

---

# Comportement rhéologique des pâtes cimentaires destinées aux bétons autoplaçants.

**Benmounah Abdelbaki<sup>(1)</sup>, Kheribet Rabia<sup>(1)</sup>, Samar Madjid<sup>(1)</sup>, Saidi Mohammed<sup>(2)</sup>.**

*<sup>(1)</sup>Laboratoire des matériaux minéraux et composites (LMMC), Université de Boumerdès, Algérie.*

*<sup>(2)</sup>Département génie des matériaux, Faculté des sciences de l'ingénieur (FSI), Université de Boumerdès, Algérie.*

E-mail : [benmounah2000@yahoo.fr](mailto:benmounah2000@yahoo.fr)

---

*RÉSUMÉ. L'utilisation des adjuvants dans la formulation des bétons autoplaçants tend à se généraliser. Cependant, il est nécessaire de tenir compte de la composition chimique du ciment, particulièrement de la teneur en SO<sub>3</sub>, qui peut inhiber ou limiter l'action de ces superplastifiants.*

*Afin de mettre en évidence ces phénomènes, on se propose d'évaluer l'action des sulfates en incorporant des ajouts sulfatés de nature différente.*

*Notre travail consiste donc à étudier les propriétés rhéologiques et les caractéristiques physiques des pâtes obtenues à base de deux types de ciment (CPA et CRS).*

*L'expérimentation porte sur deux rapports E/C (0.50 et 0.30). Pour le second, nous avons utilisé un superplastifiant de type Polynaphtalène Sulfonate (PNS).*

*Les résultats obtenus montrent en effet que la présence des sulfates entraîne des comportements rhéologiques différents en fonction de la nature des sulfates et des ciments utilisés.*

*Mots clés : ciment, rhéologie, superplastifiants, contrainte de cisaillement, viscosité plastique, béton autoplaçant*

---

## 1. Introduction

Dans le béton, l'hydratation du ciment ne dépend pas uniquement des phases majeures (C3S, C2S, C3A, C4AF), mais aussi de l'effet des alcalis et des sulfates. Selon leur forme et leur concentration, ces sulfates et alcalis peuvent améliorer ou détériorer les propriétés des bétons frais et durcis.

Les sulfates alcalins présents dans le clinker jouent le rôle de régulateur de prise.

L'influence des sulfates sur le comportement rhéologique de la pâte du ciment ne dépend pas uniquement des quantités présentes dans le clinker, mais de la forme des sulfates présents et surtout de la vitesse de passage des ions  $SO_4^{2-}$  et  $Ca^{2+}$  en solution dans l'eau de gâchage.

Aussi, la quantité d'alcalis provenant des formes des sulfates alcalins influe sur l'hydratation initiale du ciment. Leur effet diffère de celui des alcalis incorporés dans les phases silicates et aluminates du ciment.

La formulation des bétons modernes (BAP) exige des rapports E/C faibles, d'où la nécessité de l'utilisation de différents superplastifiants (3).

L'étude de l'interaction entre le ciment et superplastifiants s'avère indispensable afin d'élucider le problème d'incompatibilité ciment/superplastifiants, et par conséquent éviter les problèmes de la perte de fluidité des coulis.

L'adsorption de superplastifiant est aussi influencé par la concentration d'ions sulfates dans l'eau interstitielle.

## 2. Rhéologie des bétons modernes

Les principaux paramètres rhéologiques des suspensions sont la viscosité plastique, la vitesse de cisaillement, le seuil de cisaillement, la thixotropie, etc.

### 2.1. Comportement rhéologique des fluides

Le comportement le plus simple est le comportement Newtonien qui a une relation linéaire entre contrainte de cisaillement et taux de cisaillement. La contrainte de cisaillement de ce fluide (par exemple eau) peut être décrite par (1)

$$\tau = \eta \dot{\gamma}$$

La pâte de ciment, mortier et béton peuvent être décrits comme des suspensions viscoplastiques. Cela veut dire qu'au-dessous d'une valeur de la contrainte critique (c.-à-d. le seuil de cisaillement), la matière se comporte comme un solide mais s'écoule comme un liquide visqueux, quand cette contrainte est dépassé ( $\tau > \tau_0$ ). Le type le plus simple de ce comportement est le comportement linéaire du fluide de Bingham (Fig. 1 et Tab 1) :

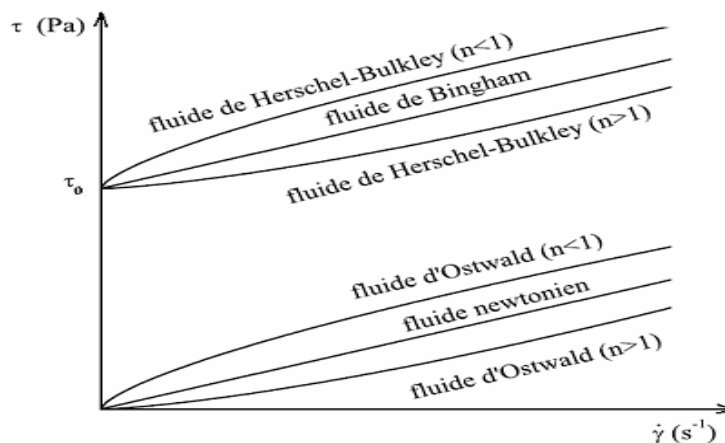


Figure. 1: différents Comportements d'écoulement (8)

<i>Différents modèles rhéologiques</i>	<b>Equation caractéristique</b>
Modèle de Bingham	$\tau = \tau_0 + \eta_p \dot{\gamma}$
Modèle d'Eyring	$\tau = a \sinh^{-1}(b\dot{\gamma})$
Modèle de Casson	$\tau = \tau_0 + \eta_\infty + 2(\tau_0 \eta_\infty)^{1/2} \dot{\gamma}^{1/2}$
Modèle de Herschel-Bulkley	$\tau = \tau_0 + K\dot{\gamma}^n \quad n < 1$
Modèle de Von-Berg	$\tau = \tau_0 + b \sinh^{-1}(\dot{\gamma}/c)$
Modèle de Sisko	$\tau = a\dot{\gamma} + b\dot{\gamma}^c \quad c < 1$
Modèle de Robertson-Stiff	$\tau = A(\dot{\gamma} + B)^c$
Modèle d'Atzeni et al	$\tau = \tau_0 + \eta_\infty \dot{\gamma} + b \sinh^{-1}(\dot{\gamma}/c)$

Tableau 1 : Modèles rhéologiques (8, 5,10)

## 2. 2. Interaction C3A-plastifiant

L'étude de l'interaction entre le C<sub>3</sub>A et un PNS a trouvé que la quantité de PNS consommé par le C<sub>3</sub>A dépasse la quantité adsorbable. Par ailleurs l'hydrate formé semble stable. (3)

Les plastifiants ont aussi un effet sur la dissolution des sulfates et sur la nucléation des cristaux d'ettringite.

