produit retrouve ses qualités d'origine une fois dégelé lentement et réhomogénéisé. En cas de gel prolongé et intense, vérifier qu'il n'a pas été déstabilisé.
<b>Conservation</b>	12 mois dans son emballage d'origine intact



**Données techniques**

Densité	1,09 ± 0,02
pH	4,7 ± 1,0
Teneur en Na <sub>2</sub> O Eq.	≤ 3,5 %
Extrait sec	32,5 ± 1,6% (Méthode halogène selon NF 085)
Extrait sec	32,5 ± 1,6% (NF EN 480-8)
Teneur en ions Cl <sup>-</sup>	≤ 0,10 %

**Conditions d'application**

- Dosage Plage de dosage: 0,1% à 5,0% du poids du liant ou du ciment selon la fluidité et les performances recherchées
- Effet retard à haut dosage

**Conditions d'utilisation** SIKA VISCOCRETE TEMPO 800 est ajouté soit en même temps que l'eau de gâchage, soit en différé dans le béton préalablement mouillé avec une fraction de l'eau de gâchage

**Précautions d'emploi** En cas de contact avec la peau, laver abondamment à l'eau.  
Consulter la fiche de données de sécurité accessible sur Internet [www.sika.fr](http://www.sika.fr)

**Mentions légales**

Produit réservé à un usage strictement professionnel  
Nos produits bénéficient d'une assurance de responsabilité civile.  
«Les informations sur la présente notice, et en particulier les recommandations relatives à l'application et à l'utilisation finale des produits SIKA, sont fournies en toute bonne foi et se fondent sur la connaissance et l'expérience que la Société SIKA® a acquises à ce jour de ses produits lorsqu'ils ont été convenablement stockés, manipulés et appliqués dans des conditions normales. En pratique, les différences entre matériaux, substrats et conditions spécifiques sur site sont telles que ces informations ou toute recommandation écrite ou conseil donné n'impliquent aucune garantie de qualité marchande autre que la garantie légale contre les vices cachés. Nos agences sont à votre disposition pour toute précision complémentaire. Notre responsabilité ne saurait d'aucune manière être engagée dans l'hypothèse d'une application non conforme à nos renseignements. Les droits de propriété détenus par des tiers doivent impérativement être respectés. Toutes les commandes sont acceptées sous réserve de nos Conditions de Vente et de Livraison en vigueur. Les utilisateurs doivent impérativement consulter la version la plus récente de la notice correspondant au produit concerné, qui leur sera remise sur demande.»

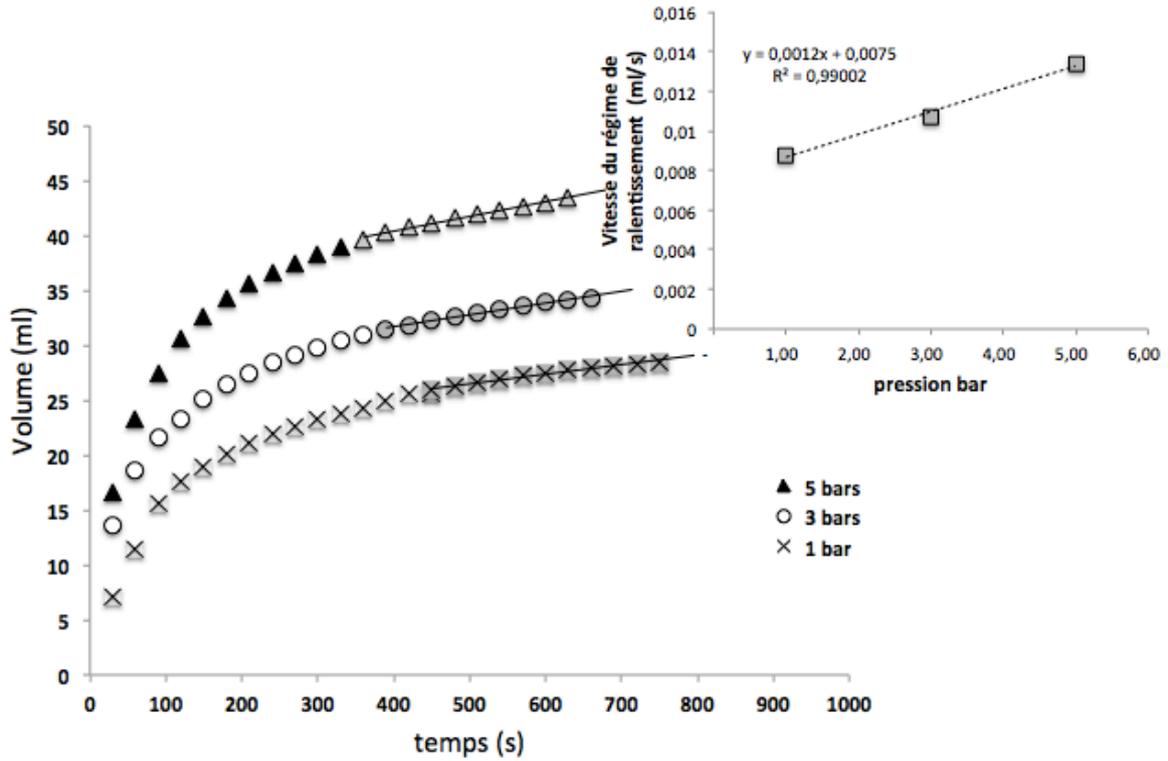


SIKA® France S.A.S  
84, rue Edouard Vaillant – BP 104  
93351 Le Bourget Cedex  
France

