

Formulation des bétons



Reiulf Ramstad, Selvika National Tourist Route © Jiri Havran

Le centre de recherche et développement auquel vous appartenez vient de synthétiser un nouvel adjuvant prometteur pour la formulation de mortiers hautes performances (HP), il s'agit d'un super plastifiant réducteur d'eau à base de polymère. Vous avez été missionné(e) pour effectuer les premiers essais comparatifs avec un adjuvant de l'ancienne génération. Votre travail consiste à optimiser la formule d'un mortier HP en utilisant le nouvel adjuvant pour une même ouvrabilité avec une quantité d'eau inférieure.

Pour votre étude et la réponse aux questions posées vous disposez de documents fournis en annexe.

- 1) Quelle différence y-a-t-il entre béton et mortier ?
- 2) Quel est le rôle de l'eau dans la fabrication du béton ?
- 3) Pourquoi les particules de ciment restent agglomérées entre elles dans l'eau?
- 4) Quelles sont les formes prédominantes dans le mortiers frais du plastifiant et super plastifiant ? Entourer les parties anioniques des deux molécules de plastifiant et super plastifiant utilisées lorsqu'elles sont en solution dans le mortier frais.
- 5) Comment le plastifiant et le super plastifiant se fixent sur les particules de ciments ?
- 6) Quel effet physique supplémentaire permet au super plastifiant de fluidifier le ciment ?
- 7) Calcul de la formulation des échantillons à tester :

Mortier 1 = premier échantillon avec $E_{\text{eff}}/C = 0,45$ et le plastifiant ancienne génération (plastiment 25) de densité $d_p = 1,180 \pm 0,030$ et qui contient $38,5 \pm 1,9$ % d'extrait sec.

Mortier 2 à 6 = deuxième échantillon avec $E_{\text{eff}}/C = 0,33$ et le super plastifiant nouvelle génération en différentes concentrations. Ce super plastifiant a une densité $d_{\text{sp}} = 1,081 \pm 0,020$ et contient $27,70 \pm 1,30$ % d'extrait sec.

Le sable utilisé provient de la carrière Vincent et a un coefficient d'absorption de $WA_{24} = 1,3\%$

Calculer la masse d'eau à apporter (E_{app}) pour la formulation des mortiers 1 à 6.

	Ciment (g) CEM I 52,5	Sable sec (g)	E_{app} (g)	adjuvant en % d'extrait sec sur le ciment	Masse d'adjuvant à peser (g)
Mortier 1	450	1350		0,9 (plastiment25)	
Mortier 2	450	1350		0,8 (super plastifiant)	
Mortier 3	450	1350		1,1 (super plastifiant)	
Mortier 4	450	1350		1,4 (super plastifiant)	
Mortier 5	450	1350		1,7 (super plastifiant)	
Mortier 6	450	1350		2 (super plastifiant)	

- 8) Protocole de formulation à suivre pour la fabrication du mortier :
- Peser le ciment et le sable humide
 - Ajouter le sable au ciment et malaxer ce mélange anhydre pendant 5 mn jusqu'à ce que le mélange devienne homogène,
 - Peser l'eau de gâchage et le plastifiant puis verser le plastifiant dans l'eau,
 - Ajouter l'eau et l'adjuvant au ciment et sable puis mélanger pendant environ 5 minutes jusqu'à obtenir à nouveau un mélange homogène,
 - Filmer avant de démarrer les différents tests
- 9) Après chaque formulation vous devez réaliser une série de tests décrits ci-dessous et remplir la fiche jointe de résultats en page 13/13 :
- Mesure de la viscosité à $t = 10\text{mn}, 20, 30$ et 40mn à 200 tr.mn^{-1} dans des conditions de température qui seront mesurées à l'aide du viscosimètre du laboratoire. **Attention** : pour les suivis rhéologiques, remettre le mortier dans le bol du malaxeur et le protéger de l'évaporation en attendant la prochaine mesure et malaxer 15 secondes avant la mesure.
 - Mesure du diamètre d'étalement avec la méthode du mortier de béton équivalent suivant la norme fournie dans le document 7.
 - A la séance suivante mesure du coefficient de pénétration capillaire B suivant la norme interne fournie sur le mortier sec dans le document 8.
- 10) Conclure quant à la formule la plus appropriée pour un mortier de sable HP.