## 2. 3. Les sulfates alcalins

L'effet des sulfates alcalins sur la rhéologie des pâtes de ciment est un facteur non négligeable. Ces sulfates alcalins sont principalement: arcanite (K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), langbeinite(2CaSO<sub>4</sub>.K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), aphtitalite Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.3K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).

Il existe une compétition entre les alcalis et les sulfates lors de l'hydratation des ciments. On devait donc tenir compte de la teneur en SO<sub>3</sub> des sulfates alcalins des ciments avant d'ajouter du gypse au clinker, à 3% environ. Cette méthode est valable pour les ciments destinés pour les bétons ayant un rapport E/C élevé, mais pour les bétons à haute performance, avec des rapports E/C faibles, il est impératif de tenir compte des sulfates alcalins et des ions SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> qu'ils apportent. Les sulfates et les alcalis sont reliés par le degré de sulfuration :

$$DS = \frac{SO_4^{2-}}{1.292 Na_2O + 0.85 K_2O}$$

Les comportements rhéologiques des pâtes (ou des bétons) sont influencés par les alcalins et par les sulfates. Tous les sulfates alcalins ont une solubilité élevée. Par rapport à l'hémihydrate ( $CaSO_4 \cdot 1/2H_2O$ ), la langbeinite ( $2CaSO_4 \cdot K_2SO_4$ ) contribue à un meilleur comportement rhéologique.

#### 2. 4. Rôle des superplastifiants

Les superplastifiants améliorent la fluidité des bétons modernes en réduisant le rapport E/C. L'étude du mécanisme d'action de ces substances montre qu'il existe une interaction avec les phases du clinker lors des processus physico-chimiques de l'hydratation du ciment.(2).

### 3. Expérimentation

#### 3. 1. Matériaux

Le but de ce travail est d'étudier l'effet des différents types de sulfates alcalins sur le comportement rhéologique et l'hydratation initiale de la pâte de ciment. Les résultats obtenus seront influencés par le taux d'alcalis provenant du sulfate alcalin ajouté. Tous les essais sont effectués conformément aux normes en vigueur (AFNOR) avec un rapport E/C = 0,50. Cependant, en présence du superplastifiant, le rapport E/C est réduit à 0.30.

##### 3.1. 1. Clinkers :

Deux types de ciment ont été choisis:

- CRS ayant une teneur en  $C_3A$  de 2.33 %
- CPA ayant une teneur en  $C_3A$  de 8.83 %.

Les teneurs en Equivalent alcalins des clinkers CRS et CPA sont respectivement 0,46 %, et 0,95 % ; leur teneur en  $SO_3$ , sont respectivement égales à 1.82 % et 2.28 %.

$$Na_2O_{\text{éq.}} = Na_2O (\%) + 0,658 K_2O$$

Le degré de sulfurisation du ciment,  $DS = \frac{SO_3}{(1,292Na_2O + 0,85K_2O)}$ ,

Dans notre cas, nous avons tenu compte aussi du  $SO_3$  provenant des sulfates ajoutés.

	SiO <sub>2</sub> (%)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	CaO (%)	MgO (%)	K <sub>2</sub> O (%)	Na <sub>2</sub> O (%)
CRS	21,33	3,63	4,31	64,97	2,29	0,56	0,09
CPA	22,59	5,42	3,32	61,80	1,14	0,82	0,41

	SO <sub>3</sub> (%)	CaO <sub>(l)</sub> (%)	Ins (%)	PF (%)	SSB (cm <sup>2</sup> /g)	Ms (g/m <sup>3</sup> )
CRS	1,82	1,41	0,35	1,14	2805.49	3.17
CPA	2,28	1,54	3,98	1,88	3427.48	3.03

Tableau 2 : Composition chimique des deux clinkers.

Minéraux Ciment	C <sub>3</sub> S (%)	C <sub>2</sub> S (%)	C <sub>3</sub> A (%)	C <sub>4</sub> AF (%)
CRS	60,90	15,23	2,33	13,10
CPA	57,23	17,17	8,83	9,52

Tableau 3 : Composition minéralogique des deux clinkers.

Caractéristiques	CaSO <sub>4</sub> . 2 H <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
Masse volumique, g/cm <sup>3</sup>	2.32	2.66	2.70
Solubilité g/l	2 g/l	111	160

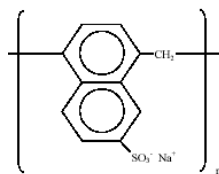
Tableau 4 :Caractéristiques physiques des sulfates utilisés.

### 3.1. 2. Superplastifiant :

Le Poly Naphtalène Sulfonate (PNS) : Le PNS est un polymère constitué de la répétition d'un même motif de formule :  $[-CH_2-C_{10}H_7(SO_3^-Na^+)]_n$ .

Celui-ci est composé d'un groupement naphtalène sur lequel est greffée en position  $\beta$  une fonction sulfonate .

Les polycondensats de formaldéhyde et de naphtalène sulfoné (PNS) sont d'une efficacité dispersante très liée à la nature du ciment. Ils sont un peu plus retardateurs que les PMS et sont légèrement entraîneurs d'air.



Structure du Poly Naphtalène Sulfonate

Le superplastifiant utilisé lors de la confection des coulis et mortiers est à base de polynaphtalene sulfonate .

