

Caractérisation de la prise des matériaux cimentaires

Amziane S.*, Ferraris C. F.**

* *Laboratoire de Génie Mécanique et Matériaux, Université de Bretagne Sud, Lorient*

Lorient, France.

** *Building and Fire Research Laboratory, National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD, USA*

Résumé : La mesure de l'évolution des caractéristiques mécaniques pendant la période de prise des matériaux cimentaires représente un des paramètres clés de la maîtrise des procédés en génie civil (Pompée, temps de décoffrage, mise en forme, ...). Actuellement, le test de Vicat représente l'essai standard du suivi de la prise. L'information obtenue à partir de cet essai (temps de début et de fin de prise) est largement insuffisante pour juger par exemple du temps pendant lequel le matériau est pompable, extrudable ou décoffrable. Dans ce contexte, nous présentons une étude d'investigation sur la possibilité de caractériser la prise par le biais du suivi de l'évolution de paramètres intrinsèques du matériau tel que le seuil de cisaillement, la viscosité et la pression interstitielle. Ainsi la prise de pâtes de ciment est étudiée, au travers d'une part de l'évolution du seuil de cisaillement et de la viscosité obtenu par deux tests spécifiques au rhéomètre plan-plan et d'autre part en suivant la cinétique de pression interstitielle dans le mélange. Les résultats de ces expérimentations sont discutés et confrontés aux tests de Vicat. En conclusion, nous proposons de redéfinir la prise à partir des temps caractéristiques identifiés sur les tests de rhéologie et d'évolution des pressions.

Abstract : The measurement of the evolution of mechanical characteristics during the setting period of cementitious materials is paramount to control the schedule of construction of structures in civil engineering (pumping, time for formwork removal, placement...). To characterize setting of the cement, the Vicat test is the standard test. The information obtained from this test (initial and final set) is largely insufficient to, for example, determine the time during which the material is pumpable or extrudable. In this context, our investigation deals with monitoring the setting period through the variations of intrinsic material mechanical parameters such as the yield stress, the plastic viscosity and the pore water pressure. Several cement pastes were investigated. The evolution of the properties was monitored by the measurements of rheological properties and with the recording of the pore water pressure in the mixture. The rheological measurements used two methods, stress growth and shear rate sweep, on a parallel-plate fluid rheometer. The results of these experiments are discussed and compared with the Vicat test. We show that the proposed tests are more sensitive to the setting evolution of cement paste than the Vicat test and provide more information at an early age.

Mots-clé : Prise, pâte de ciment, rhéologie, pression interstitielle

1. Introduction

La prise des matériaux cimentaires s'accompagne d'un ensemble de phénomènes mécaniques, thermiques et physico-chimiques dont la mesure de la cinétique est à l'origine de la majorité des méthodes de mesure de la prise. Une synthèse du début du siècle dernier [1] montre que les premiers dispositifs de la mesure de la prise sont principalement basées sur la résistance à la pénétration d'un outil. McKenna indique que le premier dispositif a été mis au point par le français Vicat Louis Joseph, le test est fondé sur la pénétration d'une aiguille entraînée par une charge dans une pâte de ciment à faible teneur en eau. Il permet de définir à partir d'un certain niveau d'enfoncement de l'aiguille le temps de début de prise et par un enfoncement nul, la fin de prise. Ainsi on compare qualitativement les différents types de ciment. Le dispositif de Vicat reste le plus utilisé de nos jours par les cimentiers pour définir la prise et fait l'objet de normes précises (ASTM C 191-99, EN 196-3, ...).

L'étude de la prise a été ensuite abordée par d'autres techniques fondées par exemple sur la mesure du dégagement de chaleur induit par l'hydratation. Les moyens d'observation tel que la microscopie électronique ont permis une compréhension plus fine de l'hydratation du ciment et des phénomènes physiques, qui l'accompagnent. Tout cela a contribué à l'émergence de nombreuses techniques d'investigations très élaborées. Pour suivre la cinétique d'hydratation du ciment, les techniques les plus récentes utilisent la propagation d'ondes acoustiques, de conductimétrie électrique ou encore de mesure du retrait plastique.