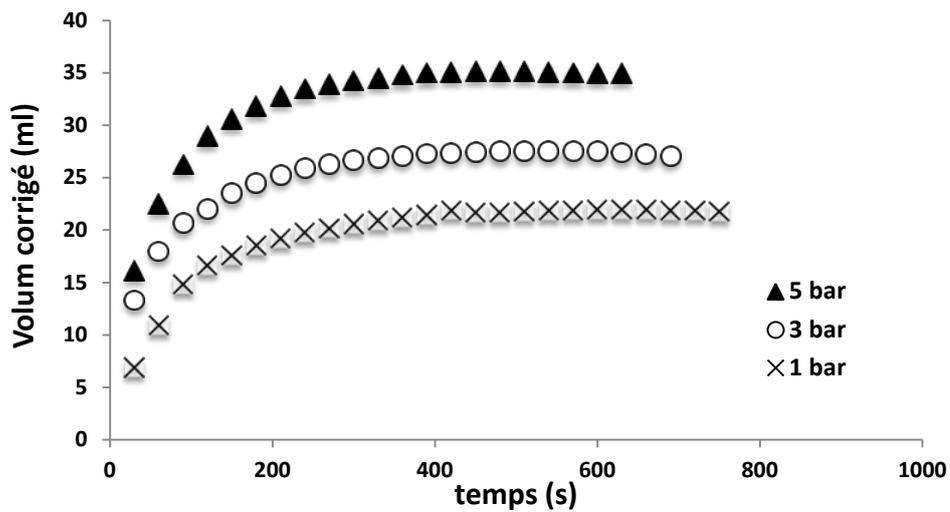
Tel. : 01 49 92 80 00  
Fax : 01 49 92 80 21  
[www.sika.fr](http://www.sika.fr)

Organisme de certification  
AFNOR CERTIFICATION  
11, avenue Francis de Pressensé  
93571 Saint-Denis La Plaine Cedex  
France

# ANNEXE C : VALIDATION DU PROTOCOLE BAUER MODIFIÉ SUR BÉTON



## VOLUME CORRIGÉ





---

## **Bibliographie générale**

---



# Bibliographie générale

A. Azzi, C. Djelal, Y. Vanhove, H. Kada, O. Madec, Influence des paramètres de formulation du béton sur les pathologies des parois moulées, Rencontres Universitaires de Génie Civil, <hal-01167733> , Bayonne, France, Mai 2015.

A. Draganović, Bleeding and filtration of cement-Based grout, Thèse de doctorat, Division of soil and rock mechanics department of civil and architectural engineering, Royal institute of technology, Stockholm, 2009.

A. Houlsby, Construction and Design of Cement Grouting, A Guide to Grouting in Rock Foundations, New York, 1990.

A. Perrot, T. Lecompte, H. Khelifi, C. Brumaud, J. Hot, N. Roussel, Yield stress and bleeding of fresh cement pastes, Cement and Concrete Research, Volume : 42 Pages : 937-944, 2012

American Society for Testing and Materials : « Standard Test Methods for Bleeding of Concrete. », ASTM C 232 - 87, Pages :144-147, 1987.

B. Chouinard, Etude des relations entre la rhéologie du béton et sa pompabilité, Mémoire pour l'obtention du grade de maître en sciences , Université Laval,1999.

Béton — Essai pour béton frais — Ressuage, normalisation française, AFNOR- XP P18-468, 12 Octobre 2016

Bulletin du Ciment No 13, la revue "Bulletin du ciment/ ETH bibliothèque, Tome 10-11, cahier 14, 1942-1943.

C. Famy, K. Scrivener, A.K. Crumbie, What causes differences of C-S-H grey level in backscattered electron images ?, Cement and Concrete Research, Volume: 32 Issue: 9, Pages: 1465-1471, 2002.

C. K.loh, T.S. Tan, K.Y. Yong, T.H. Wee, An experimental study on bleeding and channelling of cement paste and mortar. Advances in cement research, Volume 10 n°1 Pages 1-16, janvier 1998.

