



**Faculté des Sciences de l'Ingénieur**  
**Département de Génie Des Matériaux**

## **Mémoire**

**Présenté pour l'obtention du diplôme Master**  
**Spécialité : Génie de matériaux**

## **THÈME**

---

**Effet du mode d'introduction de la nano-silice sur les propriétés  
rhéologiques et physicomécaniques des pâtes cimentaires et  
mortiers de ciment**

---

**Réalisé Par :**

**BELMOKHTAR NASSIMA**  
**ZERAIG AKILA**

**Proposé et suivi par :**

**Mme. HAMZI S.**  
**Mr. SAFI B.**

**Devant le jury :**

**Mr. BENMOUNAH**  
**Mr. BENOITHMANE**  
**Mr. TAZROUT**

**Boumerdes 2016 – 2017**

## SOMMAIRE

I.1 Les pates cimentaires : .....	7
I.1.1 Introduction : .....	7
I.1.2 Définitions .....	7
I.1.3 Fabrication du ciment : .....	8
I.1.4 Ajouts cimentaires : .....	8
I.1.5 Composition chimique et minéralogique du ciment : .....	9
I.1.6 Classification et domaine d'application des ciments.....	10
I.1.7 Classe de résistance du ciment : .....	11
I.1.8 Domaine d'utilisation de différent ciment : .....	11
I.1.9 Hydratation de ciment : .....	11
I.1.10 Mécanismes d'hydratation d'un ciment Portland : .....	14
I.1.11 Les pates cimentaires : .....	15
Les principales applications .....	16
I.1.12 Caractéristique du ciment : .....	17
Finesse du ciment (finesse de Blaine) : .....	19
I.1.13 Conclusion : .....	22
I.2 Les mortiers de ciments : .....	22
I.2.1 Introduction : .....	22
I.2.2 Composition de mortier : .....	23
I.2.3 Les sables : .....	23
I.2.4 Les adjuvants : .....	24
I.2.5 Les ajouts : .....	24
I.2.6 Les différents mortiers : .....	24
• Les mortiers de ciment : .....	25
• Les mortiers de chaux : .....	25
• Les mortiers bâtards : .....	25
• Mortiers fabriqués sur chantier : .....	25
• Mortier industriel : .....	25
I.2.7 Utilisation de mortier : .....	25
I.2.8 Le dosage de mortier : .....	26
I.2.9 Réalisation de mortier de ciment : .....	26
I.2.10 Les caractéristiques physico-mécaniques des mortiers de ciment : .....	26
I.2.11 Les propriétés physiques des mortiers de ciment : .....	28
I.3 La rhéologie des pates cimentaires : .....	28

I.3.1	Introduction :	28
I.3.2	Propriétés rhéologiques :	28
I.3.3	Seuil de cisaillement :	28
I.3.4	Viscosité plastique :	29
I.3.5	Thixotropie :	29
I.3.6	Modèles rhéologiques appliqués aux mortiers et aux bétons :	30
I.3.7	Rhéologie des bétons :	31
I.3.8	Rhéologie des pâtes de ciment :	32
I.3.9	Comportement rhéologique :	32
I.3.10	Stabilité rhéologique des pâtes cimentaires :	33
I.3.11	Effet de concentration des solides	33
I.3.12	Effet des caractéristiques de ciment	33
I.3.13	Effet du superplastifiant	34
II	La nano-silice :	37
II.1	Introduction :	37
II.2	La nanotechnologie :	37
II.3	Les nanomatériaux :	38
II.4	La raison derrière l'utilisation de nanomatériaux :	38
II.5	Risques et protection de l'environnement :	39
II.6	La nanotechnologie est une étape vers l'industrie de béton vert :	39
II.7	Définition de Nano-silice :	40
II.8	Fabrication de nano-silice :	40
	Autres méthodes :	40
II.9	Composition chimique de la nano-silice :	41
II.10	Caractérisation de la nano-silice :	41
II.11	Nano-silice : (Nano superplastifiant additif)	43
II.11.1	Description :	43
II.11.2	Applications :	43
II.11.3	Propriétés :	43
II.12	Dosage de nano-silice dans les mortiers :	43
II.13	Préparation de la pâte de ciment avec nano-silice :	44
II.14	Microstructure des mortiers de nano-silice :	45
	Les principaux avantages des réactions pouzzolaniques produites sont détaillées ci-dessous :	45
II.14.1	Variations importantes dans la structure micro générale :	45
II.14.2	Micro structure d'un mortier avec nano silice dans la zone de transition	49
II.15	Conclusion :	50
III	Méthodologie et caractérisation des matériaux :	51

Objectif visé par sur travail :	51
III.1 Caractérisation des matériaux utilisés :	51
III.1.1 Caractérisation des ciments :	51
III.1.2 Caractéristique de sable d'oued de Baghlia:	54
III.1.3 L'eau de gâchage :	56
III.1.4 Le superplastifiant :	56
III.1.5 La nano-silice utilisé :	56
III.2 Études rhéologiques et formulation des mortiers :	57
III.2.1 Études rhéologiques :	57
III.2.2 Formulation des mortiers :	59
III.2.3 Les essais effectués :	61
III.3 Conclusion :	61
IV Résultats et interprétation :	62
IV.1 Introduction :	62
IV.2 Utilisation de la Nano silice en poudre :	63
IV.2.1 Étude rhéologique :	63
IV.2.2 Propriétés des mortiers à l'état durci :	66
IV.3 Utilisation de la Nano silice solution dans le superplastifiant :	70
IV.3.1 Étude rhéologique :	70
IV.3.2 Propriétés des mortiers à l'état durci :	73

## Introduction générale :

Les matériaux pouzzolaniques sont utilisés depuis longtemps comme addition minérale dans le béton pour atteindre des avantages économiques (comme réduction de ciment) ou techniques (amélioration des performances mécaniques). Parmi ces matériaux, on rencontre la fumée de silice (FS) qui améliore les propriétés mécaniques et la durabilité des bétons. En raison de l'évolution de la technologie des nanosilice, diverses formes de silice amorphe nanométrique sont devenues disponibles comme le cas de la nano-silice. Ce dernier se trouve sous forme de billes sphériques d'un diamètre moyen 100 fois plus petit que les grains de ciment et une surface spécifique très élevée atteint les 15 à 30 m<sup>2</sup>/g. Comme pour la fumée de silice, le nanosilice réagit avec l'hydroxyde de calcium (Ca(OH)<sub>2</sub>) pour augmenter la quantité de gel CSH, augmenter la densité du matériau tout en réduisant la perméabilité. Cependant dans la littérature, plusieurs teneurs de la nanosilice ont été donnés par substitution d'une part de ciment, et qui varient en fonction de rapport eau/ciment vue la grande surface spécifique de la nanosilice. Les performances de ces matériaux à base de ciment sont fortement dépendantes des particules solides nanométriques, comme les particules de silicate de calcium-hydrate (C-S-H), ou des nano-porosités interrassiales à la zone de transition entre les particules de ciment et d'agrégat. Propriétés typiques touchées par les particules nanométriques sont vides ou de résistance, de durabilité, de retrait et de l'acier-bond. Les nanoparticules de SiO<sub>2</sub> peuvent remplir les espaces entre les particules de gel de C-S-H, agissant comme un nanomatériau de remplissage. En outre, par la réaction pouzzolanique avec de l'hydroxyde de calcium, la quantité de C-S-H augmente, ce qui entraîne une plus forte densification de la matrice, ce qui améliore la résistance et la durabilité du matériau.

Des recherches antérieures indiquent que l'inclusion de nanoparticules modifie les propriétés de l'état frais et durci, même en comparaison avec des ajouts minéraux traditionnels. Les particules colloïdales de silice amorphe semblent impacter considérablement le processus d'hydratation de C<sub>3</sub>S. Nano-silice diminue le temps de prise du mortier par rapport à la fumée de silice (SF) et une réduction de l'eau de purge et de ségrégation, tout en améliorant la cohésion des mélanges à l'état frais. Certains auteurs défendent que le pourcentage approprié de nano-silice doit être de petite taille (1 à 5 % en poids) en raison de difficultés causées par l'agglomération pour disperser les particules au cours de mix, tandis que d'autres indiquent que l'amélioration des propriétés peuvent également être obtenus avec des dosages plus élevés, d'environ 10% en poids, si les ajustements sont apportés à la formulation en vue d'éviter un excès de l'auto-dessiccation et microfissures qui pourraient faire obstacle à la force. Compte tenu de ces progrès, l'objectif de cette étude est

d'étudier l'influence des nanosilice dans les mortiers de ciment.

Pour cela travail, a pour objectif de voir l'effet de la nanosilice sur les propriétés physico-mécaniques des mortiers de ciment afin d'optimiser le pourcentage de substitution de ciment. Également, de voir l'effet de mode d'introduction de la nanosilice sur les propriétés des mortiers de ciment. Le meilleur dosage de la nanosilice qui donne des meilleures performances mécaniques des mortiers, sera utilisé dans une formulation d'un béton autoplaçant.

Le présent manuscrit est subdivisé en quatre (4) chapitres, répartie en deux chapitres pour la synthèse bibliographique et deux autres chapitres pour le travail expérimental:

La première partie est devisée en deux chapitres (chapitre I et chapitre II).Le chapitre I correspond à une revue de la documentation existante décrivant les étapes de structurations des matériaux cimentaires par l'étude de l'hydratation, et les composantes chimiques qui se créent dans la pâte de ciment et du développement de la microstructure et aussi quelque bibliographie sur les mortiers de ciment et la rhéologie des pates cimentaires, le chapitre II sera consacré aux nanosilice et leur effets sur la microstructure et les résistances mécanique des matériaux cimentaires.

La deuxième partie sera devisée aussi en deux chapitres (chapitre III et chapitre IV).Le chapitre III est consacré à la caractérisation des matériaux utilisés, dont nous présentation les caractéristiques chimiques, physiques et mécaniques des matériaux utilisés (ciment, nanosilice, superplastifiant, sable). Les différentes formulations des pâtes cimentaires et mortiers de ciments seront présentés dans ce même chapitre. Le chapitre V donnera les résultats des différents essais réalisés et leurs interprétations.

Enfin, une conclusion générale clôtura ce mémoire en synthétisant les principaux résultats obtenus par notre travail.

# Chapitre I : Pâtes Cimentaires et Mortiers de Ciment

## I.1 Les pâtes cimentaires :

### I.1.1 Introduction :

Le ciment le matériau du 20<sup>e</sup> siècle, il n'a guère plus de quelques centaines d'années. L'écosais Aspdin prit un brevet d'invention en 1824, sur la fabrication d'un liant à partir d'un mélange de chaux et d'argile qu'il appela ciment de portland à cause de l'aspect présenté par ce liant durci qui rappelait celui de la pierre calcaire de la presqu'île de Portland.

L'évolution est plus manifeste à l'issue de la deuxième guerre mondiale lorsque le secteur du bâtiment produit essentiellement des logements neufs bâtis à partir d'éléments préfabriqués et, n'utilisant plus les chaux. C'est l'époque charnière où la chaux est en passe d'abandon, où son ancienneté est une marque d'archaïsme alors que les ciments améliorent les performances des liants, accélèrent leurs mises en œuvre, tracent la voie d'une modernité que chaque maçon devra inévitablement emprunter. Le ciment est une poudre minérale, dont la propriété est de durcir sous l'eau d'où il est appelé liant hydraulique. On présentera brièvement dans ce qui suit quelque notion générale sur la composition et, les propriétés de ciment ainsi que les paramètres de durabilité.

### I.1.2 Définitions

- Liant hydraulique :

Des poudres finement brayées qui avec le contact d'eau font prise et durcissent sous des processus physico-chimiques complexes.

- Ciment :

Le ciment est un liant hydraulique obtenu par cuisson (à 1450°C) et broyage d'un mélange de calcaire et d'argile. [1]

### **I.1.3 Fabrication duciment :**

#### **I.1.3.1 Extraction et concassage:**

Le calcaire est extrait par explosif dans des carrières généralement prêt de la cimenterie. L'argile, plus meuble, est extraite par des engins mécaniques et transportée en cimenterie. Le concassage, fait sur les lieux de l'extraction, réduit la granulométrie des matériaux à environ 50 mm[1]

#### **I.1.3.2 Préparation de cru :**

Un mélange homogène d'argile et de calcaire est réalisé. Les proportions sont déterminées selon leurs compositions chimiques et sont toujours proche de 80 % de calcaire et 20% d'argile. Le mélange est broyé en une poudre de granulométrie inférieure à 200 microns. La poudre obtenue est homogénéisée par un mélangeur pneumatique ou mécanique. Le produit obtenu est appelé « le CRU ».

#### **I.1.3.3 Cuisson :**

Réalisée dans des fours rotatifs à une température maximale d'environ 1450°C, la cuisson permet la transformation du cru en clinker (forme de grains de 0,5 à 4 cm de diamètre). À la sortie du four, le clinker est refroidi rapidement (à une température de 50 à 250°C) pour éviter une forte cristallisation.

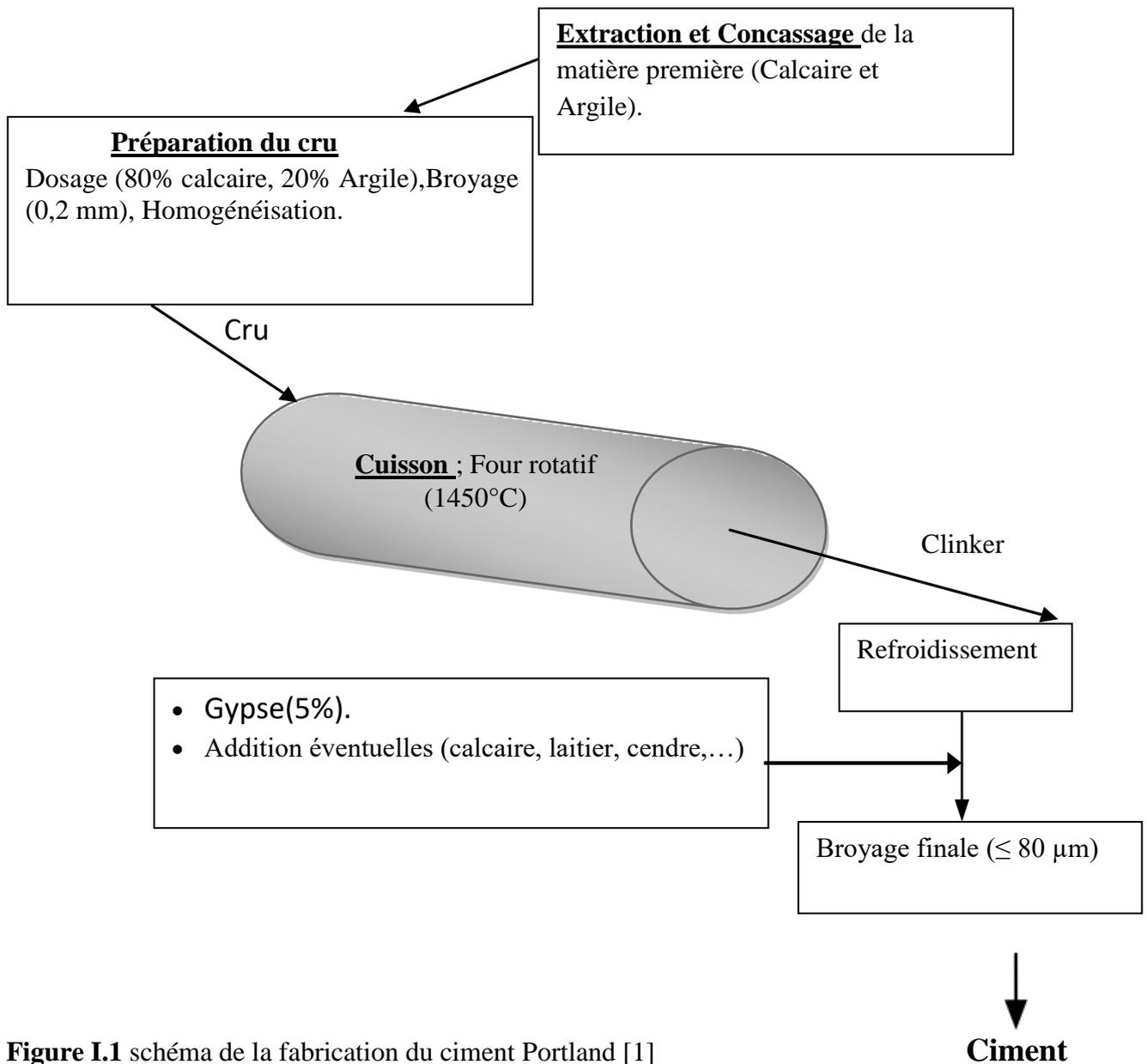
#### **I.1.3.4 Broyage :**

Le Clinker Portland est additionné de gypse et éventuellement d'ajouts cimentaires (Laitier, pouzzolane, calcaire,...) et est broyé en poudre fine d'une granulométrie inférieure à 80 µm, c'est le ciment Portland.

### **I.1.4 Ajouts cimentaires :**

C'est des poudres fines actives ou inertes ajoutées au ciment pour réduire le cout de production, diminuer les émissions de CO<sub>2</sub> et améliorer les propriétés du béton. En peut citer :

- ✓ Le Laitier de haut fourneau : Matériaux issu de l'industrie de la fonte dans les hauts fourneaux. Il est composé principalement de chaux (45-50%), de silice (30-35%), d'alumine (10-15%) et de magnésie (7-10%).
- ✓ Pouzzolane naturelle : Produits d'origine volcanique, présentant des propriétés pouzzolaniques. Elles sont essentiellement composées de silice réactive, d'alumine et d'oxyde de fer.
- ✓ Fumée de silice : Particules sphériques très fines ayant une très haute teneur en silice (≥ 85 %), issue de l'industrie de fabrication du silicium ou des alliages à base de silicium.
- ✓ Calcaire : Lorsqu'ils sont utilisés dans une proportion excédant 5 %, en masse (constituant principal), les calcaires doivent satisfaire aux spécifications suivantes :
  - Teneur en calcaire CaCO<sub>3</sub> ≥ 75 % en masse
  - Teneur en argile (adsorption de bleu de méthylène) ≤ 1,20 g/100 g
  - Teneur en matières organiques ≤ 0,50 % en masse. [1]



**Figure I.1** schéma de la fabrication du ciment Portland [1]

### I.1.5 Composition chimique et minéralogique du ciment :

Lors de la cuisson du CRU, les constituants principaux (Tableau I.1) de la matière première réagissent entre eux pour former principalement quatre (04) composés minéralogiques (Tableau I.2). [1]

**Tableau I.1 : Teneur moyenne des oxydes constitutifs du clinker. [1]**

Oxydes constitutifs	Teneur limites (%)	Sources (matière première)
CaOSiO <sub>2</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	60 à 69	Calcaire Argile
MgO	18 à 24	
Alcali (K <sub>2</sub> O et Na <sub>2</sub> O) SO <sub>3</sub>	4 à 8	Calcaire et argile
	1 à 8	
	0 à 5	
	0 à 2	
	0 à 3	

**Tableau I.1 : Composition minéralogique du ciment. [1]**

Composés	Composition	Appellation abrégée	Taux
Silicate bicalcique	2 CaO.SiO <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> S	15 à 35%
Silicate tricalcique	3 CaO.SiO <sub>2</sub>	C <sub>3</sub> S	45 à 65%
Aluminate tricalcique	3 CaO.Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	C <sub>3</sub> A	4 à 14%
Alumino-ferritetétracalcique	4CaO.Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	C <sub>4</sub> AF	10 à 18%

### I.1.6 Classification et domaine d'application des ciments

- Types du ciment :

L'industrie cimentière commercialise de nombreux types de ciments afin de répondre aux différents problèmes rencontrés lors de la construction des ouvrages :

- Résistances mécaniques
- Résistance à une attaque physique ou chimique
- Mise en œuvre particulière.

**Tableau I.2 : Liste des différents types de ciments courants normalisés par NF P 15- 301[1]**

Désignation	Types de ciment	Clinker %	Ajouts et Teneurs en %	Matière secondaire
CEM I	Ciment portland	95 à 100 %	-----	
CEM II /A	Ciment portland	80 à 94 %	L'un des Ajouts	0 à 5%
CEM II /B	Composé	65 à 79 %	- 6 à 20% - 21 à 35 %	
CEM III/A	Ciment de haut fourneau	35 à 64 % 20 à 34 % 5 à 19 %	Laitier - 35 à 65 % - 66 à 80% - 81 à 95 %	
CEM IV/A	Ciment pouzzolanique	65 à 90 %	Pouzzolane, cendre, ou fumée de silice	
CEM IV/B		45 à 64 %	- 10 à 35% - 36 à 55%	
CEM V/ A	Ciment au laitier et aux cendres	40 à 64 %	Laitier - 18 à 30%	
CEM V/ B		20 à 39 %	Etcendre- 31 à 50%	

### I.1.7 Classe de résistance du ciment :

Les ciments sont répartis en trois classes de résistances ; 32.5 - 42.5 - 52.5, définis par la valeur minimale de la résistance caractéristique du ciment à 7 et à 28 jours. La résistance du ciment est déterminée sur des éprouvette de mortier de ciment (Mortier normalisé ; 3 sable/1 ciment/0,5 Eau) [1]

Classe de résistance	Résistance à la compression (MPa)	
	2 jours Limite inf	28 jours Limite inf
32.5N (Normale)	-	≥ 32.5
32.5R (Rapide)	≥ 13.5	≥ 32.5
42.5	≥ 12.5	≥ 42.5
42.5R	≥ 20	≥ 42.5
52.5	≥ 20	≥ 52.5
52.5R	≥ 30	≥ 52.5

**Tableau I.3 :** Classes de résistance du ciment [1]

### I.1.8 Domaine d'utilisation de déférent ciment :

Ciment	Désignation	Utilisation	Contre-indication
Ciment Portland Ciment composé	CEM I CEM II	Tous travaux de béton armé ✓ Bonne résistance ✓ Décoffrage Rapide (préfabrication) ✓ Bétonnage par temps froid	✓ Présence d'eaux agressives ✓ Travaux souterrains ✓ Bétonnage en grande masse
Ciment au laitier Et pouzzolanique Ou au laitier et cendre.	CEM III CEM IV CEM V	✓ Béton de masse (barrage) ✓ Béton de fondation (sol agressif) ✓ Bétonnage en temps chaud ✓ Eau usée ✓ Travaux souterrains ✓ Réservoir d'eau	✓ Bétonnage par temps froid ✓ Béton préfabriqué ✓ Résistance à jeune âge élevée

### I.1.9 Hydratation de ciment :

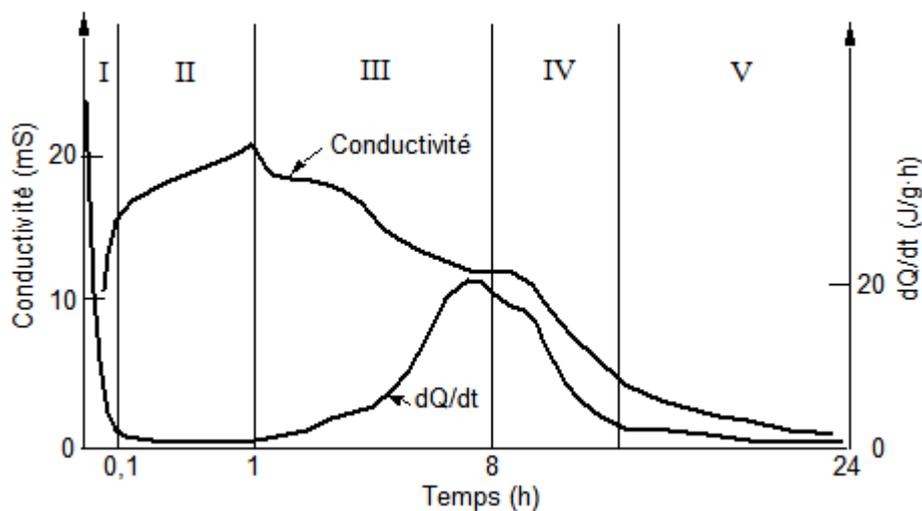
Une fois la poudre de ciment mélangée à l'eau, les réactions d'hydratation se développent, il se produit alors une cristallisation qui aboutit à un nouveau système de constituants hydratés stables avec formation de cristaux en aiguilles plus ou moins enchevêtrées produisant la prise. On peut scinder la réaction d'hydratation en quatre phases.

## L'hydratation des silicates C<sub>3</sub>S et C<sub>2</sub>S :

Au contact de l'eau, les silicates se dissolvent sous forme d'ions Ca<sup>2+</sup>, OH<sup>-</sup> et  $\text{H}_2\text{SiO}_4^{2-}$ . Ceux-ci interagissent alors entre eux et forment des silicates de calcium hydratés (C- S- H) et de la portlandite (Ca(OH)<sub>2</sub>). Ces réactions sont exothermiques et peuvent servir de catalyseur à la réaction d'hydratation. Dans le cas du C<sub>2</sub>S, la cinétique d'hydratation est plus lente et la quantité de portlandite formée est plus faible.

Le type de C- S- H dépend de son origine (C<sub>3</sub>S ou C<sub>2</sub>S) et des conditions d'hydratation. De plus, le rapport E/C (donc la porosité) et le degré de maturation affecte la composition du gel de C- S- H.

La progression de la réaction d'hydratation peut être suivie par des mesures de calorimétrie et de conductivité (Figure 2.2). Comme on peut le voir, l'hydratation des silicates peut être séparée en cinq périodes distinctes. [2]



**Figure I.1 :** Évolution du dégagement de chaleur et de la conductivité électrique lors de l'hydratation d'une pâte de C<sub>3</sub>S.[2]

- Période 1 : réactions initiales

Lorsque les silicates entrent en contact avec l'eau, les ions  $\text{SiO}_4^{4-}$  qui sont en surface des grains passent en solution (sous la forme de complexes  $\text{H}_2\text{SiO}_4^{2-}$  ou  $\text{H}_3\text{SiO}_4^-$ ).

La présence de ces ions fait alors augmenter la conductivité du milieu. Une couche protectrice de C- S- H se forme alors autour des grains ne permettant plus la réaction entre les silicates et l'eau.

- Période 2 : période d'induction

Durant cette période (appelée aussi période dormante) il y a peu d'activité chimique, ce qui se traduit par un faible dégagement de chaleur. Durant cette période, la concentration en calcium croît alors que celle en silice décroît. La conductivité augmente toujours, mais plus faiblement que dans la 1<sup>ère</sup> période. Ainsi, il apparaît que des C- S- H dits métastables (C- S- H(m)) continuent de se former autour des grains de C<sub>3</sub>S alors que la portlandite ne précipite pas. Cette période peut varier considérablement d'un type de mélange à l'autre.

