

UNIVERSITÉ DE SHERBROOKE
Faculté de génie
Département de génie civil

**RETRAIT ENDOGÈNE ET DE SÉCHAGE DES BAP
À AIR ENTRAINÉ CONTENANT DIVERS
COMPOSÉS ORGANIQUES COMME ANTI-
RETRAIT**

Mémoire de maîtrise
Spécialité : génie civil

Ingrid APAYA

Jury : Pr. Kamal H. KHAYAT (directeur)
Pr. Richard GAGNÉ (co-directeur)
Mr. Jeff G. SHARMAN
Pr Ammar YAHIA

Sherbrooke (Québec) Canada

Avril 2011



Library and Archives
Canada

Published Heritage
Branch

395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Bibliothèque et
Archives Canada

Direction du
Patrimoine de l'édition

395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file Votre référence

ISBN: 978-0-494-90953-9

Our file Notre référence

ISBN: 978-0-494-90953-9

NOTICE:

The author has granted a non-exclusive license allowing Library and Archives Canada to reproduce, publish, archive, preserve, conserve, communicate to the public by telecommunication or on the Internet, loan, distribute and sell theses worldwide, for commercial or non-commercial purposes, in microform, paper, electronic and/or any other formats.

The author retains copyright ownership and moral rights in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

AVIS:

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque et Archives Canada de reproduire, publier, archiver, sauvegarder, conserver, transmettre au public par télécommunication ou par l'Internet, prêter, distribuer et vendre des thèses partout dans le monde, à des fins commerciales ou autres, sur support microforme, papier, électronique et/ou autres formats.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur et des droits moraux qui protègent cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

In compliance with the Canadian Privacy Act some supporting forms may have been removed from this thesis.

While these forms may be included in the document page count, their removal does not represent any loss of content from the thesis.

Conformément à la loi canadienne sur la protection de la vie privée, quelques formulaires secondaires ont été enlevés de cette thèse.

Bien que ces formulaires aient inclus dans la pagination, il n'y aura aucun contenu manquant.

Canada

À notre fille, Nila

RÉSUMÉ

Le béton autoplaçant fut l'innovation technologique dans le domaine du BTP (Bâtiment et Travaux Public) depuis ses dernières décennies. Grâce à ses atouts (facilité de mise en œuvre et réduction de coût), il est très utilisé dans les grandes constructions. Cependant, le contrôle du retrait de ce type de béton reste un problème majeur non résolu compromettant l'élargissement de son domaine d'utilisation (Béton Auto-Plaçant-Prêt à l'Emploi, Béton Auto-Plaçant-Pré-Fabriqué).

Ce projet de recherche propose d'étudier le retrait des bétons autoplaçant à air entraîné, contenant des nouvelles molécules organiques afin de réduire les pressions internes associées aux ménisques capillaires de la matrice cimentaire. Par ailleurs, l'ajout de nouveaux adjuvants dans le béton entraîne des changements de comportements à l'état frais et durci du béton, notamment en présence d'agent entraîneur d'air (AEA), d'un agent colloïdale (AC) et d'un superplastifiant (SP). L'étude est menée en trois phases afin de pouvoir approfondir les connaissances sur le sujet et en améliorer les propriétés des BAP. La première phase consiste à étudier la compatibilité des molécules organiques anti-retraits, soit des agents réducteurs de retrait (ARR) en présence d'un AEA, d'un AC et d'un SP sur des mortiers de béton équivalent (MBE). La deuxième phase consiste à caractériser les combinaisons ARR/AEA, déduites de la phase I sur MBE. Cette partie mettra en évidence les propriétés physiques des combinaisons testées (retrait endogène et retrait de séchage). La phase III vise à comprendre les comportements des mélanges sélectionnés vis-à-vis des propriétés de durabilité.

Cette investigation a permis d'enrichir les connaissances sur les ARR organiques et leurs interactions en présence de SP, d'agent viscosant (VEA), et AEA. De plus cette étude montre qu'il existe pour un intervalle de l'Hydrolic-Lipophilic Balance (HLB) et une tension de surface spécifique donnée, des molécules sondes pouvant diminuer le retrait endogène et de séchage. En outre, il a été montré que la valeur du HLB influence le dosage en AEA.

Mots-clés : Béton autoplaçant, retrait endogène, air entraîné, retrait de séchage, agent réducteur de retrait, agent entraîneur d'air, mortier de béton équivalent.

REMERCIEMENT

Tout d'abord, je remercie mes parents Mr et Mme Apaya Yves, pour m'avoir permis de faire des études et d'arriver jusqu'au Canada. Merci pour votre compréhension, vos encouragements et pour votre amour.

J'adresse mes remerciements mon directeur de maîtrise, Pr. Kamal Henri Khayat directeur du Groupe de recherche sur le ciment et le béton de l'Université de Sherbrooke, qui m'a acceptée au sein de son groupe.

Mes sincères remerciements, au Pr Richard Gagné ing. Ph.D, mon co-directeur pour m'avoir encadré, dirigé et écouté tout au long de cette maîtrise. Merci pour toute l'aide que vous m'avez apporté.