- C.A. Clear, D.G. Bonner, Settlement of fresh concrete - an effective stress model, magazine of concrete research , Volume :40 n°142 Pages : 3- 12, Mars 1988.
- C.K. Loh, T.S. Tan, K.Y. Yong, T.H. Wee, An experimental study on bleeding and channelling of cement paste and mortar, Advances in Cement Research, Université de Singapour, 1998.
- C.M. Neubauer, M. Yang, H.M. Jennings , Interparticle potential and sedimentation behaviour of cement suspensions: effects of admixtures, Advanced cement based materials, Volume. 8, Pages: 17- 27, 1998.
- D. Beaupré, Rheology of high performance shotcrete , thèse de doctorat, University of British Columbia, 1994.
- Dieleman, P.J. & Trafford, B.D., 1976. Drainage Testing. FAO Irrigation and Drainage paper no.28. Food and Agricultural Organization, ed., Rome, Italy.
- E. Bielak, Testing of cement, cement paste and concrete, including bleeding - part 1 : Laboratory test, Colloque de Hannovre - properties of fresh concrete , Pages : 154 - 166, Octobre 1990.
- E. Gallucci, P. Mathur, K. Scrivener, Microstructural studies of early age hydration of OPC using TEM, 12th International Congress on the Chemistry of Cement ,2008.
- E.C. Bingham, Fluidity and Plasticity, McGraw-Hill, New York, 1922.
- Experimental simulation of bleeding under a high concrete column Hong Jae Yim a, Jae Hong Kim b , Hyo-Gyoung Kwak , Cement and Concrete Research 57 (2014) 61-69
- F. de Larrard, C. Ferraris, Rhéologie du béton frais remanié : Plan expérimental et dépouillement des résultats, Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées n°213, Pages : 73-89, 1998
- F. de Larrard, Concrete Mixture Proportioning, E & FN Spon, London, 1999.
- F. Mahaut, S. Mokeddem, X. Chateau, N. Roussel, G. Ovarlez, Effect of coarse particle volume fraction on the yield stress and thixotropy of cementitious materials, Cement and

Concrete Research, Volume: 38 Issue: 11 Pages: 1276-1285, 2008.

F.T. Olorunsogo, Particles size distribution of GGBS and bleeding characteristics of slag cement mortars, Cement and concrete research, Volume :28, Pages: 907 – 919, Juin 1998

G. Giaccio, A. Giovambattista, Bleeding : Evaluation of its effects on concrete behaviour, Matériaux and structures (RILEM) v112 , pages 265 - 71, juillet-aout , 1986

G. Ovarlez, N. Roussel, A physical model for the prediction of lateral stress exerted by self-compacting concrete on formwork, Materials and Structures, Volume: 39 Issue: 2 Pages: 269-279, 2006.

H. Bessaies-Bey, Polymères et propriétés rhéologiques d'une pâte de ciment : une approche physique générique, Thèse de doctorat, Université Paris-Est, 2015

H. Hafid, G. Ovarlez, F. Toussaint, P.H. Jezequel, N. Roussel, Assessment of potential concrete and mortar rheometry artifacts using magnetic resonance imaging, , Cement and Concrete Research, Volume : 71 Pages: 29-35, 2015 .

H. Steinour, Further Studies of The Bleeding of Portland Cement Paste, Portland Cement Assotiation, Bulletin No 4, Chicago, 1945

H.F.W. Taylor, Cement chemistry, Ed. London Academic Press, 1990.

J. Dils, V. Boel, G. De Schutter, Influence of cement type and mixing pressure on air content, rheology and mechanical properties of UHPC, Construction and Building Materials, Volume: 41 Pages: 455–463, 2013.

J. Hot, Influence des polymères de type superplastifiants et agents entraîneurs d'air sur la viscosité macroscopique des matériaux cimentaires, Thèse de doctorat, Université Paris-Est, 2013.

J. Pera , S. Husson, B. Guilhot, Influence of finely ground limestone on cement hydration, Cement and Concrete Composite, Volume : 21 Pages: 99-105, 1999.

J. Spangenberg, N. Roussel, J.H. Hattel, H. Stang, J. Skocek, M.R. Geiker, Flow induced particle migration in fresh concrete: Theoretical frame, numerical simulations and

experimental results on model fluids, *Cement and Concrete Research* Volume: 42 Issue: 4 Pages: 633-641, 2012.

J. Yammine Rhéologie des bétons fluides à hautes performances : relations entre formulations, propriétés rhéologiques, physico-chimie et propriétés mécaniques, Thèse de doctorat, Ecole normale supérieure de cachan, 2007.

J.C. Tchamba, S. Amziane, G. Ovarlez, N. Roussel, Lateral stress exerted by fresh cement paste on formwork: Laboratory experiments, *Cement and Concrete Research*, Volume: 38 Issue: 4 Pages: 459-466, 2008.

J.W. Bullard, H.M. Jennings, R.A. Livingston, A. Nonat, G.W. Scherer, J.S. Schweitzer, et al., Mechanisms of cement hydration, *Cement and Concrete Research*, Volume 41 Pages: 1208–1223, 2011.

K. Bilba, Arsene, M.A, Ouensanga, A, « Sugar cane bagasse fibre reinforced cement composites. Part I. Influence of the botanical components of bagasse on the setting of bagasse/cement composites, *Cement Concrete Composites*, Volume: 25 Pages : 1-96, 2003.