Pour autant, bien qu'aujourd'hui, le phénomène de la prise soit connu les mesures déduites demeurent difficilement exploitables dans la pratique. Les méthodes récentes d'auscultation présentent par ailleurs la difficulté d'une mise en relation avec des grandeurs mécaniques de type contrainte et déformation.

Ce bref aperçu montre que les méthodes de caractérisations mécaniques n'ont pas connue

d'avancée significative depuis les travaux de Vicat au milieu du 19ème siècle en terme de normalisation. En conséquence, il nous semble que de nouveaux travaux doivent être menés sur l'évolution de la structuration des matériaux cimentaires en utilisant des méthodes fondées sur l'évolutions des grandeurs mécaniques pendant la prise.

2. Expérimentation

Les mélanges de pâte de ciment expérimentés sont présentés sur le tableau 1. Un ciment Portland (CEM II/B-LL-32.5 R) a été utilisé. La procédure de malaxage est largement décrite dans [2]

Tab. 1 : composition des mélanges.

Mélange	E [L/m ³]	C [kg/m ³]	E/C	ϕ_0	ρ [kg/m ³]
P30	478	1593	0.30	0.52	2070
P36	523	1454	0.36	0.48	1977
P45	579	1285	0.45	0.42	1864

E: eau, C: ciment, ϕ_0 : fraction de volume solide

Les dispositifs expérimentaux sont d'une part un rhéomètre plan-plan (figure 1.A) et d'autre part une colonne coffrante dédiée à la mesure de la pression interstitielle (figure 1.B). Les plateaux du rhéomètre sont de diamètre égale à 35 mm et possède une surface rugueuse. L'espace entre plateaux est pris égale à 1 mm.

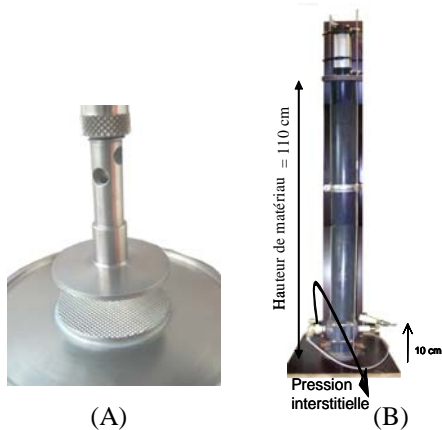


Fig.1 : Dispositifs expérimentaux. (A) Rhéomètre plan-plan, (B) Dispositif de mesure des pressions interstitielles.

La pression interstitielle est mesurée à l'aide d'un capteur de pression fixé sur un bloc désaérateur saturé d'huile et séparé du matériau par un dispositif de filtration de l'eau en fibre de coton compactée. L'huile hydrofuge dans la chambre se met en équilibre de pression avec l'eau présente dans la pâte par transfert de pression à travers le filtre [5]. Pour les mesures du seuil de cisaillement, τ_0 , de la viscosité plastique, μ , ou non-Newtonienne [8], μ_{nn} ,

deux types d'essais ont été effectués avec le rhéomètre : 1) cisaillement simple (Stress Growth) [3,4], 2) courbe d'écoulement avec taux de cisaillement contrôlé. Dans le cas de la courbe d'écoulement, le modèle de Bingham utilisé pour l'interprétation des résultats est le suivant :

$$\tau = \tau_0 + \mu\dot{\gamma} \quad (1)$$

avec $\dot{\gamma}$: taux de cisaillement, τ contrainte de cisaillement.

3. Résultats et discussion

Seul une partie des résultats sont discutés ici, une présentation plus large sera disponible dans la Ref. [4]. En outre, les mesures ont été effectuées une seule fois, une estimation correcte de l'erreur n'est en conséquence pas possible. Des études sont en cours pour développer la répétitivité des tests.