Je remercie également le Pr Carmel Jolicœur et Mr Jeff Sharman d'avoir contribué à la réalisation de ce projet de recherche, autant grâce à leurs connaissances qu'à leur savoir en chimie. Merci pour votre patience de chimiste à mon égard.

À tous les techniciens du groupe de béton, je tiens à leur dire merci pour m'avoir aidé pour les mesures et leur patience pour mes essais. Merci en particulier à Rajko Vojnovic qui m'a beaucoup aidé dans la réalisation de mes bétons.

Un grand merci à ma meilleure amie Jing Pan, pour son écoute, ses conseils et son aide. Merci également à tous mes amis de Sherbrooke pour leurs discussions joviales et leurs encouragements.

Et finalement, des remerciements particuliers et sincères pour mon cher et tendre conjoint Nikola Mikanovic, qui a su me donner de son temps et de son aide le plus précieux tout au long de ce projet. Merci Nikola pour tes encouragements, ta patience et ton réconfort.

TABLE DES MATIÈRES

RÉSUMÉ.....	i
REMERCIEMENT.....	iii
TABLE DES MATIÈRES.....	v
LISTE DES FIGURES.....	ix
LISTE DES TABLEAUX.....	xv
LISTE DES ACRONYMES.....	xvii
CHAPITRE 1 INTRODUCTION.....	1
1.1 Mise en contexte.....	1
1.2 Définition et objectifs du projet.....	1
1.3 Plan du document.....	3
CHAPITRE 2 ÉTAT DE L'ART.....	5
2.1 Quelques définitions.....	5
2.1.1 Le retrait.....	5
2.1.1.1 Le retrait plastique.....	5
2.1.1.2 Le retrait thermique.....	5
2.1.1.3 Le retrait de carbonatation.....	5
2.1.1.4 Le retrait de séchage.....	6
2.1.1.5 Le retrait endogène.....	6
2.2 Mécanismes à l'origine du retrait.....	8
2.2.1 La porosité interne et l'état de l'eau dans la pâte de ciment.....	8
2.2.2 Les mécanismes de bases liés au retrait d'autodessiccation.....	9
2.3 La nature chimique des ARR.....	11
2.4 Mécanisme d'action d'un ARR.....	13
2.5 Entraînement de l'air dans le béton.....	15
2.5.1 Caractéristiques d'un réseau efficace de bulles d'air entraîné.....	16
2.5.2 Les propriétés du surfactant.....	17
2.5.3 Mesure du retrait endogène et de séchage.....	18
2.5.3.1 Par gravimétrie.....	18
2.5.3.2 Par dilatométrie.....	18
2.6 Mesure de l'entraînement d'air.....	21
2.6.1 À l'état frais.....	21
2.6.2 À l'état durci.....	23
2.7 Paramètres d'influence.....	23
2.7.1 Retrait endogène.....	23
2.7.2 Le réseau de bulle d'air.....	25
2.8 Entraînement de l'air dans les BAPs.....	28
CHAPITRE 3 MÉTHODOLOGIE ET EXPÉRIMENTATION.....	31
3.1 Programme expérimental.....	31
3.1.1 Phase I : Étude de la compatibilité des adjuvants chimiques dans les MBE.....	31
3.1.2 Phase II : Caractérisation sur MBE.....	34

3.1.3 Phase III : Validation sur béton	36
3.2 Les paramètres d'étude	37
3.2.1 Les molécules existantes et les molécules sondes	37
3.2.2 Composition des mélanges	39
CHAPITRE 4 COMPATIBILITÉ DES MOLÉCULES SONDES ARR /AEA	41
4.1 Mélanges de référence	41
4.2 Molécules sonde ARR1 à ARR8	42
4.2.1 Présentation des résultats	42
4.2.2 Discussion des résultats - ARR1 à ARR8	48
4.3 Molécules sondes ARR9 à ARR12.....	49
4.3.1 Présentation des résultats	49
4.3.2 Discussion des résultats - ARR9 à ARR12	50
4.4 Conclusion	50
CHAPITRE 5 CARACTÉRISATION DES COMBINAISONS ARR/AEA SUR MBE	53
5.1 Présentation des résultats	53
5.1.1 Fluidité et propriétés rhéologiques	53
5.1.1.1 Produits existants.....	53
5.1.1.2 Molécules sondes.....	55
5.1.2 Teneur en air	59
5.1.2.1 Produits existants.....	59
5.1.2.2 Molécules sondes.....	61
5.1.3 Résistance à la compression	64
5.1.4 Retrait endogène	67
5.1.5 Retrait de séchage.....	73
5.2 Discussion des résultats	79
5.2.1 Fluidité et propriétés rhéologiques	79
5.2.2 Teneur en air et résistance à la compression	80
5.2.3 Retrait endogène – Pic d'expansion initial	81
5.2.4 Influence de la tension de surface sur le retrait de séchage.....	84
5.2.5 Influence de la valeur HLB sur le dosage en AEA.....	86
5.2.6 Tension de surface et HLB	87
5.3 Conclusion	89
CHAPITRE 6 VALIDATION SUR BÉTON	91
6.1 Les combinaisons ARR/AEA testées	91
6.2 Rapport E/L et dosage en liant.....	91
6.2.1 Effet de la ségrégation statique.....	91
6.2.2 Composition de BAP (E/L=0,42).....	93
6.3 Présentation des résultats – E/L=0,42.....	94
6.3.1 Propriétés rhéologiques	94
6.3.2 Teneur en air.....	96
6.3.3 Ségrégation statique.....	97
6.3.4 Résistance à la compression	98
6.3.5 Retrait endogène	98
6.3.6 Retrait de séchage.....	101