- Période 3 : période d'accélération

Cette période est marquée par un fort dégagement de chaleur ce qui se traduit par une activité chimique intense. En général, c'est durant cette période que survient la prise. Deux types de réactions mènent à la formation des C- S- H dits stables (C- S- H(s)) et de la portlandite : soit par l'hydroxylation des C- S- H(m), soit par celle des C<sub>3</sub>S. La formation de ces hydrates fait diminuer les concentrations ioniques de la solution interstitielle, ce qui se traduit alors par une baisse de la conductivité (voir la Figure I.1-2 ).[2]

- Période 4 : période de décélération

La couche d'hydrates formée ne permet plus qu'une réaction d'hydratation par diffusion. L'eau diffuse dans le matériau afin d'atteindre les composants anhydres du système, ralentissant alors considérablement la cinétique d'hydratation. Ceci correspond sur la courbe à une diminution de la chaleur dégagée. De même que pour la 3<sup>ème</sup> période, plus les hydrates se forment, moins il y a d'ions dans la solution interstitielle, ce qui entraîne une diminution de la conductivité.

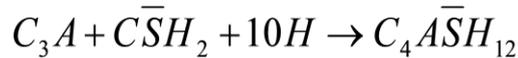
- Période 5 : période de consolidation

Le ralentissement, dû au caractère diffusionnel de la réaction d'hydratation, peut s'étaler sur des mois ou des années. [2]

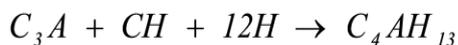
## a) Hydratation des aluminates C<sub>3</sub>A et C<sub>4</sub>AF

**C<sub>3</sub>A + Eau** → Réaction prompte ; induit une prise rapide limitant le temps de mise en œuvre.

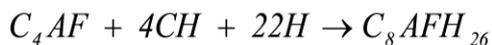
**Mais**, en présence de **gypse** (CaSO<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O), la réaction suivante se produit :



Après consommation de gypse (2 à 3 heures) ;



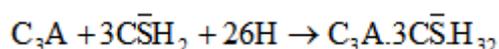
aluminates de calcium hydraté  
(CAH).



L'hydratation des aluminates étant très rapide, les cimentiers ajoutent du sulfate sous forme de gypse au clinker pour contrôler ces réactions. Ainsi, les réactions avec les aluminates se font en plusieurs étapes :[2]

- Étape 1 : Formation d'ettringite (phase AFt)

Les aluminates réagissent avec le sulfate du gypse pour former de l'ettringite :

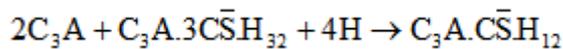


Avec :  $\bar{S} = \text{SO}_3$  (anhydride sulfurique)

Cette période de fort dégagement de chaleur correspond à la période de pré-induction, ou période dormante. Une couche d'hydrates vient entourer les aluminates qui forment alors une couche protectrice autour du grain.

- Étape 2 : Transformation de l'ettringite en monosulfate de calcium hydraté

Lorsque la source de gypse s'est épuisée, la concentration en sulfates de la solution baisse. L'ettringite devient alors instable et se dissout pour former du monosulfate de calcium hydraté (appelé AFm) :



Cette période est aussi appelée période d'accélération : les réactions chimiques s'intensifient.

- Étape 3 : Hydratation des aluminates résiduels

Une fois que l'ettringite a fini sa transformation, les aluminates restants réagissent avec l'eau afin de donner trois types d'hydrates :  $\text{C}_2\text{AH}_8$ ,  $\text{C}_4\text{AH}_{13}$  et  $\text{C}_3\text{AH}_6$ . [2]

### I.1.10 Mécanismes d'hydratation d'un ciment Portland :

L'hydratation du ciment Portland implique la réaction des quatre phases minérales qui le composent. Le ciment étant principalement composé de  $\text{C}_3\text{S}$ , l'hydratation de ce composé contrôle majoritairement la cinétique globale de l'hydratation. De nombreuses études ont été faites sur l'étude de l'hydratation individuelle de chacune de ces phases (cf. l'étude de Gartner, Gaidis et coll. (1989), mais très peu de travaux ont été focalisés sur les interactions entre ces réactions. Il faut donc garder à l'esprit que même si l'hydratation du ciment est souvent considérée comme étant contrôlée par l'hydratation de du  $\text{C}_3\text{S}$ , il existe très probablement une synergie entre les différentes réactions. La figure suivante présente la courbe caractéristique de calorimétrie isotherme d'un ciment qui peut être découpée en quatre périodes distinctes.[2]

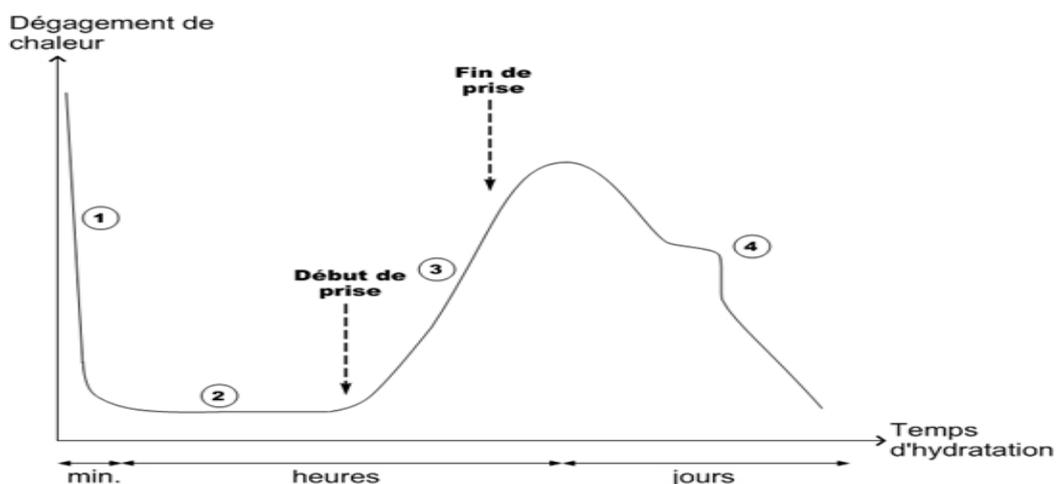


Figure I.3 : Courbe typique de calorimétrie isotherme d'un ciment[2]

D'après Garcia Boivin (1999), ces périodes peuvent être décrites de la manière suivante :

- Période 1 : réactions initiales

Cette période débute dès le contact entre l'eau et le ciment et dure quelques minutes. Le  $C_3S$  et le  $C_3A$  des grains de ciment réagissent immédiatement avec l'eau, formant de l'ettringite et des C-S-H (métastables). Cela correspond donc à une phase de dissolution : les ions entrent en solution.

- Période 2 : période dormante

Durant cette période, des ions  $Ca^{2+}$  et  $OH^-$  sont libérés. Ceci augmente alors le pH de la solution, ralentissant la dissolution des constituants. Le dégagement de chaleur est alors faible. Cette période correspond à la phase durant laquelle le béton est maniable.

- Période 3 : période d'accélération

Cette période débute lorsque la concentration en ions  $Ca^{2+}$  et  $OH^-$  de la solution devient critique, la conductivité électrique de la solution étant alors à son maximum. Cette sursaturation induit la précipitation de la portlandite. Il s'ensuit alors les mécanismes de dissolution, de nucléation et de précipitation des différentes phases, permettant la formation des hydrates (ettringite, portlandite, C-S-H). Cette grande activité chimique dégage beaucoup de chaleur, augmentant la température du matériau. Les hydrates formés commencent à s'enchevêtrer permettant alors la création d'un solide rigide. La prise du béton se situe donc dans cette période. Elle correspond au moment où le béton passe de sa phase liquide à sa phase solide, c'est-à-dire qu'un chemin continu de particules liées mécaniquement traverse le solide.

- Période 4 : période de ralentissement

Les grains anhydres se trouvent recouverts d'une couche d'hydrates qui s'épaissit de plus en plus. Pour que l'hydratation se poursuive, il faut que l'eau diffuse à travers les pores de gel. Ainsi, cette période se traduit sur la courbe par une diminution de la chaleur dégagée. Si le réseau poreux est fermé, une partie du ciment n'est jamais atteinte et donc ne sera jamais hydratée. De plus la quantité d'eau au départ doit être suffisante pour hydrater tout le ciment. C'est aussi durant cette période que l'ettringite de type AFt se dissout afin de se transformer en type AFm. Cette réaction correspond à la partie bosselée de la courbe de calorimétrie présentée à la Figure I.1-4.[2]

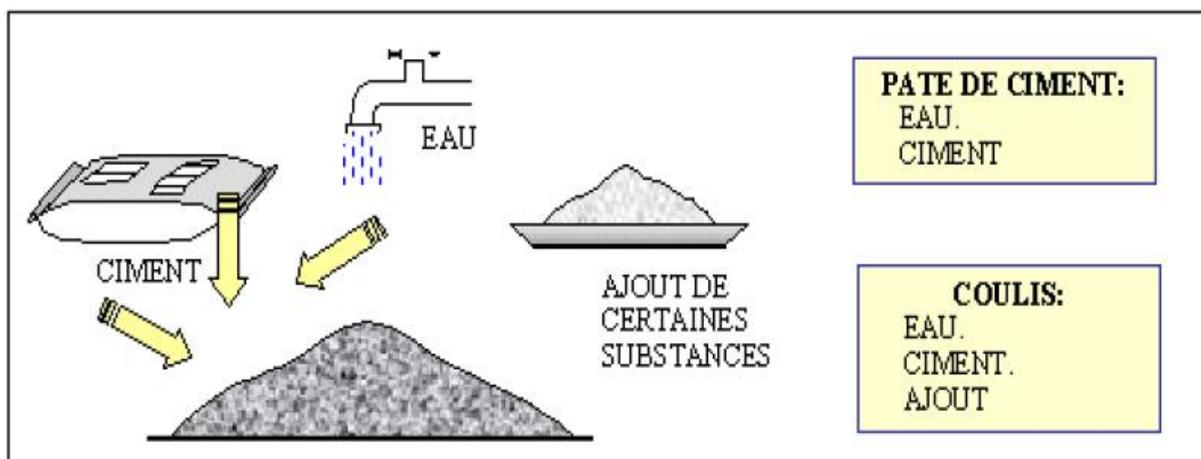
### **I.1.11 Les pâtes cimentaires :**

La pâte de ciment est composée principalement de ciment (C) et d'eau (E). Soit E et C les concentrations (en masse) d'eau et de ciment pour un volume unité de pâte. Dès que l'on mélange le ciment avec l'eau, l'hydratation va commencer et les propriétés de la pâte sont évolutives dans le temps. Tant que cette hydratation n'est pas trop avancée, la pâte reste plus ou moins malléable, ce qui permet de lui faire épouser par moulage la forme désirée.

Mais après un certain temps les cristaux d'hydrates prenant de plus en plus d'importance, le mélange se raidit, on dit qu'il fait prise, et le matériau commence alors à s'apparenter plus à un solide qu'à un fluide.

La pâte de ciment joue un rôle très important pour solidariser les squelettes granulaires du béton. Elle est un des facteurs influençant la qualité, le prix et les propriétés mécaniques du béton.

En général, la pâte pure de ciment est pratiquement peu utilisée et même pour déterminer la classe de la résistance des ciments, on mesure à travers des mortiers. Bien souvent, un ou plusieurs adjuvants sont également associés au ciment pour influencer sur les qualités de la pâte. En outre, les divers ajouts jouent un grand rôle pour modifier les propriétés selon leurs domaines d'emploi. Ce type de pâtes s'appelle aussi les coulis.



Dans tous les cas, les coulis devront être stables, homogènes et conserver ces propriétés pendant l'injection (ils sont en général mis en œuvre par injection).

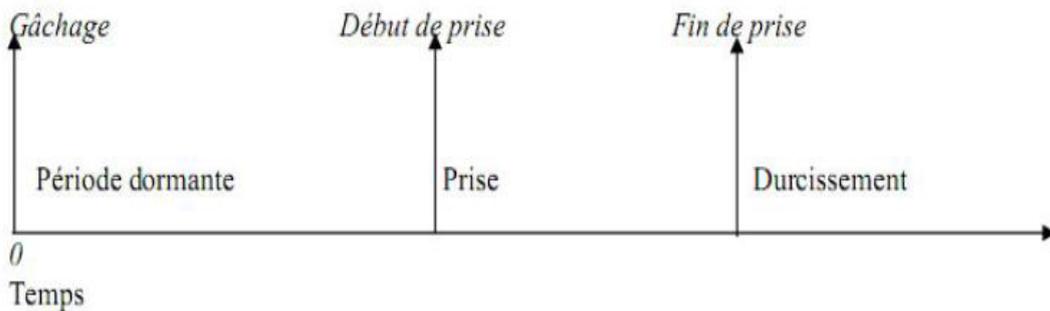
Les principales applications

- Travaux souterrains :
  - Comblement de carrières
  - Remplissage de grosses cavités
  - Injection dans les failles et les grosses fissures des roches fissurées
  - Injection dans des sols pulvérulents (consolidation) ; préfabriqués, parois moulées
  - Parois aux coulis auto-durcissant et panneaux
  - Calage de voussoirs préfabriqués (dans la réalisation de tunnels).
- Voile d'étanchéité dans le sol (cas des barrages)
- Injection dans un squelette de granulats mis en place au préalable
- Scellement de tirants d'ancrage
- Scellement et calage de machines
- Consolidation de dalles (support)
- Réalisation de sols semi-rigides
- Régénération de maçonneries et joints divers
- Injection dans le cas de puits de pétrole
- Injection de gaine du béton précontraint

## I.1.12 Caractéristique du ciment :

### I.1.12.1 Prise et durcissement :

Lorsqu'on réalise une Gâchée de pâte de ciment, de mortier ou de béton, on constate après un certain temps un raidissement du produit : c'est le début de prise. Ce raidissement s'accroît jusqu'à ce que le produit obtienne une résistance appréciable en fin de prise. Les réactions qui se passent dès le début du gâchage et qui se poursuivent dans le temps sont complexes. Il se produit une micro-cristallisation. La multiplication de ces cristaux dans le temps explique l'augmentation de résistance mécanique. [3]



- La phase dormante:

La pâte reste en apparence inchangée malgré le démarrage des premières réactions.

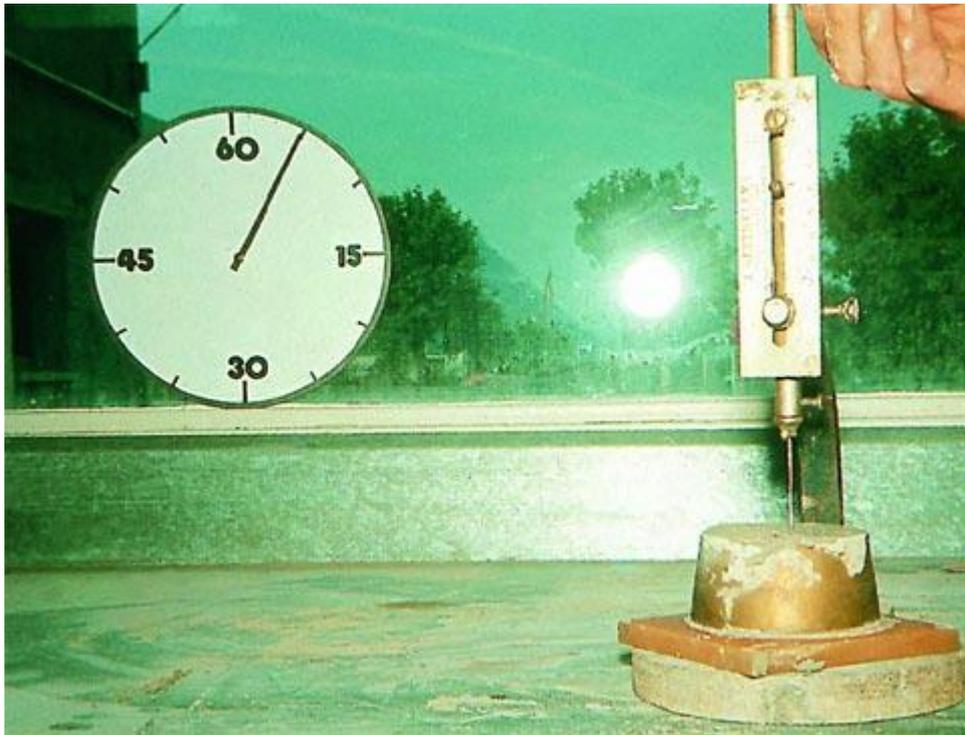
- Le début et la fin de prise :

Après une à deux heures, pour la plupart des ciments, une augmentation brusque de la viscosité se produit, accompagnée d'un dégagement de chaleur c'est le début de prise. La fin de prise est effective lorsque la pâte cesse d'être déformable et devient un matériau rigide.

- Le durcissement :

L'hydratation du ciment se poursuit et la résistance mécanique continue à croître durant plusieurs mois. La résistance à 28 jours est la valeur conventionnelle de contrôle. Lorsque le ciment se trouve en présence d'eau, il durcit.

Le durcissement est un phénomène de "cristallisation". Des cristaux se forment (à partir d'un délai correspondant au début de prise) et s'enchevêtrent les uns avec les autres. Le béton qui est parfaitement fluide avant la prise du ciment devient ainsi progressivement dur. Le mélange eau et ciment ainsi "cristallisé" enserre les granulats et produit un matériau compact. Le durcissement se poursuit de manière continue pendant plusieurs mois.



### Appareil de Vicat

Le durcissement n'est pas un séchage. Il peut très bien se produire sous l'eau. La chaleur accélère la prise et le durcissement du ciment et le froid les ralentit et peut même les stopper. Pour sa cristallisation (ou hydratation) le ciment a besoin d'une quantité d'eau égale à 25 % de son poids. Mais pour qu'il puisse être mis en place et rester suffisamment maniable à utiliser, une quantité double d'eau est en général nécessaire. Mais il ne faut pas utiliser trop d'eau car un excès d'eau diminue la résistance et la durabilité du béton. La pâte (mélange du ciment et de l'eau) joue le rôle de lubrifiant puis de colle. Le durcissement ne se déclenche pas immédiatement lorsque l'on mélange de l'eau et du ciment mais après un délai appelé début de prise ce qui permet de malaxer, transporter, mettre en place et vibrer le béton. L'hydratation du ciment se poursuit et la résistance mécanique continue à croître durant plusieurs mois. La résistance à 28 jours est la valeur conventionnelle de contrôle. [3]

Le phénomène de prise du ciment est lié à de nombreux paramètres tel que :

- La nature du ciment
- La finesse de mouture du ciment, plus son broyage a été poussée, plus le temps de prise est court.
- La température ; à zéro degré la prise est stoppée, plus la température est élevée plus la prise est rapide.
- La présence de matière organique dans l'eau ou dans l'un des autres constituants du béton qui ralentit la prise.
- L'excès d'eau de gâchage qui a, entre autres inconvénients, une action retardatrice sur la prise
- Pratiquement tous les ciments ont des temps de prise de l'ordre de 2h30 à 3h [3].

### Finesse du ciment ( finesse de Blaine ) :

Elle est caractérisée par la surface spécifique des grains de ciment, exprimé en ( $\text{cm}^2/\text{g}$ ). Dans les cas courants, elle est de l'ordre de 3000 à 3500  $\text{cm}^2/\text{g}$ ; plus la finesse de mouture est grande, plus la vitesse des réactions d'hydratation est élevée et plus ces résistances mécaniques à un âge jeune sont grandes, par contre plus le ciment est sensible à l'éventuellement et plus le retrait est important. En outre, la finesse de mouture influence la plasticité et la cohésion de la pâte de ciment à l'état frais, ainsi que son pouvoir de rétention d'eau et la ressuée. L'appareil utilisé pour déterminer la finesse de mouture de ciment est appelé « Perméabilimètre de Blaine ». Cet appareil est schématisé sur la figure. Il se compose pour l'essentiel d'une cellule dans laquelle est placé le ciment à tester et d'un manomètre constitué d'un tube en verre en forme de U rempli, jusqu'à son repère inférieur d'une huile légère. La cellule est équipée d'une grille en sa partie inférieure. Un piston sert à tasser le ciment dans la cellule sous un volume  $V$  défini. [3]

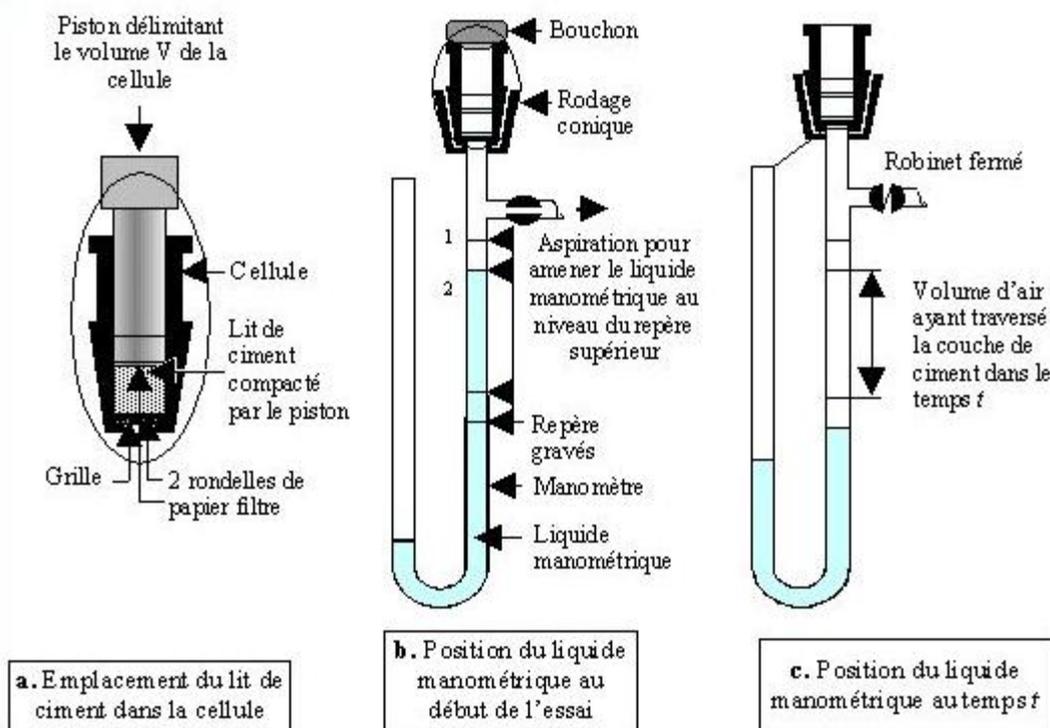


Figure I.5 : Principe de fonctionnement de perméabilimètre de Blaine

### I.1.12.2 Le retrait :

La pâte de ciment se rétracte dans l'air sec (alors qu'au contraire elle gonfle dans l'eau), ce phénomène se poursuivant dans le temps et ceci pendant des durées d'autant plus longues que les pièces sont massives. C'est le retrait qui est cause des fissures que l'on observe dans des pièces en béton et mortier. [3]

L'importance du retrait hydraulique, en dehors du facteur de temps est en fonction de nombreux paramètres parmi lesquels :

- La nature du ciment
- Le dosage en eau
- Les propriétés des sables
- La forme et la dimension du granulat

En fait il existe plusieurs types de retrait :

- Le retrait avant prise dû essentiellement à la perte prématurée d'une partie de l'eau de gâchage par évaporation et dont l'amplitude est dix fois celle du retrait hydraulique classique.

Ce retrait provoque des contraintes de traction supérieures à la résistance du béton à la traction, qui est à ce stade pratiquement nulle. Il se traduit par l'apparition, à la surface de l'échantillon encore plastique, de grosses crevasses peu profondes pouvant être refermées par talochage.

- Le retrait hydraulique, qui découle d'une part de la contraction Le Chatelier où le volume des hydrates est inférieur au volume des constituants de départ et d'autre part du retrait de dessiccation ou la contraction au séchage, est de l'ordre de 0,2 à 0,4 mm/m pour les bétons.

Dans le cas des formulations à faible rapport E/C, la dessiccation d'origine "endogène" autrement dit la consommation de l'eau de gâchage pour l'hydratation peut être prépondérante sur la dessiccation par échange avec le milieu externe

- Le retrait thermique, qui est dû à la contraction du mélange lors de son refroidissement. [3]

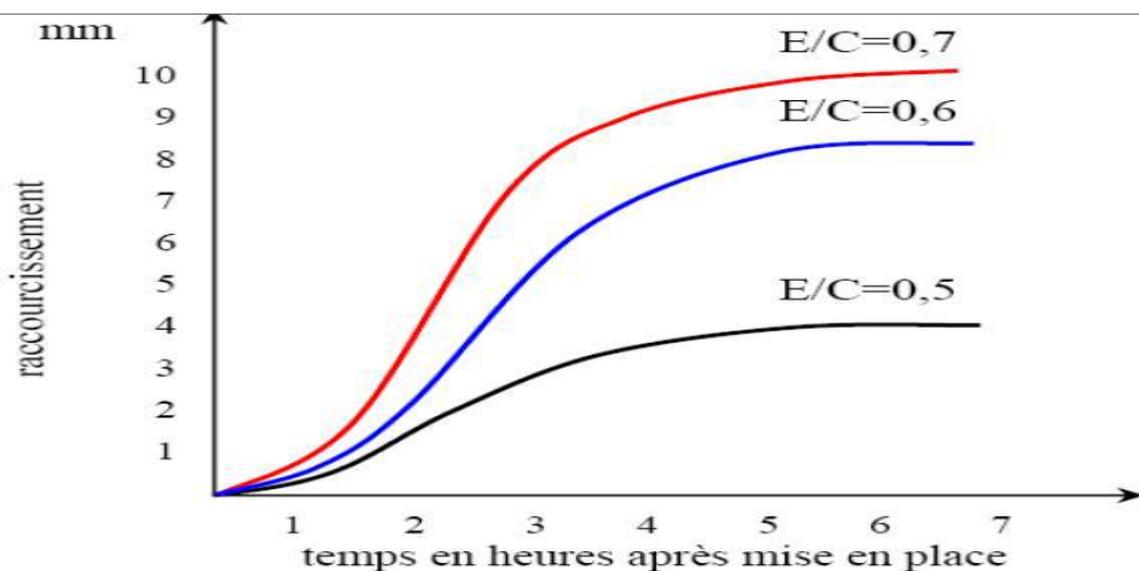


Figure I.6 influence de E/C sur le retrait des mortiers [3]

### I.1.12.3 La consistance normale :

La consistance de la pâte de ciment est sa plus ou moins grande fluidité. C'est une caractéristique qui évolue au cours du temps. Pour pouvoir étudier l'évolution de la consistance en fonction des différents paramètres, il faut pouvoir partir d'une consistance qui soit la même pour toutes les pâtes étudiées. La consistance dite "consistance normalisée" peut être déterminée par l'essai en utilisant un appareil qui s'appelle "Vicat"

La distance (d) caractérise l'aptitude de la consistance de la pâte étudiée.