Au travers de la discussion des résultats nous proposons de croiser l'évolution de grandeurs rhéologiques (seuil de cisaillement et viscosité apparente) en fonction de la pression interstitielle.

3.1 Evolution de la pression interstitielle

L'évolution de la pression interstitielle dans une pâte de ciment a fait l'objet de notre part d'une présentation détaillée dans la littérature [5, 6,7]. De manière synthétique, l'idée que nous avons développée repose sur le concept suivant : Un matériau cimentaire à l'état frais s'écoule. Une fois dans son moule, il exerce une pression latérale quasi-hydrostatique dont la valeur dépend principalement de la hauteur de pâte de ciment fluidifiée. Il s'ensuit une cinétique en trois étapes : la pression diminue (figure 4), s'annule puis passe en pression négative avant retour à zéro et annulation définitive. La chute des pressions interstitielles trouve son origine dans le processus physicochimique dû à l'hydratation du ciment. Ce processus induit des dépressions capillaires au sein du matériau. Avant la prise de la pâte de ciment, la dépression est due à la baisse de l'humidité relative interne du matériau provoquée par le passage en solution des hydroxydes alcalins provenant du ciment dans la phase aqueuse. On propose de définir la prise par la valeur du temps auquel la pression latérale s'annule. Cette définition nous paraît pertinente à la fois par sa simplicité, du fait qu'elle soit uniquement fonction des paramètres intrinsèque du matériau et enfin parce que la méthode d'essai est non intrusive et est valable pour tout type de matériaux qui fait prise (pâte, mortier, béton, ...).

3.2 Evolution du seuil de cisaillement

L'évolution du seuil de cisaillement pendant la prise est mesurée en utilisant un test à cisaillement constant de la pâte de ciment. Le test est effectué au

taux de cisaillement le plus faible possible pour notre rhéomètre (0.01 s^{-1}). La figure 2 montre l'évolution typique des courbes obtenues pendant la prise. On observe à chaque fois trois phases :

-Phase pré-pic: La pâte de ciment à un comportement élastique linéaire suivi d'une phase non linéaire jusqu'au maximum de contrainte. La fin de la phase linéaire est certainement le seuil de cisaillement vrai. Cependant, la sensibilité de notre rhéomètre ne permet pas d'avoir plus de deux ou trois points avant le pic, particulièrement au très jeune âge ($t < 90 \text{ min}$), d'où l'incertitude dans la détermination de cette valeur en pré-pic.

-Pic de la courbe: la nature discrète de la valeur au pic nous permet d'approximer correctement le seuil de cisaillement y compris au très jeune âge.

-Phase post-pic: on observe un comportement adoucissant avec un palier plastique. A ce comportement succèdent pour des mesures effectuées après la prise initiale selon Vicat, des courbes très bruitées (en dent de scie) synonymes de frictions inter granulaires croissantes et d'une disparition progressive de l'eau interstitielle.

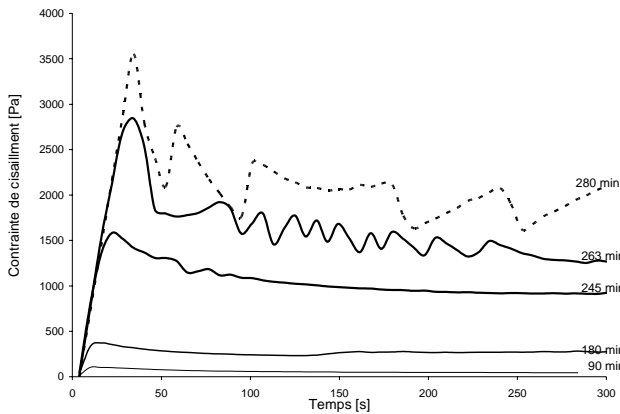


Fig. 2 : Accroissement de la résistance au cisaillement pendant la prise.