6.3.7 Gel-dégel.....	103
6.3.8 Écaillage	104
6.4 Discussion des résultats	106
6.4.1 Influence du rapport E/L.....	106
6.4.2 Durabilité et résistance à la compression.....	106
6.4.3 Retrait endogène	107
6.4.4 Influence de la tension de surface sur le retrait de séchage.....	107
6.4.5 Comportement MBE-BAP vs BAP	108
6.5 Conclusion	110
CHAPITRE 7 CONCLUSION.....	113
7.1 Conclusion générale.....	113
7.2 Perspectives de recherche	114
RÉFÉRENCES	117

LISTE DES FIGURES

Figure 2.1 : Expérience Le Chatelier, 1900	7
Figure 2.2 : Schéma d'un capillaire non saturé.....	9
Figure 2.3 : Interactions des molécules de surfactants (amphiphiles) avec un solvant polaire (comme l'eau) [Rajabipour et coll., 2007].....	12
Figure 2.4 : Effet de la concentration de l'ARR sur la tension de surface d'une solution aqueuse [Aï et Young, 1997].....	14
Figure 2.5 : Mesure du retrait libre et de la perte de poids des échantillons prismatiques de 100mm x 100mm x 400mm avec deux surfaces exposées au séchage (Débuté à 24h) [Weiss, 1999]	14
Figure 2.6 : Influence de l'air entraîné sur la durabilité des bétons soumis à des cycles gel-dégel [Ollivier et Coll, 1992]	15
Figure 2.7 : Représentation du L Barre [Khayat, 2010].....	16
Figure 2.8 : Influence du facteur d'espacement des bulles d'air entraîné sur la durabilité d'un béton [Langlois, 1986]	17
Figure 2.9 : Appareillage pour la mesure du retrait endogène total par gravimétrie [Bovin et coll., 1998].....	18
Figure 2.10 : Appareillage pour la mesure du retrait endogène externe par dilatomètre [Tazawa et coll., 1992].....	19
Figure 2.11 : Appareillage pour la mesure du retrait endogène externe par dilatomètre, durant les 24 premières heures [Tazawza et coll., 1996]	19
Figure 2.12 : Dispositif de mesure de type corde vibrante.....	20
Figure 2.13 : Représentation schématique de la cellule à double compartiment développée pour l'étude du retrait endogène de la pâte de ciment [Gagné et coll., 1999].....	20
Figure 2.14 : Système d'AVA - Germann instruments.....	22
Figure 2.15 : Influence du laitier de haut fourneau sur le retrait endogène [Tazawa et coll., 1995].....	24
Figure 2.16 : Influence de la fumée de silice sur le retrait endogène [Tazawa et coll., 1995].....	24

Figure 2.17 : Mécanisme d'action des agents entraineurs d'air - [Gagné, Cours GCI 714]	26
Figure 3.1 : Séquence de malaxage en fonction de 3 modes d'introduction.....	31
Figure 3.2 : Dispositif de mesure du retrait - Corde vibrante.....	36
Figure 3.3 : Organigramme des choix des ARR et AEA dans le projet.....	38
Figure 4.1: Mélange de référence – Dosage en AEA (ml/ 100kg de liant) pour une teneur en air comprise entre 12% et 15%	42
Figure 4.2 : Teneur en air (%) en fonction des dosages en AEA de la molécule ARR1.....	43
Figure 4.3 : Teneur en air (%) en fonction des dosages en AEA de la molécule ARR2.....	43
Figure 4.4 : Teneur en air (%) en fonction des dosages en AEA de la molécule ARR3.....	44
Figure 4.5 : Teneur en air (%) en fonction des dosages en AEA de la molécule ARR4.....	44
Figure 4.6 : Teneur en air (%) en fonction des dosages en AEA de la molécule ARR5.....	45
Figure 4.7 : Teneur en air (%) en fonction des dosages en AEA de la molécule ARR6.....	46
Figure 4.8 : Teneur en air (%) en fonction des dosages en AEA de la molécule ARR7.....	46
Figure 4.9 : Teneur en air (%) en fonction des dosages en AEA de la molécule ARR8.....	47
Figure 4.10 : Pourcentage du dosage en AEA dans les MBE de référence en fonction des huit molécules sondes étudiées pour avoir 12 à 15% d'air dans le mélange.....	48
Figure 4.11 : Teneur en air (%) des molécules sondes ARR9 à ARR12 en fonction du dosage en AEA10 (ml/100 kg de liant)	49
Figure 5.1 : Variation de l'étalement dans le temps des combinaisons ARR/AEA des produits existants	54
Figure 5.2 : Variation du seuil de cisaillement dans le temps des combinaisons ARR/AEA des produits existants	55
Figure 5.3 : Variation de la viscosité plastique dans le temps des combinaisons ARR/AEA des produits existants	55
Figure 5.4 : Variation de l'étalement dans le temps des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ARR1 à ARR6.....	56
Figure 5.5 : Variation de l'étalement dans le temps des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ARR7 à ARR11	57