### 3. 2. Compositions des mélanges étudiés.

Les compositions des mélanges étudiés sont les suivantes :

- CRS ----- CRS sans addition
- CRS-GY ----- CRS + 5 % de gypse (CaSO<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O)
- CRS-Na ----- CRS + 5 % du sulfate de sodium (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)
- CRS-K ----- CRS + 5 % du sulfate de potassium (K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)
- CPA ----- CPA sans addition
- CPA-GY ----- CPA + 5 % de gypse (CaSO<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O)
- CPA-Na ----- CPA + 5 % du sulfate de sodium (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)
- CPA-K ----- CPA + 5 % du sulfate de potassium (K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)

**Caractéristiques importantes**

Mélanges	C <sub>3</sub> A (%)	SO <sub>3</sub> (%)	NA <sub>2</sub> O <sub>eq</sub> (%)	NA <sub>2</sub> O (%)	K <sub>2</sub> O (%)	SO <sub>3</sub> * (%)	DS
<b>CRS</b>	2,33	1,82	0,46	0,09	0,56	0,00	3,07
<b>CRS-GY</b>	2,33	1,82	0,46	0,09	0,56	2,06	6,55
<b>CRS-Na</b>	2,33	1,82	0,46	0,09	0,56	2,81	7,82
<b>CRS-K</b>	2,33	1,82	0,46	0,09	0,56	2,70	7,63
<b>CPA</b>	8,83	2,28	0,95	0,41	0,82	0,00	1,85
<b>CPA-GY</b>	8,83	2,28	0,95	0,41	0,82	2,06	3,53
<b>CPA-Na</b>	8,83	2,28	0,95	0,41	0,82	2,81	4,14
<b>CPA-K</b>	8,83	2,28	0,95	0,41	0,82	2,70	4,05

SO<sub>3</sub>\* : provenant des sulfates ajoutés

*Tableau 5 : caractéristiques importantes des mélanges étudiées.*

**Remarques**

Le degré de sulfuration du ciment **DS** ne tient pas compte du SO<sub>3</sub> provenant des sulfates ajoutés dont les valeurs sont portées dans le tableau 5 .

L'effet des alcalis sur le degré d'hydratation, la nature et la morphologie des hydrates influencent les propriétés physiques et mécaniques tels que le temps de prise, la fluidité (maniabilité), l'expansion, le retrait et les résistances mécaniques.

**4. Résultats et discussions****4.1. Détermination du point de saturation en superplastifiant par rhéométrie.**

Le point de saturation est le dosage au-delà duquel le superplastifiant n'a plus d'effet sur les propriétés rhéologiques du coulis, de la pâte de ciment ou du béton. Il est déterminé par le rhéomètre AR 2000.

On varie le dosage du superplastifiant jusqu'à ce que le coulis ait un comportement presque newtonien, c'est à dire, une viscosité plastique constante en fonction du gradient de vitesse, en absence et en présence de sulfates dans le premier et dans le second cas.

Le point de saturation en superplastifiant avec un rapport eau/ciment égal à 0,30 a d'abord été déterminé pour le CRS et CPA seuls (sans sulfates). Les résultats obtenus sont représentés sur les rhéogrammes suivants :

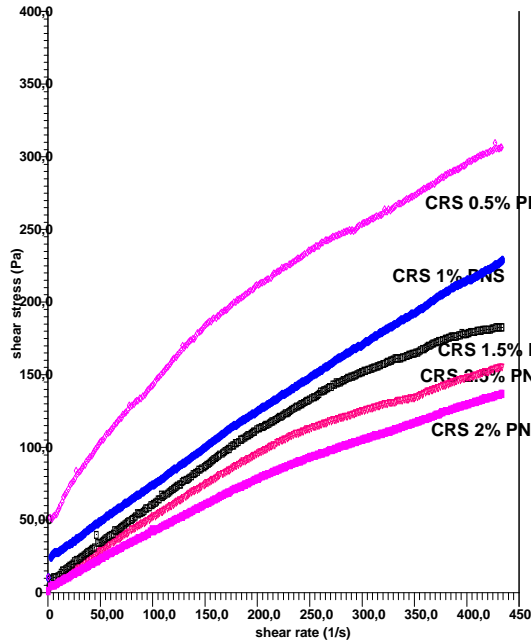


Figure 2 : Contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement des coulis de CRS (dosage en PNS; 0,5, 1, 1,5, 2, et 2,5) avec E/C=0,3.

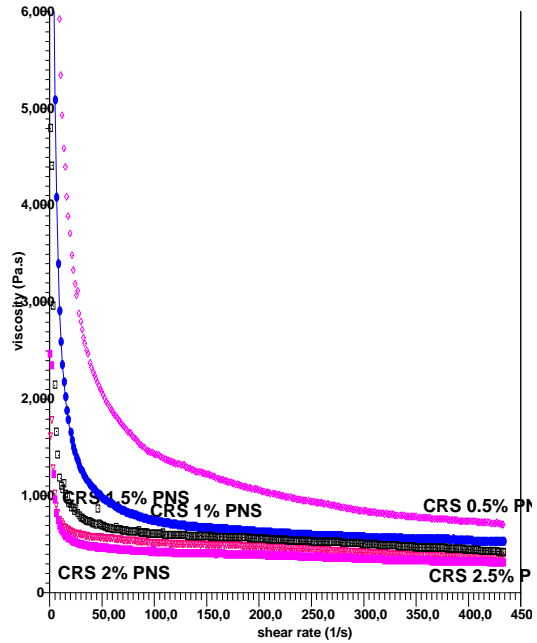


Figure 3 : Viscosité plastique en fonction du taux de cisaillement des coulis de CRS (dosage en PNS; 0,5, 1, 1,5, 2, et 2,5) avec E/C=0,3.