K. Dong, R. Yang, R. Zou, A. Yu, Role of interparticle forces in the formation of random loose packing, *Physical Review Letters*. 96 (2006) 145505.

K. Scrivener, R. Snellings, B. Lothenbach, *A Practical Guide to Microstructural Analysis of Cementitious Materials*, chapitre 10, Pages : 445-449, 2016.

K. Yoshioka, E. Sakai, M. Daimon, A. Kitahar, Role of steric hindrance in the performance of superplasticizers in concrete, *Journal of the American Ceramic Society*, Volume : 80 (10), Pages : 2667–2671, 1997.

K.L. Scrivener, R. Snellings, B. Lothenbach, *A practical guide to microstructure analysis of cementitious materials*, CRC Press, 22 décembre 2015.

L. Josserand, O. Coussy, F. de Larrard, Bleeding of concrete as an ageing consolidation process, *Cement and Concrete Research*, Volume 36, Issue 9, Pages 1603-1608, September 2006.

- L. Josserand, Ressuage des bétons hydrauliques, rapport de thèse, LCPC, 2002
- L. Reiter, T. Wangler, N. Roussel, R. Flatt , Distinguishing flocculation and hydration effects on the thixotropy of cement pastes.
- M. C. Garci Juenger , H. M. Jennings, New insights into the effects of sugar one the hydration and microstructure of cement pastes, Cement and Concrete Research, Volume : 32 Pages :393 –399, 2002.
- M. Eriksson, T. Dalmalm, M. Brantberger, H. Stille, Separations- och filtreringsstabilitet hos cementbaserade injekteringsmedel, Kungliga Tekniska Högskolan, Avd för Jord- och bergmekanik, Rapport 3065, Stockholm, 1999.
- M. Hoshino, Relationship between bleeding, coarse aggregate, and specimen height of concrete, A.C.I. Materials journal , N°86 - 2 Pages : 185 – 190, Mars 1989.
- M. Michel, accélération de ciment au laitier par du ciment sulfo-alumineux , thèse de doctorat, INSA Lyon, 2009.
- M. Regourd, B. Mortureux, H. Hornain, Liaison pâte de ciment- filler dans les ciments composés, Colloque international Liaisons pâtes de ciment matériaux associés, Toulouse, Pages : 17-19, novembre 1982.
- M. Regourd, L'hydratation du ciment Portland, Le Béton Hydraulique, Chapitre 10, extrait de Connaissance et Pratique, Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées (ENPC), 1995.
- M. Yang, C. Neubauer, H. Jennings, Interparticle Potential and Sedimentation Behaviour of Cement Suspensions, Review and Results From Paste. Advanced Cement Based Materials, 5 (1), Pages :1-7, 1997.
- Metha, Concrete structure, properties, and materials, Prentice-Hall, Page 450 , 1986.
- N. Roussel, A thixotropy model for fresh fluid concretes: Theory, validation and applications, Cement and Concrete Research, Volume: 36 Issue: 10 Pages: 1797-1806, 2006.

- N. Roussel, A. Lemaître, R.J. Flatt, P. Coussot, Steady state flow of cement suspensions: a micromechanical state of the art, *Cem. Concr. Res.* 40, Pages : 77–84, 2010.
- N. Roussel, G. Ovarlez, S. Garrault, C. Brumaud, The origins of thixotropy of fresh cement pastes, *Cement and Concrete Research*, Volume 42 Pages: 148–157, 2012.
- N. Roussel, P. Coussot, Ecoulements d'affaissement et d'étalement : modélisation, analyse et limites pratiques, *Revue Européenne de Génie Civil*, Janvier 2006.
- N. Roussel, Rheology of fresh concrete: from measurements to predictions of casting processes, *Materials and Structures*, Volume: 40 Issue: 10 Pages: 1001-1012, 2007.
- National lead industries, INC, Baroid Mud Technologie Handbook, Baroid Division, NL Industries, Houston, Texas, BAROID 1965
- NF EN 12350-2, Essais pour béton frais - Partie 2 : essai d'affaissement, Avril 2012
- NF EN 206/CN (Annexe D) Exigences complémentaires relatives à la spécification et à la conformité du béton destiné aux travaux géotechniques spéciaux, Novembre 2014
- P. Coussot , *Rheometry of Pastes, Suspensions and Granular Materials—Application in Industry and Environment* Wiley, New York , 2005.
- P. Coussot, C. Ancey, Rheophysical classification of concentrated suspensions and granular pastes, *Physical Review E*, Pages : 4445-4457, 1999.
- P. J. M. Monteiro, P. K. Mehta, Interaction between carbonate rock and cement paste, *Cement and concrete research*, Volume : 16 Issue : 2 Pages : 127-134, March 1986.
- P. J. Wainright, H. Ait Aider, The influence of cement source and slag additions on the bleeding of concrete, *Cement and concrete research*, Volume : 25 n°7 Pages : 1445-1456, 1995
- P. Schiessl, J. W. Weber, Bleeding of concrete, Iberoamerican R.M.C. congress, congress report section XII/B-4, Madrid, 23-26 juin 1992.
- P.H. Billberg, N. Roussel, S. Amziane, M. Beitzel, G. Charitou, B. Freund, J.N. Gardner, G. Grampeix, C.A. Graubner, L. Keller, K.H. Khayat, D. Lange, A.F. Omran, A. Perrot, T. Proske,