Document 1 : Composition du béton d'après <http://www.infociments.fr>

Le béton est composé :

- de ciment : poudre fine de silicate tricalcique ou alite (Ca_3SiO_5 ou C_3S), de silicate bicalcique ou bélite (Ca_2SiO_4 ou C_2S), d'aluminate tricalcique ($\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ ou C_3A), et d'aluminoferrite tétracalcique ($\text{Ca}_4\text{Al}_2\text{O}_{10}\text{Fe}_2$ ou C_4AF), de sulfate de calcium (CaSO_4)
- de granulats (sable ou gravillons)
- d'eau
- d'adjuvants divers

Le ciment est le constituant principal du béton. Mélangé à l'eau il forme la pâte qui enrobe les granulats et comble le vide entre les différents granulats. La pâte devient une colle en durcissant. On dit que c'est un liant hydraulique.

Le mélange du ciment à l'eau (gâchage) provoque des réactions chimiques complexes d'hydratation entre les particules de ciment et l'eau. Ces réactions provoquent la croissance de cristaux sur les grains de ciments et entraînent un raidissement croissant de la pâte. Elles provoquent aussi la libération d'ions OH^- qui donne au ciment frais un pH basique de l'ordre de 13.

Le dosage en eau est un facteur très important de la composition du béton, il est quantifié par le rapport E_{eff}/C (masse en eau efficace par rapport à celle du ciment)

L'eau a deux rôles : l'hydratation du ciment avec la formation des cristaux et l'ouvrabilité (pompage, et mise en œuvre) du béton frais. Par exemple, avec un E_{eff}/C couramment utilisé (0,55) on estime que la moitié de l'eau de gâchage sert à l'hydratation du ciment, l'autre moitié est une eau de mouillage interstitielle qui contribue à la plasticité du béton requise pour sa mise en œuvre.

Si la quantité d'eau est insuffisante, il subsiste des poches d'air entre les granulats et le béton devient poreux donc moins étanche, moins résistant au gel et moins durable.

Si l'eau est excédentaire, il se forme des « vides d'eau » lors de l'évaporation de l'eau, c'est à dire une plus grande distance entre les agglomérats que les cristaux ont du mal à combler d'où une diminution forte de la résistance mécanique du béton.

La teneur en eau est donc très importante et, pour faire face aux défis environnementaux, le développement de certains additifs appelés plastifiants ou super plastifiants, ont permis de diminuer le volume d'eau ajouté au ciment tout en gardant une grande fluidité permettant ainsi le développement des bétons hautes performances.

Document 2 : calcul de la masse d'eau à apporter (E_{app}) au ciment pour la formulation du mortier

Cette masse d'eau dépend du type de sable, de la teneur en eau du sable et du coefficient d'absorption de l'eau par le sable.

Le coefficient d'absorption de l'eau par le sable est donné par les fiches techniques du fournisseur et est noté WA24, il permet de déterminer la masse d'eau qui s'infiltré dans les pores des grains de sable par capillarité et qui ne participe pas à l'hydratation du ciment (humidité absorbée)

La teneur en eau du sable (w) permet de déterminer la masse d'eau due à l'humidité ambiante du lieu de provenance et de stockage du granulat (humidité libre). Il faut le déterminer à chaque fois car cette masse d'eau va participer à l'hydratation du ciment.

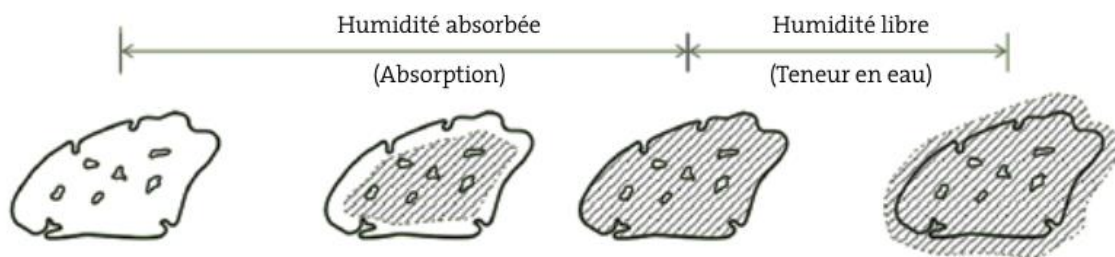


figure 1 (d'après febelcem)

Formule de calcul de la masse l'eau à apporter E_{app} :

$$E_{eff} = E_{app} + m_{sablesec} \cdot (w - WA24) + E_{adj}$$

m_{sable} est la masse du sable sec et E_{adj} est l'eau apportée par les adjuvants utilisés pour formuler le mortier.