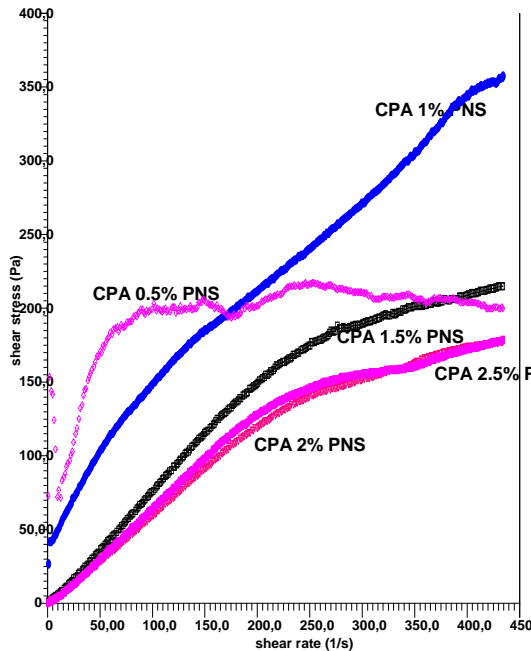


Figure 4 : Contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement des coulis de CPA (dosage en PNS; 0,5, 1, 1,5, 2, et 2,5) avec E/C=0,30.

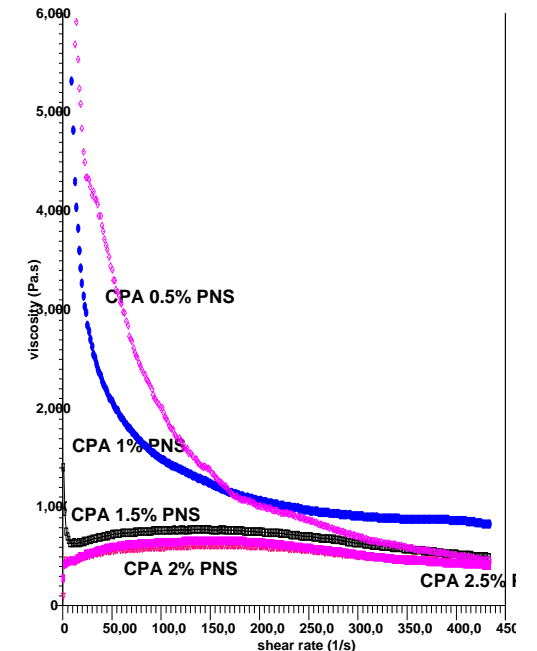


Figure 5 : Viscosité plastique en fonction du taux de cisaillement des coulis de CPA (dosage en PNS; 0,5, 1, 1,5, 2, et 2,5) avec E/C=0,30

D'après ces courbes, on remarque que le dosage en PNS est de 2 % pour le CRS et de 2.5 % pour le CPA. Ceci est dû au fait que les deux ciments présentent des compositions chimiques et minéralogiques différentes : le CPA présente une teneur plus élevée en C3A et en SO<sub>3</sub>, d'où plus de sites réactifs et une haute teneur en ions sulfates (en relation avec le phénomène d'adsorption).

#### 4.2. Propriétés physiques des pâtes (Consistance normale et délais de prise)

Cas du CRS :

CIMENT		CRS	CRS-GY	CRS-K	CRS-PNS	CRS-GY-PNS	CRS-K-PNS
Délai de prise	DP	179	173	173	137	194	58
	FP	245	280	280	226	275	126
EAU	V (ml)	135	135	148	97	105	108
	CN (%)	27,00	27,00	29,60	19,40	21,00	21,60

Cas du CPA :

CIMENT		CPA	CPA-GY	CPA-K	CPA-PNS	CPA-GY-PNS	CPA-K-PNS
Délai de prise	DP	235	240	146	200	140	45
	FP	340	320	185	320	370	75
EAU	V (ml)	142	146	162	96,5	97	126
	CN (%)	28,40	29,20	32,40	19,30	19,40	25,20

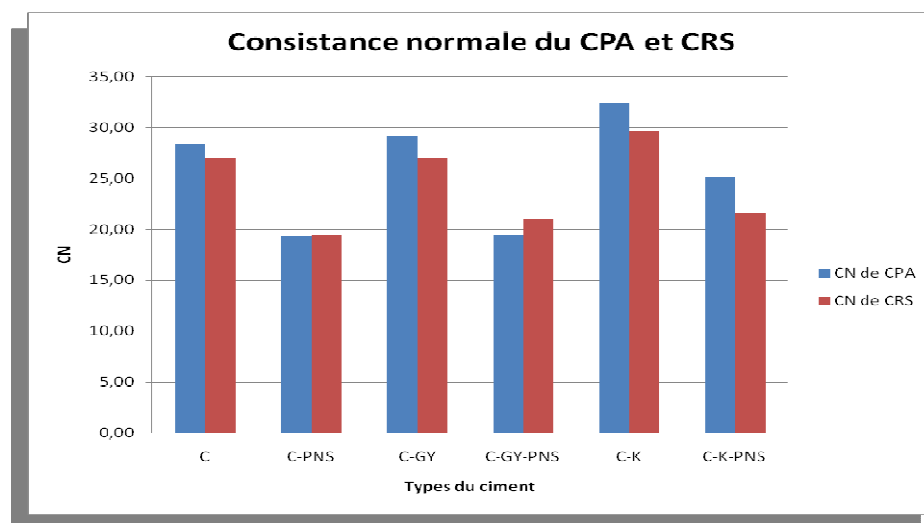


Figure 6 : Influence des différents sulfates alcalins ajoutés aux ciments (CRS et CPA) avec et sans superplastifiant sur la consistance normale.



Dans cette présentation graphique (Figure 6), on remarque que : le superplastifiant PNS joue toujours le rôle de réducteur d'eau mais d'une façon différente selon le type de ciment et selon la teneur et la nature en sulfate. D'où la consistance normale dépend :

- *Du dosage en PNS*: la réduction d'eau augmente en général avec le dosage en PNS.

- *De la teneur en  $C_3A$  du ciment*: plus le ciment est riche en  $C_3A$ , moins le superplastifiant est efficace car une certaine quantité de PNS s'adsorbe sur le  $C_3A$  et ne contribue plus, ainsi, à la dispersion des grains de ciment. L'ajout de PNS au CRS et au CPA donne la même consistance, donc, la détermination du point de saturation est précise.

- *De la teneur en sulfates alcalins du ciment et de la nature du sulfate utilisé* : dans ce cas, il y a adsorption compétitive entre le superplastifiant et les ions sulfates alcalins, sur le  $C_3A$ .