Figure 5.6 : Variation du seuil de cisaillement dans le temps des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ARR1 à ARR6.....	57
Figure 5.7 : Variation du seuil de cisaillement dans le temps des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ARR7 à ARR11	58
Figure 5.8 : Variation de la viscosité plastique dans le temps des combinaisons ARR/AEA des molécules sonde ARR1 à ARR6	58
Figure 5.9 : Variation de la viscosité plastique dans le temps des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ARR7 à ARR11	59
Figure 5.10 : Dosage en AEA (ml/100 kg de liant) des produits existants pour avoir une teneur en air comprise entre 12% et 15%.....	60
Figure 5.11 : Stabilité de l'air dans le temps des combinaisons ARR/AEA des produits existants	60
Figure 5.12 : Dosage en AEA (ml/100kg de liant) des molécules sondes ARR1 à ARR6 pour avoir une teneur en air comprise entre 12% et 15%	61
Figure 5.13 : Dosage en AEA (ml/100 kg de liant) des molécules sondes ARR7 à ARR11 pour avoir une teneur en air comprise entre 12% et 15%	62
Figure 5.14 : Stabilité de l'air dans le temps des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ARR1 à ARR6.....	63
Figure 5.15 : Stabilité de l'air dans le temps des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ARR7 à ARR11	63
Figure 5.16 : Résistance en compression des combinaisons des produits existants exprimés en pourcentage par rapport à la référence.....	65
Figure 5.17 : Résistance en compression des combinaisons des molécules sondes ARR1 à ARR6 exprimées en pourcentage par rapport à la référence.....	65
Figure 5.18 : Résistance en compression des combinaisons des molécules sondes ARR1 à ARR6 exprimées en pourcentage par rapport à la référence.....	66
Figure 5.19 : Influence de la teneur en air à 70 minutes (%) sur la résistance en compression à 28 jours (MPa).....	66
Figure 5.20 : Courbe du retrait endogène des combinaisons ARR/AEA des produits existants	69

Figure 5.21 : Courbe du retrait endogène des combinaisons ARR/AEA des molécules sonde ARR1 à ARR6.....	70
Figure 5.22 : Courbe du retrait endogène des combinaisons ARR/AEA des molécules sonde ARR7 à ARR11	71
Figure 5.23 : Déformation endogène à 14 jours des combinaisons ARR/AEA des produits existants exprimées en pourcentage par rapport à la référence	72
Figure 5.24 : Déformation endogène à 14 jours des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ARR1 à ARR6 exprimées en pourcentage par rapport à la référence.....	72
Figure 5.25 : Déformation endogène à 14 jours des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ARR1 à ARR6 exprimées en pourcentage par rapport à la référence.....	73
Figure 5.26 : Courbe de retrait de séchage des combinaisons ARR/AEA des produits existants	75
Figure 5.27 : Courbe de retrait de séchage des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ARR1 à ARR6	76
Figure 5.28 : Courbe de retrait de séchage des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ARR7 à ARR11	77
Figure 5.29 : Pourcentage de la déformation au retrait de séchage des combinaisons des produits existants en fonction du temps (1, 7, 12 et 20 semaines).....	78
Figure 5.30 : Pourcentage de la déformation au retrait de séchage des combinaisons des molécules sondes (ARR1 à ARR6) en fonction du temps (1, 7, 12 et 20 semaines)	78
Figure 5.31 : Pourcentage de la déformation au retrait de séchage des combinaisons des molécules sondes (ARR7 à ARR11) en fonction du temps (1, 7, 12 et 20 semaines) par rapport à témoin.....	79
Figure 5.32 : ESEM-FEG (Environmental scanning electron microscopy-field emission gun) de pâte de ciment (0%ARR) après 2h de murissement [Maltese et coll., 2004].....	81