- Si  $(d) = 6\text{mm} \pm 1\text{mm}$ , on dit que la consistance de la pâte étudiée est normalisée, (Consistance normalisée).

- Si  $d$  n'atteint pas cette valeur (c.a.d.  $d > 7$  mm ou  $d < 5$ mm), il convient de refaire l'essai avec une valeur différente du rapport E/C jusqu'à atteindre la valeur recherchée de la consistance.

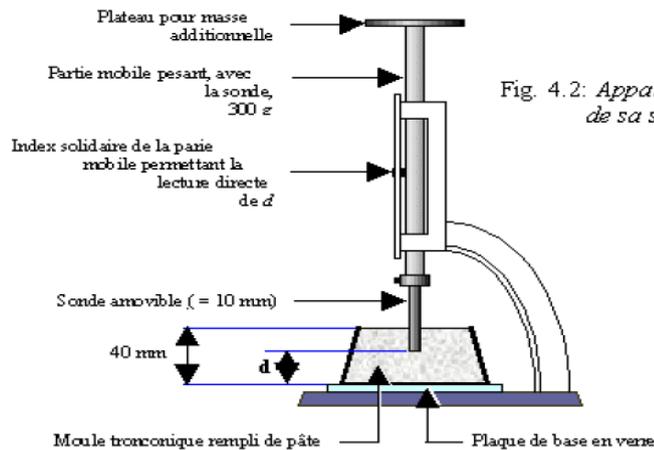
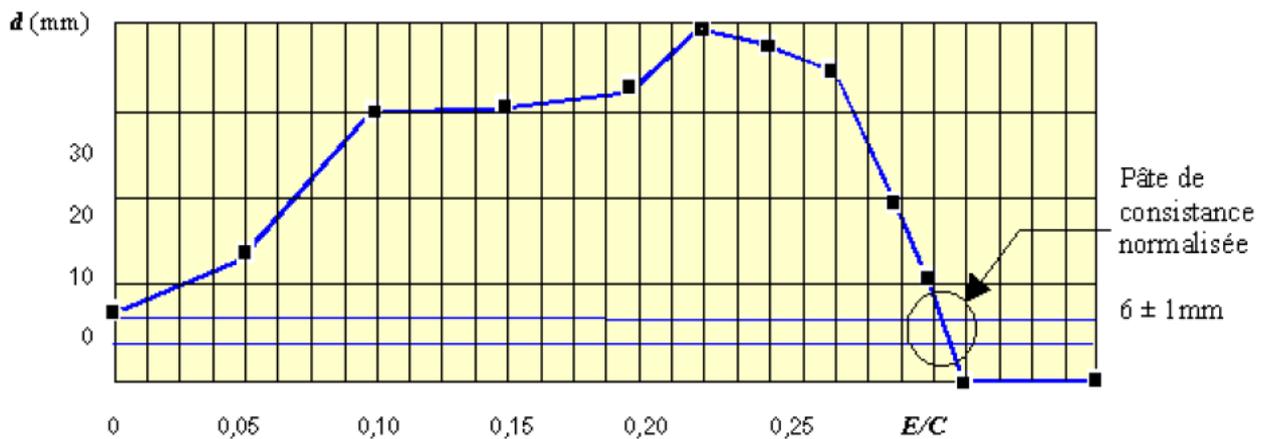


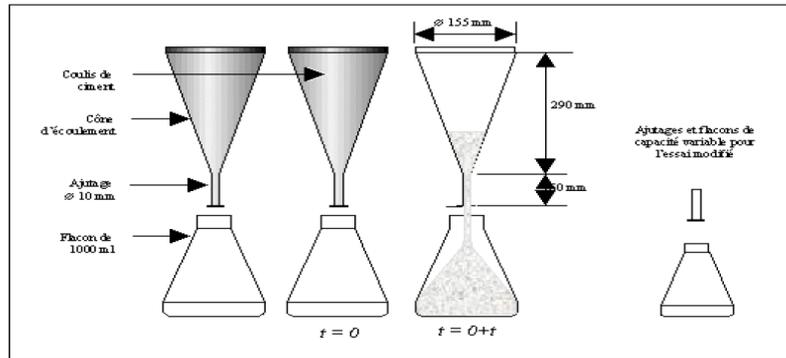
Fig. 4.2: Appareil de Vicat muni de sa sonde de consistance



Évolution de la consistance d'une pate de ciment en fonction de E/C [4]

#### I.1.12.4 Caractéristiques de fluidité (Norme NF P 18-358) :

En général, les pâtes de ciment entrant dans la composition des mortiers ou des bétons ont des consistances beaucoup plus fluides et donc des dosages en eau plus importants. Quant aux pâtes qui sont utilisées pures pour l'injection des câbles de précontrainte, elles sont encore plus fluides et appelées coulis. Pour tester la consistance de ces coulis, on utilise alors un autre appareillage : le cône d'écoulement. Le temps d'écoulement doit être inférieur à 25 secondes et se maintenir constant pendant les 15 minutes qui suivent la fabrication du coulis. [4]



### Dimension du cône de Marsh (cône d'écoulement)

#### I.1.12.5 Caractéristiques de stabilité (Norme NF P 18-359) :

L'essai consiste à mesurer la quantité d'eau qui re ut   la surface du coulis hydraulique laiss  au repos et   l'abri de toute  vaporation. L'exsudation du coulis doit  tre r duite. [4]

#### I.1.12.6 Les r sistances m caniques (Norme NF P 18-360) :

Doivent  tre suffisantes en compression et en traction par flexion. Pour les coulis dont la teneur en eau varie 34   37 %, les r sistances en compression s' chelonnent g n ralement de 500   600 daN/cm<sup>2</sup>.

Les r sistances peuvent  tre abaiss es dans le cas d'addition de certains produits destin s   am liorer l'injectabilit  ou l'addition d'agents expansifs.

Les r sistances peuvent, par contre,  tre am lior es gr ce   un puissant malaxage du coulis (par haute turbulence, par exemple). Les directives actuelles demandent les r sistances minimales suivantes   28 jours (conservation des prismes de p te pure de 4 x 4 x 16 cm   20  C dans des sacs  tanches) : 4 MPa en traction par flexion, 30 MPa en compression. [4]

#### I.1.13 Conclusion :

Dans ce premier chapitre, on a rappel  dans une premi re partie une g n ralit  sur les ciments et les principaux m canismes et ph nom nes physicochimiques li s   l'hydratation du ciment.

## I.2 Les mortiers de ciments :

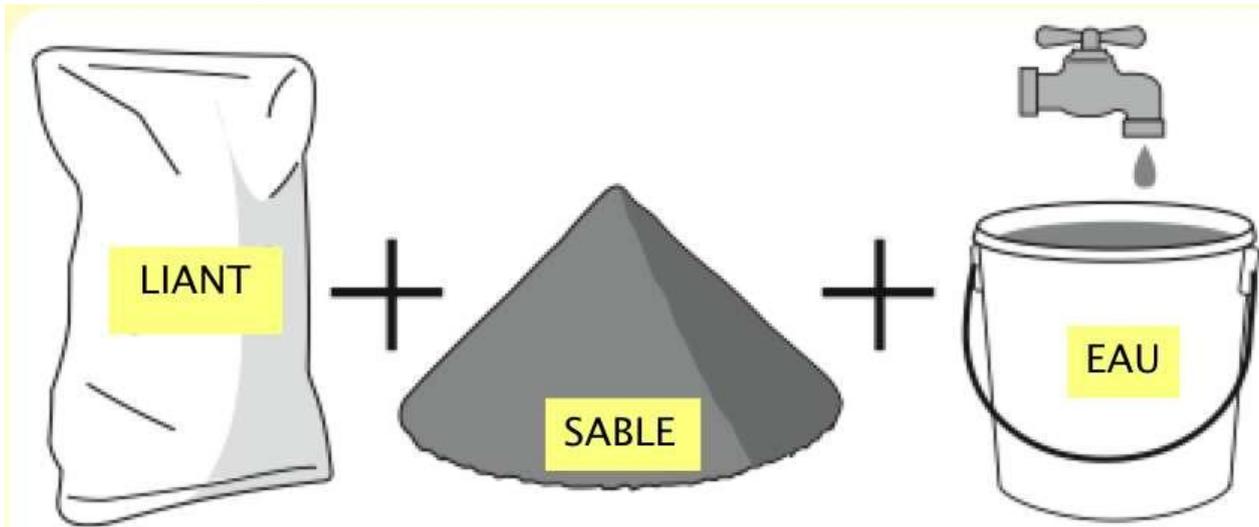
### I.2.1 Introduction :

Une construction est g n ralement r alis e par  l ments, donc il faut assurer la liaison entre eux (blocs de b ton, briques,  l ments en b ton pr fabriqu , etc.) ou qu'il faut prot ger par un rev tement. On doit alors effectuer des scellements ou divers travaux de reprise, de bouchage, etc. Toutes ces op rations se font   l'aide d'un liant toujours m lang    du sable, de l'eau – et  ventuellement un adjuvant – pour obtenir un « mortier », qui se distingue du b ton par l'absence de gravillons qui a pour but de :

- o Solidariser les  l ments entre eux
- o Assurer la stabilit  de l'ouvrage
- o Combler les interstices entre les blocs de construction

Le mortier est obtenu par le m lange d'un liant (chaux ou ciment), de sable, d'eau et  ventuellement d'additions. Des compositions multiples de mortier peuvent  tre obtenues en jouant sur les diff rents param tres : liant (type et dosage), adjuvants et ajouts, dosage en eau. En ce qui

concerne le liant, tous les ciments et les chaux sont utilisables ; leur choix et le dosage sont fonction de l'ouvrage à réaliser et de son environnement.



La durée de malaxage doit être optimum, afin d'obtenir un mélange homogène et régulier. Les mortiers peuvent être :

- Préparés sur le chantier en dosant et en mélangeant les différents constituants y compris les adjuvants.
- Préparés sur le chantier à partir de mortiers industriels secs préposés et avant l'utilisation, il suffit d'ajouter la quantité d'eau nécessaire.
- Livrés par une centrale : ce sont des mortiers prêts à l'emploi.

Les mortiers industriels se sont beaucoup développés ces dernières années ; permettant d'éviter le stockage et le mélange des constituants sur des chantiers.

### **I.2.2 Composition de mortier :**

Le mortier est un des matériaux de construction, qui contient du ciment ; de l'eau ; du sable ; des adjuvants et éventuellement des additions. Ils peuvent être très différents les uns des autres selon la nature et les pourcentages des constituants, le malaxage, la mise en œuvre et la cure.

Les mortiers sont constitués par des mélanges de :

- Liant (ciment ou chaux)
- Eau
- Sable
- Adjuvants

### **I.2.3 Les sables :**

Normalement, les sables utilisés sont les sables appelés "sable normalisé". Les sables de bonne granulométrie doivent contenir des grains fins, moyens et gros. Les grains fins se disposent dans les intervalles entre les gros grains pour combler les vides. Ils jouent un rôle important : Ils réduisent les variations volumiques, les chaleurs dégagées et même le prix. Les dosages se feront en poids plutôt qu'en volume comme c'est souvent le cas, afin d'éviter les erreurs de dosage, par suite de l'augmentation de volume de sable humide.

Ils peuvent être :

- Naturels et roulés (de rivières, de sablières, ..) , de nature siliceuse ou silico-calcaire;
- Naturels concassés (roches de carrières), comme des basaltes, porphyres, quartzites. Ils sont anguleux et durs.
- Spéciaux (lourds, réfractaires, légers)
- Sable de laitier
- Sable d'oxydes de fer, de chromite ; corindon ;
- Sable de briques concassées ; liège torréfié ; polystyrène expansé ; vermiculite, perlite.

Certains sables sont à éviter, notamment les “sables à lapin”, généralement très fins, les sables crus qui manquent de fines et les sables de dunes ou de mer qui contiennent des sels néfastes pour les constituants des ciments, par contre ils doivent être propres.

Le diamètre maximum des grains de sable utilisés pour les mortiers est :

- Extra-fins : jusqu'à 0,8 mm (en tamis), soit 1 mm (en passoire)
- Fins : jusqu'à 1,6 mm
- Moyens : jusqu'à 3,15 mm
- Gros : jusqu'à 5 mm

#### **I.2.4 Les adjuvants :**

Les adjuvants sont des produits chimiques que l'on utilise dans le cas des bétons. Ils modifient les propriétés des bétons et des mortiers auxquels ils sont ajoutés en faible proportion (environ de 5% du poids de ciment). Les mortiers peuvent comporter différents types d'adjuvants :

- Les plastifiants (réducteurs d'eau)
- Les entraîneurs d'air
- Les modificateurs de prise (retardateurs, accélérateurs)
- Les hydrofuges.

Dans tous les cas des soins particuliers doivent être pris afin d'obtenir des mortiers sans ressuage, homogènes d'une gâchée à l'autre.

#### **I.2.5 Les ajouts :**

Les ajouts que l'on utilise dans les mortiers sont :

- Poudres fines pouzzolaniques (cendres, fumée de silice..)
- Fibres de différentes natures
- Colorants (naturels ou synthétiques)
- Polymères.

#### **I.2.6 Les différents mortiers :**

Dans les travaux publics on utilise différents types de mortier :

- **Les mortiers de ciment :**

Les mortiers de ciments sont très résistants, prennent et durcissent rapidement. Le dosage du rapport entre le ciment et le sable est en général volumétrique et le rapport de l'eau sur ciment est environ 0,35. De plus, un dosage en ciment les rend pratiquement imperméables.

- **Les mortiers de chaux :**

Les mortiers de chaux sont moins résistants par rapport aux mortiers de ciment (gras et onctueux). La durée du durcissement des mortiers de chaux est plus lente que pour les mortiers de ciments.

- **Les mortiers bâtards :**

Ce sont les mortiers, dont le liant est le mélange de ciment et de chaux. Généralement, on utilise la chaux et le ciment par parties égales, mais des fois on prend une quantité plus ou moins grande de l'un ou l'autre suivant l'usage et la qualité recherchée.

- **Mortiers fabriqués sur chantier :**

Ils sont préparés avec le ciment et le sable du chantier. Le ciment est un ciment courant CPA ou CPJ et parfois des ciments spéciaux comme le ciment alumineux fondu.

On emploie également des chaux hydrauliques et parfois des liants à maçonner. Le sable est le plus souvent roulé (nature silico-calcaires) parfois concassé et le gâchage s'effectue à la pelle ou à l'aide d'une petite bétonnière.

Ces mortiers ne sont donc pas très réguliers et les sables peuvent être différents d'une livraison à l'autre, mais de toute façon ils doivent être propre et de bonne granulométrie.

Le sable est généralement dosé en poids (ce qui est préférable), soit en volume (cas des petits chantiers). Dans ce dernier cas, il est très important de tenir compte du phénomène de foisonnement des sables.

- **Mortier industriel :**

Ce sont des mortiers que l'on fabrique à partir de constituants secs, bien sélectionnés, conditionnés en sacs, contrôlés en usine et parfaitement réguliers. Pour utiliser ce type de mortiers, il suffit de mettre la quantité d'eau nécessaire et malaxer pour ensuite les mettre en œuvre. Les mortiers peuvent contenir des liants et des sables variés ainsi que certains adjuvants et éventuellement des colorants. Les fabricants de mortiers industriels proposent une gamme complète de produits répondant à tous les besoins :

### **I.2.7 Utilisation de mortier :**

- Mortiers pour enduits de couleur et d'aspect varié
- Mortiers d'imperméabilisation
- Mortier d'isolation thermique
- Mortier de jointoiement
- Mortier de ragréage
- Mortier de scellement, mortier pour chape
- Mortier-colle pour carrelages, sur fond de plâtre ou de ciment, etc.
- Mortier de réparation

### I.2.8 Le dosage de mortier :

Ces dosages sont indicatifs, en volume et non en poids.

• Mortier de montage ou à maçonner (assemblage des blocs et pierres) :

1 vol. de ciment ou de chaux + 2 à 3 vol. de sable + 1/3 vol. d'eau.

• Le dosage en eau dépend de l'utilisation du mortier :

Un enduit à projeter doit être beaucoup plus liquide qu'un mortier d'assemblage de Parpaings.

Un mortier trop sec manque d'homogénéité et il est difficile à utiliser (il ne colle pas). Un mortier trop humide sèche mal et il est difficile à appliquer en épaisseur (il coule)

Utilisation Matériaux	Pose de brique et parpaings	Goberis (Sous-couche d'enduit)	Mortier de chape maigre
Ciment	50 Kg	50 Kg	50 Kg
Sable	120 à 130 litres	120 à 130 litres	180 litres
Nature de mélange à obtenir	Octueux	Presque liquide	Pâteux

### I.2.9 Réalisation de mortier de ciment :

#### • Malaxage mécanique :

Pour de plus gros travaux utilisez un malaxeur à mortier mécanique. Ces malaxeurs sont disponibles dans les centres de location d'outillage.

On procède comme suit :

- Versez dans le malaxeur une quantité d'eau égale à la moitié de volume total de ciment,
- Faire démarrez le malaxeur
- Ajoutez la moitié de sable puis le ciment, puis le reste du sable
- Malaxez jusqu'à uniformité de couleur de mélange, au moins 5 minute et pas plus de 10.

### I.2.10 Les caractéristiques physico-mécaniques des mortiers de ciment :

#### I.2.10.1 Les résistances mécaniques :

L'exigence essentielle pour un béton ou un mortier est de pouvoir résister aux contraintes mécaniques de la construction. C'est pourquoi la détermination des résistances mécaniques est essentielle pour caractériser un béton, d'autant plus que cet essai relativement simple permette d'obtenir une image globale de la qualité du béton.

Pour obtenir des résultats fiables, la confection des éprouvettes, ainsi que les essais mécaniques proprement dits, doivent être réalisés avec soin.

Les caractéristiques suivantes peuvent être déterminées expérimentalement :

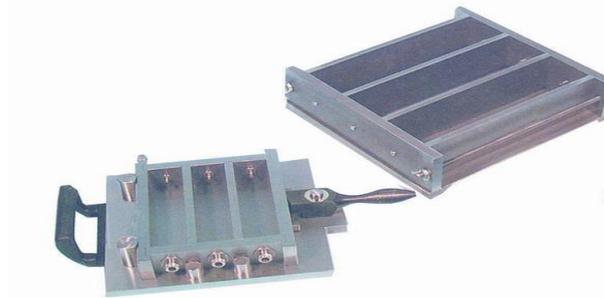
- La résistance à la compression sur prismes de mortier
- La résistance à la traction et à la flexion sur prismes de mortier

- **Résistance à l'écrasement :**

Cette résistance dépend d'une multitude de facteurs, en particulier de la qualité du liant, de la nature et de la pureté du sable. Toutefois, le liant et le sable étant donnés, et en laissant provisoirement de côté le soin apporté à la mise en œuvre, la résistance dépend du :

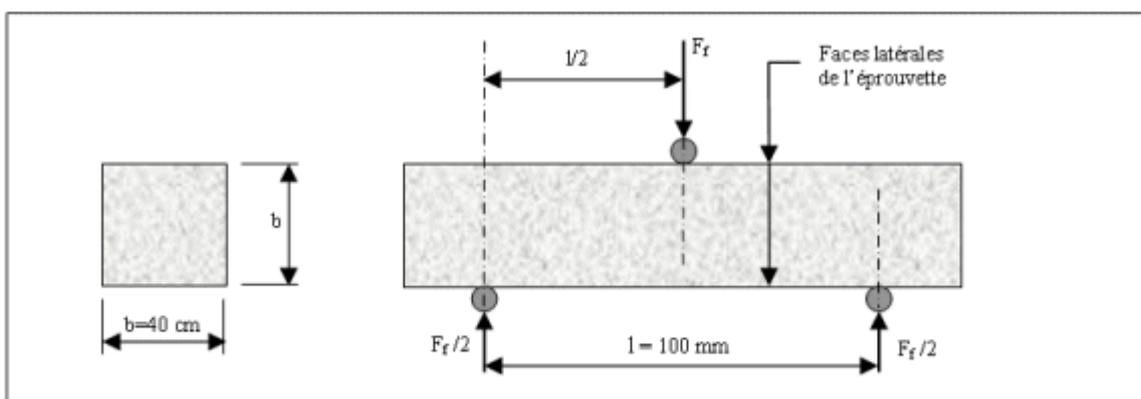
- Qualité de l'eau de gâchage
- Composition granulométrique du sable
- Nature et dosage en ciment
- Rapport C/E
- Énergie de malaxage et mise en œuvre
- Protection les tous premiers jours

Les essais sont souvent effectués sur les éprouvettes prismatiques de 4 x 4 x 16 cm conservés dans l'eau à 20 °C.

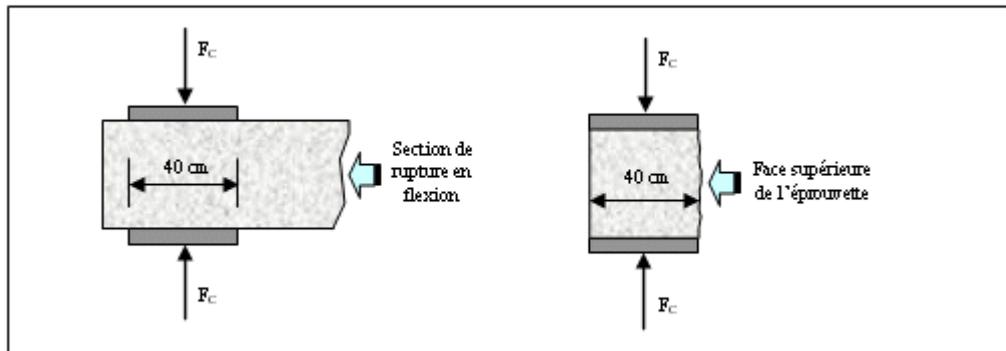


**Figure I.6 :** Moule pour moulage des éprouvettes de mortier

Les éprouvettes sont rompues en traction par flexion puis en compression. Les résistances, aussi bien en traction par flexion qu'en compression, progressent à peu près comme logarithme du temps (entre 1 et 28 jours).



**Figure I.7 :** Dispositif pour l'essai de résistance à la flexion.



**Figure I.8 :** Dispositif de rupture en compression.

## **I.2.11 Les propriétés physiques des mortiers de ciment :**

### **I.2.11.1 La masse volumique :**

La masse volumique sèche d'une éprouvette donnée de mortier durci est déterminée par le quotient de sa masse à l'état sec en étuve par le volume qu'elle occupe lorsqu'elle est immergée dans l'eau, à l'état saturé

## **I.3 La rhéologie des pâtes cimentaires :**

### **I.3.1 Introduction :**

Expérimentalement, l'étude du comportement rhéologique d'un fluide, est de faire placer ce dernier entre deux plaques parallèles dont l'une se déplace à une vitesse, grâce à l'application d'une force dirigée dans le sens du déplacement. Dans un tel dispositif appelé rhéomètre, on mesure les principaux paramètres rhéologiques du fluide telle que la contrainte de cisaillement en fonction du gradient de vitesse (vitesse de déplacement de la paroi divisée par l'épaisseur du fluide) et en fonction de la viscosité plastique.

### **I.3.2 Propriétés rhéologiques :**

#### **I.3.3 Seuil de cisaillement :**

Le seuil de cisaillement est la force minimale nécessaire pour mettre en mouvement un fluide soumis à une contrainte de cisaillement. En dessous de ce seuil, le fluide possède les propriétés d'un solide élastique mais, une fois la contrainte atteint ce seuil, le coulis se comporte comme un fluide newtonien ayant une viscosité plastique.

Ce paramètre a une importante conséquence sur les propriétés du coulis :

- L'existence du seuil de cisaillement nécessite la présence d'une pression de démarrage lors de la mise en œuvre, la présence d'un seuil de cisaillement dans les suspensions de ciment leur confère un mode d'écoulement particulier.
- La stabilité des coulis de ciment se trouve améliorée à cause du seuil de cisaillement qui freine et bloque la sédimentation des grains de ciment, le seuil de cisaillement est l'un des facteurs les plus importants qui limitent le rayon de pénétration du coulis de ciment à l'intérieur de la fissure, (finesse, granulométrie, dispersion des grains).

### I.3.4 Viscosité plastique :

La viscosité est la résistance interne d'un fluide qui lui confère une résistance à l'écoulement. La viscosité correspond à la pente de la droite donnant la variation du taux de cisaillement en fonction de la contrainte de cisaillement (figure. 3.1). Dans le cas des pâtes de ciment qui ont le comportement d'un corps de Bingham, deux types de grandeurs peuvent être définies à savoir, la viscosité plastique et la viscosité apparente.

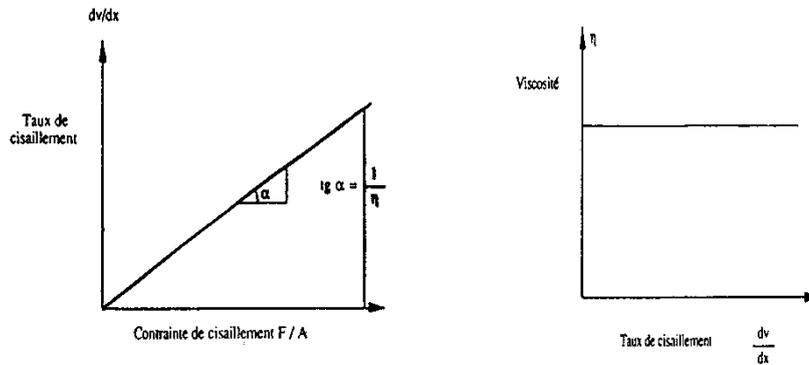


Figure I.9 : Types de viscosité plastique et apparente

### I.3.5 Thixotropie :

La thixotropie étant un comportement dépendant du cisaillement et du temps, il est souhaitable de maintenir l'un des facteurs constant (le cisaillement) et observer l'évolution de la structure en fonction du temps. Particulièrement, la thixotropie de la pâte de ciment est un domaine mal compris, mais assez important dans son application sur le chantier. Lors du transport ou du coulage du béton, ce dernier va supporter une certaine agitation physique (ou bien on peut dire qu'il est en train de cisailer) ce qui provoque la diminution de la viscosité du béton, mais lorsque le béton arrive au chantier ou la mise en œuvre est terminer, on a besoin que la viscosité du béton reprenne son état initial pour éviter la sédimentation des granulats. Donc, la thixotropie de la pâte est un des paramètres très importants dans l'ouvrabilité du béton.