Détermination de la $m_{sablesec}$ et de la teneur en eau du sable w :

- tarer une poêle de diamètre de 30 cm environ,
- y déposer une masse m_h de sable fraîchement prélevé don humide
- agiter doucement pour faciliter le séchage
- quand le sable paraît sec, laisser refroidir et peser une première fois
- prolonger le séchage jusqu'à obtention de la masse constante $m_{sablesec}$ (la masse est considérée comme constante lorsque deux pesées successives de l'échantillon espacées de quelques minutes ne diffèrent pas de plus de 0,1%)
- la teneur en eau en pourcentage (w) a pour valeur : $w = 100 \times ((m_h - m_{sablesec}) / m_{sablesec})$
- la masse de sable sec $m_{sablesec} = m_h / (1 + w)$

Document 3 : d'après http://www.febelcem.be/fileadmin/user_upload/dossiers-ciment-94-08/fr/40fr_01.pdf

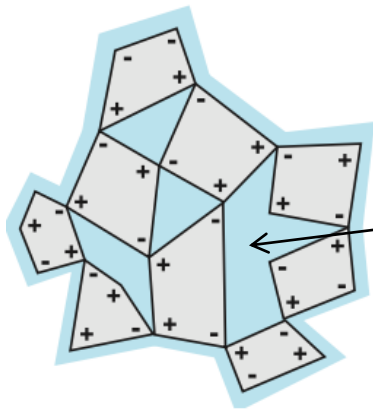
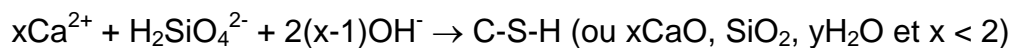


figure 2

La surface de chaque grain de ciment contient des charges électriques libres. Les charges opposées s'attirent mutuellement. Au contact de l'eau, les grains s'agglomèrent alors en floculats. L'eau de gâchage qui se trouve entre ces floculats sera toutefois emprisonnée (figure 1) A partir de ce moment, elle ne contribuera plus à la fluidité de la pâte de ciment. L'ajout d'une quantité supplémentaire d'eau de gâchage sera nécessaire pour obtenir l'ouvrabilité souhaitée

Document 4 : l'hydratation des bétons d'après le cours de Sandrine Gauffinet, professeure à l'Université de Bourgogne/Esirem

Lorsque le ciment est mélangé à l'eau (gâchage) chacune des phases se dissout au moins partiellement conduisant à une solution sursaturée par rapport à différents hydrates qui vont alors précipiter. L'hydratation du C₃S va permettre la germination du CSH (hydrosilicate de calcium) sur les particules de ciment et celle de l'hydroxyde de calcium ou portlandite (Ca(OH)₂) :



L'hydratation du C₃A en présence de sulfate de calcium permet la germination lente de l'étringite : $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6 + 3 \text{CaSO}_4, 2\text{H}_2\text{O} + 30 \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{OH})_{12}, 26\text{H}_2\text{O}$ ou étringite

Puis, lorsque tous les sulfates sont épuisés, les hydroaluminates de calcium précipitent.