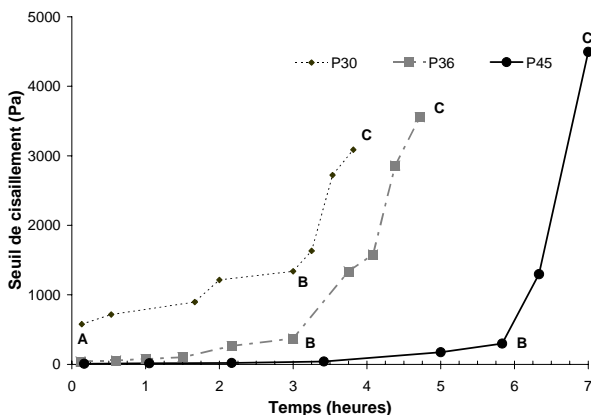


Fig.3 : Evolution du seuil de cisaillement pendant la prise.

On construit à l'aide des valeurs aux pics la courbe d'évolution du seuil de cisaillement pendant la prise (figure 3). Sur cette figure, deux sections quasi-linéaires sont observables:

-Section AB (entre le point A et B fig.3): Plus la teneur en eau augmente, plus la période est longue et

le gradient d'accroissement du seuil de cisaillement diminue.

-Section BC (entre le point B et C fig.3): l'augmentation rapide du seuil de cisaillement indique une évolution brusque de la structure de la pâte de ciment.

Tab. 2 : Comparatif des temps caractéristiques des différentes méthodes.

Test	tests rhéologiques		annulation pression interst.	Test de Vicat	
	Temps où le gradient du seuil de cisailment subit un accroissement (pt B) [h]	Temps d'inversion de la Viscosité plastique [h]		Début de prise (h)	Fin de prise (h)
P30	3.13	1.6	2.49	2.50	4.28
P36	3.37	5.13	3.05	3.25	5.0
P45	5.83	6.75	4.07	4.01	6.16

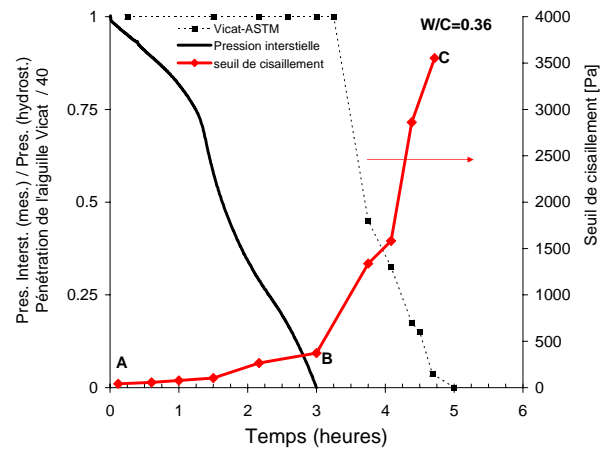


Fig. 4 : évolution de la pression interstitielle, du seuil de cisailment et de l'enfoncement Vicat pendant la prise de la pâte P36.

3.3 Définition du temps de prise

La figure 4 illustre les résultats des trois méthodes en fonction du temps : pression interstitielle, seuil de cisailment à taux de cisailment constant, et enfoncement Vicat. Relativement à la pression interstitielle, on observe sur la figure 4 une variation simultanée du seuil de cisailment, et de l'enfoncement Vicat. On observe clairement la simultanéité du changement de gradient du seuil de cisailment et de l'annulation de la pression interstitielle. Ce résultat montre ce que l'on pourrait appeler un couplage hydromécanique dans le comportement de la pâte de ciment. On propose à cet égard de définir la prise de la pâte de ciment par cette valeur particulière au point B. Le tableau 2 montre un comparatif avec la méthode Vicat. Il est notable que nos résultats soit à chaque fois dans les mêmes ordres de grandeur et que l'influence de l'eau induit les mêmes tendances quelle que soit la méthode de mesure.