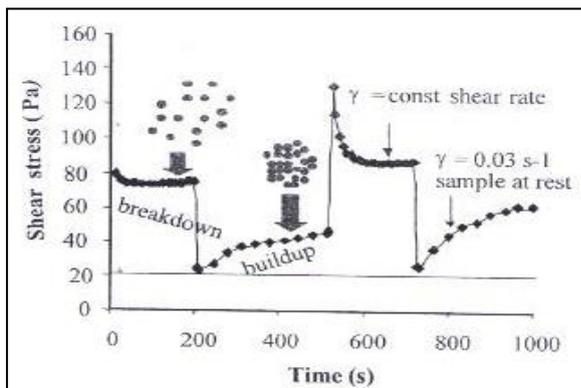


Figure I.10 : Méthode de mesure de la thixotropie (Khayat 2003) [6]

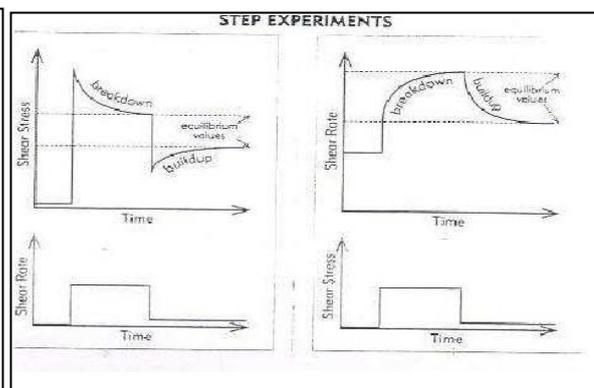


Figure I.11 : les deux procédures de la reprise de la thixotropie (Khayat 2003) [6]

Pour caractériser la thixotropie, plusieurs méthodes ont été utilisées. On peut caractériser de manière

simple la thixotropie par un indice de thixotropie. Pour mesurer l'indice de thixotropie, on se place à gradient de vitesse constant et on mesure la diminution de la viscosité entre le temps 0 et le temps T. Il s'agit d'une grandeur sans dimension. Plus l'indice est élevé, plus la thixotropie est marquée. Une autre façon de l'évaluation de la thixotropie par l'aire comprise entre les courbes d'écoulement montantes et descendantes d'un rhéogramme est également pratiquée, mais c'est une mesure très arbitraire. Par ailleurs, elle ne donne aucune information sur la reprise de la structure thixotrope [5]. C'est Bouton qui a fait l'association des différentes méthodes avec un enchaînement automatique, comme mesure avec une vitesse imposée, une contrainte imposée et l'essai de fluage pour préciser la structure initiale du matériau [6].

Khayatet Ghezal [6] ont réalisé des mesures de thixotropie en étudiant le comportement de la contrainte de cisaillement en fonction du temps avec le taux de cisaillement constant. Cette méthode est apparemment adaptée pour interpréter l'effet de la condition d'écoulement de différentes forces entre des particules du système considéré (Figure II.3). Dans la littérature, plusieurs auteurs ont utilisé cette gamme de mesures pour caractériser la reprise de la thixotropie des pâtes [7]. D'autres procédures sont établies pour caractériser le comportement thixotropique [Mewis (1979), Cheng (1987), Coussot (1992), Coussot et al. (1993), Mas and Magnin (1994)] sont montrés sur la figure II.4. [9-13].

### I.3.6 Modèles rhéologiques appliqués aux mortiers et aux bétons :

Partant du principe que les pâtes de ciment sont des fluides non-Newtoniens, leur comportement varie significativement en fonction de la concentration et la dispersion des grains dans l'eau allant du pseudo plastique, plastique (Bingham) à dilatant. Le comportement rhéologique des mortiers et des bétons est souvent assimilé à celui d'un fluide de Bingham ou de Herschell-Bulkley. Ces modèles permettent d'identifier deux paramètres rhéologiques : le seuil de mise en écoulement  $\tau_0$  et la viscosité  $\mu$ . De nombreux chercheurs ont essayé de lier la structure des suspensions et leurs propriétés pour maîtriser leur comportement rhéologique. Pourtant, les modèles qu'ils ont proposés ne sont pas convaincants. C'est pourquoi, plusieurs auteurs ont essayé de retrouver le modèle mathématique qui décrit adéquatement le comportement rhéologique des coulis de ciment. Pas moins de 10 lois de comportement ont été proposées par des auteurs différents dont quelques-unes sont énumérées ci-dessous [13] :

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 Hersche-Bulkey	$\tau = \tau_0 + k \dot{\gamma}^n$ <span style="margin-left: 2em;"><math>n &lt; 1</math></span>
Modèle de Von -Berg	$\tau = \tau_0 + b \sinh^{-1}(\dot{\gamma}/c)$
Modèle de Sisko	$\tau = a \dot{\gamma} + b \dot{\gamma}^c$ <span style="margin-left: 2em;"><math>c &lt; 1</math></span>
Modèle de Robertson-Stiff	$\tau = A(\dot{\gamma} + B)^c$
Modèle d'Atzeni et al.	$\tau = \tau_0 + \eta_0 \dot{\gamma} + b \sinh^{-1}(\dot{\gamma}/c)$

Papo a essayé, à travers des essais sur des coulis, de comparer ces modèles dont qui étaient en accord avec le modèle de Herschel-Bulkley mais, qui sont en désaccord avec d'autres modèles. Ce désaccord montre l'efficacité d'un modèle par un essai de viscosité de bien interpréter l'allure de la courbe obtenue, et donc de faire le choix du modèle adéquat [13].

### I.3.7 Rhéologie des bétons :

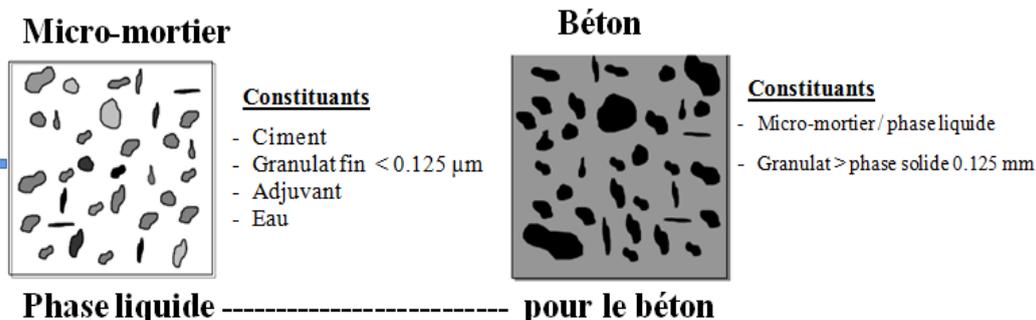
Le béton peut être considéré une comme suspension brute de particules avec les dimensions des particules, de la taille submicronique, par exemple, ciment et d'autres particules fines, aux millimètres de taille comme les agrégats. En conséquence, les propriétés rhéologiques du béton sont régies par les diverses forces, c.-à-d., non seulement par les forces d'origine colloïdale, mais aussi par des forces agissant entre les différents constituants. Les différentes forces agissant entre les constituants du béton selon la gamme de dimension des particules, sont récapitulées dans le tableau 3.1.

Dimension (mm)	Type de particule	Genre de force prédominante
> 1 mm	Sable, gravier	Forces de cisaillement, pesanteur
0.1-1 mm	Sable	Forces capillaires
$10^{-6}$ -0.1 mm	Particules de ciment hydraté, fines minéral	Forces colloïdales (c.-à-d. électrostatique, forces de van der Waals)

**Tableau I.5 :** Différents types de forces présentes dans des suspensions de particules telles que le béton (adopté et légèrement modifié par Mikael W.) [14].

Puisque le béton est une suspension de particules, il peut être divisé en phase liquide et en phase solide (voir figure 3.5). Il est commun de considérer la pâte de ciment ou le ciment faisant une partie des granulats fins. Normalement, les fractions  $<125\mu\text{m}$  ou  $<250\mu\text{m}$ , sont considérées comme phase liquide et les agrégats comme phase solide du béton [15, 16, 17].

Par une simplification, la pâte de ciment elle-même est une suspension de particules à un niveau "microscopique" dont la rhéologie est contrôlée par les mêmes lois que n'importe quelle autre suspension de particules fines. Cependant, les études de ces phases séparées du béton, ont apportées une connaissance plus large du mécanisme contrôlant les propriétés rhéologiques du béton et de chacune de ses phases. La figure 3.5 montre que le micro-mortier, est considéré comme le cas cité ci-dessus. Dans le texte suivant, la rhéologie de la pâte et du mortier de ciment sera passée en revue



**Figure I.12 :** Micro-mortier considéré comme phase liquide du béton. [17].

### I.3.8 Rhéologie des pâtes de ciment :

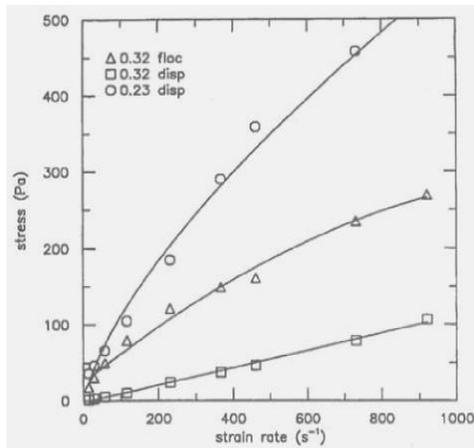
Les bétons autoplaçants (BAP) sont caractérisés par leur fluidité élevée. Ils se mettent en œuvre sans vibration, remplissent facilement les petits interstices de coffrages et sont pompés sur de longues distances. En revanche, la pâte de ciment correspondante (PAP) doit être assez visqueuse pour éviter la ségrégation. Puisque ces deux types de propriétés exigées sont apparemment contradictoires, la formulation d'un BAP s'avère en fait critique et difficile à contrôler. Le comportement rhéologique constitue ainsi un aspect clef pour les BAP [18,19].

Pour obtenir de telles propriétés, les cimentiers utilisent différentes formulations qui peuvent être classées en deux catégories. Dans le premier type de formulation, on arrive à obtenir les propriétés des BAP en effectuant un choix judicieux de la distribution de la taille des grains des différents composants. Dans le deuxième type de formulation, les propriétés BAP sont obtenues en jouant sur les propriétés rhéologiques de la phase fluide.

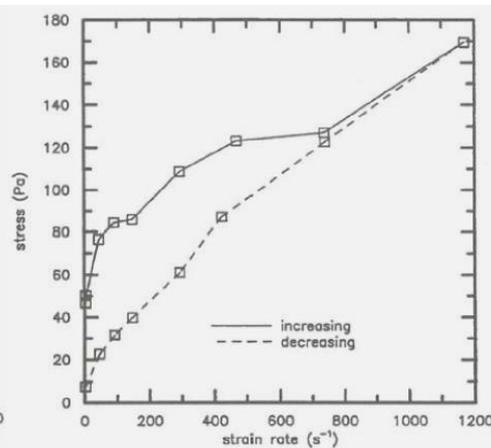
### I.3.9 Comportement rhéologique :

Les courbes d'écoulement des pâtes cimentaires sont ajustées sur plusieurs modèles mathématiques [20]. Le paramètre commun de tous ces modèles est celui de la contrainte seuil d'écoulement. En effet, la pâte de ciment, en général, a un modèle de comportement rhéologique viscoplastique. La figure 1.3-6 montre les courbes typiques d'écoulement des pâtes cimentaires floculées et dispersées à deux concentrations de volume [21]. La pâte cimentaire dispersée avec la plus basse concentration (avec un rapport E/C de 0.32) montre un comportement newtonien, alors que les autres pâtes chargées, ont un comportement viscoplastique (avec un rapport 0.23).

Les pâtes cimentaires montrent parfois une différence dans la plus basse et la plus haute contrainte de cisaillement (la figure 3.7). Cette différence se traduit par l'absence d'équilibre entre la microstructure de la pâte elle-même et le taux de cisaillement appliqué [14].



**Figure I.13 :** Courbes d'écoulement des pâtes cimentaires floculées et dispersées [21].



**Figure I.14 :** L'hystérésis des pâtes (vitesse de cisaillement augmente et puis diminue) [21].

Ce type de courbe d'écoulement est typiquement produit par les suspensions cimentaires thixotropes. Ces dernières montrent une diminution avec un temps réversible de la viscosité une fois soumises à une contrainte de cisaillement ou à une vitesse de cisaillement constante. Dans le cas des suspensions de ciment, l'hydratation provoque également l'hystérésis [17]. Ce comportement n'est pas strictement thixotrope puisque le processus n'est pas réversible.

### **I.3.10 Stabilité rhéologique des pâtes cimentaires :**

Durant le malaxage, les grains de ciment sont dispersés et suspendus dans l'eau. Toute suspension de ciment a tendance à sédimenter par gravité. Toutefois, ce phénomène affecte le seuil de rigidité et la pénétrabilité. À cause du ressuage, conséquence directe de la sédimentation, une grande partie des fissures injectées, restent remplies avec l'eau de ressuage. La perte d'eau affecte la maniabilité des pâtes de ciment dans le temps. Ceci provoque une augmentation rapide de la viscosité plastique et du seuil de rigidité des mélanges. Plusieurs facteurs influent sur la stabilité rhéologique des suspensions de la pâte cimentaires. Ces facteurs sont détaillés comme suit.

### **I.3.11 Effet de concentration des solides**

Struble et Sun ont étudié le comportement rhéologique des pâtes dispersées et floculées, à base d'un ciment Portland, en fonction de leur concentration des particules [8]. Leurs résultats prouvent que le rapport entre la viscosité et la concentration peut être décrit par l'équation de Krieger-Dougherty. La fraction volumique maximale des pâtes dispersées ( $\phi_m$ ), est approximativement 0.7 et la valeur de la viscosité intrinsèque ( $\eta$ ), est environ 5, en moyenne. Par rapport aux pâtes dispersées, la viscosité des pâtes floculées est plus importante que la fraction volumique plus faible. Les travaux de Justness et Vikan, ont également prouvés cette relation

### **I.3.12 Effet des caractéristiques de ciment**

La finesse du ciment est un paramètre important qui affecte les propriétés rhéologiques des pâtes cimentaires. Souvent la finesse et la composition chimique varient d'un ciment à un autre. En effet, il est difficile d'évaluer l'effet des caractéristiques des ciments, en comparant l'effet de différents ciments et l'effet de la finesse de ces derniers [23-24]. Cependant, VOM B., a évalué l'effet de la surface spécifique d'un ciment avec différentes fractions.

Les résultats de cet auteur ont prouvé que la valeur de la contrainte seuil (yield value) et de la viscosité ont augmenté avec l'augmentation de la surface spécifique des ciments, avec une fraction volumique constante. Les résultats de ces travaux ont également montré une augmentation de la contrainte de cisaillement et de la viscosité plastique avec l'augmentation de la concentration des solides, pour une même surface spécifique [25]. Plus récemment, Vikan a montré des résultats similaires sur l'effet de la finesse en évaluant quatre ciments [26]. Les propriétés rhéologiques des pâtes cimentaires dépendent aussi de la composition minéralogique du ciment, c.-à-d, du pourcentage de l'aluminate tricalcique ( $C_3A$ ), de l'alcali etc. Il n'est pas possible de différencier l'effet du type du ciment, sauf si les autres facteurs sont constants [26]. Cependant, Vikan a établi une corrélation linéaire entre les caractéristiques minéralogiques du ciment et la résistance d'écoulement de la pâte de ciment. Griesser a obtenu des résultats similaires qui montrent l'existence d'une corrélation entre la quantité du silicate et d'aluminate ( $C_2S$  et  $C_3A$ ). Cette relation est multipliée avec la valeur de la surface de Blaine ainsi que la valeur de la réactivité relative de ces minéraux [15].

Par ailleurs, l'effet de la composition chimique du ciment est beaucoup moins marqué que l'effet de la concentration ou de la finesse [23]. Cependant, les sulfates et l'équilibre de la réaction de l'aluminate ( $C_3A$ ) peuvent avoir un grand effet sur les propriétés rhéologiques de la pâte de ciment à l'âge jeune et sa variation par rapport au temps en raison de fausse prise ou prise rapide [23].

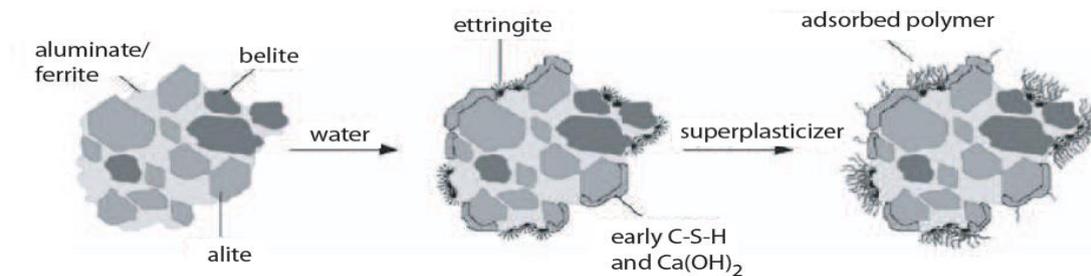
### I.3.13 Effet du superplastifiant

Le but essentiel de l'utilisation d'un superplastifiant est de disperser les grains de ciment. En raison de l'effet dispersant, la fluidité de la pâte est augmentée, c.-à-d., la contrainte de cisaillement et la viscosité plastique sont réduits [23, 27, 28]. Le superplastifiants adsorbe sur les particules de ciment et modifie le degré de floculation dans une de trois manières :

- Augmentation du potentiel zêta ainsi que des forces répulsives entre les particules de ciment (répulsion électrostatique de la double couche)
- Amélioration de l'affinité solide-liquide
- Présence d'un obstacle stérique

Plusieurs chercheurs ont étudié l'effet de la nature et le dosage du superplastifiant sur le comportement rhéologique des pâtes cimentaires. L'action du superplastifiant se compose de deux phénomènes physique et chimique [25-27].

Le phénomène physique comprend des effets non-spécifiques d'adsorption, répulsion électrostatique et répulsion stérique [27]. Le phénomène chimique se rapporté à la nature réactive des particules de ciment. L'adsorption préférentielle (sélective) [27-32] à la chimisorption et aux réactions chimiques pour former des nouvelles phases hydratées (voir figure II.8) [32-34]. L'importance des forces stériques dans une suspension dispersée de ciment, a été soulignée ces dernières années, pour différents types de superplastifiants. Ceci dépend du potentiel zêta de la suspension.



**Figure I.15** : Représentation schématique montrant la distribution de l'adsorption du polymère sur les surfaces des phases hydratées du clinker, d'après (Planck et al, 2007) [34]

Certains superplastifiants peuvent être intercalés dans les divers produits d'hydratation ; leur quantité, peuvent ne pas être suffisantes pour disperser les grains de ciment [31]. Ceci semble se produire, particulièrement, dans les premières minutes après addition de l'eau, quand l'ettringite a normalement son taux de précipitation plus élevé [31]. En plus, l'adsorption à la surface des particules de ciment pour ces superplastifiants, peut ne pas se produire et une partie de superplastifiant demeure dissoute dans la phase aqueuse, en tant que polymères libres ou comme micelles [31, 32].

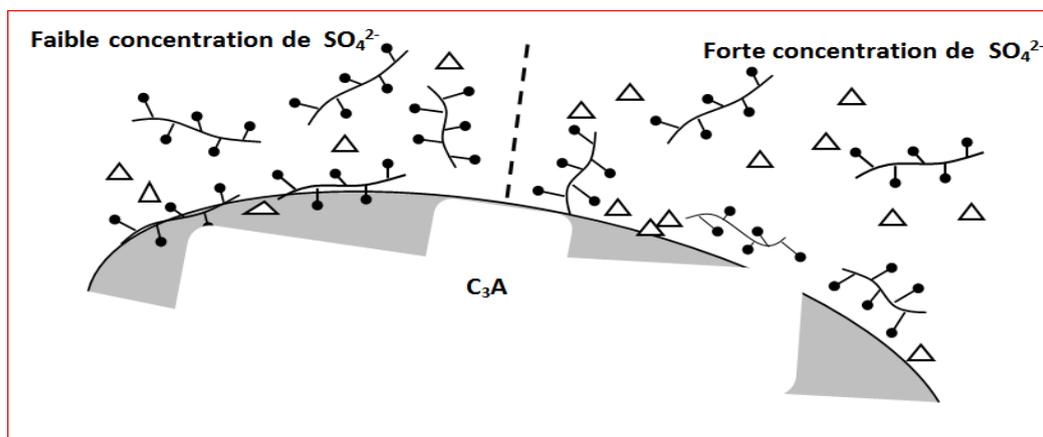
Également, la concentration des sulfates (les sulfates contenus dans le ciment, comme régulateur de prise) dans la solution, a une influence importante sur l'adsorption du superplastifiant pendant les premières minutes du processus de l'hydratation.

En conséquence, elle peut également avoir un effet sur les propriétés rhéologiques de la pâte du ciment. Griesser a prouvé que la contrainte de cisaillement (contrainte d'écoulement) des pâtes de

ciment atteint un minimum avec une certaine quantité de sulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ), ce qui dépend du type de ciment et de superplastifiant [33].

Ce résultat a été expliqué par l'adsorption compétitive sur les hydro-aluminates de calcium  $\text{C}_3\text{A}$ , entre les ions des sulfates et les molécules du superplastifiant. Si la concentration en sulfates est diminuée, une quantité élevée de molécules de superplastifiant est adsorbée, et peut ainsi, être incorporée aux hydrates de ciment, pendant le début des réactions d'hydratation et, par conséquent, ils desserrent leur effet de dispersion. D'une part, si la concentration est trop élevée, une petite quantité du superplastifiant sera adsorbée à cause de l'adsorption compétitive des ions de sulfate [33]. Ce phénomène est observé, beaucoup plus, avec les polynaphtalènes PNS et les polycarboxylates PCE. Plusieurs auteurs ont décrit les facteurs affectant l'augmentation de la fluidité des pâtes, et qui sont dues aux effets de type de superplastifiant utilisé, concluant qu'il dépend non seulement du type d'adjuvant utilisé, mais également des facteurs associés à la composition du ciment, tel que le contenu de  $\text{C}_3\text{A}$ , type et contenu de sulfate de calcium utilisés comme régulateur de prise [35-37], des alcalins contenu [38], surface spécifique et distribution granulométrique [35-40] et type d'additions minérales. Le mécanisme compétitif d'adsorption du superplastifiant décrit ci-dessus, peut être schématisé comme suit (voir la figure II.9).

Les superplastifiants sont utilisés pour cela, et ils peuvent également abaisser le taux de cisaillement du béton frais, mais aussi abaissent légèrement la viscosité du mélange. La viscosité du mélange peut être augmentée en utilisant des agents de viscosité ou le choix des constituants de bétons soit au départ bien fait [41-42].



**Figure I.16 :** Mécanisme compétitif d'adsorption de superplastifiant (cas de variation de la concentration en ions des sulfates [33]).

La synthèse des travaux de recherche effectués sur les propriétés rhéologiques et physico-mécaniques des bétons autoplaçants, a montré clairement qu'il s'agit d'un nouveau matériau qui est différent du béton ordinaire.

Toutefois, ces propriétés sont interdépendantes entre elles et sont influencées par plusieurs facteurs. En effet, des phénomènes expérimentaux réalisés sur les BAP, par certains auteurs, ont montré que les types d'additions utilisées ont une grande part d'influence sur les propriétés rhéologiques, mécaniques et physico-chimiques des BAP.



# Chapitre II : La Nano-Silice

## II La nano-silice :

### II.1 Introduction :

Différents ajouts minéraux sont actuellement utilisés dans le béton. Ils sont utilisés en addition ou en substitution d'une partie du ciment comme matières cimentaires supplémentaires. Leur usage fournit au béton une matrice plus dense qui sera plus résistante aux produits agressifs tels que les sulfates, les chlorures et les autres agressifs. La finesse des ajouts minéraux, leur composition chimique, leur structure (vitreuse ou cristalline) et leur solubilité en milieu alcalin gouvernent leurs propriétés cimentaires dans le béton. Leur contenu en phase amorphe est un facteur clé dans la réactivité des ajouts minéraux. Il a été prouvé que l'introduction des ajouts minéraux dans la pâte de ciment conduit à la segmentation des larges pores capillaires et offrent un grand nombre de sites de germination pour la précipitation des produits d'hydratation qui accélèrent l'hydratation du ciment et permettent de réduire les dimensions des cristaux de chaux.

Dans ce chapitre, nous allons parler sur les nanoparticules de silice et de leur impact sur les propriétés des mortiers et le comportement rhéologique des pâtes cimentaires.

#### La nanotechnologie :

Récemment, les nanotechnologies ont beaucoup occupée l'intérêt scientifique en raison de nouvelles utilisations possibles des particules en nanomètre. En effet, l'échelle nano-taille des particules peut conduire à des propriétés radicalement améliorées, qui modifie la fourchette de taille des grains pour les matériaux conventionnels tout en gardant la même composition chimique. Ainsi, les entreprises peuvent être en mesure de réorganiser de nombreux produits existants et à concevoir de nouveaux produits qui fonctionnent à des niveaux sans précédent. Bref, Les nano auront beaucoup à apporter. En modifiant les propriétés des matériaux, un nouveau monde d'applications dans de nombreux domaines, est créé :

#### Nanobiotechnologie/Nano-médecine :

- Administration de médicaments
- Synthèse de médicaments
- Diagnostic
- Génie tissulaire
- "Biomimétisme"

#### Nanomatériaux :

- Aéronautique de défense

- Produits de beauté
- Biens de consommation
- Imprimerie/conditionnement
- Catalyseurs
- Énergie
- Construction
- Automobile [43]

### **Nanoélectronique :**

- Informatique quantique
- Spintronique
- Stockage de données
- Photonique
- Nano fils et nanotubes
- Un dispositif d'électron
- Panneaux solaires
- Écrans [43]

Dans l'industrie de la construction, la nanotechnologie permettra d'améliorer de nombreux matériaux de construction, tels l'acier de charpente, les polymères et les bétons. Le béton, qui renferme des nanostructures complexes du ciment et de ses hydrates, est un excellent candidat pour la manipulation et le contrôle de ses propriétés grâce à la nanotechnologie.

### **II.2 Les nanomatériaux :**

Les nanomatériaux sont des matériaux manipulables sous la forme de poudre, de suspension colloïdale ou de solides structurés. Ils peuvent être confondus avec des matériaux analogues de plus grande taille malgré certaines propriétés dues à l'échelle « nano » qui diffèrent notablement mais pour lesquelles un regard de spécialiste est souvent nécessaire.

Une nanoparticule (ou particule ultrafine) est définie par la norme ISO TS/27687 comme étant un nano-objet dont les trois dimensions sont à l'échelle nanométrique, c'est-à-dire une particule dont le diamètre nominal est inférieur à 100 nm environ. Une autre définition, plus large, qualifie de « nanoparticule » un assemblage d'atomes dont au moins une des dimensions se situe à l'échelle nanométrique ; ceci correspond à la définition de « nano objet » selon la norme ISO précitée.