Figure 5.33 : ESEM-FEG (Environmental scanning electron microscopy-field emission gun) de pâte de ciment (3%ARR) après 2h de murissement [Maltese et coll., 2004].....	82
Figure 5.34 : Retrait endogène à 14 jours ($\mu\text{m}/\text{m}$) en fonction de l'expansion initiale ($\mu\text{m}/\text{m}$).....	83
Figure 5.35 : Tension de surface spécifique des molécules (%) en fonction de l'expansion initiale ($\mu\text{m}/\text{m}$).....	83
Figure 5.36 : Tension de surface spécifique (%) en fonction du retrait endogène à 14 jours ($\mu\text{m}/\text{m}$).....	84
Figure 5.37 : Retrait de séchage à 1 semaine par rapport à témoin en fonction de la tension de surface de la solution par rapport à la tension de surface de l'eau	85
Figure 5.38 : Retrait de séchage à 20 semaines par rapport à témoin en fonction de la tension de surface de la solution par rapport à la tension de surface de l'eau	85
Figure 5.39 : Dosage en AEA (ml/100kg de liant) en fonction de la balance Hydrophile-Lipophile des molécules sonde (HLB)	86
Figure 5.40 : Dosage en AEA (ml/100 kg de liant) en fonction de la balance Hydrophile-Lipophile des molécules sonde (HLB)	87
Figure 5.41 : Tension de surface de spécifique à l'eau des molécules sondes en fonction de leurs valeurs de HLB – Retrait de séchage relatif à témoin à 1 semaine - () Valeur du retrait de séchage relatif à témoin à 1 semaine...	88
Figure 5.42 : Tension de surface de spécifique à l'eau des molécules sondes en fonction de leurs valeurs de HLB – Retrait de séchage relatif à témoin à 12 semaines - () Valeur du retrait de séchage relatif à témoin à 12 semaines	88
Figure 6.1 : Variation de l'étalement dans le temps – BAP	94
Figure 6.2 : Variation du seuil de cisaillement dans le temps – BAP	95
Figure 6.3 : Variation de la viscosité plastique dans le temps – BAP.....	95
Figure 6.4 : Dosage en AEA (ml/100kg de liant) des combinaisons ARR/AEA – BAP	96

Figure 6.5 : Variation de la teneur en air des combinaisons ARR/AEA – BAP	96
Figure 6.6: Pourcentage de ségrégation des combinaisons ARR/AEA – BAP E/L=0,42.....	97
Figure 6.7 : Résistance en compression à 1, 7, 28 et 56 jours des combinaisons ARR/AEA testées sur BAP exprimée en pourcentage par rapport au béton de référence.....	98
Figure 6.8 : Retrait endogène des combinaisons ARR/AEA testés sur BAP relatif à témoin (%)	99
Figure 6.9 : Courbe de retrait endogène et de séchage des combinaisons ARR/AEA – BAP.....	100
Figure 6.10 : Retrait de séchage des combinaisons ARR/AEA relatif à témoin (%).....	101
Figure 6.11 : Courbe de retrait de séchage des combinaisons ARR/AEA – BAP	102
Figure 6.12 : Déformation en fonction du nombre de cycles de gel-dégel des combinaisons testées.....	103
Figure 6.13 : Variation de la masse en fonction du nombre de cycles – BAP	103
Figure 6.14 : Facteur de durabilité en fonction du nombre de cycles – BAP.....	104
Figure 6.15 : Seuil de cisaillement en fonction de la viscosité plastique (la ségrégation statique est indiquée entre parenthèse)	106
Figure 6.16 : Retrait endogène à 14 jours en fonction du pic d'expansion initial – BAP.....	107
Figure 6.17 : Retrait de séchage relatif à témoin en fonction de la tension de surface de l'eau par rapport aux molécules testées à 1, 7, 12 et 20 semaines	108
Figure 6.18 : Demande en SP des combinaisons ARR/AEA pour BAP et MBE-BAP	109
Figure 6.19 : Dosage en AEA des combinaisons ARR/AEA sur MBE-BAP et BAP	109

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1 : Facteurs influençant le fluage et le retrait du béton et les variables à considérer dans les méthodes de prédiction à recommander [Comité ACI 209R-92].....	25
Tableau 3.1: Performance des combinaisons ARR/AEA en fonction des modes d'introductions de l'ARR	32
Tableau 3.2 : Combinaisons des ARR/AEA étudiées	33
Tableau 3.3 : Essais de la phase I.....	33
Tableau 3.4 : Essais sur MBE de la phase II	35
Tableau 3.5 : Essais de la phase III - Validation sur Béton.....	37
Tableau 3.6 : Les produits commercialisés d'ARR et d'AEA	38
Tableau 3.7 : Les molécules sondes d'ARR	39
Tableau 3.8 : Composition de BAP pour E/L=0,47	40
Tableau 3.9 : Composition des MBE pour les différents produits testés	40
Tableau 4.1 : Combinaisons des molécules sondes (ARR) et des AEA étudiés.....	41
Tableau 4.2 : Les combinaisons non-compatibles - Teneur en air inférieur à 12%.....	49
Tableau 4.3 : Les combinaisons ARR/AEA retenues pour la phase II	51
Tableau 5.1 : Résistance en compression des combinaisons ARR/AEA des produits existants	64
Tableau 5.2 : Résistance en compression des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes	64
Tableau 6.1 : Les combinaisons ARR/AEA de MBE retenues pour la validation sur béton	91
Tableau 6.2 : Compositions et résultats à l'état frais du mélange de référence	92
Tableau 6.3 : Composition pour un rapport E/L=0,42	93
Tableau 6.4 : Évaluation visuelle de la surface écaillée - ASTM C672.....	105
Tableau 6.5 : Résistance à l'écaillage en fonction de la masse des débris après 50 cycles, [ASTM C672].....	105
Tableau 6.6 : Résultats d'écaillage après 50 cycles – BAP	105