3.4 Evolution de la viscosité

L'interprétation des résultats de l'écoulement des matériaux cimentaires est généralement réalisée à l'aide du modèle de Bingham (eq. 1). La viscosité non-Newtonienne est définie par le rapport contrainte de cisaillement / taux de cisaillement [8] à un taux de cisaillement donné. Pour l'obtention de la courbe d'écoulement, nous utilisons la méthode habituelle qui consiste à cisailier la pâte de ciment suivant un gradient de taux de cisaillement décroissant entre 50 s^{-1} et 0.1 s^{-1} par pas de 10 s^{-1} . Pour suivre l'évolution pendant la prise, les courbes sont enregistrées toutes les 15 min à 20 min. On remarque sur la figure 5 que la forme de la courbe d'écoulement n'est pas toujours parfaitement linéaire. La non linéarité est observable, d'une part aux faibles taux de cisaillement, et d'autre part tout au long de la structuration de la pâte conduisant à la prise. On observe notamment l'apparition de pentes négatives aux faibles taux de cisaillement et pour un temps supérieur à 85 min (figure 5).

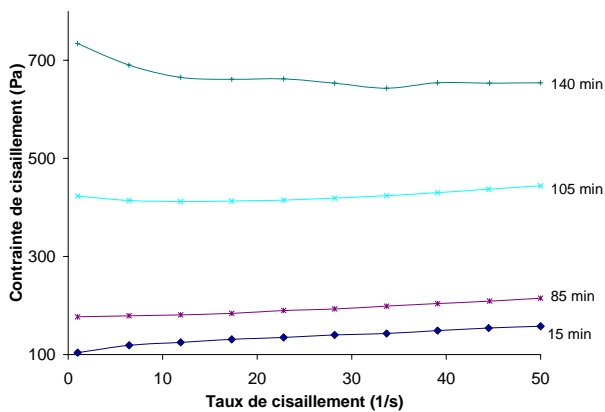


Fig. 5 : Evolution des courbes d'écoulement de la pâte P36 pendant la prise.

Nous présentons sur la figure 6 l'évolution de la pente de la courbe d'écoulement (pente calculée en utilisant à chaque fois trois points de la droite de Bingham de la figure 5) en fonction du taux de cisaillement moyen et le temps depuis le malaxage. Cette courbe suggère deux commentaires :

- Après malaxage, la viscosité plastique diminue, quand on augmente le taux de cisaillement. C'est le comportement typique d'un fluide à seuil non-Newtonien. Ce comportement a déjà été observé par d'autres chercheurs [9,10].
- Après environ 65 min, cette tendance s'inverse et la pente augmente simultanément avec le taux de cisaillement. Cette transition peut être interprétée comme étant le passage à une prédominance des forces frictionnelles qui jouent alors un rôle majeur.

Bien entendu, quand le comportement est non linéaire le calcul d'une « viscosité plastique » négative n'a pas de sens. Toutefois, l'évolution de la viscosité non Newtonienne montre que quel que soit le taux de cisaillement la viscosité reste positive et s'accroît pendant la prise (Fig. 7). Cet accroissement est plus important aux faibles taux de cisaillement.

Ce résultat plus logique, conforme aux résultats classiques, n'est toutefois pas aussi riche en enseignements que celui en rapport avec l'évolution de la pente de la courbe d'écoulement. L'inversion positive/négative est susceptible de représenter un critère clair pour définir la prise. Pour expliquer l'inversion de pente positive/négative, la littérature donne des pistes qui semblent s'adapter à notre cas, particulièrement l'étude de Ancy et Coussot [11]. Leurs tests ont été effectués sur un fluide modèle ayant des caractéristiques rhéologiques proches de notre pâte de ciment, à savoir une suspension de billes de verre de rayon égale à $150 \mu\text{m}$ en suspension dans un fluide Newtonien de viscosité égale à $0.96 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ de concentration de volume solide de 60.5% . Notre pâte de ciment a une concentration solide de 52% (Table 1) et la viscosité se situe juste après malaxage entre $0.9 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ et $2.5 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ (Figure 6) suivant le taux de cisaillement.