### **II.3 La raison derrière l'utilisation de nanomatériaux :**

- Dans l'amélioration des performances du béton, c'est que les propriétés des particules à l'échelle nanométrique sont extrêmement mieux que la taille des particules classiques pour le même élément chimique.
- L'ajout de nanomatériaux pour accélérer la réaction et augmenter la résistance initiale du béton.
- Ajoutant des nanomatériaux pour mélange de béton augmente la puissance,
- La raison derrière l'utilisation de nanomatériaux est qu'ils sont très réactifs à cause de la grande surface spécifique et de petite taille.

- L'avantage technologique de l'utilisation des nanoparticules dans le domaine de la construction car il améliore les propriétés et les performances des matériaux en raison de sa structure en béton plus économique. [44]

#### **II.4 Risques et protection de l'environnement :**

Pour pleinement évaluer les bienfaits de l'utilisation des nanotechnologies dans la construction, il faut considérer les effets de la fabrication, de construction, de démolition et d'élimination des nanomatériaux sur la santé publique et l'environnement. Par conséquent, il est fortement recommandé de tester ces effets potentiels en faisant une évaluation des risques proactive de l'utilisation et l'élimination des nanomatériaux et de rédiger les règlements nécessaires qui régissent son utilisation afin d'éviter leurs effets néfastes sur la santé humaine et l'environnementale.

Inhalation de nano matériaux auprès des travailleurs peut entraîner des risques respiratoires. C'est pourquoi il faut un système bien contrôlé au cours de la production de nanomatériaux y compris les systèmes de ventilation, des collecteurs de poussière et des équipements de protection individuelle tels que masques filtrants, combinaison, sécurité lunettes et gants. Aussi, pour les travailleurs exposés en permanence à ces matières, il faut subir médical régulier par voie cutanée, respiratoire et optique Check-up.

Les déchets solides des nanomatériaux résultant de la fabrication et de la démolition pourraient paraître écologiquement par broyage, remplissage terre ou incinération avant transporter aux lieux d'enfouissement spécial. [44]

#### **II.5 La nanotechnologie est une étape vers l'industrie de béton vert :**

Application de nanotechnologie dans l'industrie du béton pourrait être la balle magique vers un développement durable écologique de cette industrie et pourrait transformer en industrie verte pour les raisons suivantes :

- Aider à réduire la consommation de ressources naturelles tels que les matières premières et de la consommation d'énergie.
- Aider à diminuer la pollution de l'environnement à travers le cycle de vie des produits concrets.
- Éviter les réparations majeures pour les structures de contrôle de leurs performances et résoudre rapidement tout problème mineur dans ces structures.
- Amélioration de la performance du béton et en augmentant sa durabilité qui donnent la plus grande durée de vie des structures et donc :
  - Diminuer la Consommation de matières.
  - Dilatoire le remplacement des structures actuelles avec les nouvelles structures qui, en diminution de tourner l'énergie, déchets de consommation et la construction accompagnées de la suppression des structures existantes.
- Développement du ciment de basse énergie (nano-belite ou beliteciment) qui est renforcé de nanoparticules.
- Développement de produits smart tels que des produits de nettoyage auto avec une résistance suffisante et une durabilité qui aident à absorber la pollution de l'air et comme produits avec détection automatique de capacités qui peuvent contrôler le comportement d'une structure et de faire rapport à leur santé, donc conduit à la gestion des crises. [44]

Parmi tous les nanomatériaux, nano-silice est le matériau plus largement utilisé dans le ciment et le béton pour améliorer les performances en raison de sa réactivité pouzzolanique, outre l'effet de remplissage de pores.

## **II.6 Définition de Nano-silice :**

Nano-silice est généralement un matériau pouzzolanique très efficace. Elle est constituée de particules de nanomètre de taille (1-50nm), composées presque entièrement de  $\text{SiO}_2$  amorphes insolubles dans l'eau. La taille, la distribution granulométrique et la surface spécifique sont des paramètres qui sont conditionnés par le processus de synthèse. Quand c'est mélangé avec les ions de calcium, de sodium ou de potassium, comme les produits de la réaction d'hydratation du ciment, se produisent des particules de C-S-H (gel), ce qui reste cohérent pour toutes les particules de la matrice de ciment.

La Nano-silice réduit le temps de prise et augmente la résistance (compression, traction) du ciment résultant par rapport à d'autres silice qui ont été testés (Roddy et al,2008). La nano-silice est obtenue par synthèse directe du sol de silice ou par cristallisation de cristaux nano-dimensionnés de quartz. [45]

## **II.7 Fabrication de nano-silice :**

Basé sur la vaporisation de silicium entre 1500 et 2000 degrés Celsius, réduisant de quartz ( $\text{SiO}_2$ ) dans un four à arc électrique. En outre, la silice nano est produite comme un produit de la fabrication de silicium-métal et alliages Ferro-siliceux, qui sont perçus par le résultat de la condensation des particules plus beaux dans un cyclonage.

La nano silice produite par cette méthode est une poudre assez fine composée de particules sphériques ou micro sphères avec un diamètre de tête de 150 nm avec une surface spécifique élevée. [46]

### **Autres méthodes :**

#### **➤ Méthode de précipitation :**

Le NS est précipité de solution à une température entre 50 et 100 degrés (silicium précipité). Il a été développé en son temps par iller en 1954. Utilise différents précurseurs tels que silicates de sodium, fumée de coquille de riz et autres. [46]

#### **➤ Méthode biologique :**

Il est issu de la calcination de l'humus produit par la digestion de vers rouges de Californie. Ces particules ont été produites en se nourrissant de ce type de vers avec des coquilles de riz, qui est un matériau de déchets biologique qui contient 22 % de  $\text{SiO}_2$  (donc obtenir des particules de NS de 55 à 245 nm selon la température de calcination).

À la suite la méthode, peuvent être des nano particules qui ont une forme sphérique avec une efficacité dans le processus de 88 %.

Comme adjuvant pour le ciment, le nano-silice c'est développé à travers un chemin de production alternative. Essentiellement, grâce à une combinaison d'olivine et de l'acide sulfurique, c'est pourquoi la silice précipitée avec une finesse extrême et de taille uniforme est synthétisée. La taille des nano particules entre 6 et 30 nm et même moins cher que l'actuel fumé de silice.

La viabilité de ce procédé a été testée dans deux processus de thèse de doctorat.

Actuellement, autre projet parallèle pour de doctorat portent sur le processus de production sur une échelle industrielle de NS en grande quantité pour la production de béton. En outre, la combinaison des matières premières et des paramètres du processus doit encore suivre pour être examiné. [46]

## II.8 Composition chimique de la nano-silice :

Vous pouvez trouver une variété d'ajouts de nano-silice commercialisés, trouvé dans chacun de ces légères variations dans leur composition chimique. Toutefois, dans tous les produits et composants principaux est  $\text{SiO}_2 > 99\%$ .

La densité des indépendants spécifiquement dans la présente étude est de  $1\,295\text{ g/cm}^3$  et sa richesse en masse de  $40,6\%$ . [47]

## II.9 Caractérisation de la nano-silice :

Nano-silice se compose des nano particules sphériques de caractère Pouzzolanique qui sont trouvent dans les interstices du ciment, produisant une meilleure dispersion et maniabilité en mortier ou en béton. [48]. Certaines des propriétés plus importantes [49] comme indiqué sur ci-dessous :

- Nano silice est capable de réagir avec la portlandite produite au cours de l'hydratation du ciment anhydre, formant des composés C-S-H d'une beaucoup plus grande résistance.
- En raison de la surface spécifique plus grande et la petite taille des particules, il faudrait plus d'eau pour obtenir une maniabilité même. Par conséquent, il nécessite l'utilisation de superplastifiants afin d'obtenir des doses avec un rapport eau/ciment fixe, et réaliser un mélange de mortier avec des bonnes caractéristiques de maniabilité.
- En raison de la réduction de la taille des pores, le produit fin est plus résistant contre les attaques chimiques et des agents externes. On peut conclure qu'il est plus robuste et durable grâce à une microstructure plus compacte.
- Il y a une amélioration dans la microstructure de l'interface de transition entre pâte-granulats avec cristaux hexagonaux et produisent des composés C-S-H. Cette fonction joue un rôle très important dans les bétons de haute performance pour améliorer l'interface aride granulats-pâtes, en améliorant ainsi l'élément résistant plus limitant ensemble.

- La majorité des chercheurs, poursuivant une réactivité maximale de l'enceinte, ont utilisé des commerciaux nano silice de faible cristallinité, avec une pureté égale ou supérieure à  $99,9\%$ , une surface spécifique entre  $160 \pm 20\text{ g/m}^2$  et  $640 \pm 50\text{ m}^2/\text{g}$ , densité autour de  $0,15\text{ g/cm}^3$  et le diamètre moyen des particules entre  $5\text{ nm}$  et  $20\text{ nm}$  [50].

- Les pourcentages utilisés dans les enquêtes mentionnées dans le présent document ont varié entre  $1\%$  et  $12\%$  en poids. Ils ont utilisé une constante de rapport eau/ciment (a/c) et superplastifiants commerciales ([51], [52], [53], [54], [55], [56]).

-Parmi les rares qui sont partis de ce régime sont Shih, Chang & Hsiao (2006) [57], qui a ajouté des pourcentages de nano-silice inférieur à  $1\%$  ( $0,2\%$ ,  $0,4\%$ ,  $0,6\%$  et  $0,8\%$ ), varie le rapport e/c ( $0,25$  et  $0,35$ ,  $0,55$   $0,45$   $0,65$ ) et pas utilisé superplastifiant et Byung-Wan Jo et coll. (2006) qui ont utilisé leur nano silice plus épaisse ( $40\text{ nm}$  et  $60\text{ m}^2/\text{g}$ ).

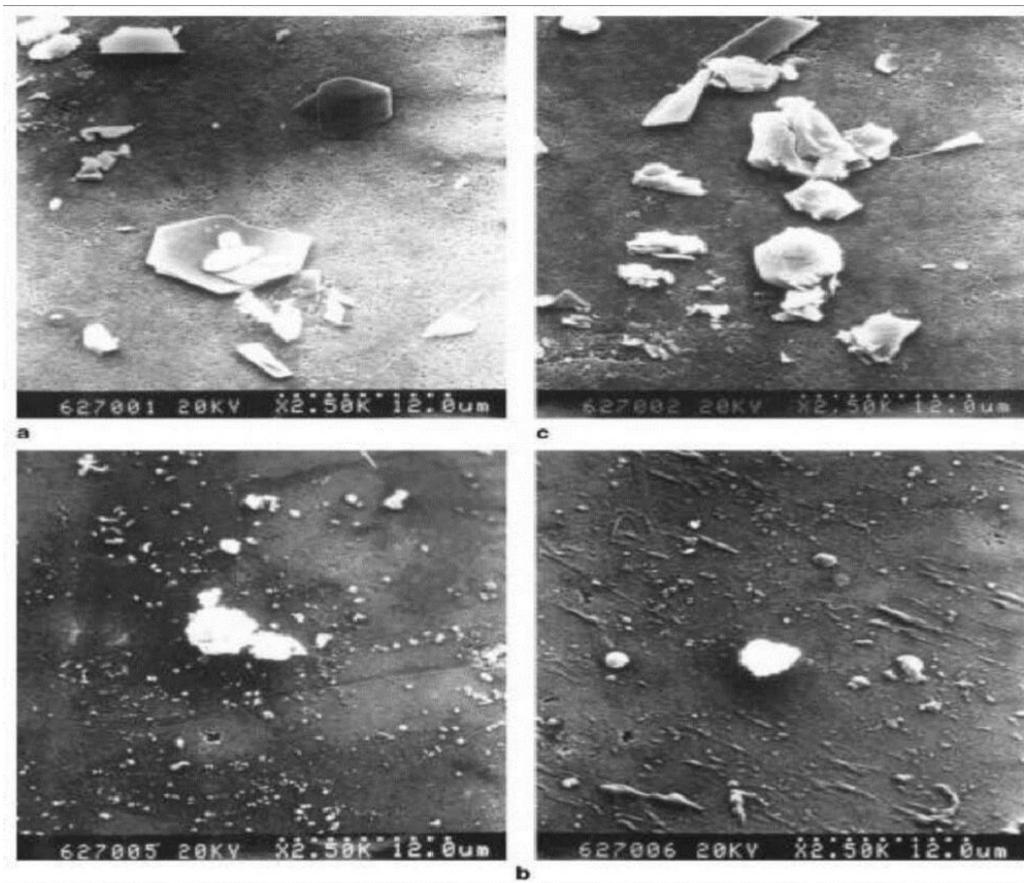
- La plupart des chercheurs acceptent que l'augmentation de la teneur des nano de  $\text{SiO}_2$  dans un

ciment de Portland est obtenu une amélioration substantielle dans le développement de la résistance à la compression, surtout à un âge précoce (3 jours) [50].

- La réalisation d'une plus grande résistance avec particules nanométriques est parce que la nano-silice est beaucoup plus réactive que la fumée de silice. Cette réactivité ou activité pouzzolanique des nano silice s'explique pour tenir compte du fait que c'est un matériau pur, la taille des particules plus petite et une plus grande énergie de surface que la fumée de silice [50].

- Ce gain de force est attribué à deux réaction pouzzolanique ajouts. Il a également observé que la taille du nano-silice à améliorer les performances, car il génère des composés plus hydratés dans une deuxième phase, qui remplissent les pores plus petits plus facilement.

- Par MEB, vous pouvez voir une matrice beaucoup plus dense et compacte, formée par les produits hydratés et avec une diminution du nombre de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  dans le ciment ajouté avec NS (mortier sans ajouts de produits C-S-H ont été reliés par une sorte de « aiguilles hydratés », tout cela, au sein d'une matrice beaucoup moins dense) [53]. Dans cette ligne, Qing et al, [58] Voir la nano silice consommé CH, réduisant la taille des cristaux et influe sur sa forme.



**Figure II.1** : Photomicrographie de MEB d'hydroxyde de calcium 28 jours : (a) sans ajout ; (b) 3 % de NS ;(c) 3 % de SF [47]

- Il pouvait être démontré par le biais de la diffraction des rayons x (DRX) que l'une des causes de la forte réactivité de l'ins et la SF était leur petite structure cristalline, c'est-à-dire amorphe [58].

- En outre, les forces de cohésion (union) à l'interface entre les pâtes sont plus élevés avec l'ajout de l'ins qui avec la SF.

- Ces mêmes chercheurs [59], a conclu qu'il augmentation de taux d'addition de NS (entre 1 et 5 %) diminuer la consistance de la pâte et que le contraire c'est produit avec l'ajout de SF, c'est-à-

dire nano silice accélère le processus d'hydratation plus que fumé de silice. Ceci est soutenu par des auteurs comme Björnström (2004) [56] et Li et coll. (2004) [52], qui a trouvé que la silice en nanomètre taille accélère ce processus ainsi que la formation de tobermorite (C-S-H) grâce à son énergie de surface élevée [50].

- La taille la plus petite de la nano-silice influe négativement sur la maniabilité de mélange car il a une demande d'eau beaucoup plus élevée que la fumée de silice.

- Une deuxième contradiction consiste à comparer ces résultats avec ceux obtenus par Ji (2004), qui a constaté que la résistance à 28 jours du béton normal (béton témoin) était supérieure à béton additionné de nano silice (47,5 MPa et 44,0 MPa respectivement). L'auteur n'aborde pas ce résultat [50].

## **II.10 Nano-silice : (Nano superplastifiant additif)**

### **II.10.1 Description :**

Le nano-silice est un nano additif à l'état liquide, issu de nanomètre de taille de particules. C'est un grand réducteur de forte activité de l'eau. Les réactions chimiques dans le béton rendent les nano particules de silice nano particules de ciment.

Par sa puissance élevée de laminage ainsi que sa capacité à promouvoir l'évolution de la résistance, surtout à un âge très précoce, est idéal pour : [43]

### **II.10.2 Applications :**

- Préfabriqué, béton précontraint, posttension et Assemblée
- Voie rapide béton (réparation de chaussées rigides sur les routes)
- Béton à haute performance
- Béton léger à faible densité
- Toutes les applications de la micro silice [43]

### **II.10.3 Propriétés :**

- Grande puissance plastifiant et en réduisant l'eau augmentent dans le développement de la résistance initiale élevée et à la fin
- Perméabilité nulle ou négligeable. Augmentation de la durabilité du béton
- Il ne produit pas de retards dans la mise
- Idéal pour le béton de la voie rapide
- Elle permet d'éviter la ségrégation et exsudation excessive
- Il améliore la texture de la surface du béton et la finition
- Il évite la formation des creux et des nids de gravier [43]

## **II.11 Dosage de nano-silice dans les mortiers :**

Le dosage du mélange est choisi pour satisfaire à toutes que les caractéristiques nécessaires les deux, frais comme dur.

Les mortiers avec Nano-silice, sont différent des mortiers normaux, ils ont besoin un dosage et conception du mélange plus approfondie, car, en raison de la petite taille des particules et leur

surface spécifique élevée, dont ils ont besoin d'une proportion prévisible plus élevée de l'eau pour se produire correctement les réactions d'hydratation.

Le problème est que si nous dépassons la teneur en eau, une partie de cette eau encore, s'évaporent et formé des espaces à l'intérieur de la microstructure qui affectera négativement la résistance et durabilité finale de mortier. Il faut donc, l'utilisation d'additifs de dernière génération, en particulier, superplastifiants.

Il a été vérifié que de petites variations dans les proportions causent des changements notables dans les mortiers, même pour invalider les matériaux. Un exemple concret de cette situation est dans l'utilisation des superplastifiants, quelques variations d'à peine 0,5 % provoquent des changements très importants. [46]

Obtenir un optimal posologie pour les propriétés spécifiques à l'aide de nano-silice est possible, mais vous devez être très prudent lorsque l'on étudie vos dosages, petites variations affectent beaucoup de sa force et longévité finale.

Alors je vais vous expliquer quelques doses recommandées pour ce genre de mortiers. En raison de la multitude de possibilités qui existent sont distribuer dans des intervalles maximales et minimales recommandées par les composants à utiliser.

Nous tenons à souligner que les caractéristiques de la microstructure dépendront beaucoup des proportions que nous utilisons, ces intervalles ne signifient pas le dosage parfait, mais il y a des études qui montrent qu'il est possible de créer le mortier dans ces proportions. Inclure une ligne avec le rapport E/C recommandé afin d'obtenir la meilleure microstructure possible. [46]

Dosages	Intervalles
Nano-silice (% de poids de ciment)	1,75-10
Ciment (g)	390-450
Superplastifiant (% de poids de ciment)	1,55-5,55
E/C	0,35-0,55

**Tableau II.11-1** : les dosages des proportions de mortier [47]

## II.12 Préparation de la pâte de ciment avec nano-silice :

La préparation de la pâte de ciment est l'un des facteurs clés pour obtenir une microstructure plus dense et uniformément que possible.

Il a certaines particularités par rapport à la préparation à laquelle nous sommes habitués dans des échantillons de béton et du mortier. L'objectif est de couvrir les agrégats avec la pâte de ciment et mélanger tous les éléments jusqu'à une pâte homogène. Il vous expliquera ensuite les étapes à suivre pour mélanger correctement les composants et obtenir une pâte de ciment idéal.

Le point clé est que les nanoparticules sont également disséminés dans le mélange, parce qu'il aura tendance à former des groupes ou des agrégats de nanoparticules, qui produiront des points faibles avec des formes des vides dans la microstructure. [46]

De nombreuses études montrent qu'un mélange inadéquat des nanoparticules peut éventuellement mener à quelques résistances inférieures vraiment attendus et est due à un mélange incorrect ou insuffisant de la pâte. Mélanger la nano-silice correctement est compliquée, en raison de leur taille

nanométrique. Il est nécessaire d'utiliser des mélangeurs spécifiques avec une petite et très rapide lame à mélanger le nano-silice.

Un autre aspect fondamental des ciments avec des nanoparticules sur la préparation, est l'utilisation d'additifs, en particulier les superplastifiants, qui nous permettra de maintenir des rapports E/C les plus faibles possible et également obtenu un mélange suffisamment docile sans rien perdre de ses propriétés. [46]

Autres additifs que nous présentons sont les agents d'entraîneur d'air, chargés de réduire la quantité de bulles d'air qui restent dans les modificateurs de viscosité et de la pâte de ciment. En raison de leur petite taille et une surface spécifique élevée, les nanoparticules sont faciles à ajouter, ce qui est difficile, c'est qu'ils sont uniformément dispersés. [46]

### **II.13 Microstructure des mortiers de nano-silice :**

L'ajout de nano-silice provoque des changements majeurs dans la microstructure finale de pâte de ciment hydraté. Réactions internes qui se produisent avec l'ajout de nano-silice provoquent une microstructure plus dense, compacte et résistante. Il est interprété comme une réaction pouzzolanique, à la capacité de la pouzzolane (nano-silice) réagissent avec l'hydroxyde de calcium (activateur), donnant naissance à une nouvelle formation de stable, peu de composés solubles dans l'eau et possédant des caractéristiques cimentaires, capables de développer une résistance par durcissement hydraulique.

La réaction pouzzolanique peut être représentée par :



Dans notre cas, le « pouzzolane » est la nano-silice. [46]

### **Les principaux avantages des réactions pouzzolaniques produites sont détaillées ci-dessous :**

- C'est une réaction lente, contrairement à la réaction d'hydratation du ciment. C'est pourquoi la génération ou la libération de chaleur et le développement de résistances sera un processus lent et progressif.
- C'est une réaction qui consommant de l'hydroxyde de calcium au lieu de générer ce qui est important pour la longévité de les pates hydraté dans les environnements acides. Par conséquent, devient améliorer l'imperméabilisation et la résistance mécanique. [47]
- Très efficace, à un temps de réaction plus tard les produits remplis les espaces capillaires restant après l'hydratation des composants ciment, afin d'améliorer étanchéité et la résistance mécanique du système (moins de porosité).

Nous allons décrire en détail les principales modifications de microstructures qui se produisent lors de l'ajout de nano-silice à du ciment Portland. Nous nous concentrerons principalement à l'étude dans deux domaines : [46]

#### **II.13.1 Variations importantes dans la structure micro générale :**

Nano silice a une caractéristique géométrique qui les rend très intéressant d'obtenir une microstructure dense et durable. Parce que la taille nanométrique ou à sa surface spécifique élevée, nano silice réagit rapidement sur hydroxydes de calcium CaOH, formant des silicates hydratés de stœchiométrie variable. Composés hydratés C-S-H sont la principale cause de la résistance mécanique. Toutefois, en raison de la taille excessive de ses cristaux et son caractère liant la

portlandite est faible. Une diminution dans les hydroxydes de calcium par la formation de C-S-H hydraté signifie donc une amélioration notable dans la matière microstructurale.

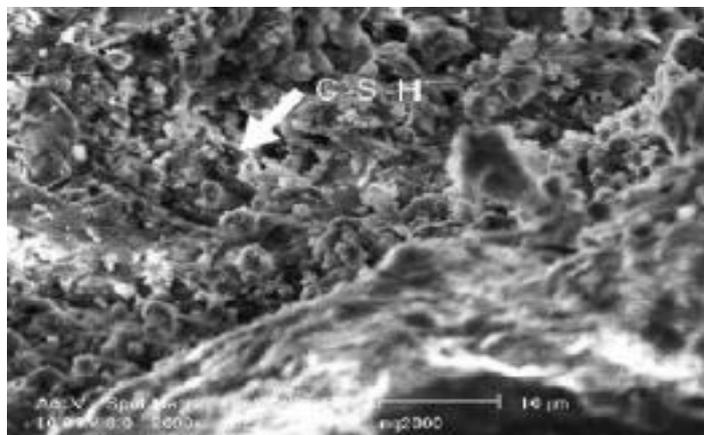
Actuellement, il y a deux types de modèles de structures C-S-H ; (Interne) haute densité et de faible densité (externe). Bien que la capacité de la réaction des nanoparticules soit très élevée, comme dans le cas du ciment, pas tous les nanoparticules ajoutées réagissent. Il a été noté que le nano silice peut agir comme le noyau entre C-S-H composés qui se forment, ce qui donne une plus grande stabilité à l'ensemble. [46]

La nano-silice peut donc avoir deux fonctions :

- Forme des composés hydraté C-S-H en absorbant les cristaux  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ .
- En raison de sa petite taille, travaillant comme noyau sur les autres cristaux et peut avoir le remplissage des pores dans la microstructure.

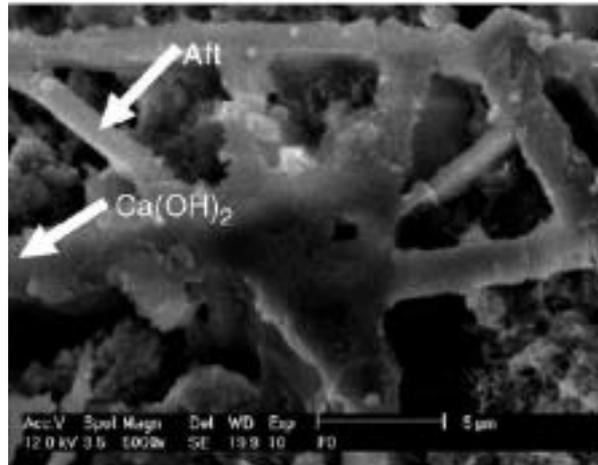
Si vous effectuez une coupe d'un échantillon avec nano-silice et regardant à travers un microscope électronique, on peut considérer qu'une microstructure uniforme et épaisse par rapport à un modèle d'échantillon sans nano-silice. Avant d'expliquer plus en détail les microstructures des changements qui se produisent, ils doivent noter qu'il est essentiel, que la nano-silice est parfaitement répartie dans le mélange. Un élément commun à tous les ciments contenant de la nano-silice est l'ont une structure interne très stable, non seulement creuse, dans lequel toutes les cristaux sont attachés entre eux. Cela s'explique principalement par le processus d'absorption et la transformation des cristaux de portlandite en gel C-S-H, permet une nouvelle restructuration débogage et éliminé les gros cristaux (Portlandite) par d'autres composés de taille plus petite et plus résistantes (gel C-S-H). Un autre aspect important de la nano silice est qu'avec de très petites quantités à ajouter, très importantes variations de la microstructurales sont appréciées. La principale raison est due à sa forte activité Pouzzolanique motivé par sa petite taille et haute surface spécifique. Pour hydrater des prélèvements de nanoparticules, sont plus susceptibles de demeurer incorporé dans que les autres particules qui y a une surface spécifique plus faible. Il a été observé dans nombreux essais, quelques variations de 0,5 % peuvent provoquer que le matériau passe pour avoir des caractéristiques structurelles micro complètement différentes.