LISTE DES ACRONYMES

Acronyme	Définition
ARR	Agent Réducteur de Retrait
SRA	Shrinkage Reducing Agent
AEA	Agent Entraîneur d'air
AC	Agent Colloïdal
VEA	Agent Viscosant
SP	Superplastifiant
BAP-PE	Béton Autoplaçant-Prêt à l'emploi
BAP-PF	Béton Autoplaçant-Préfabriqué
BTP	Bâtiment et Travaux Public
MBE	Mortier de Béton Équivalent
HLB	Hydrophilic-Lipophilic Balance

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

1.1 Mise en contexte

Les Bétons Autoplaçants (BAP) offrent de nombreux avantages (facilité de mise en œuvre, qualité de la surface, durabilité, etc.) pour une augmentation modeste d'environ 15% du coût des matériaux. Cependant, si on tient compte de leurs avantages du point de vue de la construction (élimination de la vibration et du bruit qui l'accompagne, transport et pompage facilité, emploi réduit des matériaux de parement), l'utilisation des BAP permet parfois de réduire le coût total des ouvrages. Par contre, le contrôle du retrait de ces matériaux pose un défi majeur qui doit être résolu afin de parvenir à une plus grande acceptation des BAP : soit le BAP prêt à l'emploi (BAP-PE) (par exemple pour la réparation des infrastructures en béton), soit dans la préfabrication (BAP-PF).

Le retrait, appelé aussi « réduction volumique », que subit le béton lors de l'hydratation du ciment, constitue une limitation importante à l'utilisation optimale de ce matériau. Le retrait a comme origine deux phénomènes physico-chimiques indépendants, mais additifs : une différence entre le volume des 'réactifs' et des 'produits' dans la réaction d'hydratation du ciment (retrait endogène), et une contrainte interne due aux ménisques formés dans les pores fermés de la matrice cimentaire, soit lorsque l'eau se retire progressivement (séchage à l'état plastique et solide). Dans le béton, l'ampleur des phénomènes de retrait est proportionnelle à la teneur en ciment du matériau, de sorte que les conséquences du retrait affectent particulièrement les bétons riches en ciment, dont les bétons auto-plaçants (BAP).

En effet, le retrait peut provoquer une fissuration parfois majeure dans certaines structures, telles que les tabliers de ponts et les réparations minces. En plus d'affaiblir le matériau, les fissures faciliteront la diffusion des agents et ions agressifs dans la matrice avec des conséquences néfastes sur la durée de vie de l'ouvrage.

1.2 Définition et objectifs du projet

Pour limiter le retrait, quatre possibilités s'offrent au projet :

- Incorporer lors de la préparation du béton un agent expansif, comme le ciment de Type- K ou un agent réducteur de retrait (ARR) minéral
- Apporter de l'eau extérieure pour assurer que les capillaires de la matrice soient maintenus saturés d'eau, réduisant ainsi la formation de ménisques capillaires et les contraintes qui y sont associées
- Incorporer dans la matrice cimentaire des fibres structurales qui limiteront les déformations et fissures qui naissent à l'échelle nanométrique
- Utiliser un ARR organique afin de réduire les pressions internes associées aux ménisques capillaires de la matrice.

La dernière fut sollicitée pour cette étude. En effet, les lois physiques régissant ces phénomènes nous enseignent que les pressions capillaires augmentent lorsque la taille des pores diminue, et que la tension de surface de la solution augmente. Ces ARR sont généralement des produits tensioactifs capables de réduire la tension de surface de l'eau et ainsi diminuer les forces capillaires et le retrait de séchage [Mailvaganam, 1994]. Par ailleurs, l'introduction des ARR amène son lot « d'effets secondaires » notamment sur l'hydratation du ciment et sur la fonction des autres adjuvants présents, en particulier les agents entraîneurs d'air (AEA), les superplastifiants (SP) et les agents viscosant (VEA).

L'utilisation future des ARR organiques, et les bénéfices que l'on peut tirer de ces adjuvants, nécessitent aujourd'hui 2 types d'intervention scientifique :

- Une investigation fondamentale pour améliorer nos connaissances sur le mode d'action de ces adjuvants et leurs interactions avec les autres adjuvants présents dans les bétons;
- Une recherche systématique pour identifier les ARR organiques pouvant limiter le retrait dans les bétons, en termes de HLB (Hydrophilic-Lipophilic Balance) et de tensions de surface.