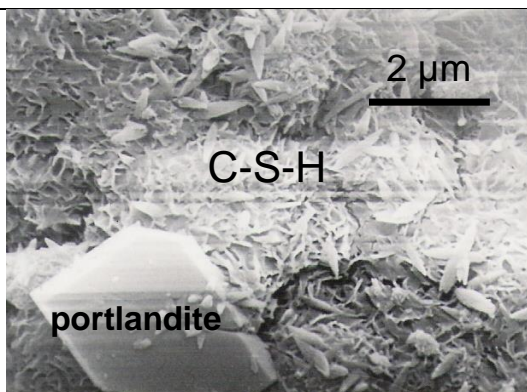


Figure 3 : cristaux de CSH et de portlandite

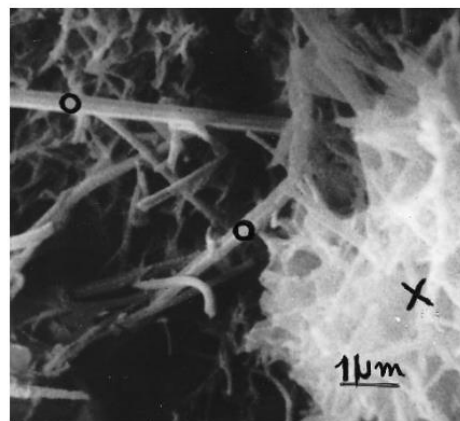
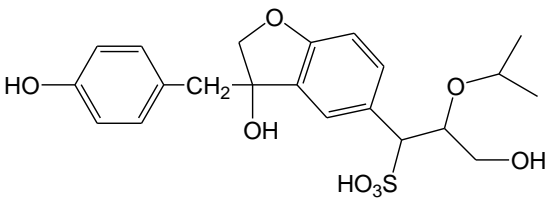
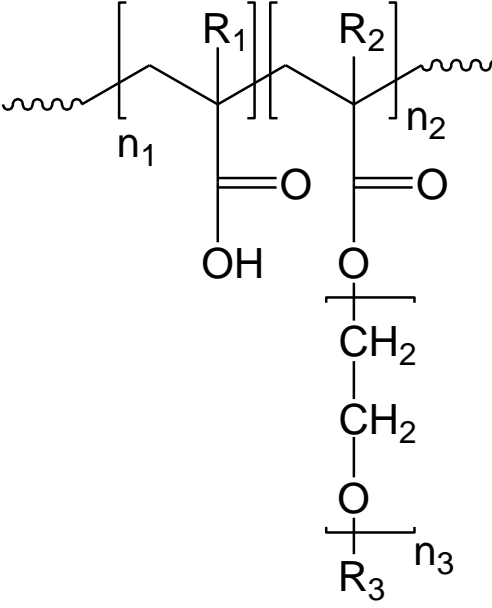


Figure 4 étringite (O) et CSH (X) dans un ciment

portland à sept jours, d'après le BUP n°790, Ciments et bétons, Micheline Moranville, ENS de Cachan.

Document 5 : formule semi-développée des deux adjuvants d'après le cours de Sandrine Gauffinet, professeur à l'Université de Bourgogne/Esirem

Plastifiant : sulfonate	Super plastifiant : polycarboxylate estérifié
	
<p>$\text{pKa} (\text{R-SO}_3\text{H} / \text{R-SO}_3^-) < 3$</p>	<p>$4 < \text{pKa} (\text{R-COOH} / \text{R-COO}^-) < 5$</p>
<p>Représentation schématique</p>	

Document 6 : d'après document BASF <https://www.basf.com/en/company/news-and-media/science-around-us/building-sustainably-with-concrete.html>