Pour dire les choses d'une manière simple, c'est un processus par lequel nous pouvons arranger la microstructure interne, en transformant les cristaux qui ne nous intéressent pas en gels plus petits, qui, en plus d'être plus résistant, lier fortement entre eux, à tous les cristaux. Cet image montre que l'utilisation de nano silice est non seulement possible, mais il améliore considérablement la structure interne. [60]



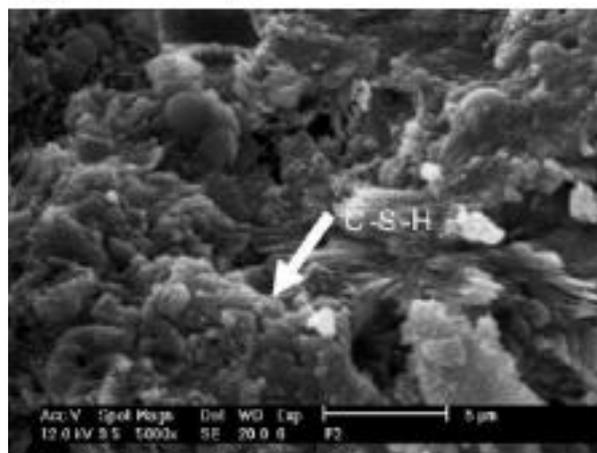
**Figure II.2 :** Microstructure d'un mortier normal avec nano-silice à l'âge de 28 jours [46]

Si nous augmentons la balance à 5 micromètres dans un mortier normal à 180 jours, il y a clairement des lacunes restant entre les liens de portlandite et ettringite, résulte principalement les différentes caractéristiques des cristaux hydratés. L'union, comme illustré dans l'image est formée par assez de longueur et ponts résistants. [60]



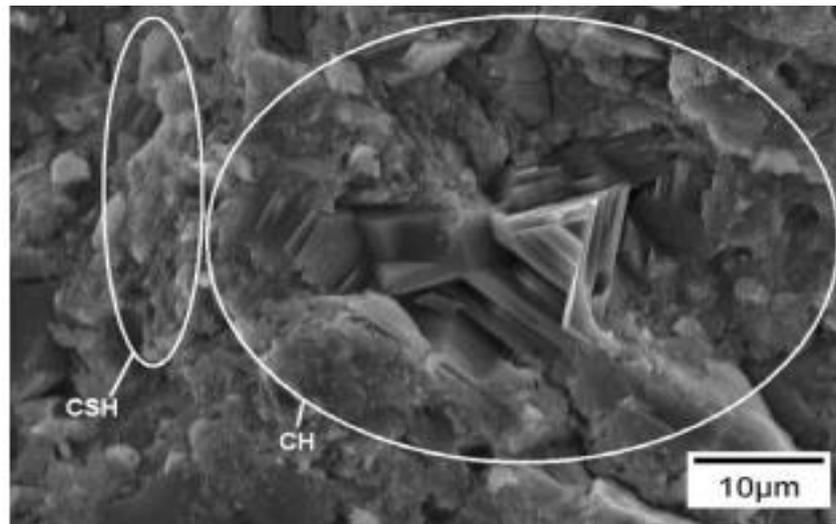
**Figure II.3 :** Microstructure d'un mortier normal sans nano-ajouts à l'âge de 180 jours [46]

Cependant dans la figure II.4 est cochée comme composés C-S-H lient tous d'entre eux laissant juste creux, formant une microstructure très dense et compacte. Une autre caractéristique est que quelques restes de Portlandite et Etringite peuvent être vu, montrant que la Nano silice réagit correctement avec la CaOH, transformant en gels de C-S-H [46]

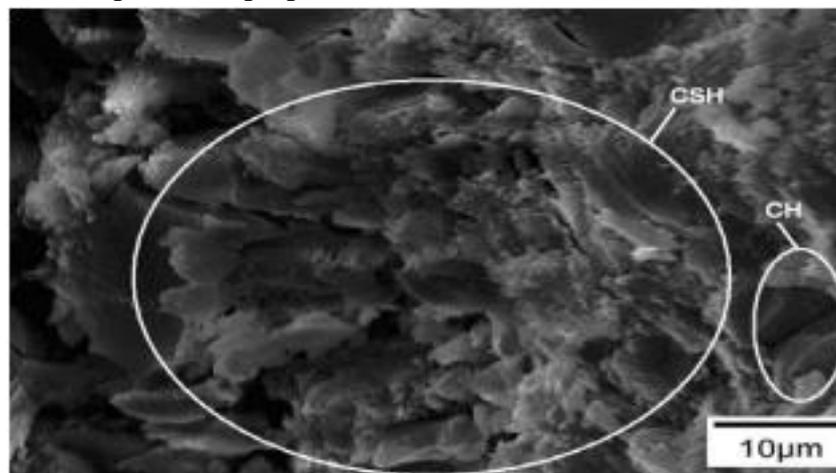


**Figure II.4 :** Microstructure d'un mortier normal avec nano-silice à l'âge de 180 jours [46]

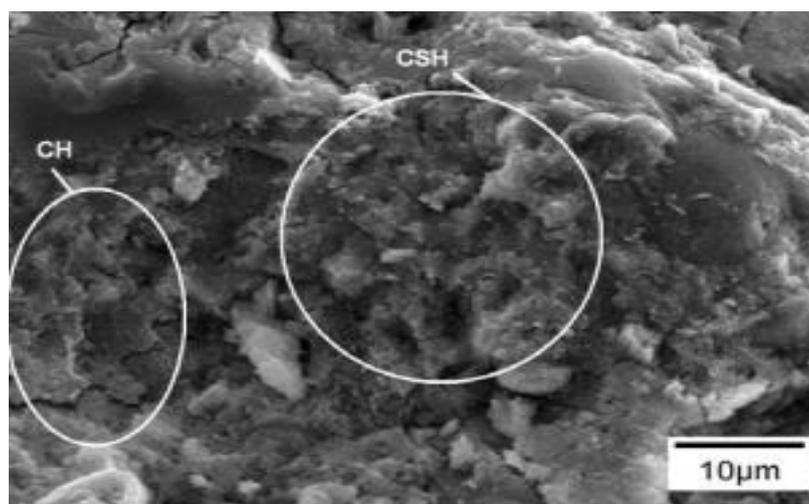
Ce qui suit est un ensemble d'images, qui révèle des variations de microstructures, selon la taille de la nano-silice que nous utilisons.



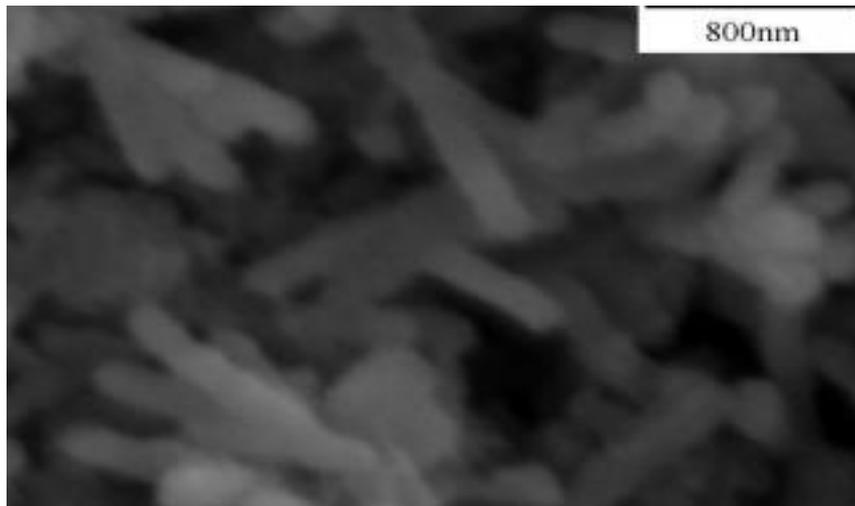
**Figure II.5 :** Microstructure d'un mortier normal sans nano-silice à l'âge de 28 jours, a observé la plus forte proportion de CH, celui de C-S-H.[46]



**Figure II.6 :** Microstructure d'un mortier avec nano-silice 8 nm de diamètre, à un âge de 28 jours, a observé la plus forte proportion de C-S-H que celle du CH. [46]



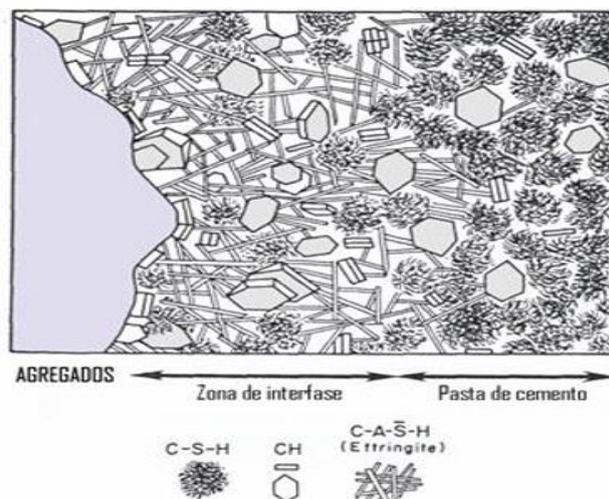
**Figure II.7 :** Microstructure d'un mortier avec nano-silice de 50 nm de diamètre, à l'âge de 28 jours, a observé la plus forte proportion de C-S-H, que PC, mais dans une moindre mesure que dans la figure précédente. [46]



**Figure II.8 :** Super image de microstructure d'un mortier avec nano-silice 8 nm de diamètre, avec un âge de 28 jours. [46]

### II.13.2 Micro structure d'un mortier avec nano silice dans la zone de transition interfaciale :

La zone interfaciale de transition, possède des caractéristiques particulières qui font un point faible dans les microstructures des matériaux cimentaires, mortiers et bétons. L'utilisation de nano ajouts comme la nano-silice améliore la micro structure finale. [46]



**Figure II.9 :** la zone de transition interfaciale

Le principal problème qui existe dans la zone interfaciale de transition, est que les agrégats génèrent un effet de mur sur le ciment dans les environs de granulats une carence se produit dans la distribution des grains de ciment ou anhydre. Ce fait provoque soit une hausse du rapport E/C et il y a une microstructure plus poreuse sur la surface d'agrégats.

La carence de ciment et de l'augmentation du rapport eau/ciment autour de la zone des agrégats, causes que l'hydratation des réactions différentes de celle donnée dans la pâte de ciment se produit.

La zone de transition a les caractéristiques microstructurales suivantes :

- Déficit de l'hydratation du tout le contenu de ciment.
- Haute teneur en cristaux de portlandite et ettringite.
- Microstructure poreuse. [46]

L'utilisation de nano silice a des avantages particuliers dans ce domaine. Il est capable d'unir fortement les agrégats (granulats) et la pâte de ciment. C'est parce que nous avons décrit la zone de transition comme un espace avec un haut rapport E/C, un faible teneur en ciment et une proportion élevée de cristaux peu résister à des entités telles que portlandite et ettringite. Ces conditions sont très favorables pour les réactions de nano-silice. Sa petite taille et une surface spécifique élevée permet de l'insérer entre les pores, et réagissent rapidement en absorbant la plupart des cristaux de portlandite qui se forment. Le gels C-S-H qui sont produites sont créés entre les autres cristaux en fermant les pores et interconnecter l'ensemble des cristaux, nous avons donc passer d'une structure très poreuse à une microstructure moins troué et dense. D'un point de vue global, pour obtenir une microstructure plus dense est fondamentale pour augmenter la résistance du matériau, il faut renforcer le lien entre l'agrégat et la pâte de ciment ce qu'il permet que les charges soient transmises régulièrement tout au long de matériau.

Pas tous le nano silice doivent réagir, mais même s'il le fait, il s'efforce de remplir les pores et augmenter votre endurance. À la suite de tout cela, si les nano particules sont bien distribués, la microstructure est compacte et résistante. [46]

#### **II.14 Conclusion :**

Nous concluons par conséquent l'étude exposée démontrant l'amélioration des avantages qui ont ces ajouts de nano et de son application possible au béton, qui pourrait être encore plus profitable que mortiers, puisque nano silice joue un rôle clé dans l'amélioration de la résistance dans la zone de transition granulat-pate qui est connue, il est souvent le maillon faible de la résistance dans la plupart du même mécanisme.

# Chapitre III : Méthodologie et Caractérisation des Matériaux

## III Méthodologie et caractérisation des matériaux :

### Objectif visé par sur travail :

Le but essentiel de cette étude et de voir l'influence de la Nano silice sur les propriétés rhéologique des pâtes de ciment et les propriétés physico-mécanique des mortiers, En utilisant défèrent pourcentage de la nano silice comme ajout (par une substitution totale de ciment) suivant deux modes d'utilisation.

Pour cela, la méthodologie de travail suivit est la suivante

### III.1 Caractérisation des matériaux utilisés :

Dans ce chapitre, on traite la détermination des caractéristiques des différents constituants entrant dans la composition du mortier. La connaissance de leurs caractéristiques est impérative à toute recherche ou étude d'investigation, puisque chacune pourrait influencer considérablement sur les résultats d'étude. Pour cela, on a procédé à la caractérisation de chaque constituant de mortier.

#### III.1.1 Caractérisation des ciments

Il s'agit d'un ciment sans ajouts CEM I (52.5), qui est obtenue par le broyage du clinker 5% de gypse a 50 minutes temps de broyage, (le clinker et le gypse qu'on a utilisé provient de la cimenterie de SOUR EL GHEZLANE) connaissant bien le rôle important que présente le ciment dans composition du mortier, ainsi que les analyses physiques sont effectuées dans les condition générales des essais :

- L'atmosphère des essais la température de la salle de travail est de  $20^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ , l'humidité relative est de 65% et la pression atmosphérique est normale.
- L'eau utilisée est l'eau potable (eau de robinet).

### A-Caractéristiques chimique et minéralogiques :

#### A-1- La composition chimique de CEM I :

Composition chimique	Teneur %	Composition chimique	Teneur %
SiO <sub>2</sub>	21.55	Na <sub>2</sub> O	0.13
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4.28	SO <sub>3</sub>	2.15
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4.75	CaOlibre	1.063
CaO	62.13	Cl <sup>-</sup>	0.021
MgO	1.70	Ins.	0.53
K <sub>2</sub> O	0.57	P.F	2.340

**Tableau III.1** composition chimique d'un CEM I

**A-2- La composition minéralogique :**

L'essai minéralogique est réalisé suivant les modalités de la norme ENV 196-4

Phase	Constituants minéraux du Clinker	Teneur rapportée au Clinker (%)
Clinker	C <sub>3</sub> S	51
	C <sub>2</sub> S	23
	C <sub>3</sub> A	03
	C <sub>4</sub> AF	14
	CaO <sub>L</sub>	01
Régulateur de prise	Gypse	04

**Tableau III.2** composition minéralogique de CEM I

**B- Caractéristiques physiques :**

**B-1- Surface spécifique de BLAINE (SSB) (EN 196-2)**

Ciments	Masse volumique g/cm <sup>3</sup>	SSBcm <sup>2</sup> /g
CEM I	3,2	4286

**Tableau III.3** : la surface spécifique de CEM I

### B-2- Consistance normale : (NF EN 196-3+1)

Ciments	Volume d'eau (ml)	Masse de ciment (g)	Consistance normale %
CEM I	135	500	26,8

Tableau III.4 : la consistance normale de CEM I

### B-3- Début et fin de prise : (NF EN 196-3+1)

Propriété	CEM I
Début de prise	2h :30 min
Fin de prise	3h :40 min

Tableau III.5 Début et fin de prise de CEM I

### B-4- La consistance normale :

Le CEM I a une consistance normale élevée, cela peut s'expliquer par :

- Sa surface spécifique élevée qui contribue à une légère augmentation de la consistance normale, cela est dû au fait que la surface de mouillage du ciment augmente au fur et à mesure que le ciment est finement broyé.
- Il est connu que le  $C_3A$  réagit rapidement avec l'eau et libère une très grande quantité de chaleur durant les premiers jours de durcissement, donc il est responsable des résistances du ciment à jeune âge, mais à l'âge de 7j et 28j les résistances de CEM I augmentent, étant donné que le CEM I est un ciment sans ajout.
- Une quantité importante d'eau a été enregistrée pour le CEM I.

### B-5- La prise :

Le début de prise croît dans l'ordre : CEM I cela s'explique par :

- La SSB (CEM I) plus le broyage a été poussé, plus le temps de prise est court.
- La proportion de  $C_3A$  élevée dans CEM I, sous l'effet de la précipitation de l'ettringite formée lors de la dissolution de  $C_3A$ .

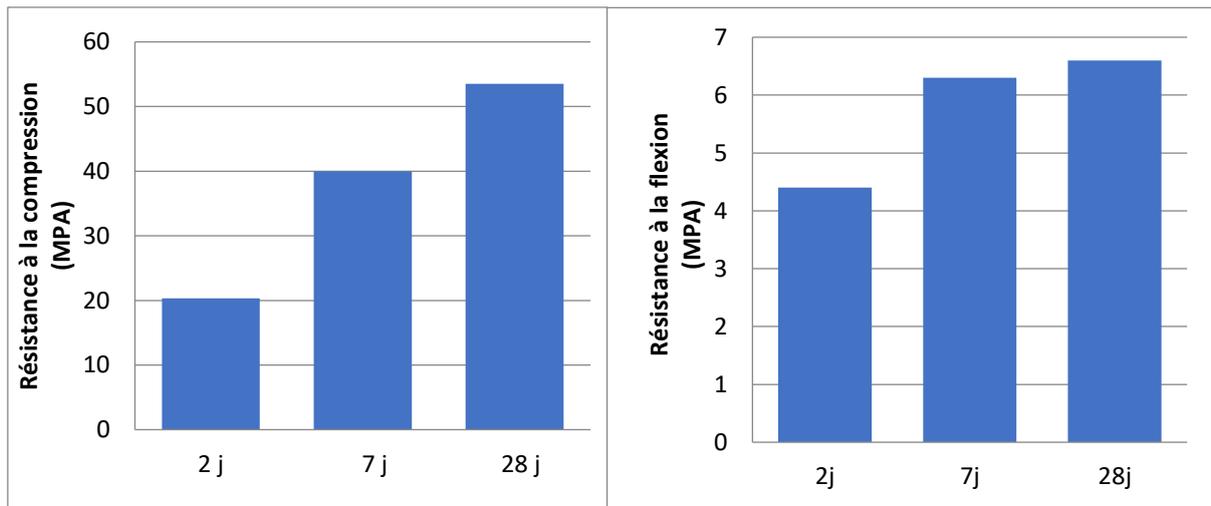
### Caractéristiques mécaniques :

#### C-1- La résistance à la compression et à la flexion :

Les essais sont réalisés suivant les modalités de la norme NF EN 196-1 sur des éprouvettes prismatiques  $4*4*16 \text{ cm}^3$ .

	Résistance à la compression (MPa)			Résistance à la flexion (MPa)		
	2j	7j	28j	2j	7j	28j
CEM I	20.3	40	53.5	4.4	6.3	6.6

**Tableau III.6** Les résistances à la compression et à la flexion de CEM I



**Figure III.1** : les résistances à la compression et à la flexion de ciments purs.

D'après les résultats présentés dans la figure on remarque l'évolution des résistances dans le temps d'une façon différente d'un ciment à l'autre de sorte que :

➤ A 2 jours :

Le CEM I donne une meilleure résistance, grâce à leur composition riche en aluminates de calcium qui forment les premiers cristaux hydratés responsables du durcissement initial et des premières résistances, par formation de l'ettringite.

➤ A 7 jours :

Les silicates de calcium hydratés de  $C_3S$  constituent la vraie structure du ciment durci et donnent des résistances à jeune âge, sur cette base on peut expliquer l'évolution de la résistance à 7 jours pour le CEM I.

➤ A 28 jours :

Concernant les résistances à 28 jours, le  $C_2S$  et  $C_3S$  contribuent aux résistances à long terme, le CEM I a des bonnes résistances.

### III.1.2 Caractéristique de sable d'oued de Baghlia :

Caractéristique	Résultats	Unité
Masse volumique apparente	1,6	$g/cm^3$
Masse volumique absolue	2,5	$g/cm^3$
ESV	47,67	%
ESP	47,04	%
Absorbation	1,01	%
Porosité	1,75	%

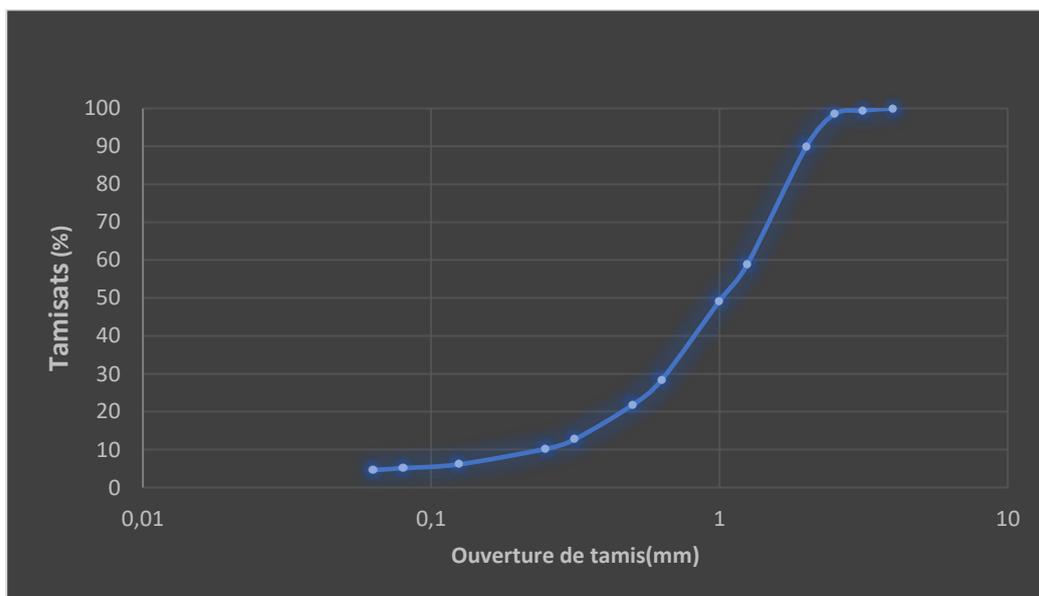
**Figure III.7** : caractéristiques physiques du sable d'oued de Baghlia

- **Analyse granulométrique :**

Le tableau suivant représente l'analyse granulométrique du sable d'oued de Baghlia  
 M h= 200 g. M1=197 g (masse sèche totale).

Ouverture de tamis en (mm)	Poids (g)	Pourcentage (%)		MF
	Refus cumules (g)	Refus cumules (%)	Tamisât (%)	
4	0	0	100	3,2
3,15	1	0,51	99,49	
2,5	3	1,5	98,5	
2	20	10,1	89,9	
1,25	81	41,1	58,9	
1	100	50,8	49,2	
0,63	141	71,6	28,4	
0,5	154	78,2	21,8	
0,315	172	87,3	12,7	
0,25	177	89,8	10,2	
0,125	185	93,9	6,1	
0,08	187	94,9	5,1	
0,063	188	95,4	4,6	
Fond de tamis	188	95,4	4,6	

**Tableau III.8 :** Tableau de résultats d'analyse granulométrique du sable de baghlia



**Figure III.2 : Granulométrie de sable utilisé**

### III.1.3 L'eau de gâchage :

L'eau utilisée pour le gâchage, est l'eau de robinet de la ville de boumerdes.

### III.1.4 Le superplastifiant :

Les adjuvants sont des produits chimiques incorporés au béton frais en faible quantité (inférieure à 5 %). Ils améliorent les propriétés physico-mécaniques des bétons et des mortiers auxquels ils sont ajoutés. Au cours de la préparation du mortier, on a incorporé un superplastifiant haut réducteur d'eau de la nouvelle génération dit « Sikaviscocrete tempo 12 », conforme à la norme NF EN 934-2, fabriqué par sika, Il est conçu à base de copolymère acrylique et améliore considérablement les propriétés des mortiers et bétons.

#### Caractérisation :

- Forme ..... Liquide
- Couleur ..... brun clair
- Ph .....  $6 \pm 1$
- Densité .....  $1,06 \pm 0,01$
- Teneur en chlore .....  $\leq 0,1 \%$
- Teneur en Na<sub>2</sub>O Eq .....  $\leq 1 \%$
- Extrait sec.....  $30,2 \pm 1,3 \%$
- Teneur en ions Cl-..... $\leq 0,1 \%$

#### Domaines d'application :

- Permet la fabrication de bétons plastiques à autoplaçants transportés sur de longues distances et pompés.
- Dans les bétons autoplaçants, SIKAVISCOCRETE TEMPO 12 améliore la stabilité, limite la ségrégation du béton et rend les formules moins susceptibles aux variations d'eau et des constituants.

#### Caractères généraux :

SIKAVISCOCRETE TEMPO 12 est un superplastifiant puissant qui confère aux bétons les propriétés suivantes :

- Longue rhéologie (>2h)
- Robustesse à la ségrégation
- Qualité de parement

### III.1.5 La nano-silice utilisé :

L'AEROSIL® 200 est une silice pyrogénée hydrophile avec une surface spécifique de 200 m<sup>2</sup>/g.

#### 1) Données physico-chimiques :

Propriétés	Unité	Valeurs indicatives
Surface spécifique (BET)	m <sup>2</sup> /g	200±25
Densité après tassement* selon DIN-EN-ISO 787/11, aout.1983	g/l	env.50
Teneur en humidité*2h à 105°C	% en masse	≤1.5
Perte à la calcination	% en masse	≤1.0

2h à 1000°, par rapport à la substance séchée 2h à 105°C		
Ph Dispersion /H <sub>2</sub> O à 4%		3.7-4.5
Teneur SiO <sub>2</sub> sur produit calciné	% en masse	>9.8

### Applications et Propriétés :

#### Application :

- Peintures et vernis.
- Résines polyester insaturé, résines au contact et gel-colina.lona@outlook.frats.
- Caoutchouc silicone HTV et RTV-2 c.
- Colles et mastics.
- Encres d'imprimerie.
- Compounds pour câblerie et gel pour cable.
- Produits phytosanitaires.
- Cosmétiques.

#### Propriétés :

- Contrôle de la rhéologie et thixotropie des systèmes liquides, des liants, des polymères, etc.
- Employé comme agent de suspension, agent épaississant et agent anti –coulures.
- Renforcement des caoutchoucs-silicone HTV et RTV-2 c.
- Amélioration de l'écoulement et anti-mottage des poudres.

### III.2 Études rhéologiques et formulation des mortiers :

#### III.2.1 Études rhéologiques :

Le but de ce travail est d'étudier l'effet des différents pourcentages de nanocilise en poudre et en solution sur le comportement rhéologique et détermination de point de saturation pour chacun.