- R. Quattrociochi, Y.Vanhove, Field validation of models for predicting lateral form pressure exerted by SCC, *Cement & Concrete Composites*, Volume: 54 Pages: 70–79, 2014.
- P.J. Wainright, H.Ait Aider, The influence of cement source and slag additions on the bleeding of concrete, *Cement and concrete research*, Volume 25 n°7, Pages : 1445-1456 .
- Pigeon, Composition et hydratation du ciment Portland, Séminaire progrès dans le domaine du béton, Québec, Pages: 36-72, septembre 1981.
- Q.D. Nguyen, D.V. Boger, Direct yield stress measurement with the vane method, *J. Rheol.* 29, 335–347, 1985.
- R.D. Browne, P.B. Bamfonh, Tests to Establish Concrete Pumpability, *Journal of American Concrete Institute*, Volume :74 Pages : 193-207, 1977.
- R.J. Flatt, Dispersion forces in cement suspensions, *Cement and Concrete Research.* 34, Pages : 399–408, 2004.
- R.J. Flatt, Towards a prediction of superplasticized concrete rheology, *Mater.Struct.* 27, Pages :289–300, 2004.
- Recommended Practice 29, Standard Field Procedure for Testing Drilling Fluids, American Petroleum Institute, Division of Production, Texas, Page 23, 1957.
- Recommended Practice, Tremie Concrete for deep foundations, Recommendation, Concrete Institute of Australia, 2012
- S. Soga, K. Takagi, A. Kimura, Influence of the mixing energy on fresh concrete, *Transactions of the japan concrete institute*, Volume: 8 Pages: 73-80, 1986.
- S. Soga, K.Takagi, A. Kimura, Influence of the mixing energy on fresh concrete, *Transactions of the japan concrete institute*, Volume: 8, Pages: 73-80, 1986.
- S. Suhr, W. Schöner, Bleeding of cement paste, *Colloque de Hannover - properties of fresh concrete*, Pages: 33 – 40, octobre 1990.
- S.Caré, R. Linder, V. Baroghel-Bouny, F. de Larrard, Y. Charonnat, Effet des additions minérales sur les propriétés d’usage des bétons, Plan d’expérience et analyse statistique,

laboratoire central des ponts et chaussées, 2000.

Simatupang, Abbaureaktionen von Glucose, cellobiose und Holz unter dem Einfluss von Portlandzementmörtel, *Holzforschung*, Volume: 40 Pages: 149-155, 1986.

T. Hansen, Physical structure of hardened cement paste, A classical approach, *Materials and Structures*, 1986.

T. Powers, The Bleeding of Portland Cement Paste, Mortar and Concrete Treated as a Special Case of Sedimentation, Portland Cement Association, Bulletin No 2, Chicago, 1939.

T. Tan, T. Wee, S. Tan, C. Tam, S. Lee, A consolidation model for bleeding of cement paste. *Advances in Cement Research*, 1 , Pages :18-26, 1987.

T.C. Power, The properties of fresh concrete, Pages : 533-652, New York, U.S.A, 1968.

V. Baroghel-Bouny, Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons. Méthodes, analyse, interprétation. Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1994.

V. Picandet, D. Rangeard, A. Perrot, T. Lecompte, Permeability measurement of fresh cement paste, *Cement and Concrete Research*, Volume 41, Issue 3, Pages 330-338, Mars 2011

Y. Peng, S. Jacobsen, Influence of water/cement ratio, admixtures and filler on sedimentation and bleeding of cement paste Norwegian University of Science and Technology, Norway , *Cement and Concrete Research*, Volume :54 Pages: 133-142, 2013.

Z. Tan, G. De Schutter, G. Ye, Y. Gao, L. Machiels, Influence of particle size on the early hydration of slag particle activated by  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  solution, *Construction and Building Materials*, Volume : 52 Pages : 488-493, 2014.

