
Soumis le : 22 Janvier 2014

Forme révisée acceptée le : 15 Septembre 2014

Email de l'auteur correspondant :

sbellifadplo@gmail.com

Nature & Technology

Influence des fillers calcaires sur la porosité et la distribution porale des pâtes autoplaçantes

Soufiane BELLIFA^a, Fouad GHOMARI^a, Mohammed Amine BOUKLI HACENE^a, Omar TALEB^a

^a Laboratoire Eau et Ouvrages dans leur environnement BP230, Université de Tlemcen, 13000, Algérie

Résumé

Les bétons autoplaçants présentent des particularités de compositions comparativement aux bétons vibrés, parmi ces particularités un volume élevé de fines et un volume de pâte élevé qui est d'ailleurs responsable de leur comportement rhéologique. De plus, la texture très complexe des bétons autoplaçants à l'état durci fait l'objet de nombreuses recherches. Cette texture est gouvernée par la pâte de ciment durcie qui est un matériau poreux.

Dans ce travail, nous nous intéressons d'une part à l'étude de l'effet des fillers calcaires sur la fluidité des pâtes autoplaçantes et d'autre part à l'effet des fillers calcaires sur l'évolution de leur porosité. Un programme expérimental a été réalisé sur des pâtes autoplaçantes où les fillers calcaires ont été substitués au ciment composé dans des taux de 10, 15 et 20%, en vue d'étudier leur incidence sur la porosité et la distribution porale de ces pâtes à 7j, 28j et 90j en utilisant le porosimètre au mercure.

Les résultats montrent que la substitution du ciment par les fillers calcaires semble entraîner une réduction de la porosité capillaire des pâtes autoplaçantes.

Mots clés : Pâte autoplaçante, fillers calcaires, fluidité, porosité, porosimètre au mercure

Abstract:

The self-compacting concrete have particularities of compositions compared to vibrate concretes, among these peculiarities a high volume of fines and a high volume of paste which is also responsible for their rheological behavior. In addition, the texture very complex of self-compacting concrete in the hardened state is the subject of many researches. This texture is governed by the hardened cement paste which is a porous material.

In this work, we focus, for a part in the study, of the effect of the limestone fillers on the fluidity of self compacting pastes and also the effect of limestone fillers on the evolution of porosity. An experimental program was conducted over self compacting pastes where limestone fillers have been substituted in blended cement, to study their effect on porosity and pore distribution of these pastes at 7days, 28days and 90 days using the mercury porosimeter.

The results show that the substitution of cement by limestone fillers seems to lead to a reduction in capillary porosity of self-compacting pastes.

Keywords: self-compacting paste, limestone fillers, fluidity, porosity, mercury porosimeter.

1. Introduction

En raison des spécificités relatives à la formulation des bétons autoplaçants (BAP) et en particulier en ce qui concerne leur volume élevé en pâte et la présence d'ajouts

minéraux en grande quantité, leur comportement à l'état frais et à l'état durci ainsi sont fortement influencés par ces deux paramètres. De nombreuses études ont montrées les effets favorables des additions minérales sur les propriétés des bétons autoplaçants à l'état frais et à l'état

durci notamment les fillers calcaires qui sont les plus utilisés (Bilberg, 1999).

L'objet de cette étude est d'utiliser les fillers calcaires comme substitution d'une partie du ciment CEM II/A 42,5 de la cimenterie de Béni-Saf dans des pâtes autoplaçantes en étudiant l'influence de ces mêmes fillers calcaires sur le développement de la structure poreuse de pâtes autoplaçantes.

Tableau 1

Composition chimique du ciment de Béni-Saf CEM II/A 42.5

Composition chimique	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	SO ₃	CaO libre	R.I	Perte au feu
Teneur (%)	27.97	5.43	3.05	56.37	0.71	0.43	0.30	2.53	0.75	9.11	3.11

Tableau 2

Composition minéralogique du ciment de Béni-Saf CEMII/A 42.5

Composants	C2S	C3S	C3A	C4AF	C _S
Teneur en pourcentage (%)	2,15	59,98	9,87	9,31	2,94

Tableau 3 Propriétés physiques du ciment de Béni-Saf CEMII/A 42.5

Surface spécifique Blaine (cm ² /g)	3598
Masse volumique apparente (kg/m ³)	0,98
Masse volumique absolue (kg/m ³)	3,071
Consistance (%)	25,3
Expansion à chaud (mm)	1
Début de prise (mn)	217
Fin de prise (mn)	280
Refus sur un tamis de 100 µm (%)	1