Si la concentration de l'ion sulfate dans la suspension de ciment augmente, alors la quantité de PNS adsorbée sur la surface des grains de ciment sera plus faible (fig 6). Les types de mélange « CRS-GY, CRS-K, CPA-GY, et CPA-K » avec le PNS ont une consistance supérieure par rapport au ciment témoin CRS et CPA. Donc, la présence d'alcalins tend à réduire l'efficacité du superplastifiant. En présence d'alcalins et à une concentration de sulfate alcalin élevée, les sulfates s'adsorbent plus rapidement sur les sites actifs de  $C_3A$ .

- *De la nature du sulfate de calcium utilisé lors du gypsage du ciment* : la nature du sulfate de calcium intervient surtout par sa vitesse de mise en solution; la consistance normale diminue en général avec l'augmentation de la solubilité.

- *De la surface spécifique du ciment* : plus la surface spécifique augmente, plus la consistance normale augmente.

Le délai de prise du CPA est supérieur à celui du CRS car la prise du ciment dépend de la finesse du ciment, du rapport E/C, de la température et de la nature du ciment. Dans notre cas, c'est la composition minéralogique du ciment qui est le facteur prépondérant. Le CRS a une teneur élevée en  $C_3S$  qui donne un délai de prise plus court. En présence de superplastifiant (PNS), il apparaît une légère accélération de prise due à une meilleure dispersion et répartition des grains du ciment ainsi qu'à l'effet réducteur d'eau.

La présence de PNS en solution entraîne une légère augmentation de la solubilité du sulfate dans la solution saturée. Cependant, dans certain dosage en superplastifiant, cet effet accélère légèrement la prise de ciment. (4,9).

Le délai de prise diminue en général en présence des sulfates alcalins, surtout avec le sulfate de potassium.

La littérature montre que la présence d'alcalis dans un ciment donné peut provoquer une prise rapide, une diminution de la résistance à long terme et une augmentation de l'expansion et du retrait (3,11,4).

Dans le cas de l'ajout de gypse, la prise est accélérée avec le CPA mais s'inverse avec le CRS car la teneur en  $C_3A$  dans le CRS est basse, donc le gypse est en excès et bloque l'hydratation de  $C_3A$ .

Il est évident que la forme de sulfate influe sur les délais de prise de la pâte de ciment, mais cet effet dépend de la température, de la quantité de  $SO_3$  et du rapport E/C.

### **4.3. Rhéologie des coulis de ciment.**

#### **4.3. 1. Etalement (Mini cône)**

Le mini cône est généralement utilisé pour étudier l'évolution de la maniabilité du coulis en fonction du temps. Ceci implique la mesure du diamètre d'étalement du coulis sur la plaque à différents intervalles de temps après la préparation du coulis (10,20, 30,40, 60, 90 et 120 minutes).

Tous les ciments ont été testés pour un rapport E/C=0,30 en présence de superplastifiant. Le dosage en superplastifiant est déterminé par l'essai du point de saturation.

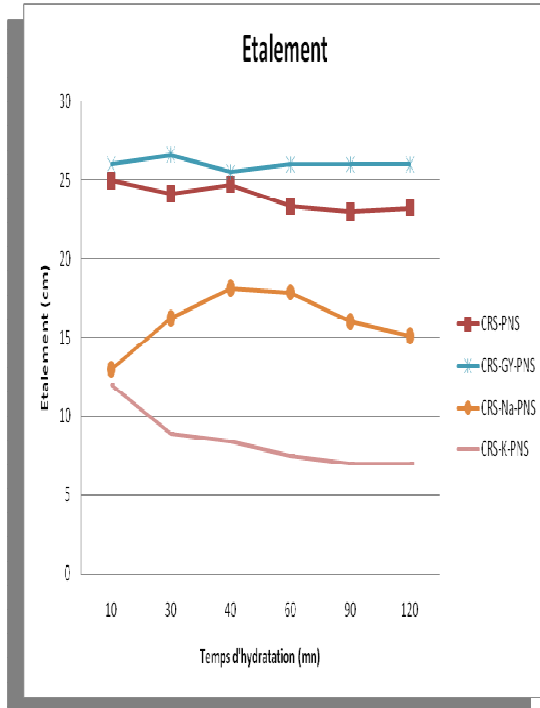


Figure 7 : Étalement en fonction du temps d'hydratation des ciments de la série CRS (CRS-GY, CRS-Na, et CRS-K) pour un rapport E/C = 0,30 avec 2 % de PNS.

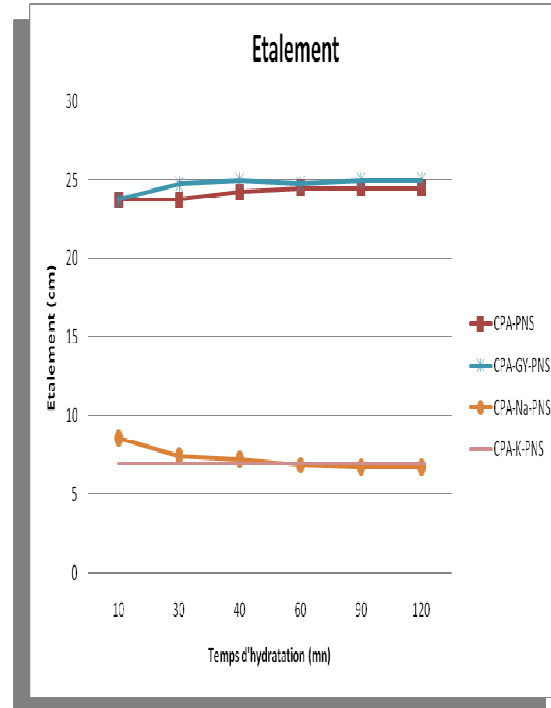


Figure 8 : Étalement en fonction du temps d'hydratation des ciments de la série CPA (CPA-GY, CPA-Na, et CPA-K) pour un rapport E/C = 0,30 avec 2.5 % de PNS.