L'utilisation efficace de différents types d'adjuvants dans un béton aussi complexe que le BAP fait cruellement défaut actuellement. Ce type de connaissances, surtout en ce qui a trait aux interactions SP/VEA/AEA et SP/VEA/AEA/ARR limite grandement le progrès dans le développement et l'application de ces nouveaux bétons. Le projet a pour but de comprendre comment un ARR agit seul et réagit avec les autres adjuvants chimiques utilisés dans le BAP, en particulier les SP, VEA et AEA. L'effet de diverses combinaisons de ces adjuvants sur la rhéologie, le comportement visco-élastique, l'entraînement d'air conditionnant la résistance au gel, ainsi que les propriétés de transport, seront étudiés.

1.3 Plan du document

Les études et les essais réalisés dans le cadre de ce projet de maîtrise se sont déroulés au sein du groupe béton de l'Université de Sherbrooke. Les travaux ont été supervisés par le Pr. Kamal Khayat et le Pr. Richard Gagné.

Dans ce mémoire de maîtrise, un chapitre est consacré à l'étude bibliographique mettant en avant les travaux déjà réalisés et les méthodes utilisées. De plus, il explique différents mécanismes d'action des différents adjuvants tels que l'AEA et l'ARR.

Ensuite vient le chapitre 3 qui expose les méthodes et le programme expérimental défini pour ce projet de recherche. L'étude de la compatibilité des ARR en présence d'AEA est présentée dans le chapitre 4. Cette étude met en évidence l'AEA ayant les meilleures performances avec les molécules sondes. Le chapitre 5 présente les résultats sur le mortier des combinaisons ARR/AEA testés. L'analyse de ses résultats permettra de déterminer leurs performances à réduire le retrait sur mortier. Les résultats et l'analyse des combinaisons retenues dans le chapitre précédent, seront testés sur béton et présentés dans le chapitre 6. Enfin le chapitre 7 conclura l'étude du projet de recherche.

CHAPITRE 2 ÉTAT DE L'ART

2.1 Quelques définitions

2.1.1 Le retrait

Une fois coulé, le béton subit plusieurs types de retraits dont l'importance varie en fonction du temps et des conditions d'utilisation. Il s'agit surtout d'une réduction de volume que subit le béton lors de l'hydratation du ciment constituant ainsi, une limitation importante de l'utilisation optimale de ce matériau [Aïtcin et coll., 1997]. Avant d'aller plus loin, il est nécessaire de citer les différents types de retraits :

2.1.1.1 Le retrait plastique

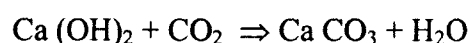
D'origine exogène, il peut se développer à la surface du béton, dès la fin de sa mise en place, par dessiccation et il se manifeste alors avant et pendant la prise initiale du béton [Détriché, 1992]. Il est causé par une évaporation trop rapide de l'eau en surface qui ne peut pas être compensée par un apport d'eau provenant de la masse de béton sous la surface. Il provoque une forte contraction de la pâte qui fait fissurer la surface externe. Le retrait plastique est généralement associé à une technique de cure mal adaptée aux conditions climatiques.

2.1.1.2 Le retrait thermique

Lors du processus d'hydratation, différentes réactions chimiques se développent et entraînent alors un dégagement de chaleur, un gain de résistance et une contraction de volume solide causée par le refroidissement du béton vers la température ambiante. Cette contraction thermique est appelée retrait thermique [Aïtcin et coll., 1997].

2.1.1.3 Le retrait de carbonatation

Le retrait de carbonatation est un type de retrait spécial causé par une réaction chimique. Quand le béton durci est exposé à l'air, le gaz carbonique présent dans l'air pénètre à l'intérieur du béton et réagit avec l'hydroxyde de calcium (portlandite), libéré par l'hydratation, pour former du carbonate de calcium [Barron, 1982] :



Selon [Powers, 1962], le retrait de carbonatation est le résultat d'une augmentation de la compressibilité de la pâte due à la dissolution de la portlandite cristallisée. Ce type de retrait est limité, quand le béton est exposé à l'environnement d'une humidité relative, soit faible (< 25%) ou très élevée (~ 100%); d'une manière générale, il est maximal quand l'humidité relative est d'environ 50% [Swenson et Serada, 1968].

La profondeur de carbonatation est très faible dans un béton d'une qualité satisfaisante, dont la porosité n'est pas très élevée. À cause de cela, le retrait de carbonatation est souvent considéré comme insignifiant et il n'est pas pris en considération dans la pratique [Kosmatka et coll., 1995].

2.1.1.4 Le retrait de séchage

[Aïtcin et coll. 1997] explique que le retrait de séchage est un phénomène de dessiccation localisé qui commence à se développer à la surface du béton par où s'évapore l'eau interne du béton. La cause essentielle du retrait de séchage est, évidemment, l'évaporation de l'eau contenue dans les capillaires de la pâte de ciment hydraté à partir des surfaces de béton exposées à l'air ambiant. L'évaporation se produit aussitôt que le degré hygrométrique de l'air ambiant, est inférieur à celui qui règne dans le réseau capillaire. Les forces de tension développées dans les ménisques à l'intérieur du béton entraînent une contraction du béton. La valeur du retrait de séchage dépend de plusieurs facteurs. Il est possible de contrôler l'évaporation de l'eau contenue dans le béton frais en utilisant une méthode de cure adéquate (application d'un produit de cure, mise en place de jute humide).