# Liste des Figures

<i>Figure 1-1: Illustration de la méthode d'acquisition d'image par appareil photo.....</i>	<i>30</i>
<i>Figure 1-2 : Epaisseur de la couche d'eau ressuée en fonction du temps pour trois hauteurs de remplissage initiales différentes.....</i>	<i>31</i>
<i>Figure 1-3: Fraction volumique solide finale pour les différentes hauteurs de remplissage initiales étudiées.....</i>	<i>33</i>
<i>Figure 1-4: Exemple de courbe classique de ressuage d'une pâte de ciment [Powers 1939] [3] .....</i>	<i>34</i>
<i>Figure 1-5 Volume d'eau ressuée en fonction du temps pour un béton sur chantier (Soletanche-Bachy).....</i>	<i>36</i>
<i>Figure 1-6: Illustration des canaux d'extraction d'eau à la surface du tube à la fin de ressuage de la pâte de référence .....</i>	<i>38</i>
<i>Figure 1-7: Images micro-tomographiques de la pâte de ciment de référence à 30 minutes (gauche) et 2,5 heures (droite) après la mise en place de la pâte dans le tube .....</i>	<i>40</i>
<i>Figure 1-8: Illustrations de la surface du tube à la fin du ressuage de la pâte de référence sans vibration (gauche) et avec vibration (droite).....</i>	<i>41</i>
<i>Figure 1-9: Illustration des canaux d'extraction d'eau à la surface du tube à la fin du ressuage de la pâte de référence : Deux cas extrêmes de 5 essais réalisés dans des conditions identiques (contraste artificiellement amélioré).....</i>	<i>41</i>
<i>Figure 1-10: Illustration de la surface du tube à la fin du ressuage d'une pâte de ciment de E/C de 0,4 .....</i>	<i>42</i>
<i>Figure 1-11: Exemple 1: Localisation du ressuage sur chantier (parois moulées) [ ].....</i>	<i>43</i>
<i>Figure 1-12: Exemple 2 : Localisation du ressuage sur chantier.....</i>	<i>44</i>
<i>Figure 1-13: Illustrations des canaux d'extraction d'eau à la surface du tube à la fin du ressuage d'une pâte de ciment de E/C de 0,5 sans entraîneur d'air (gauche) et avec entraîneur d'air (droite).....</i>	<i>45</i>
<i>Figure 1-15: Compétition entre la force colloïdale, la force de traînée et la force de gravité en fonction de la taille des grains de ciment.....</i>	<i>49</i>
<i>Figure 1-16: Couche d'eau ressuée à la fin de l'essai pour la pâte de référence sans superplastifiant( gauche) et avec superplastifiant (droite) .....</i>	<i>50</i>
<i>Figure 1-17: Perméabilité effective calculé à partir des quantités d'eau extraite en fonction du temps pour un échantillon de hauteur h=40cm .....</i>	<i>52</i>
<i>Figure 1-18 : Présentation schématique de la formation des canaux dans une pâte de ciment.....</i>	<i>54</i>
<i>Figure 2-1 Ressuage final pour 5 essais de ressuage réalisés dans les mêmes conditions.....</i>	<i>63</i>
<i>Figure 2-2 Représentation schématique de la pâte de ciment partiellement hydratée [ ] .....</i>	<i>64</i>

<i>Figure 2-3: réseaux des particules de ciment en interactions. (a) particules de ciment dispersé juste après la fin du malaxage ; (b) Formation du réseau d'interactions colloïdales quelques secondes après le malaxage, transformation des interactions molles en interactions rigides ; (c) Apparition des ponts CSH et formation d'un réseau de particules rigide; (d) Augmentation des nombres des CSH, de leurs tailles et rigidités [11] .....</i>	<i>66</i>
<i>Figure 2-4 Représentation schématique du C-S-H et de l'état de l'eau qui y est associé [] .....</i>	<i>68</i>
<i>Figure 2-5 Ressuage final en fonction du type du ciment : influence du vieillissement du ciment sur le ressuage</i>	<i>70</i>
<i>Figure 2-6 Influence du vieillissement du ciment sur le ressuage [16] .....</i>	<i>71</i>
<i>Figure 2-7 Ressuage final en fonction du moment d'introduction de l'eau .....</i>	<i>72</i>
<i>Figure 2-8 Ressuage final en fonction du temps du malaxage : influence du temps du malaxage.....</i>	<i>73</i>
<i>Figure 2-9 Ressuage final en fonction de la vitesse du malaxage : influence de la vitesse du malaxage .....</i>	<i>74</i>
<i>Figure 2-10 Influence du temps et de l'énergie du malaxage sur le ressuage [17] .....</i>	<i>74</i>
<i>Figure 2-11 Ressuage final en fonction du temps de vibration .....</i>	<i>75</i>
<i>Figure 2-12 Epaisseur de la couche d'eau ressuée en fonction du temps: influence du temps de démarrage de l'essai sur le ressuage de la pâte de ciment .....</i>	<i>76</i>
<i>Figure 2-13 Volume de l'eau ressuée en fonction du temps: influence du temps de démarrage de l'essai sur le ressuage du béton.....</i>	<i>77</i>
<i>Figure 2-14 Bilan des forces exercées par le matériau sur les parois.....</i>	<i>79</i>
<i>Figure 2-15 Remplissage et ressuage dans une colonne en fonction du seuil du matériau. ....</i>	<i>81</i>
<i>Figure 2-16 Contrainte de cisaillement en fonction de la déformation pour la pâte de ciment et le mortier : après malaxage et après 2h de repos .....</i>	<i>83</i>
<i>Figure 2-17 Fraction volumique solide finale en fonction du diamètre du tube pour la pâte de ciment dans les deux systèmes : Pâte seule et pâte dans le mortier .....</i>	<i>85</i>
<i>Figure 2-18 illustration du ressuage pour trois hauteurs différentes (0,4m, 1m et 1,9m) .....</i>	<i>86</i>
<i>Figure 2-19 Epaisseur de la couche d'eau ressuée en fonction du temps pour les trois hauteurs étudiées.....</i>	<i>87</i>
<i>Figure 2-20 Fraction volumique solide en fonction du temps pour les trois hauteurs étudiées.....</i>	<i>88</i>
<i>Figure 2-21: Structure chimique du sucrose utilisé.....</i>	<i>89</i>
<i>Figure 2-22 Epaisseur de la couche d'eau ressuée en fonction du temps pour les deux hauteurs (0,4m et 1m) avec ajout de sucrose .....</i>	<i>90</i>
<i>Figure 2-23 Fraction volumique solide en fonction du temps pour les deux hauteurs (0,4m et 1m) avec ajout de sucrose .....</i>	<i>91</i>
<i>Figure 3-1 Epaisseur de la couche d'eau ressuée en fonction du temps pour une pâte de ciment à différents E/C .....</i>	<i>100</i>
<i>Figure 3-2 : Epaisseur de la couche d'eau ressuée de l'eau ressuée en fonction du temps pour des pâtes à différents types de ciment et à fraction volumique solide constante.....</i>	<i>102</i>
<i>Figure 3-3 : Epaisseur de la couche d'eau ressuée de l'eau ressuée en fonction du temps: effet d'une substitution partielle (30%) du ciment par différentes additions minérales.....</i>	<i>103</i>