Après le gâchage, les concentrations en calcium ( $\text{Ca}^{2+}$ ), en alcalins ( $\text{K}^+$  et  $\text{Na}^+$ ), en hydroxydes ( $\text{OH}^-$ ) et en sulfates ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) atteignent rapidement des valeurs élevées. Ces alcalins sont initialement présents dans les phases du clinker ( $\text{Na}_2\text{O}$  et  $\text{K}_2\text{O}$ ) ou sous forme sulfatée ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{K}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{K}_2\text{Ca}(\text{SO}_4)_2\cdot\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{Ca}_5(\text{SO}_4)_6\cdot\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{Ca}_2(\text{SO}_4)_3$ ). La présence de ces sels dans l'eau interstitielle, particulièrement des hydroxydes alcalins ( $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ) induit une diminution de la fluidité relative. (6,7)

Si le degré de sulfurisation est faible, il y a donc un excès d'alcalins. Par conséquent, ils pénètrent dans les réseaux cristallins des phases minérales  $\text{C}_3\text{A}$  et  $\text{C}_2\text{S}$ , le sodium dans le réseau cristallin du  $\text{C}_3\text{A}$  et le potassium dans celui du  $\text{C}_2\text{S}$ , de préférence.

Ces alcalins ont un effet sur l'hydratation des phases du ciment; ils provoquent une forme d'activation, ce qui améliore les résistances mécaniques court et moyen terme.

Le  $\text{C}_3\text{A}$  orthorhombique (dopé par  $\text{Na}^+$ ) a un meilleur comportement rhéologique que le  $\text{C}_3\text{A}$  cubique.

### Remarques

- Pour comparer deux degrés de sulfurisation, il faut avoir des pourcentages de  $\text{SO}_3$  totaux identiques.
- La teneur en  $\text{SO}_3$  dépend de la finesse du ciment et du pourcentage de  $\text{C}_3\text{A}$ . Dans les représentations graphiques (Figure 07 et 08), on peut distinguer deux groupes de ciments : Le premier groupe (CRS, CRS-GY, CPA, CPA-GY) est représenté par les ciments dont la teneur en ions sulfates et en degré de sulfurisation sont faibles et présente une bonne maniabilité. Le deuxième groupe ayant un degré de sulfurisation élevé, présente une mauvaise maniabilité.

-Le ciment avec ajout de gypse se comporte différemment par rapport au ciment avec ajout de sulfate de sodium : Le gypse en présence de superplastifiant améliore la fluidité. Ceci peut s'expliquer par l'effet du gypse sur les sulfates formés dans l'eau interstitielle, qui inhibe la formation de l'arcanite et l'aphtitalite.

- Le ciment CRS-GY présente une légère perte d'étalement par rapport au ciment CPA-GY car dans le cas de ciment CRS-GY, le gypse en excès (teneur en  $C_3A$  faible) précipite et donne une fausse prise.

-Une faible quantité en équivalents alcalins présente toujours une maniabilité et une stabilité meilleures qu'avec une quantité élevée en équivalent alcalin.

-Les ciments CRS-Na, et CRS-K présentent des étalements moins importants et une perte d'étalement plus élevée dans le temps.

-Les ciments CPA-Na et CPA-K présentent des étalements très faibles presque non mesurables. L'ajout de superplastifiant ne semble pas être efficace pour améliorer la fluidité des coulis des ciments.

L'effet négatif de l'arcanite et l'aphtitalite sur la fluidité est amplifié par la présence du superplastifiant.

Il semblerait que l'effet dispersant du superplastifiant accélère la réaction d'hydratation. (4,9).

#### *4.3. 2. Comportement rhéologique des pâtes cimentaires*

Les essais sont effectués sur plusieurs séries d'échantillons avec un rapport E/C=0,30 en présence de superplastifiant. Le dosage en superplastifiant est déterminé par l'essai du point de saturation.

Les essais rhéologiques ont été réalisés à 20°C à l'aide d'un rhéomètre AR2000 équipé d'une vanne Rotor en vitesse imposée selon le protocole suivant : précisaillement à  $50 \text{ s}^{-1}$  pendant 60 s suivi d'une période de repos de 30s. Ensuite une rampe linéaire croissante de vitesse de  $0-435 \text{ s}^{-1}$  est appliquée à partir du rhéomètre. Les courbes d'écoulement ont été analysées et modélisées par le logiciel Rhéology Advantage data Analysis (Version -V4.021).

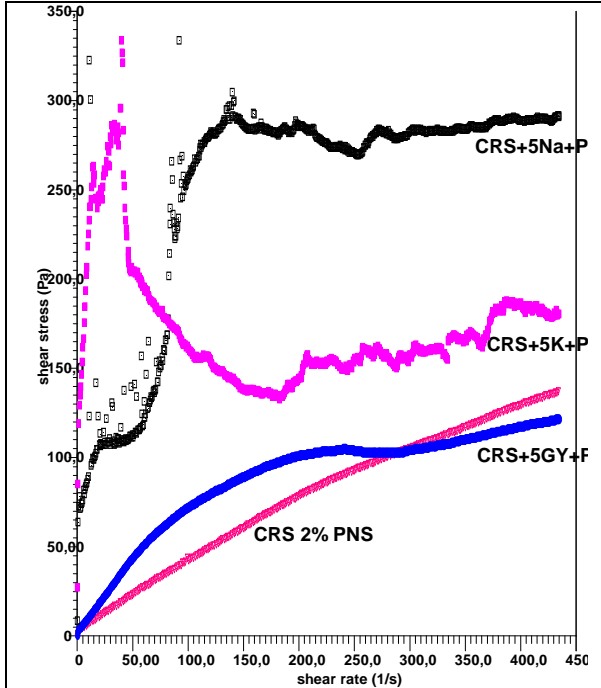


Figure 9: Contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement des coulis de ciment (CRS, CRS-GY, CRS-Na, et CRS-K) pendant 12 mn d'hydratation E/C=0.3 (avec PNS).