2.2. Fillers calcaires

Les fillers calcaires proviennent de la carrière de l'Entreprise Nationale Algérienne des Granulats (E.N.G). La roche est de nature calcaire dolomitique. Sa composition

2. Matériaux utilisés

2.1. Ciment

Le ciment est de type Portland CEM II /A 42,5 qui répond à la norme Algérienne NA 44, de la Société des Ciments de Béni-Saf. Sa composition chimique est résumée dans le tableau 1, l'analyse chimique de ce ciment a été effectuée au niveau de la cimenterie de Béni-Saf. Ce ciment se caractérise par une très forte teneur en chaux et en silice et à contrario une très faible teneur en Al₂O₃. Il est important de signaler qu'une proportion d'environ 12% de pouzzolane naturelle est additionnée au clinker lors de la fabrication de ce ciment composé.

chimique est résumée dans le tableau 4. Les fillers calcaires présentent une densité absolue 2,72 et une surface massique 2900 cm²/g.

Tableau 4

Propriétés chimiques des fillers calcaires

Eléments	SiO ₂	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	CO ₃	Perte au feu
Min %	4,73	33,81	18,59	0,49	93,64	41,69
Max %	5,64	34,09	20,06	0,54	96,97	43,23
Moy %	5,18	33,95	19,32	0,51	95,30	42,46

2.3. L'adjuvant

Le superplastifiant utilisé est désigné sous l'appellation (SUPERIOR RM 34), c'est un superplastifiant, haut

réducteur d'eau destiné pour la confection des bétons de très haute qualité. Il est conçu à base de poly carbones de silicates modifiés et il est compatible avec tous les types de ciments. Les caractéristiques de cet adjuvant sont représentées dans le tableau 5.

Tableau 5

Caractéristiques du superplastifiant (SUPERIOR RM 34)

Aspect	Couleur	Densité	Ph	Teneur en chlorures	Extrait sec
Liquide	Miel	1,05 ± 0,03	4 à 5	≤ 0,1%	26% ± 0,2

2.4. L'eau

Pour la confection des différentes pâtes, nous avons utilisé l'eau distribuée par le réseau du service public de la Daira de Chetouane appartenant à la ville de Tlemcen. Les résultats de l'analyse chimique de cette eau sont présentés dans le tableau 6. Ils répondent aux prescriptions de la norme XP P 18-303 et NF EN 1008 (IDC P 18-211), (2003).

Tableau 6

Composition de l'eau de gâchage (mg/l) [2]

Ca	Mg	Na	K	Cl	SO ₄	CO ₃	NO ₃	pH	T(° C)
74.4	49	40	5	95	170	300	42.3	7.5	17.1

3. Caractérisation des pâtes autoplaçantes a l'état frais

3.1. Essai au mini-cône

L'essai utilisé pour la caractérisation des pâtes autoplaçantes à l'état frais est le mini-cône (figure 1). Cet essai servira essentiellement à la détermination des diamètres d'étalement (moyenne des deux diamètres perpendiculaires) sur une plaque métallique horizontale. Une attention particulière a été donnée au paramètre temps, parce que les diamètres moyens ne seront plus représentatifs s'ils sont mesurés à des instants différents, pour cela et pour toutes les pâtes, les mesures des diamètres

d'étalement sont effectuées après une minute du début de l'étalement. Le but de ces mesures est d'obtenir des compositions de pâtes dont les fillers calcaires substitués au ciment dans des pourcentages croissants et offrant un faible seuil de cisaillement (le diamètre d'étalement au mini-cône doit être supérieur à 14 cm), tout en s'assurant qu'elles ne présentent pas une ségrégation à la fin du malaxage [5].

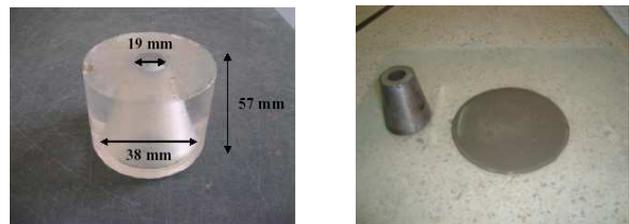


Fig. 1. Mini-cône pour la mesure de l'étalement

3.2. Compositions des pâtes de ciment

Les compositions des différentes pâtes sur les quelles les mesures des diamètres d'étalement au mini-cône ont été effectuées sont consignées dans le tableau 8. Le rapport E/L a été fixé à 0,45 pour tous les mélanges. Le dosage du superplastifiant se situe dans l'intervalle recommandé par le fabricant (0,6 - 1,2%). Le ciment a été substitué par les fillers calcaires à 10%, 15% et 20% de la masse du liant (ciment + fillers calcaires).