<i>Figure 3-4 : Effet du laitier Ecocem à des pourcentages de substitution différents et pour deux types de ciments différents</i> .....	104
<i>Figure 3-5 : Granulométrie Laser Mastersizer 3000E de Malvern Instruments</i> .....	105
<i>Figure 3-6 : Vitesse du ressuage en fonction de <math>D_{90}</math> pour différents types de ciments et différentes additions minérales étudiés précédemment</i> .....	107
<i>Figure 3-7 : Schéma simplifié du comportement de sédimentation d'une grosse particule en présence et en absence de fines</i> .....	108
<i>Figure 3-8 : Observations en microscope optique d'une pâte de ciment avec 0,5% de PBA (droite) et 0,5% GBA( gauche) (E/C=0,6) /</i> .....	109
<i>Figure 3-9 : Surface d'une pâte de ciment avec 0,5% de PBA (droite) et 0,5% GBA( gauche) (E/C=0,6) à la fin de l'essai</i> .....	111
<i>Figure 3-10 Volume d'eau ressuée en fonction du dosage de polymère (entraîneur d'air)</i> .....	112
<i>Figure 3-11 : Fraction volumique solide finale en fonction de la fraction volumique solide initiale</i> .....	113
<i>Figure 3-12 : Volume d'eau ressuée pour une pâte de ciment contenant des fibres grossières et fines</i> .....	114
<i>Figure 4-1: Récipient ASTM</i> .....	122
<i>Figure 4-2 Epaisseur de la couche d'eau ressuée en fonction du temps pour la pâte de référence</i> .....	126
<i>Figure 4-3 Fraction volumique solide finale de la pâte de référence</i> .....	127
<i>Figure 4-4 Appareil de ressuage forcé de Browne et Bamforth [3]</i> .....	129
<i>Figure 4-5 Appareil de ressuage forcé développé par Beaupré [4]</i> .....	130
<i>Figure 4-6 Appareil de ressuage forcé : Baroid [6]</i> .....	131
<i>Figure 4-7 Appareil de ressuage forcé « Pressure vessel test »</i> .....	132
<i>Figure 4-8 Principe ressuage forcé à l'aide d'un filtre presse BAUER []</i> .....	133
<i>Figure 4-9 Volume d'eau récupérée à différentes pressions du Bauer en fonction du temps : Pressions(5 bars, 3bars et 1 bars) - Remplissage(Complet)</i> .....	135
<i>Figure 4-10 Volume de l'eau récupérée à différentes pressions du Bauer en fonction du temps : Pressions(5 bars, 3bars et 1 bars) - Remplissage(2/3)</i> .....	136
<i>Figure 4-11 Volume de l'eau récupérée à différentes pressions du Bauer en fonction du temps : Pressions(5 bars, 3bars et 1 bars) - Remplissage(1/3)</i> .....	136
<i>Figure 4-12 Volume de l'eau récupérée à différentes pressions du Bauer en fonction du temps : Début de l'essai (150s)- Remplissage (complet-2/3)</i> .....	137
<i>Figure 4-13 Superposition des courbes analytiques et expérimentales</i> .....	140
<i>Figure 4-14 Fraction volumique solide finale de la pâte de référence en fonction de la pression appliquée par le Bauer : vérification de la méthode d'extrapolation</i> .....	141
<i>Figure 4-15 Illustration de la partie linéaire du régime d'écoulement d'eau à travers la porosité du matériau</i> .....	142
<i>Figure 4-16: Illustration des régimes de ressuage d'un essai forcé « Pressure vessel test »</i> .....	143
<i>Figure 4-17 Volume de l'eau corrigé en fonction du temps pour 5 pressions différentes (1bar, 2bar,3bar,4bar et 5bar)</i> .....	144