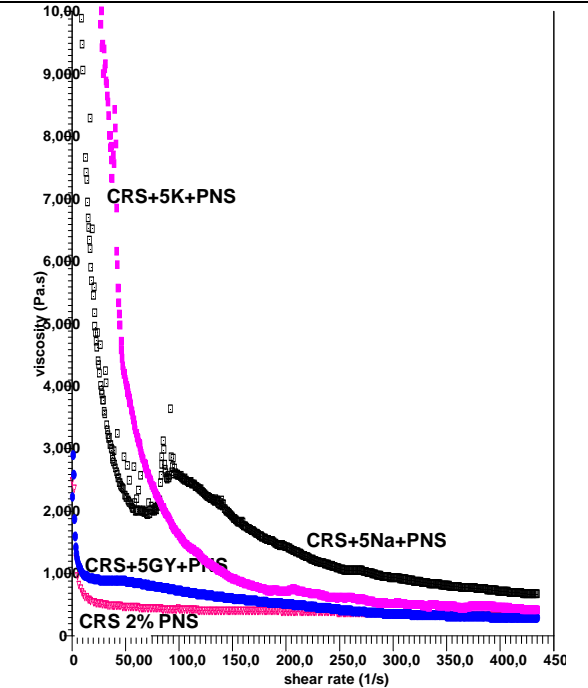


Figure 10: Viscosité plastique en fonction du taux de cisaillement des coulis de ciment (CRS, CRS-GY, CRS-Na, et CRS-K) pendant 12 mn d'hydratation E/C=0.3 (avec PNS).

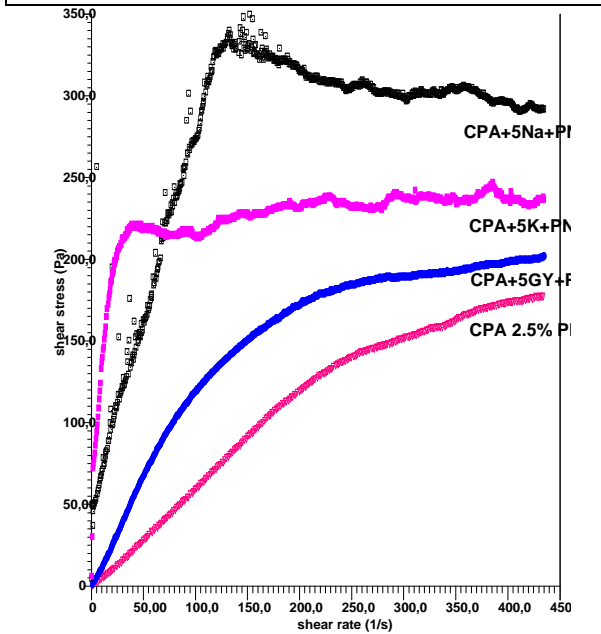


Figure 11: Contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement des coulis de ciment (CPA, CPA-GY, CPA-Na, et CPA-K) pendant 12 mn d'hydratation ; E/C=0.3 (avec PNS).

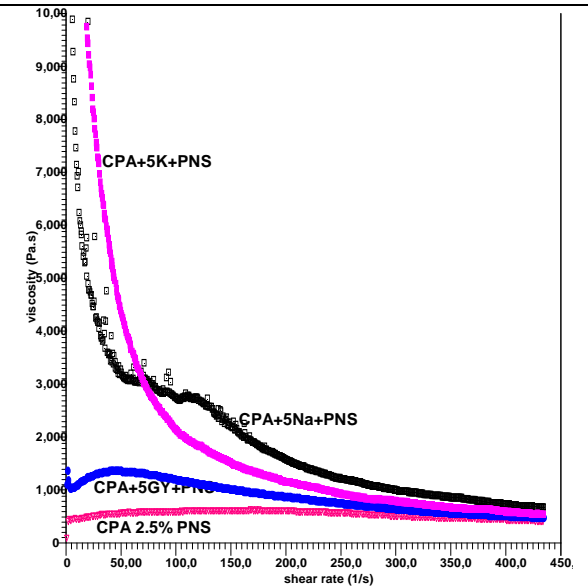


Figure 12: Viscosité plastique en fonction du taux de cisaillement des coulis de ciment (CPA, CPA-GY, CPA-Na, et CPA-K) pendant 12 mn d'hydratation ; E/C=0.3 (avec PNS).

### *Évolution de la contrainte de cisaillement*

D'après ces représentations graphiques, les ciments se comportent comme des suspensions viscoplastiques, c'est-à-dire, qu'au-dessous d'une certaine valeur de la contrainte critique ( le seuil d'écoulement ) , la matière se comporte comme un solide, mais s'écoule comme un liquide visqueux quand cette contrainte est dépassée ( $\tau > \tau_0$ ). Cependant, dans le cas des ciments contenant de l'arcanite et du sulfate de sodium, on a une formation d'agrégats ( figures 09 et 11 ) qui rendent l'écoulement difficile ( augmentation de la contrainte seuil  $\tau_0$  due à l'augmentation des forces de Van der Waals ).

### *Le seuil de cisaillement*

En pratique, les coulis de ciment ont un seuil d'écoulement et un comportement du type rhéofluidifiant caractérisé par le modèle rhéologique de Herschel Bulkley. En présence de superplastifiant, le seuil d'écoulement devient très faible (presque nul). Cependant, la viscosité plastique dépend de la contrainte appliquée et diminue avec l'augmentation du taux de cisaillement.

On remarque que les ciments CRS, CRS-GY, CPA, et CPA-GY ont le même seuil de cisaillement ( environ 8 Pascal ) ; par contre, les ciments CRS-Na, CRS-K, CPA-Na, et CPA-K ont des seuils de cisaillement plus important (8,12).

Les ciments de la série de CPA (CPA, CPA-GY, CPA-Na, et CPA-K) ont des seuils de cisaillement faibles par rapport aux ciments de la série de CRS (CRS, CRS-GY, CRS-Na et CRS-K) : Ceci peut être expliqué par la composition du ciment où le CPA contient plus de phase  $C_3A$  qui assure plus d'adsorption de superplastifiant donc une fluidité élevée et une faible viscosité. Tous les coulis de ciment ont montré un comportement rhéologique proche du modèle de Herschel Bulkley.

### *La viscosité*

On remarque que l'évolution de la viscosité plastique en fonction du gradient de cisaillement est identique pour les ciments des séries CRS et CPA , avec et sans ajouts de sulfates alcalins (en présence de superplastifiant PNS).