Tableau 7

Compositions des pâtes étudiées

Ciment %	90	85	80
Fillers calcaires en substitution au ciment %	10	15	20
Eau/Liant (E/L) %	0,45		
Superplastifiant (Sp)%	0,6 - 0,7 - 0,8 - 0,9 - 1 - 1,1 - 1,2		

3.3. Résultats et discussions

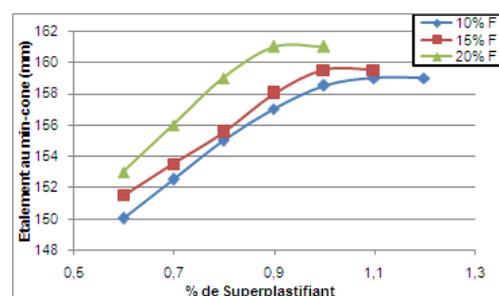


Fig. 2. Evolution du diamètre d'étalement au mini-cône en fonction du dosage en superplastifiant

Nous présentons dans cette partie, les résultats des essais au mini-cône effectués sur les différents mélanges. L'analyse des résultats conduira à comprendre l'effet des fillers calcaires sur l'écoulement des pâtes autoplaçantes.

La figure 2 donne les résultats des essais aux mini-cônes effectués sur les différentes pâtes. Les points relatifs à 20% de fillers (avec $Sp \geq 1,1\%$) et à 15% de fillers (avec $SP=1,2\%$), ne sont pas représentés sur la courbe (figure 2), à cause de la présence de ségrégation.

Nous remarquons aussi que l'augmentation du dosage des fillers calcaires contribue à la diminution de la demande en superplastifiant, ce qui engendre une augmentation de la fluidité des pâtes autoplaçantes, ceci est dû aux faibles réactions chimiques des fillers calcaires avec les composants du ciment ou l'eau de gâchage. Ce résultat rejoint d'autres données de la littérature [4], [6].

4. Caractérisation de la pâte autoplaçante a l'état durci

4.1. Composition des pâtes étudiées

Les pâtes étudiées sont des mélanges homogènes et ayant un faible seuil de cisaillement (fluides). Les diamètres d'étalement de ces pâtes sont supérieurs ou égales à 150 mm, ces derniers sont obtenus avec un E/C = 0.45 et un dosage en superplastifiant égale à 0,9% (tableau 8).

Tableau 8

Choix des pâtes autoplaçantes

% d'addition	Etalement (mm)
10	157
15	158
20	161

4.2. Préparation des échantillons

Pour la mesure de la porosité totale, la distribution des tailles des pores et la résistance à la compression, une série d'éprouvettes prismatiques (4x4x16) cm³ réalisées au laboratoire à partir de pâtes autoplaçantes. La maturation de ces échantillons a été effectuée conformément à la norme NFP 18-404.

Pour chaque mélange et pour chaque échéance, un prisme de (10x10x15) mm³ (mesure de la porosité) et 3 cubes de (40x40x40) mm³ (mesure de la résistance mécanique) sont découpés sous l'eau à l'aide d'une scie circulaire pour éviter toute fissuration et modification de la microstructure des échantillons.

Le problème majeur que présente la mesure de la porosité par intrusion de mercure est que l'eau résiduelle, ainsi que les gaz et les vapeurs contenues dans les pores de l'échantillon à analyser, doivent être évacuées par un séchage et un dégazage de l'échantillon, préalablement à la mesure proprement dite.

Le prétraitement effectué pour notre cas est un séchage des prismes (10x10x15) mm³ durant 1 à 7 jours sous une température de 45° C en présence du gel de silice pour absorber l'humidité (ISO 15901-1) (figure 3).



Fig. 3. Prétraitement des échantillons en présence de gel de silice à 45° C.

Les échéances utilisées pour la mesure de la porosité, la distribution des tailles des pores et la résistance à la compression sont de : 7, 28 et 90 jours.

Les mesures de la porosité totale et la distribution des tailles des pores ont été réalisées avec le porosimètre au mercure PASCAL 140, couvrant une gamme de pores

allant de 1,8 μm à 58 μm , et pouvant aller jusqu'à une pression supérieure à 400 kPa. Le haut niveau d'automatisation dont il est muni assure une bonne reproductibilité des résultats.