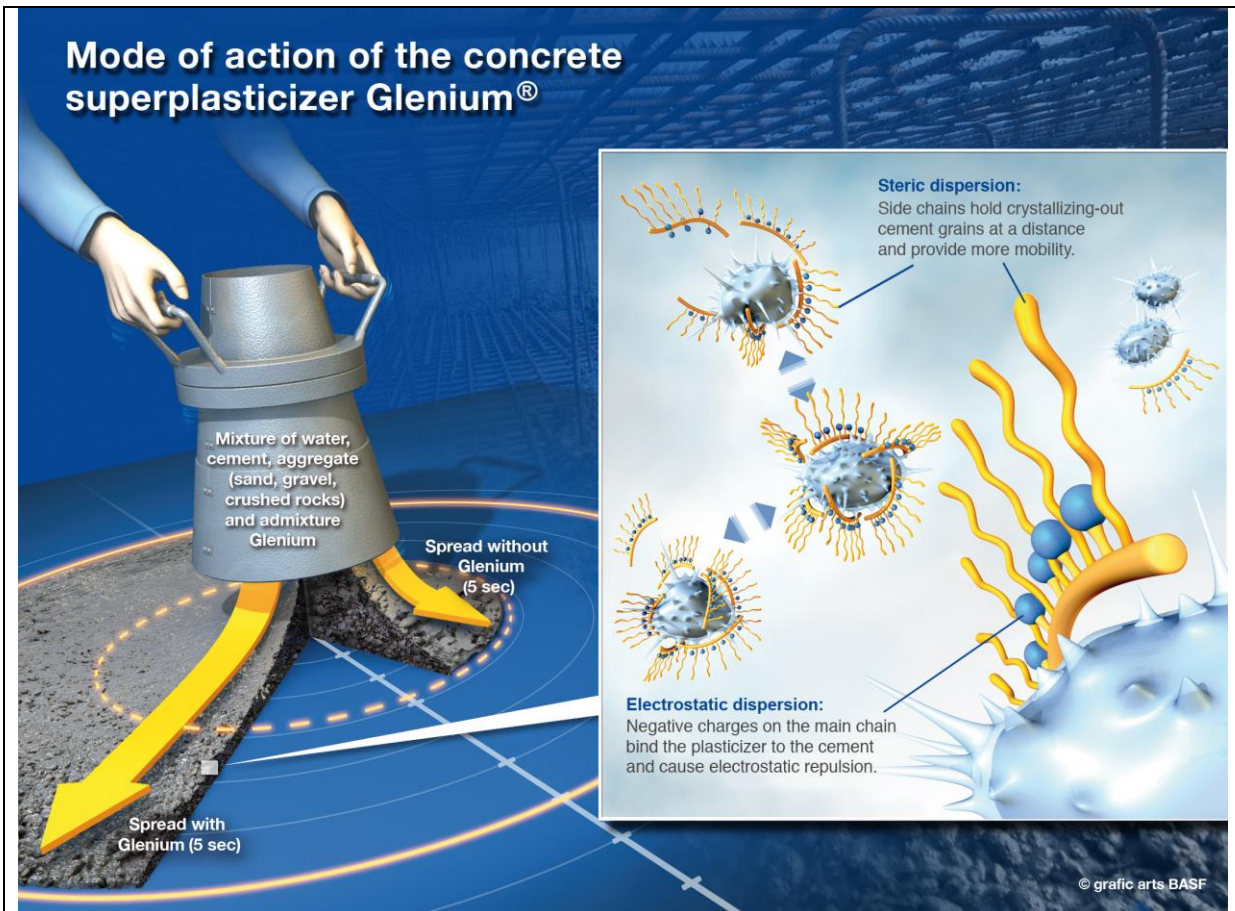


figure : 7

Modern superplasticizers like Glenium are based on synthetic organic polymers such as polycarboxylate ether (PCE). A PCE molecule consists of one long main chain and shorter side chains. The main chains of the PCE molecules are negatively charged. When mixed with fresh concrete, they are adsorbed onto the surfaces of the cement grains and other fine particles. The side chains of the molecules point outward like the spines of a chestnut burr and hold the particles at a distance to each other. This makes it easier for them to move against each other and the concrete becomes more fluid. Concrete can be given different properties by varying the length of the main and side chains of the admixtures.

Document 7 : Mesure du diamètre d'étalement du mortier fabriqué d'après « La méthode du mortier de béton équivalent (MBE) Un nouvel outil d'aide à la formulation des bétons adjuvantés » de A Schwarzentruher et C. Catherine

L'extérieur et l'intérieur du mini-cône ainsi que la surface d'étalement doivent être propres et secs. Le temps de mise en place, c'est à dire entre l'arrêt du malaxage et le soulèvement du cône, est de 1 minute 30.

- remplir le cône en 3 couches de volumes semblables et piquer 15 fois chacune à l'aide d'un agitateur en verre
- araser la surface du cône
- soulever le cône en ± 2 secondes et ce, le plus verticalement possible
- mesurer l'étalement selon 3 diamètres avec un réglet comme indiqué ci-dessous puis calculer la moyenne



figure 8



Mini cône en inox

C0150/S

Pour la mesure rhéologique par affaissement de produits de façade.

- Dimensions : $\varnothing 5 / \varnothing 10$ cm.
- Hauteur : 15 cm.
- Poids environ : 500 g.