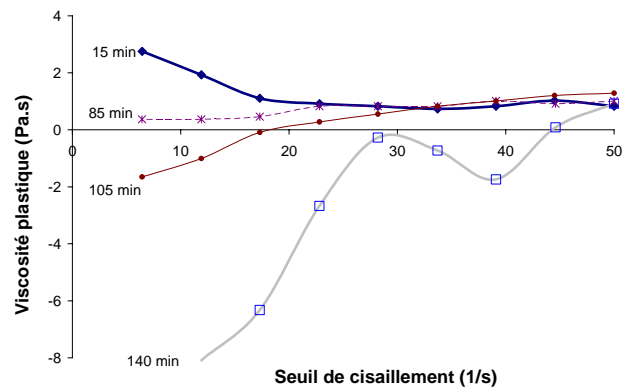


Fig. 6 : Evolution de la viscosité plastique pendant la prise en fonction du taux de cisaillement induit.

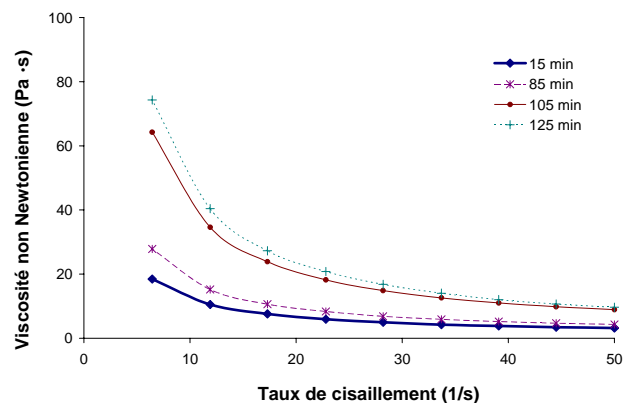


Fig. 7 : Evolution de la viscosité non Newtonienne pendant la prise en fonction du taux de cisaillement induit.

Ancy et Coussot [11] stipulent qu'aux faibles vitesses de cisaillement, les particules sont en contact direct les une avec les autres. Le frottement solide entre particules permet de distribuer la force de pesanteur le long du réseau de particules en contact. A partir d'une certaine vitesse, les forces visqueuses sont capables de lubrifier les contacts, le comportement macroscopique est entièrement gouverné par la dissipation visqueuse. La translation

de cette théorie valable pour un fluide Newtonien parfait à la pâte de ciment permet de dire que l'accroissement des contacts à mesure que l'eau interstitielle se raréfie, induit une augmentation de la résistance au cisaillement du matériau. Ce phénomène est amplifié aux taux de cisaillement faible ce qui conduit à l'obtention logique au calcul d'une pente négative.

4. Conclusions

Plusieurs méthodes sont disponibles pour suivre l'évolution de la prise des matériaux cimentaires. La plus utilisée reste encore celle proposée par Vicat, malgré son absence de sensibilité au début de structuration de la pâte observable avant le temps de début de prise. Afin de palier à ce déficit, nous avons investigué plusieurs possibilités utilisant l'évolution de la pression interstitielle et des propriétés rhéologiques pendant la prise. Les méthodes proposées permettent de détecter de manière précise les évolutions de la structuration de la pâte de ciment dès le malaxage à l'aide de grandeurs mécaniques. En effet :

-Immédiatement après malaxage, on observe une chute de la pression interstitielle et une augmentation simultanée du seuil de cisaillement.