4.3. Résultats et discussions

4.3.1. Résistance à la compression

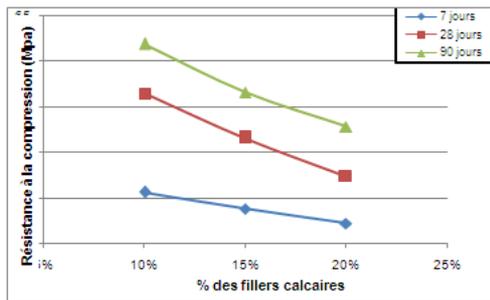


Fig. 4. Evolution des résistances à la compression des pâtes autoplaçantes

Sur la figure 4 nous remarquons que la substitution d'une partie du ciment portland par les fillers calcaires est à l'origine d'une diminution croissante des résistances à la compression. Toutefois, quelque soit le pourcentage d'ajout, la résistance à la compression augmente dans les trois pâtes au cours du temps traduisant le développement des hydrates.

4.3.2. Porosité totale

Nous présentons ici les porosités totales obtenues par porosimétrie au mercure pour les pâtes autoplaçantes où les fillers calcaires ont été substitués au ciment composé dans des taux de 10, 15 et 20%.

La Figure 5, présente l'évolution de la porosité des différentes pâtes étudiées en fonction du temps. En comparant les résultats de la porosité de nos trois pâtes, nous constatons que l'ajout des fillers calcaires réduit la porosité. Ce résultat rejoint ceux de [7]. Nous observons aussi que la porosité des pâtes autoplaçantes est modifiée avec l'âge de ces dernières. Cette modification est traduite par l'avancement des réactions d'hydratation de ciment et

la création des produits d'hydratation qui comblent les vides dans la matrice cimentaire [3].

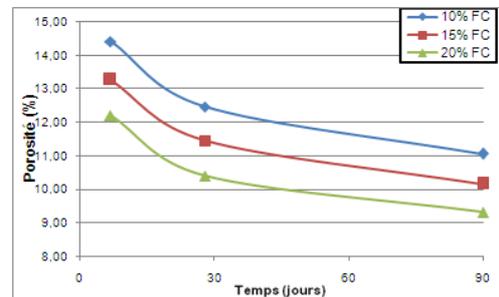


Fig. 5 : Evolution de la porosité des pâtes autoplaçantes

4.3.3. Distribution des tailles de pores

La figure 6 présente les diagrammes que nous avons obtenus par le biais du porosimètre au mercure pour les pâtes autoplaçantes contenant des fillers calcaires à l'âge de 7 jours. Nous remarquons que pour les trois pâtes la distribution est monomodale, où la classe d'accès de pores apparait au voisinage de 1,85-57 μm . Nous pouvons remarquer aussi que l'ajout des fillers calcaires a diminué la taille des pores capillaires inférieurs à 5 μm . Ce résultat rejoint ceux de [7].

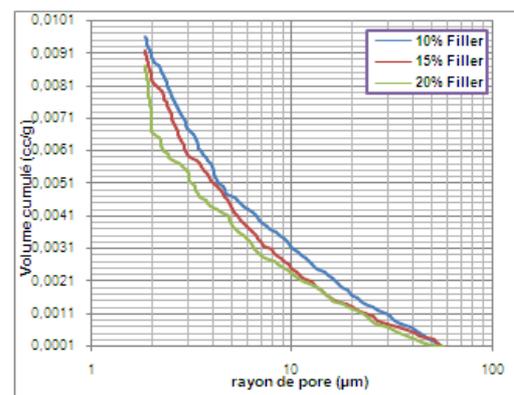


Fig. 6. Courbe de distribution du volume des pores des pâtes autoplaçantes contenant des fillers calcaires à l'âge de 7 jours

La distribution des tailles des pores des pâtes autoplaçantes contenant des fillers calcaires à l'âge de 28 jours est présentée sur La figure 7, cette dernière révèle une

diminution du volume cumulé des pores pour les trois pâtes par rapport à 7 jours. Ceci est traduit par l'avancement des réactions d'hydratations de ciment.