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 fait varier le dosage de superplastifiant pour quatre pourcentages de nano-silice (2%,4%,6%,8%) dans la première partie et pour trois solutions de concentration différente en nano-silice dans le superplastifiant (S<sub>1</sub>=0.72%, S<sub>2</sub>=1.29%, S=2.79%) jusqu'à ce que le coulis ait un comportement presque newtonien, c'est-à-dire à une viscosité plastique constante en fonction du gradient de vitesse.



**Figure III.3 : Le rhéomètre**

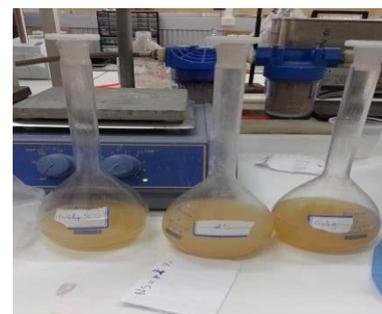
**III.2.1.1 Pour la nano-silice en poudre :**

Les essais sont effectués sur plusieurs séries d'échantillons avec un rapport E/C=0,40 en présence de superplastifiant. Le dosage en superplastifiant est déterminé par l'essai du point de saturation.



**III.2.1.2 Pour les solutions :**

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 échantillons préparés sont donnés dans le tableau suivant :

NS en poudre			Solution (NS+SP)		
Variante	Dosage en SP	E/C	Variante	Dosage en SP	E/C
NS 2%	0,5% - 0,7% - 0,8%	0,4	S <sub>1</sub>	0,5% - 1% - 1,5% - 2%	0,3
NS 4%	1,2% - 1,3% - 1,5%	0,4	S <sub>2</sub>	0,5% - 1% - 1,5% - 2%	0,3
NS 6%	2,3% - 2,5% - 3%	0,4	S <sub>3</sub>	0,5% - 1% - 1,5% - 2%	0,3
NS 8%	3,5% - 3,8% - 4%	0,4	-	-	-

**Tableau III.9 : les échantillons préparés pour la rhéologie**

**Conduite de l'essai :**

- Les particules de nano silice ont été agitées avec l'eau de mélange à grande vitesse pendant 1 min.

- Le ciment a été ajouté progressivement puis le superplastifiant et mélangé à vitesse moyenne pendant 1 min à l'aide d'un malaxeur.
- Laisser reposer pendant 30 s puis mélanger à nouveau pendant 1 min.



### III.2.2 Formulation des mortiers :

Afin de voir l'influence de la nano silice poudre et en solution (comme adjuvant) sur les performances physico-mécaniques du mortier, des variantes des mortiers ont été établies à partir du mortier témoin (MT), les mortiers étudiés ont les dosages des constituants qui sont données dans les tableaux suivantes :

#### III.2.2.1 Nano silice poudre :

	Ciment(g)	Sable (g)	NS (g)	Adjuvant	L'eau (ml)	E/C
<b>M<sub>t</sub></b>	<b>450</b>	<b>1350</b>	<b>0</b>	<b>0</b>	<b>225</b>	<b>0.5</b>
<b>M<sub>1</sub></b>	<b>441</b>	<b>1350</b>	<b>9</b>	<b>0,8</b>	<b>225</b>	<b>0.5</b>
<b>M<sub>2</sub></b>	<b>432</b>	<b>1350</b>	<b>18</b>	<b>1,5</b>	<b>225</b>	<b>0.5</b>
<b>M<sub>3</sub></b>	<b>423</b>	<b>1350</b>	<b>27</b>	<b>3</b>	<b>225</b>	<b>0.5</b>

**Tableau III.10 :** Les formulations des mortiers en NS en poudre

#### III.2.2.2 Nano silice en solution (adjuvant) :

	Ciment (g)	Sable (g)	Solution (NS +SP)%	L'eau (ml)	E/C
<b>M<sub>1</sub></b>	<b>450</b>	<b>1350</b>	<b>1.5</b>	<b>180</b>	<b>0.4</b>
<b>M<sub>2</sub></b>	<b>450</b>	<b>1350</b>	<b>1.5</b>	<b>180</b>	<b>0.4</b>
<b>M<sub>3</sub></b>	<b>450</b>	<b>1350</b>	<b>1.5</b>	<b>180</b>	<b>0.4</b>

**Tableau III.11 :** les formulations des mortiers en solution

### **Conduite de l'essai :**

Les mortiers de ciment ont été mélangés dans un malaxeur rotatif. Les nanoparticules ne sont pas faciles à disperser uniformément en raison de leur forte énergie de surface. En conséquence, le mélange a été effectué comme suit :

- Les particules de nano silice ont été agitées avec l'eau de mélange à grande vitesse pendant 1 min.
- Le ciment a été ajouté au malaxeur et mélangés à vitesse moyenne pendant 1 min supplémentaires.
- Le superplastifiant a été ajouté et agité à grande vitesse pendant 30 s.
- Le sable a été ajouté progressivement, puis mélangé pendant 2 min 30 s à grande vitesse.

### **Préparation des éprouvettes :**

Les éprouvettes sont de forme prismatique de section carrée (4 x 4 x 16) cm. Elles doivent être moulées après la confection du mortier directement. Le moule métallique à trois alvéoles et sa hausse étant fermement fixés à la table à choc, on introduit la première des deux couches de mortier. La couche est étalée uniformément en utilisant la grande spatule puis serrée par 60 chocs. La deuxième couche est alors introduite, nivelée avec la petite spatule et serrée à nouveau par 60 chocs. Le moule est enlevé de la table à choc, et après avoir retiré la hausse, on enlève l'excédent de mortier par arasage. La surface des éprouvettes est ensuite lissée.



### **Conservation des éprouvettes :**

Après le démoulage d'échantillons ont laissé pendant 24 heures pour sécher relativement, après sa nous mettons échantillons (4 x 4 x 16) cm, dans l'eau dans la chambre climatique pendant 2 et 28 jours. Cette opération est effectuée pour éviter l'évaporation d'eau au cours de la phase de prise de ciment et assurer le bon d'écoulement de durcissement, afin de maintenir les caractéristiques réelles du mortier.

### **Répartition et positionnement des éprouvettes :**

Avant de passer à l'action d'écrasement, il faut tenir compte de recommandations suivantes :

- ❖ Essuyer toute humidité excessive de la surface d'éprouvette avant de la positionner dans la machine d'essai.
- ❖ Tous les plateaux de la machine d'essai doivent être essuyés et toutes particules ou corps étrangers retirés des surfaces de l'éprouvette qui seront en contact avec eux.

- ❖ Posé l'éprouvette sur la machine d'essai.

### III.2.3 Les essais effectués :

#### III.2.3.1 Essai de la résistance à la flexion :

Pour effectuer cet essai, on a préparé trois éprouvettes (4\*4\*16) (cm) pour chaque âge (2 et 28 jours) dans le but de prendre une valeur moyenne. Placer le prisme dans le dispositif de flexion avec une face latérale de moulage sur les rouleaux d'appui et son axe longitudinal perpendiculaire à ceux-ci. Appliquer la charge verticalement par le rouleau de chargement sur la face latérale opposée du prisme et l'augmenter de  $50 \text{ N/s} \pm 10 \text{ N/s}$ , jusqu'à rupture.

#### III.2.3.2 Essai de la résistance à la compression :

Centrer chaque demi-prisme latéralement par rapport aux plateaux de la machine, comme il est indiqué dans la photo suivante :



### III.3 Conclusion :

Les essais physiques, les analyses chimiques et les analyses minéralogiques effectués dans les différents laboratoires donnent une idée générale sur les caractéristiques principales des matériaux servant à la formulation des mortiers qui seront étudiés au chapitre. La connaissance de ces caractéristiques nous aide d'une façon significative à commenter les résultats des essais expérimentaux.

# Chapitre IV : Résultats et Interprétation

## IV Résultats et interprétation :

### IV.1 Introduction :

Nous présentons dans ce chapitre les résultats des différents essais effectués sur les mortiers confectionnés selon les différentes combinaisons d'ajouts (nano-silice en poudre et nanosilice en superplastifiant).

Rappelons que notre objectif est de voir l'effet de mode d'utilisation de la nanosilice sur les propriétés rhéologiques des pâtes cimentaires. Nous avons utilisé la nanosilice en poudre par substitution partielle de ciment à des dosages 2, 4, 6 et 8% ppc (par poids de ciment). Ensuite, le deuxième mode nous avons utilisé cette nanosilice en solution dans le superplastifiant à des dosages 0.7, 1.3 et 2.8% pps (par poids de superplastifiant) puis ces solutions ont été utilisés comme superplastifiant à différent dosage par poids de ciment.

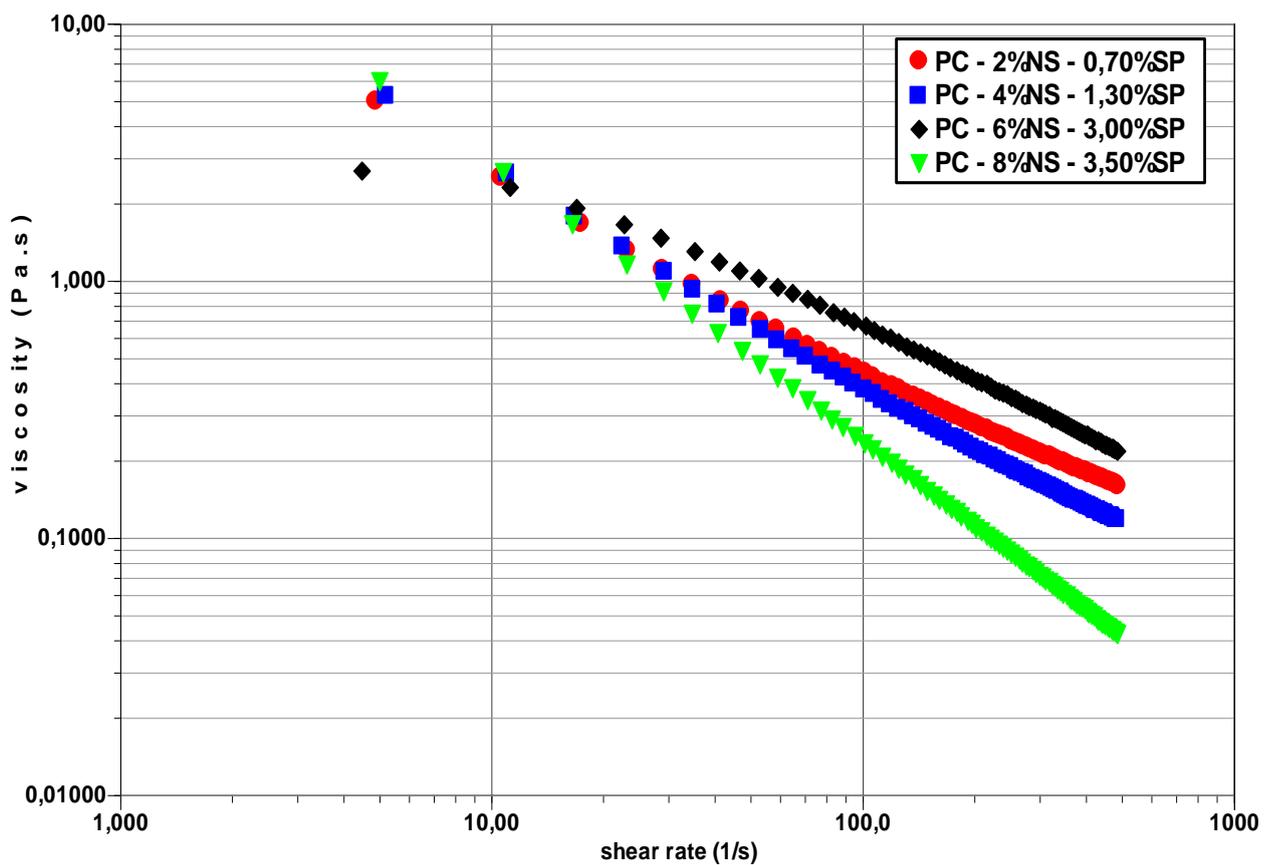
## IV.2 Utilisation de la Nano silice en poudre :

### IV.2.1 Étude rhéologique

#### Paramètre rhéologiques :

##### a) La viscosité :

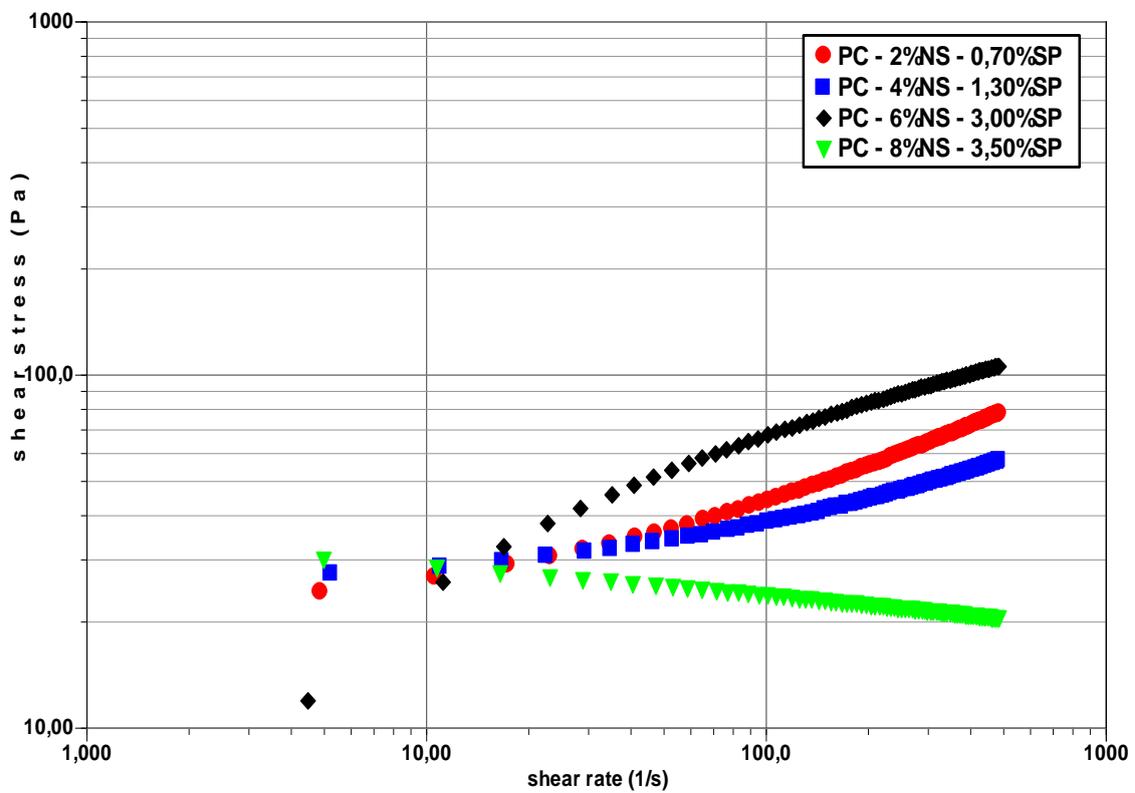
La figure VI.1 ci-dessous montre l'évolution de la viscosité plastique des pâtes cimentaires à base de nanosilice à différents dosages de superplastifiant en fonction de vitesse de cisaillement. Selon les résultats obtenus, on observe clairement que la nanosilice rend les pâtes cimentaires plus visqueuse ce qui exige un dosage supplémentaire du superplastifiant. Cependant, à des vitesses de cisaillement élevées les pâtes cimentaires deviennent plus fluides et que le taux de la nanosilice élevé provoque un excès de superplastifiant.



**Figure IV.1 :** Évolution de la viscosité plastique en fonction de taux de cisaillement des pâtes cimentaires à base de NS à différents dosage de SP

**b) Contrainte de cisaillement :**

Le rhéogramme de la figure III.3 représentent l'évolution de la contrainte de cisaillement des pâtes cimentaires à base différents dosage de nanosilice et à différents dosages de superplastifiant. Il est clair que d'après ces résultats, la nanosilice (NS) a augmenté la contrainte de cisaillement par ailleurs le superplastifiant a réduit considérablement cette contrainte. Toutefois, on remarque que plus le dosage du de NS augmente plus la contrainte de cisaillement augmente plus les pâtes exigent plus de superplastifiant pour qu'elles deviennent fluide et s'écoulent à des contraintes de cisaillement faibles. On remarque aussi au-delà de 4% de NS, le dosage de superplastifiant a doublé.



**Figure IV.2 :** Évolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement

### c) Comportement rhéologique :

Les courbes d'écoulement des pâtes cimentaires sont représentés sur la figure IV.3. D'après les rhéogrammes, toutes les pâtes cimentaires montrent un écoulement non-Newtonien. En effet, il est claire que ces pâtes représentent un seuil d'écoulement cela veut dire qu'elles ont un comportement non-Newtonien. D'après plusieurs chercheurs ont constaté que le comportement de ces types des pâtes suit le modèle de Herschel Bulkely qui représenté sur la figure. On remarque qu'au-delà de 4% de NS, le comportement des pâtes change et provoque une instabilité rhéologique.

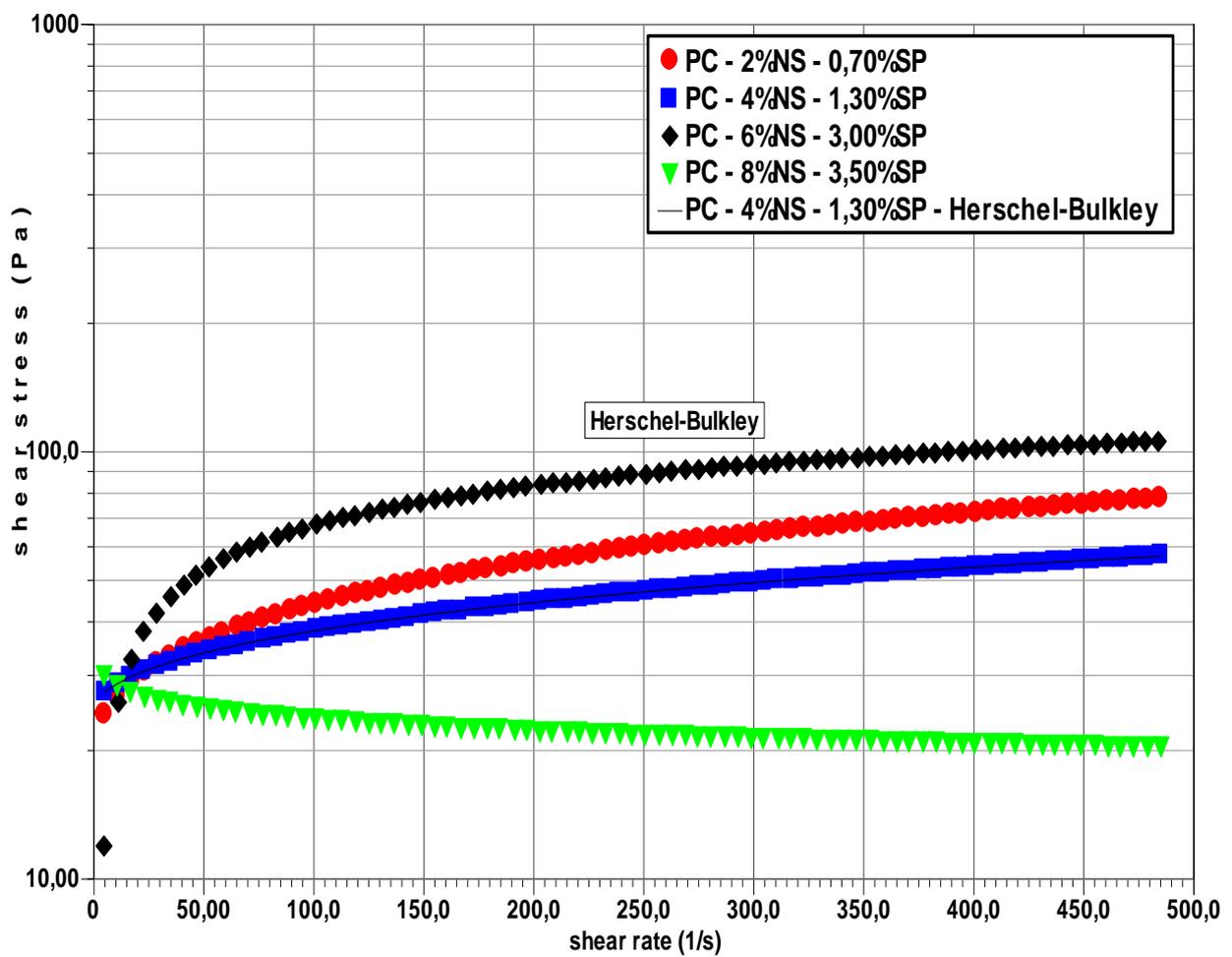


Figure IV-1 : Contrainte de cisaillement

## IV.2.2 Propriétés des mortiers à l'état durci :

### IV.2.2.1 Masse volumique apparente des mortiers :

Le volume de chaque éprouvette est :  $4*4*16= 256 \text{ cm}^3$

Le tableau suivant représente la masse volumique des mortiers à l'âge de 28 jours :

	<b>M<sub>T</sub></b>	<b>M<sub>1</sub></b>	<b>M<sub>2</sub></b>	<b>M<sub>3</sub></b>
<b>Masse d'éprouvette (g)</b>	589.65	581.05	573.1	568.5
<b>Masse volumique (g/cm<sup>3</sup>)</b>	2.30	2.27	2.24	2.22

Tableau IV.1 : la masse volumique

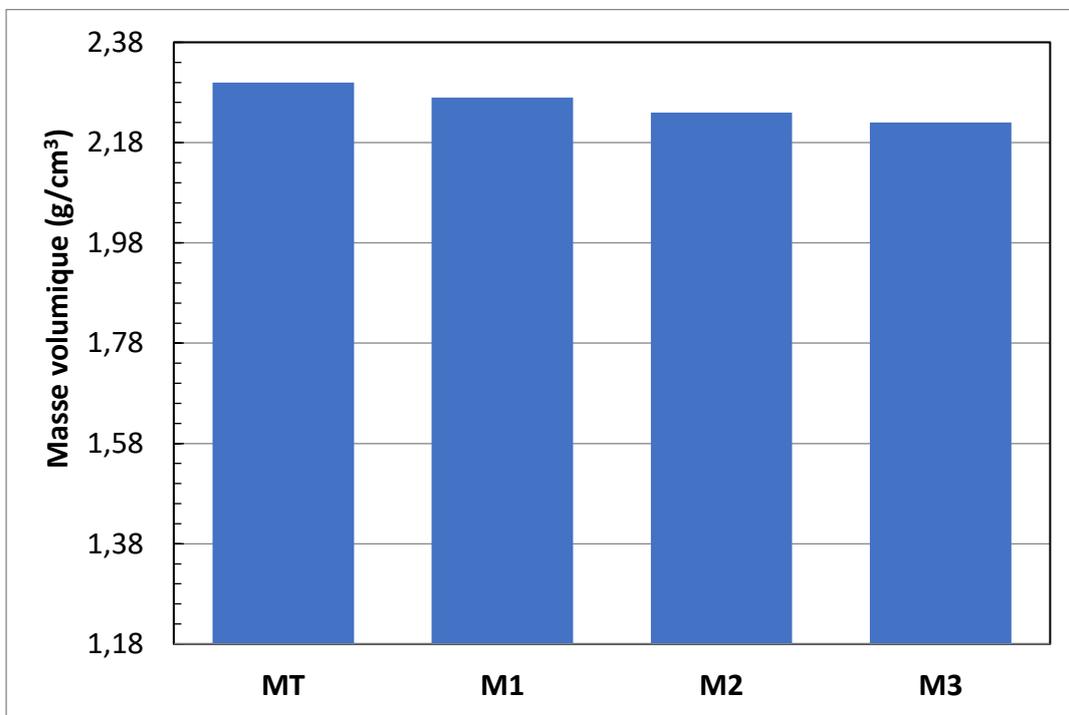


Figure IV.2 : Masse volumique des mortiers de nano silice en poudre

La figure IV.23 montre l'évolution de la masse volumique des différents mortiers ( **M<sub>T</sub>** : mortier témoin, **M<sub>1</sub>** : mortier avec 2% de nano silice poudre, **M<sub>2</sub>** : avec 4% de nano silice, **M<sub>3</sub>** : avec 6% de nano silice ), selon les résultats quand on augmente le pourcentage de nano silice la masse volumique diminue. Dans l'ensemble, on peut conclure que la densité a tendance à diminuer avec une addition de nano-silice. Cette observation est différente des précédents travaux [10, 11] où l'augmentation de densité a été observée lorsque nano-silice a été ajoutée qui était due à l'effet de remplissage de nano-silice.

#### IV.2.2.2 Résistance mécanique des mortiers :

##### a) La résistance à la compression et à la flexion :

Pour effectuer cet essai, on a préparé trois éprouvettes (4\*4\*16) cm<sup>3</sup>, pour chaque âge (2 et 28 jours) dans le but de prendre une valeur moyenne. Le tableau suivant représente les valeurs de la résistance à la compression et à la flexion des mortiers.