Les viscosités plastiques les plus élevées (CRS-K et CPA-K) peuvent résulter de la formation de la syngénite ( $CaSO_4 \cdot K_2SO_4 \cdot 2H_2O$ ) à partir de l'arcanite : Cette formation a besoin de beaucoup d'eau, et en plus, il y aura une augmentation de la cinétique d'hydratation des phases de ciment (surtout le  $C_3A$ ) par les ions alcalins provenant de l'arcanite.

L'effet négatif de l'arcanite et de l'aphtitalite sur la fluidité est amplifié par la présence de superplastifiant. Il semblerait que l'effet dispersant du superplastifiant accélère la réaction d'hydratation.(3,4).

Les ciments CRS, CRS-GY, CPA, et CPA-GY présentent une viscosité relativement faible dûe à la présence de gypse qui retarde la prise.

Le gypse en présence de superplastifiant améliore la fluidité. On peut l'expliquer par l'effet du gypse sur les sulfates formés dans l'eau interstitielle, qui inhibe la formation de l'arcanite et de l'aphtitalite.(3,4).

L'analyse des résultats montre que l'augmentation de la quantité d'alcalis dans les ciments (surtout les ciments avec arcanite) augmente de façon significative la perte d'étalement des coulis correspondant (figures 07et 8). Cette perte d'étalement est associée à une viscosité élevée (figures10 et 12). A des rapports  $E/C=0.30$ , malgré la présence de superplastifiant les coulis à base de ciments avec arcanite sont trop raides pour être malaxés.

Nous concluons que la substitution de l'arcanite (ou de l'aphtitalite) par du gypse, peut améliorer la fluidité des ciments, ce qui permet d'obtenir une meilleure hydratation initiale.

## **5. Conclusion**

L'influence des sulfates sur le comportement rhéologique de la pâte de ciment ne dépend pas uniquement des quantités présentes dans le clinker mais aussi des natures des sulfates .

La présence d'une quantité élevée d'alcalis dans les sulfates alcalins a un effet négatif sur la fluidité.

L'effet du sulfate de calcium est double. Il commence d'abord par diminuer la quantité d'alcalis en remplaçant ces derniers, mais aussi en apportant des ions  $\text{Ca}^{2+}$  dans la solution, ce qui permet de freiner l'hydratation des phases de ciment. L'ajout d'une importante quantité de gypse est donc nécessaire avec les clinkers riches en arcanite ou/et en aphtitalite.

Les ciments avec arcanite et/ou aphtitalite ont une demande en superplastifiant plus élevée que les ciments avec syngénite et/ou langbeinite de calcium.

Une présence importante de sulfates alcalins ou d'hémihydrate dans le ciment peut provoquer la cristallisation de la syngénite ou du gypse qui pourra diminuer la fluidité.

L'optimisation de la quantité et de la forme de sulfate dans le ciment reste un processus expérimental délicat. Les réactions d'hydratation dépendent de la texture des hydrates formés ; leur formation est généralement fonction de la composition des solutions.

La complexité de ces réactions, ainsi que la variation des phases et des formes des sulfates dans le ciment, forment un système difficile à maîtriser.

L'interaction entre  $\text{C}_3\text{A}-\text{SO}_3-\text{Na}_2\text{O}$  peut être exprimée par un facteur ( $\text{DS}/\text{C}_3\text{A}$ , par exemple). Pour chaque forme de sulfate alcalin dans le clinker, ce facteur présente un optimum qui donne la meilleure maniabilité.

Une recherche plus détaillée sur ce facteur devrait être effectuée en étudiant des clinkers industriels ayant des dosages différents en  $\text{C}_3\text{A}$ ,  $\text{SO}_3$ , ainsi que la nature des sulfates alcalins ajoutés.

## 6. Références bibliographiques

- Colleparidi M. , 1971 , «The rheological behaviour of cement pastes », II Cemento 68, 1971 , 99-106 .
- Uchikawa H, Hanehara S , Shirasaka T , 1992 , « .Effet of admixture on hydration of cement, adsorptive behaviour of admixture and fluidity and setting of fresh cement paste». Cem Concr Res 22 1992, 1115- 1129.
- Bouracan S., 1997 « Effet des sulfates alcalins sur les propriétés des ciments avec et sans super plastifiant » ; 1997 Université Sherbrooke (Québec) Canada.
- GRIESSER A. , 2002, "Cement-Superplasticizer Interactions at Ambient Temperatures; for the degree of Doctor of Technical Sciences" 2002; Swiss federal institute of technology.
- Sheinn A M M, Ho D.W.S., Tam C.T., 2002, Rheological model for self compacting concrete- paste rheology, in C.T.Tam(Ed) Proceedings of the 27th Conference on Our World in Concrete and Structures , Singapour, CI-Premier , Singapour , 28-29 August 2002, pp, 517-523 .
- Compartet C. , 2004, « Etude des interactions entre les phases modèles représentatives d'un ciment Portland et des superplastifiants du béton » ; thèse de doctorat 2004 ; Université de Bourgogne -UFR des Sciences et Techniques.
- LOOTENS D., 2004, « Ciments et suspensions concentrées modèles, écoulement, encombrement et floculation » ; thèse de doctorat de l'Université Paris VI.
- Nehdi M, Rahmam M- A, 2004 , « Estimating rheological properties of cement paste using various rheological models for different test geometry , gap and surface friction, » Cem. Concr . Res 34 2004 1993-2007.
- Perche F., 2004 « Adsorption de polycarboxylates et de lignosulfonates sur poudre modèle et ciments » ; thèse no 3041 2004 ; école polytechnique fédérale de Lausanne.
- AMZIANE S., 2005, « Contribution à l'étude des matériaux cimentaires à l'état frais ; Pour l'obtention de l'Habilitation à Diriger des Recherches en Sciences 2005 » ; Université de Bretagne sud.
- PLATEL D. , 2005 « impact de l'architecture macromoléculaire des polymères sur les propriétés physico-chimiques des coulis de ciment » ; thèse de doctorat de l'université pierre et marie curie 2005.

Westerholm M., 2006, Rheology of the Mortar Phase of Concrete with Crushed Aggregate; Luleå University of Technology 2006.