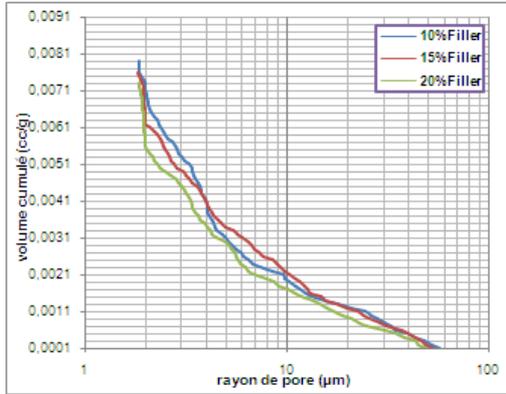


Fig.7 : Courbe de distribution du volume des pores des pâtes autoplaçantes contenant des fillers calcaires à l'âge de 28 jours

A l'âge de 90 jours (figure 8), Les distributions porosimétriques des pâtes présentent des allures semblables. La diminution du volume poreux est toujours remarquable pour les trois pâtes. A cette échéance, le volume cumulé devient presque identique pour les pores capillaires de plus petites dimensions ($< 2 \mu\text{m}$). Aussi nous remarquons une diminution de la taille des pores capillaires ($< 3 \mu\text{m}$).

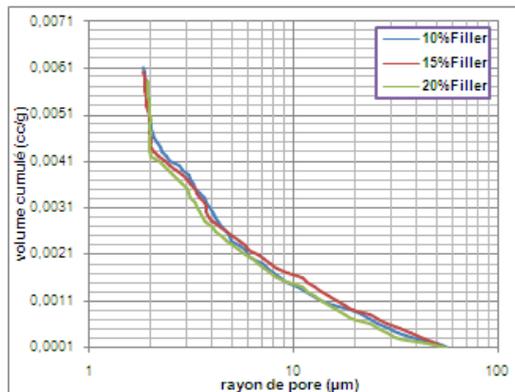


Fig.8 : Courbe de distribution du volume des pores des pâtes autoplaçantes contenant des fillers calcaires à l'âge de 90 jours

5. Conclusion

Cette étude a été entreprise afin d'évaluer l'effet de l'ajout des fillers calcaires au ciment CEM II/A 42,5 sur la fluidité des pâtes autoplaçantes et sur leur porosité à l'état durci. Les résultats expérimentaux obtenus montrent que :

- ❖ La substitution partielle du ciment par des additions de type fillers calcaires a permis d'améliorer la fluidité des pâtes autoplaçantes. Cet avantage présenté par la présence dans le mélange de filler est consolidé par la réduction du coût du béton, car le ciment est non seulement plus coûteux que les fillers, mais en plus sa demande en superplastifiant est plus importante, élément qui conditionne beaucoup le prix d'une formule de béton.
- ❖ L'étude du milieu poreux que nous avons présenté révèle l'influence positive de l'addition fillers calcaires sur la porosité ouverte des pâtes autoplaçantes.

6. Références bibliographiques

- [1] Billberg P., «Fine mortar rheology in mix design of SCC», Proceedings of 1st inter Conf on SCC, Rilem, Cachan, France, pp. 47-58M, 1999.
- [2] Boukli Hacene S.M.A., «Contribution à l'étude de la résistance caractéristique des bétons de la région de Tlemcen». Thèse de doctorat, Université de Tlemcen, Algérie, 2010.
- [3] Choinska M., « Effets de la température, du chargement mécanique et de leurs interactions sur la perméabilité du béton de structure ». Thèse de doctorat, IUT Saint Nazaire, Université de Nantes, France, p. 184, 2006.
- [4] Cyr M., Mouret M., «Rheological characterization of superplasticized cement pastes containing mineral admixtures : Consequences on self-Compacting Concrete design», Proceedings of the Seventh CANMET/ACI International Conference on Superplasticizers and Other Chemical Admixtures in Concrete, Berlin, Allemagne, pp. 241-255, 2003.
- [5] El Barrak M., « Contribution à l'étude de l'aptitude à l'écoulement des bétons autoplaçants à l'état frais ». Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier, Toulouse III, France, 2005.

- [6] Gallias J.L., Kara-Ali R., Bigas J.P., «The effect of fine mineral admixtures on water requirement of cement pastes», *Cement and concrete research* 30, 10, pp. 1543-1549, 2000.
- [7] Hamami A.E., «Vers une prédiction de la perméabilité au gaz à partir de la composition des matériaux cimentaires», Thèse de doctorat de l'Université de La Rochelle, France, 2009.
- [8] NF EN 1008 (IDC P 18-211), «Eau de gâchage pour bétons – Spécifications d'échantillonnage, d'essais et d'évaluation de l'aptitude à l'emploi, y compris les eaux des processus de l'industrie du béton, telle que l'eau de gâchage pour le béton», 2003.