Document 8 : Mesure du coefficient de pénétration capillaire (d'après le bulletin du ciment n°17, mai 1989, Méthode de mesure de la capillarité des bétons, Dr A. Piguet TFB Vernier, et B. Meyer)

Bétons et mortiers sont des matériaux poreux. A l'état durci, ils comportent des vides en général remplis d'eau ou d'air. Le volume de ces pores est très variable et peut atteindre jusqu'à 10 à 20% du volume du béton ; il se forme lors de l'hydratation du ciment. Ce pourcentage détermine la résistance, la teneur en eau, la compacité et la durabilité d'un béton.

La capillarité est mise en évidence quand le réseau de pores est ouvert à la surface et qu'il est mis en contact avec un liquide. Le liquide monte alors à l'intérieur de l'éprouvette du mortier grâce aux forces de capillarité.

La méthode repose sur la mesure directe de l'ascension capillaire d'un liquide. On place la face plane d'un échantillon légèrement immergée à la surface de l'eau comme indiqué dans la figure ci-dessous.

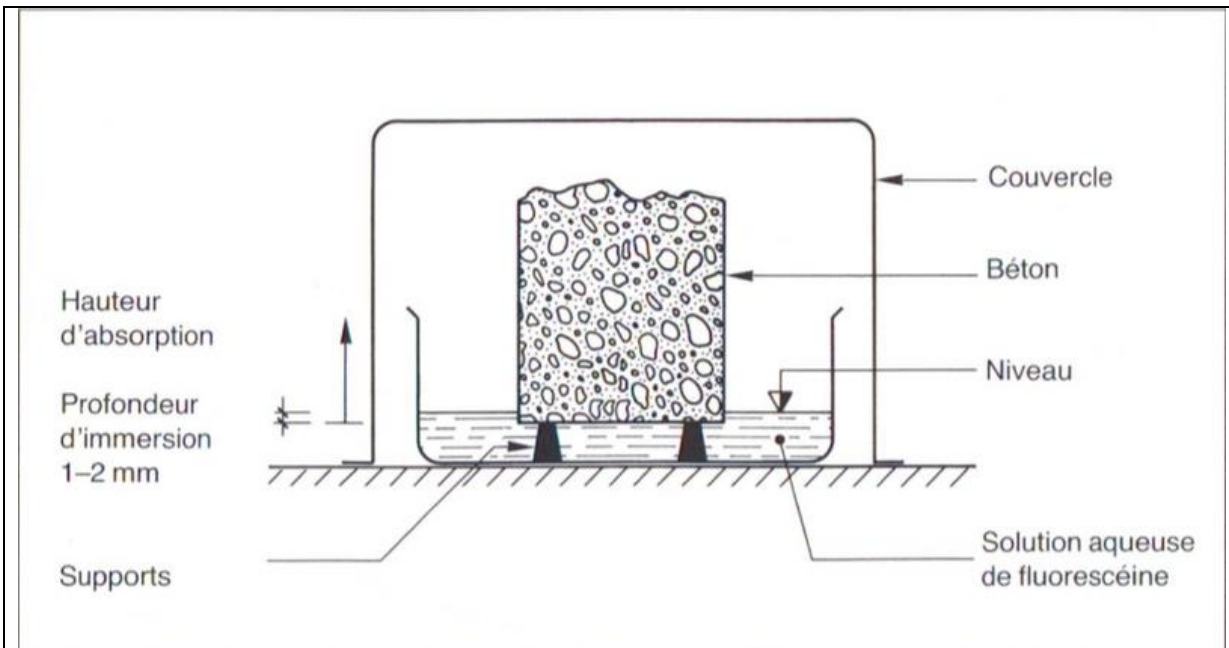


Figure 9

La hauteur d'ascension est proportionnelle à la racine carrée du temps t . On cherche

le coefficient de pénétration capillaire B : $B = \frac{h}{\sqrt{t}}$ en $\text{m} \cdot \text{h}^{-0,5}$.

Protocole de mesure :

- l'échantillon peut être en principe aussi grand qu'on le veut et doit avoir une face plane,
- il est préalablement séché pendant 24 heures à 80°C dans une étuve qui élimine toute l'eau des pores,
- après refroidissement, il est mis en contact avec une solution de fluorescéine de concentration 0,1%,
- au bout de 60 mn, on sèche l'échantillon pendant 24h à 80°C dans l'étuve
- on mesure h
- on calcule B

Document 9 : un peu d'histoire des sciences (d'après : <http://www.infociments.fr/ciments-chaux-hydrauliques/historique>)

Le ciment est le constituant de base des bétons et des mortiers. Ce liant hydraulique artificiel permet de coller entre eux les grains de sable et les granulats.