-La pression interstitielle décroît progressivement et s'annule à un temps caractéristique où l'on observe un changement du régime d'écoulement. Ce changement de régime se traduit d'un point de vue rhéologique par une forte augmentation du seuil de cisaillement et une inversion de la pente de la courbe d'écoulement à faible taux de cisaillement qui devient négative.

-La valeur de la viscosité non-Newtonienne est fortement dépendante du taux de cisaillement et du degré d'hydratation.

Pour détecter la prise, des indicateurs discriminants ont été observés tels que l'annulation de la pression interstitielle, la brusque augmentation du gradient de seuil de cisaillement où encore l'inversion de la pente de la courbe d'écoulement (viscosité plastique). Ces investigations montrent qu'il est largement concevable que la mesure de la prise pourrait évoluer et être modifié par des méthodes mécaniques. Enfin, nous avons imaginé que les méthodes proposées peuvent avoir des applications liées à la technologie de construction, par exemple :

-La mesure de la pression interstitielle sur une paroi coffrante est un bon moyen de détecter le moment à partir duquel le béton est en équilibre auto stable. Le décoffrage est alors envisageable dans certaines conditions.

-Le gradient de seuil de cisaillement lié à l'évolution de la pression interstitielle donne une indication de qualification du matériau sans attendre le début de prise (qui peut se révéler très

long). C'est aussi la possibilité d'observer rapidement la réaction d'une pâte de ciment à un adjuvant.

-L'évolution de la viscosité Non-Newtonienne est une indication des variations de la capacité du matériau à s'écouler. La transition d'un matériau fluide à celui d'un matériau gouverné par un régime frictionnel reste cependant non clairement établie par cette méthode. Nous lui préférons, le suivie de l'évolution de la pente de la courbe d'écoulement (viscosité plastique) qui devient négative à faible taux de cisaillement. Cette information peut être précieuse pour juger de la pompabilité d'un matériau cimentaire.

Remerciements

Nous remercions la région Bretagne et le Consortium VCCTL (NIST) pour sa contribution au financement de cette étude. Nous remercions aussi Nicos Martys (NIST), Edward Garboczi (NIST), Dale Bentz (NIST) et Vincent Picandet (Université De Bretagne Sud) pour leur commentaires sur cette publication. Nous apprécions aussi l'aide apportée par John Winpigler qui a effectué certains des essais présentés.

Références

- [1] C. F. McKenna, *The journal of industrial and engineering chemistry*, V70, n°146, Feb, 1912, pp.110-114
- [2] R. A. Helmuth, L. M. Hills, D. A. Whitting, S. Bhattacharja, "Abnormal concrete performance in presence of admixtures", PCA serial # 2006, 1995
- [3] Q. D. Nguyen and D. V. Boger, *Ann. Rev. Fluid Mech.*, 1992, 24, pp. 47-88
- [4] Amziane S., Ferraris C.F, to be submitted to *Advances in Cement Research*, 2004
- [5] N. Andriamanantsilavo, S. Amziane, *Cement and Concrete Research*, V.34, 2004, in press, available on line August 24, 2004 in www.sciencedirect.com
- [6] S. Amziane, Submitted to *Cement and Concrete Research*, 2004.
- [7] S. Amziane, N. Andriamanantsilavo, *Advances in Cement Research*, Thomas Telford ed., Jan 2004, V16, n°1.
- [8] V.A. Hackley, C.F. Ferraris, *NIST Recommended Practice Guide*, SP 960-3, 2001
- [9] D. Lootens, P. Hebraud, E. Lecolier and H. Van Damne, *Oil and Gaz, Science and Technologie – Rev. IFP*, Vol. 59, N.1, pp. 31-40, 2004
- [10] Leslie Struble and Wei-Guo Lei, *Advanced Cement Based Material*; 2:224-230; 1995
- [11] C. Ancey and C.R. Coussot, *Acad. Sci. Paris, T. 327, Serie ii b*, pp. 515-522, 1999