**Figure IV.5 :** les éprouvettes de mortier témoin et de mortier avec 2% de nano-silice



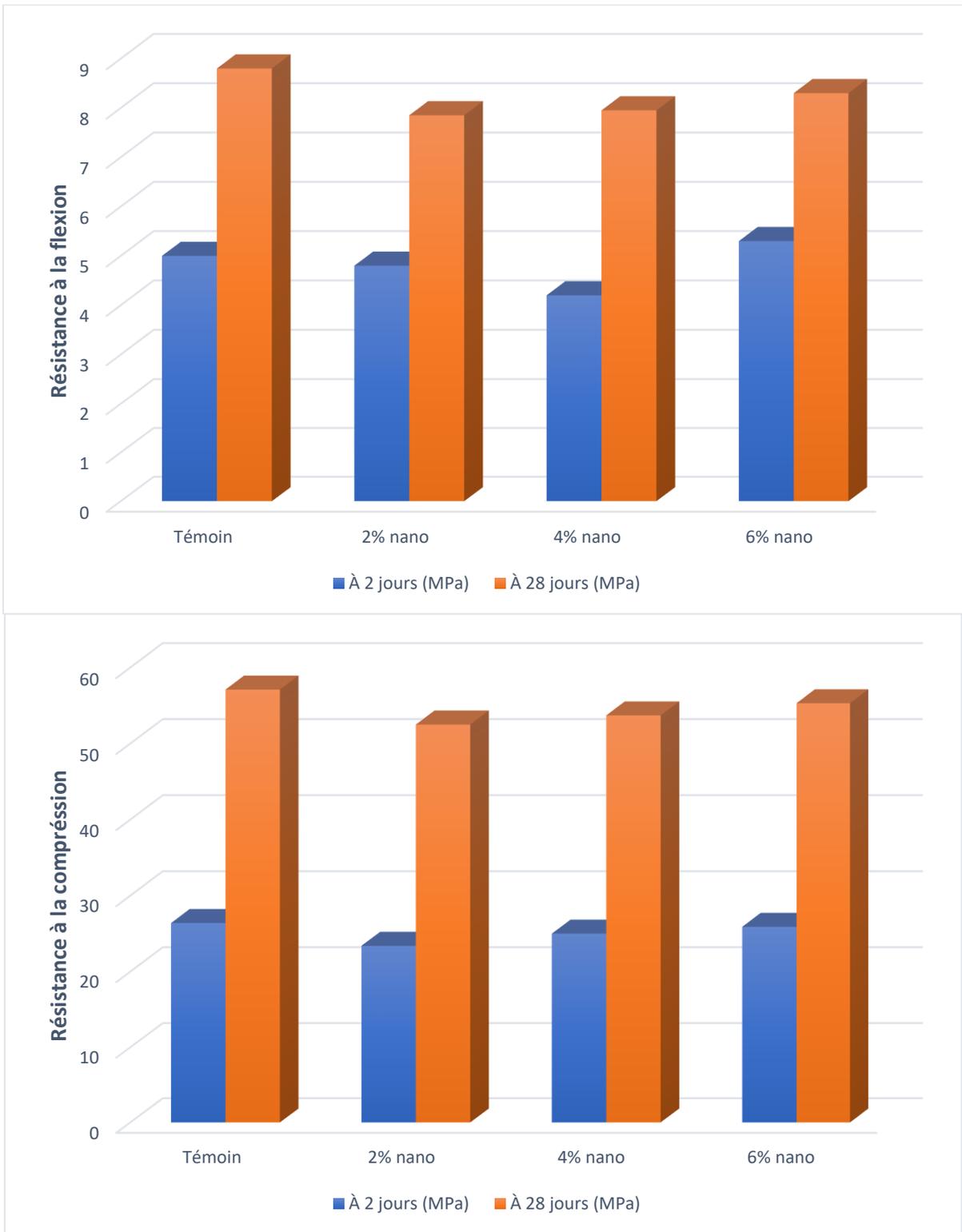
**Figure IV.6 :** les éprouvettes de mortiers avec 4% et 6% de nano-silice

	Résistance à la compression (MPa)		Résistance à la flexion (MPa)	
	2 j	28 j	2 j	28 j
<b>MT</b>	26.4	57.1	5	8.8
<b>2% NS</b>	23.4	52.5	4.8	7.85
<b>4% NS</b>	25	53.7	4.2	7.95
<b>6% NS</b>	25.59	55.3	5.3	8.3

**Tableau IV.2 :** les résistances à la compression et à la flexion des mortiers de nano silice poudre

L'évolution de la résistance à la compression et à la flexion des mortiers à base de nano-silice (NS), est donnée dans la figure IV.7. Selon ces résultats, nous remarquons que le développement de la résistance de tous les mortiers en fonction d'âge de durcissement, est une fonction croissante, car la résistance (compression ou flexion) augmente en fonction d'âge. Ceci est expliqué par l'effet de l'hydratation des minéraux du clinker contenu dans le ciment utilisé. Les valeurs de résistance enregistrées à 28j, sont de l'ordre de 57 MPa et 9 MPa respectivement pour la résistance à la compression et à la flexion.

Concernant l'effet de la substitution de ciment par la NS, une légère diminution de la résistance à la compression des mortiers a été observée et que l'introduction de la nano-silice en poudre, a provoqué cette réduction de la résistance. Il est à noter que pendant la mise en œuvre des mortiers était difficile ce qui a influencé sur la résistance des mortiers. Utilisation jusqu'à 6% de NS en poudre, pouvant avoir un mortier ayant une résistance à la compression de 55MPa.



**Figure IV.7 :** Résistance à la compression et à la flexion des mortiers à base de nano silice

### IV.3 Utilisation de la Nano silice solution dans le superplastifiant :

#### IV.3.1 Étude rhéologique :

##### Paramètre rhéologiques :

a) **La viscosité :** La figure VI.8 représente la variation de la viscosité plastique des pâtes cimentaires à base de superplastifiant (SP) dopé à la nano-silice(NS) en fonction de vitesse de cisaillement. Selon les résultats obtenus, on remarque clairement que SP dopé en NS rend les pâtes cimentaires plus fluide. En effet, plus le dosage de SP augmente plus la viscosité des pâtes cimentaires diminue et au-delà des vitesses de cisaillement élevées la viscosité des pâtes deviennent constante. Cependant, les pâtes cimentaires ayant de 1.5% de SP dopé en NS sont plus fluides et que le taux de cisaillement est plus faible.

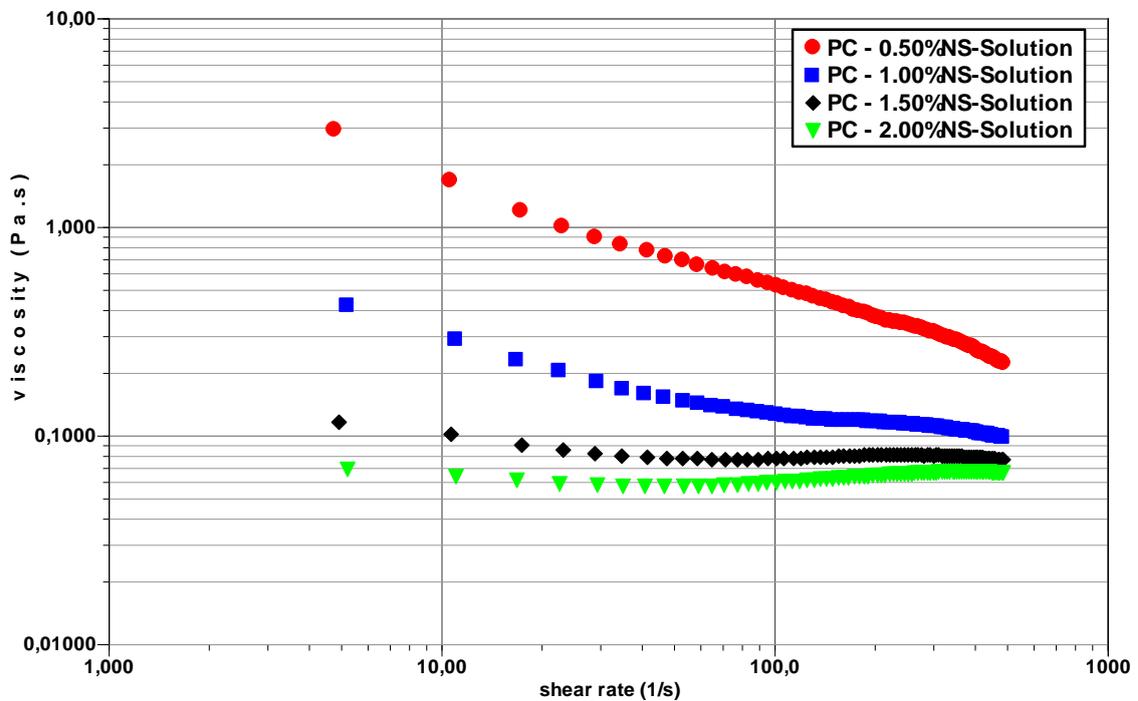


Figure IV.8 : Évolution de la viscosité en fonction de

### b) Contrainte de cisaillement :

La figure IV.9 représente la variation de la contrainte de cisaillement en fonction du dosage de SP dopé en NS des pâtes cimentaires. Pour toutes les pâtes cimentaires étudiées, une réduction importante de la contrainte de cisaillement, a été observée en fonction de l'augmentation du SP. Ceci est traduit par l'effet défloculant et dispersif du SP. En effet, en présence de l'eau, le SP s'adsorbe sur la surface des particules de ciment, causant des effets répulsifs électrostatique et stérique inter particules. Il en résulte la dispersion des grains et l'eau retenue dans les flocculat est libérée, augmentant ainsi la fluidité. Il est à noter aussi que le dosage de saturation obtenu pour ces pâtes est de l'ordre de 1.5% de SP dopé en NS.

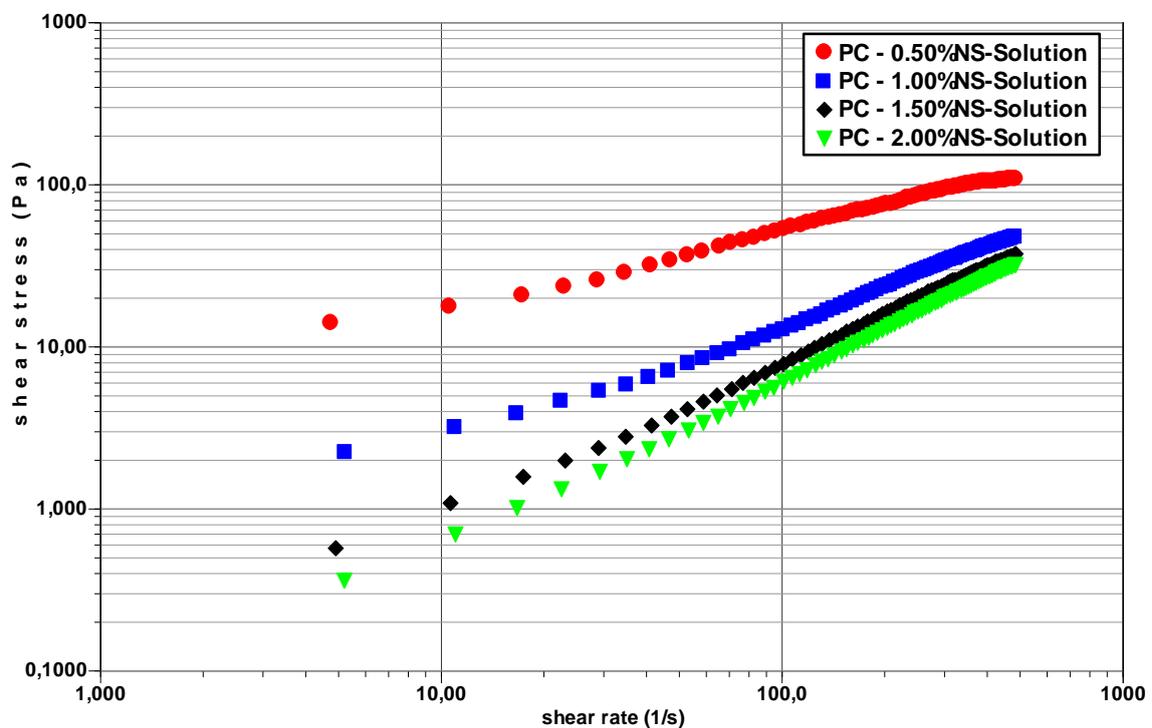


Figure IV.9 : Évolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement

### c) Comportement rhéologique :

La figure IV.10, montre les courbes d'écoulement des pâtes cimentaires à base différents dosages du superplastifiant dopé en nanosilice. D'après les rhéogrammes, Ces pâtes montrent aussi un écoulement non-Newtonien, caractérisant par un seuil d'écoulement et qui suit le modèle de Herschel Bulkely. On observe que plus le dosage du superplastifiant dopé augmente plus les pâtes deviennent plus fluides. Au-delà de 1.5% du SP dopé en NS, l'effet n'est pas important ce qui correspond ce dosage au point de saturation.

Également, une réduction importante de la contrainte de cisaillement et la viscosité plastiques, dû à l'augmentation du superplastifiant. Ceci est traduit par l'effet défloculant du SP. En effet, en présence de l'eau, le SP s'adsorbe sur la surface des particules de ciment, causant des effets répulsifs électrostatique et stérique inter particules. Il en résulte la dispersion des grains et l'eau retenue dans les floculats est libérée, augmentant ainsi la fluidité.

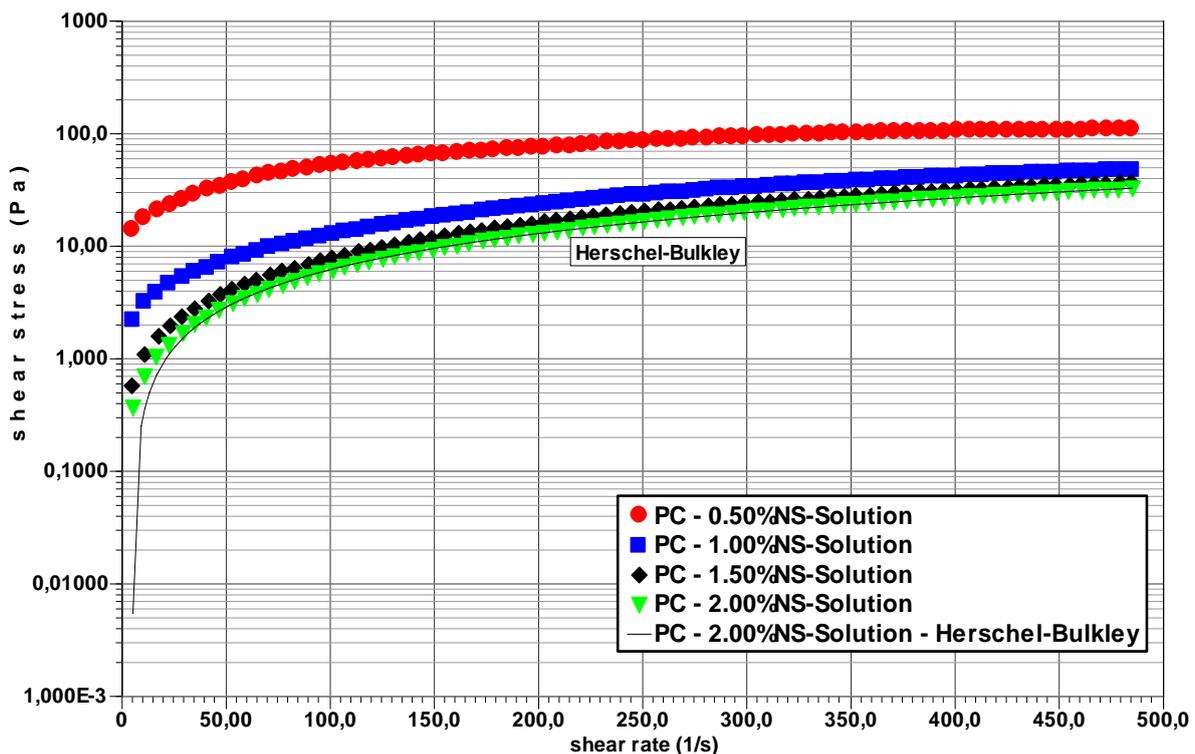


Figure IV.10 : Comportement rhéologique des pâtes cimentaires à base de SP dopé en NS.

### IV.3.2 Propriétés des mortiers à l'état durci :

#### IV.3.2.1 Masse volumique des mortiers de Nano silice en solution :

Le tableau suivant représente la masse volumique des mortiers de nano silice en solution

	MT	MS1	MS2	MS3
Masse d'éprouvette (g)	589.65	588.3	591	584.95
Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )	2.30	2.30	2.31	2.28

Tableau IV.3 : La masse volumique des mortiers de nano silice en solution

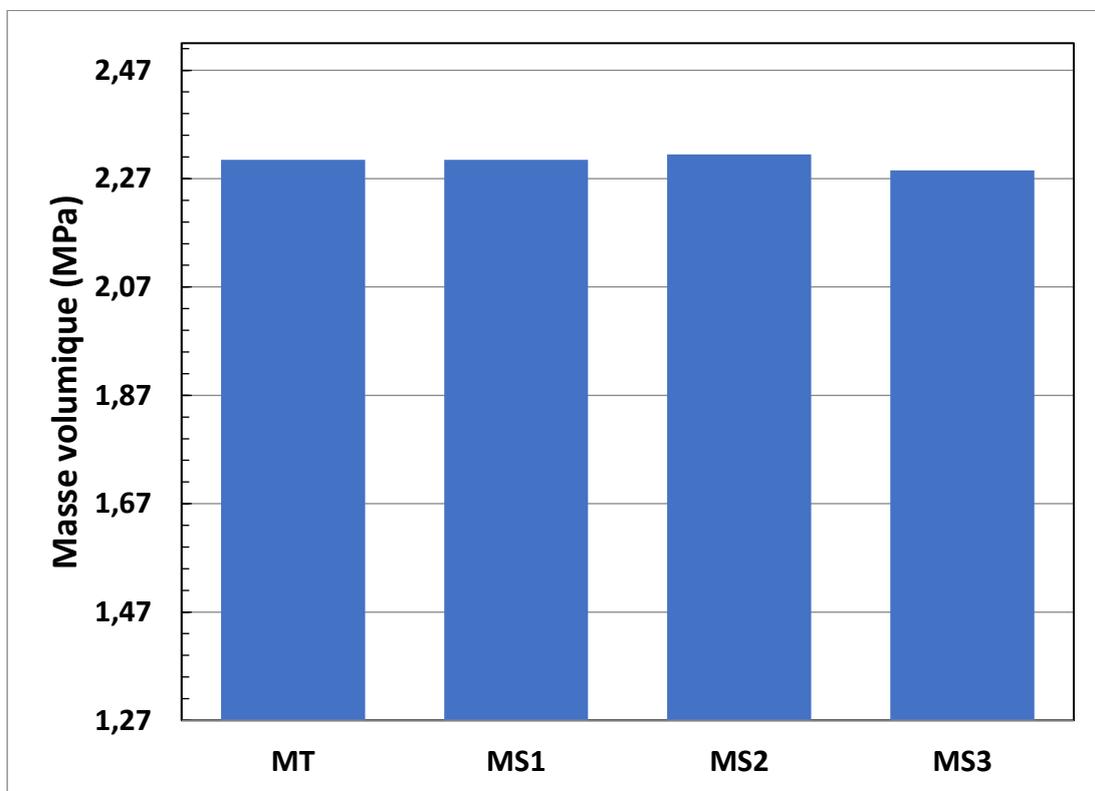


Figure IV.11 : L'évolution de la masse volumique des mortiers à base du SP

La figure IV.11 montre l'évolution de la masse volumique apparente des différents mortiers élaborés. Selon les résultats, tous les mortiers ont une masse volumique presque identique quel que soit le dosage du superplastifiant. La masse volumique des mortiers enregistrée est de l'ordre  $2260 \pm 50$  Kg/m<sup>3</sup>. Cela est expliqué par le dosage des constituants du mortier est le même pour tous les mortiers et que le dosage du SP n'a pas un effet important sur la masse volumique du mortier.

#### IV.3.2.2 Résistance mécanique :

Pour effectuer cet essai, trois éprouvettes (4\*4\*16cm<sup>3</sup>), pour chaque mélange 2 et 28 jours de durcissement. Le tableau suivant représente les valeurs de la résistance à la compression et à la flexion des mortiers de Nano silice en solution du SP.

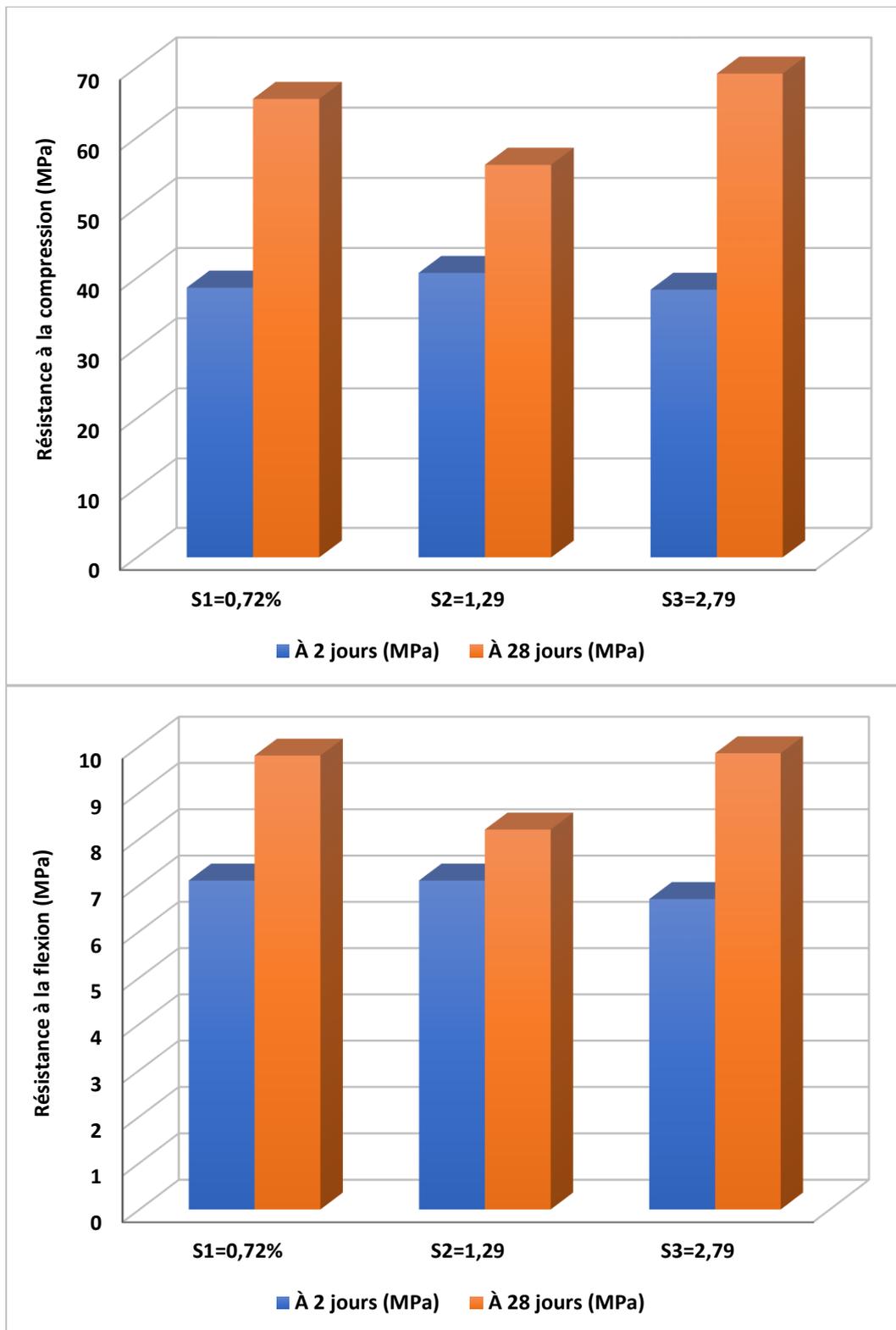
Les essais mécaniques effectués sur les mortiers durcis sont les suivants :

- La résistance mécanique à la compression
- La résistance mécanique à la flexion

Les éprouvettes préparées auparavant sont émergées dans l'eau juste après le démoulage à une température de 20°C. Cette opération est effectuée pour éviter l'évaporation d'eau au cours de la phase de prise du ciment et assurer le bon déroulement de durcissement, afin de maintenir la caractéristique réelle du béton.

	Résistance à la compression (MPa)		Résistance à la flexion (MPa)	
	2 j	28 j	2 j	28 j
<b>MT</b>	26.4	65.5	5	8.8
<b>Ms1(0.72%+SP)</b>	38.3	57,1	6.7	8.2
<b>Ms2(1.29%NS+SP)</b>	38.6	56,1	7.1	9.8
<b>Ms3(2.79%+SP)</b>	40.7	69.1	7.2	9.85

**Tableau IV.4 :** Résistance à la compression et à la flexion des mortiers de Nano silice en solution du SP



**Figure IV.12 :** résistance à la compression et à la flexion des mortiers de nano silice solution

Les résultats des essais mécaniques (résistance à la compression et à la flexion) des mortiers adjuvés au SP dopé en NS, sont présentés dans la figure IV.12. Nous observons que l'évolution des résistances mécaniques en fonction d'âge de durcissement est une fonction croissante. En effet,

la résistance (compression ou flexion) augmente en fonction d'âge. Ceci est traduit par l'effet de l'hydratation des minéraux du clinker contenu dans le ciment utilisé. Les valeurs de résistance enregistrées à 28j, sont de l'ordre de 70 MPa et 10 MPa respectivement pour la résistance à la compression et à la flexion.

Concernant l'effet de superplastifiant dopé en NS, une amélioration considérable de la résistance à la compression des mortiers a été observée et les mortiers adjuvantés obtenus ayant des résistances plus élevées que celui de mortier témoins. Cependant, une légère diminution de la résistance à la compression a été enregistrée pour le mortier à SP1.29% NS, ensuite une augmentation de la résistance à dosage plus élevé. Ceci est montre l'effet bénéfique d'un superplastifiant dopé en NS.

# CONCLUSION GÉNÉRALE

Le but essentiel de ce travail, était de voir l'effet du mode d'utilisation de la nanosilice sur les mortiers des ciments. Dans cette étude nous avons utilisé de la nanosilice soit en poudre avec le ciment soit en solution avec le superplastifiant (Superplastifiant dopé en nanosilice). A travers les résultats obtenus d'après notre étude, il en résulte que :

## ***Mode d'utilisation en poudre :***

Il en résulte que l'utilisation de la nano-silice en poudre (en substituant d'une part de ciment), a influé négativement sur les paramètres rhéologiques et sur le comportement rhéologique des pâtes cimentaires. En effet, plus le taux de substitution de ciment par NS augmente plus la contrainte de cisaillement et la viscosité augmente, plus les pâtes cimentaires deviennent plus visqueuses et la maniabilité difficile.

De point de vue propriétés mécaniques, il est à signaler que plus la substitution de ciment par NS en poudre augmente plus la mise en œuvre des mortiers deviennent plus difficile ce qui a influé sur les valeurs de résistance.

## ***Mode d'utilisation en solution :***

L'introduction de la nano-silice en solution dans le superplastifiant, a amélioré considérablement les paramètres rhéologiques et le comportement rhéologique des pâtes cimentaires. En effet, plus le dosage de SP dopé en NS augmente plus la contrainte de cisaillement et la viscosité ont diminuée, plus les pâtes cimentaires deviennent plus fluides et maniabiles. Une réduction importante de la contrainte de cisaillement et la viscosité plastiques, dû à l'augmentation du superplastifiant. Un dosage de 1.5% du SP dopé en NS, a donné une fluidité adéquate et que le taux de cisaillement est plus faible. Ce dosage peut être considéré comme dosage au point de saturation.

L'effet de SP dopé en NS semble très bénéfique sur les résistances mécaniques des mortiers. Il en résulte que l'utilisation de la nanosilice en solution dans le superplastifiant a améliorée considérablement les résistances des mortiers par rapport au mortier témoins. Les valeurs de résistance enregistrées à 28j, sont de l'ordre de 70 MPa et 10 MPa respectivement pour la résistance à la compression et à la flexion. Ceci est montre l'effet bénéfique d'un superplastifiant dopé en NS.