Les Chinois, les Égyptiens, les Mayas construisaient avec des mortiers à base d'une chaux obtenue par cuisson de roches calcaires, suivie d'une extinction à l'eau.

Les Romains fabriquaient des liants hydrauliques, comme en témoigne Vitruve dans ses Dix livres d'architecture. Ils y ajoutaient de la tuile broyée, ce qui améliore la prise et le durcissement pour préparer leur "opus camentitium". Nombre de constructions remarquables ont été réalisées grâce à ce procédé, dans tout l'Empire Romain : Colisée, Pont du Gard...

Vers le 1er siècle, les romains améliorent leur « liant » en y ajoutant des cendres volcaniques de Pouzzoles, ce qui lui permet de prendre sous l'eau.

Le principe est resté longtemps inexpliqué et fut un peu oublié jusqu'à ce que, à la fin du XVIIIe siècle, plusieurs ingénieurs le redécouvrent et cherchent à le comprendre expérimentalement. Dans cette quête, parallèlement aux travaux de **John Smeaton**, c'est **Louis Vicat (1786-1861)** qui découvre les propriétés des mortiers de ciment. En charge du pont de Souillac sur la Dordogne, il travaille à la mise au point de ce nouveau mortier et parvient à isoler une cendre artificielle composée de calcaire et de silice qui devient ciment. Il expérimente ensuite son emploi dans les piles du pont de Souillac puis, en 1818, élabore la théorie de l'hydraulicité qui précise les proportions des différents composants nécessaires à la constitution du ciment artificiel lors de la cuisson. En 1828, Louis Vicat réalise un pont suspendu en ciment, au dessus de la Corrèze, à Argentat, qui démontre la qualité de son matériau. Dans les années qui suivent, Vicat parcourt la France afin de découvrir plus de trois cents carrières capables de fournir ces chaux hydrauliques et en publie les listes dans les Annales des Ponts et Chaussées.

« Il ne cherchait ni les honneurs, ni la gloire, mais son génie en a décidé autrement. Il voulait être poète, il sera l'inventeur du ciment artificiel. Grâce à ses découvertes, le Grenoblois Louis Vicat permettra l'audace la plus folle aux bâtisseurs de ce 19ème siècle en pleine mutation »

(Le curé de campagne, Balzac)

C'est ainsi que se met en place la base d'une production industrielle de ciment artificiel.



En 1824, l'Écossais **Joseph Aspdin** dépose un brevet pour le **Ciment Portland** qui améliore la qualité de cette « pierre artificielle ». En France, un polytechnicien, **Pavin de Lafarge**, installe des **fours à chaux** au Teil, en 1833, et la **première**

usine de ciment est créée par **Dupont et Demarle** à Boulogne-sur-Mer en 1848. La fabrication de ciment de laitier date de 1890 et la découverte du Ciment Fondu par Jules Bied, de 1908.

Le premier composant du béton est donc opérationnel à la fin de la première moitié du 19^e siècle.

Pour aller plus loin :

- consultez le dossier de presse "[La formidable épopée des ciments et des bétons](#)"
- découvrez la rubrique [Histoire des bétons](#)

Document 10 : sitographie

<http://www.synad.fr>

<http://www.infociments.fr>

	Ciment (g) CEM I 52,5	Sable sec 0/4 (g)	$E_{app}(g)$	adjuvant en % d'extrait sec sur le ciment	Masse d'adjuvant à peser (g)
Mortier 1	450	1350		0,9 (plastiment25)	
Mortier 2	450	1350		0,8 (super plastifiant)	
Mortier 3	450	1350		1,1 (super plastifiant)	
Mortier 4	450	1350		1,4 (super plastifiant)	
Mortier 5	450	1350		1,7 (super plastifiant)	
Mortier 6	450	1350		2 (super plastifiant)	

FICHE DE RESULTATS

	Diamètre d'étalement (mm)	Coefficient B de pénétration capillaire	Viscosité apparente à 200 tr/mn (Pa.s)			
			A 10 mn	A 20 mn	A 30 mn	A 40 mn
Mortier 1						
Mortier 2						
Mortier 3						
Mortier 4						
Mortier 5						