<i>Figure 4-18 Fraction volumique solide finale de la pâte de référence en fonction de la pression appliquée par le Bauer : vérification de la méthode de correction</i> .....	144
<i>Figure 4-19 Fraction volumique solide finale de la pâte en fonction de la pression appliquée par le Bauer : vérification de la méthode de correction : <b>BETON</b></i> .....	145
<i>Figure 4-20 La vitesse de l'eau ressuée avec l'essai ASTM en fonction du volume d'eau récupérée à l'aide de l'essai Bauer</i> .....	146
<i>Figure 4-21 Perméabilité en fonction du temps d'une pâte de ciment de référence testée à l'aide d'un essai gravitaire tube et d'un essai forcé Bauer à différentes pression</i> .....	148
<i>Figure 5-1 : schéma simplifié des composants des trois mortiers étudiés</i> .....	155
<i>Figure 5-2 : Plan d'implantation du plot d'essais</i> .....	160
<i>Figure 5-3 : Les trois pieux testés sur chantier</i> .....	161
<i>Figure 5-4 : ratio entre la durée de le période d'induction du mortier et celle de sa pâte constitutive en fonction de la fraction volumique du sable (fin ou grossier)</i> .....	162
<i>Figure 5-5 Durée de période d'induction des bétons étudiés (laboratoire et chantier) et de leurs pâtes constitutives</i> .....	163
<i>Figure 5-6 : Durée de la période d'induction en fonction de la hauteur de remplissage : béton chantier</i> .....	164
<i>Figure 5-7 : Vitesse du mortier en fonction de la vitesse de la pâte constitutive. Ligne pointillée est la droite <math>y=x</math>.</i> .....	165
<i>Figure 5-8 : Vitesse de l'eau ressuée du béton en fonction de la vitesse de l'eau ressuée de sa pâte constitutive (béton laboratoire et béton chantier)</i> .....	166
<i>Figure 5-9 : Débit par unité de surface en fonction de la hauteur de différent remplissage pour le béton chantier. La ligne pointillée est une puissance <math>3/2</math> de la hauteur</i> .....	167
<i>Figure 5-10 : fraction volumique solide finale de la pâte dans chaque mortier étudié</i> .....	174
<i>Figure 5-11 : fraction volumique solide finale de la pâte présente dans le béton en fonction de la fraction volumique solide finale de la pâte constitutive (béton laboratoire et béton chantier)</i> .....	175
<i>Figure 5-12: fraction volumique solide finale de la pâte présente dans le béton en fonction de la pression appliquée (béton chantier)</i> .....	176
<i>Figure 5-13 : compacité relative finale et initiale des trois bétons étudiés (chantier, laboratoire et correction)</i> 178	
<i>Figure 0-1: Un micro-tomographe à rayons X disponible au Laboratoire Navier</i> .....	193
<i>Figure 0-2: Essai de la norme suédoise B5 6.33 [4]</i> .....	195
<i>Figure 0-3:Dispositif de l'essai de Sawaide &amp; Iketani [5]</i> .....	196
<i>Figure 0-4:Dispositif de la méthode de sillions de Josserand [4]</i> .....	196
<i>Figure 0-5:Dispositif de la méthode visuelle de Powers [6]</i> .....	197
<i>Figure 0-6:Dispositif de la méthode de Khayat</i> .....	198

# Liste des tableaux

<i>Tableau 2-1 Composition chimique du ciment de référence .....</i>	<i>62</i>
<i>Tableau 2-2 : Propriétés des ciments utilisés .....</i>	<i>69</i>
<i>Tableau 2-3 Seuil d'écoulement de la pâte du ciment et du mortier : après malaxage et après 2h de repos.....</i>	<i>83</i>
<i>Tableau 3-1 les différents E/C des ciments étudiés.....</i>	<i>101</i>
<i>Tableau 4-1 Résumé des caractéristiques des deux appareils de ressuage forcé [].....</i>	<i>131</i>
<i>Tableau 4-2 Formule du béton testé (dosages en kg par m3 de béton).....</i>	<i>135</i>
<i>Tableau 5-1 : Formule du béton testé au laboratoire .....</i>	<i>157</i>
<i>Tableau 5-2 : Caractéristiques des différents ciments utilisés .....</i>	<i>157</i>
<i>Tableau 5-3 : Formule du béton testé sur chantier .....</i>	<i>158</i>
<i>Tableau 5-4 : Caractéristiques des pieux testés .....</i>	<i>160</i>