2.1.1.5 Le retrait endogène

Le retrait endogène résulte du fait que le volume des hydrates formés est légèrement inférieur au volume des composants initiaux (eau + ciment). Ce processus entraîne une diminution de volume après la prise du béton. Après la prise, il fait apparaître des vides dans la pâte de ciment hydraté (vides capillaires) qui ont pour effet de diminuer le taux d'humidité interne (autodessiccation). Il y a alors un processus de réorganisation de l'eau dans la pâte de ciment qui provoque une contraction que l'on désigne par le retrait endogène. Ce retrait a deux

origines : d'origine chimique ou appelé « la contraction Le Chatelier » et d'origine physique appelé retrait d'autodessiccation.

Le retrait endogène d'origine chimique a été découvert pour la première fois par Le Chatelier en 1900 à partir de deux expériences (Figure 2.1). Les expériences consistaient à remplir deux flacons respectivement de pâte de ciment, dont une qui s'hydratait en absence d'évaporation et de l'eau extérieure et l'autre dont le col était rempli par l'eau. À partir de ces deux expériences, il conclut que le volume absolu de la pâte de ciment hydraté est inférieur à la somme du volume absolu du ciment anhydre qui s'est hydraté et de l'eau qui a participé à cette hydratation. Il s'agit en effet d'une contraction chimique qui est souvent appelée « la contraction Le Chatelier ».

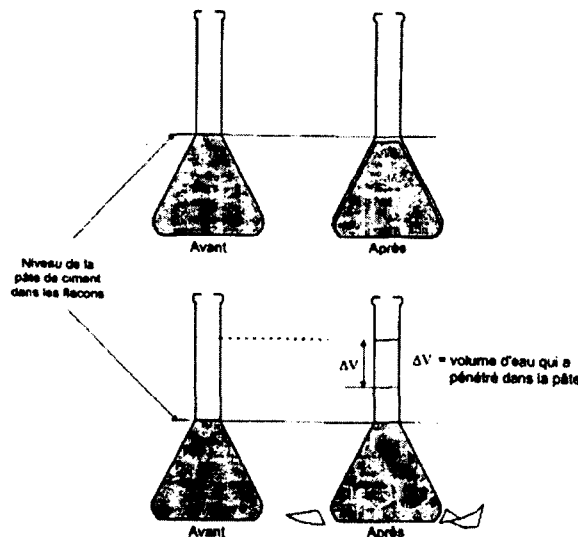


Figure 2.1 : Expérience Le Chatelier, 1900

Le retrait endogène d'origine physique est une conséquence de la contraction Le Chatelier. Il ne peut se produire que si le matériau est scellé (aucun échange hydrique avec l'environnement). En effet, en milieu scellé, le ciment commence à faire prise et entraîne la formation d'un squelette rigide empêchant les déformations de la pâte. Il y a formation de vides gazeux dans la porosité capillaire. Ces vides gazeux sont en équilibre avec l'eau capillaire par les ménisques de l'interface. Les lois de Kelvin et de Laplace expliquent cet équilibre et démontrent que l'eau capillaire se trouve en dépression par rapport à la phase

gazeuse. Il y a formation de ménisques dans les plus grands pores tandis que les plus petits se remplissent d'eau. Au cours de l'hydratation, le volume des vides augmente, les ménisques d'interface se courbent et se forment dans les pores de plus en plus petits. Cela entraîne une diminution de l'humidité relative dans les pores capillaires et une augmentation de la dépression capillaire : c'est ce qu'on appelle l'autodessiccation.

La dépression capillaire provoquée par la contraction Le Chatelier engendre une compression de la phase solide de la pâte de ciment donc, une diminution du volume externe. Dans ce cas, la diminution du volume externe est appelée le retrait d'autodessiccation. Alors en milieu scellé avant la prise du ciment, le retrait endogène est un retrait chimique relié directement à la réaction d'hydratation. Après la prise, le retrait endogène représente une somme du retrait chimique et du retrait d'autodessiccation.

2.2 Mécanismes à l'origine du retrait

Avant de parler des mécanismes liés au retrait endogène, une description de la porosité interne et de l'état de l'eau dans la pâte de ciment sera faite. Par la suite, nous parlerons de ces mécanismes.

2.2.1 La porosité interne et l'état de l'eau dans la pâte de ciment

La porosité de la pâte comprend plusieurs familles de vides, dont la taille varie entre quelques millimètres et quelques dizaines de nanomètres : du plus grand au plus petit, nous avons les grands vides d'air piégés et les défauts de compactage, puis les bulles d'air entraîné (de 10 μm à 1 mm), ensuite les pores capillaires (de 0,01 μm à 5 μm), et enfin les plus petits qui sont des pores de gel ($\varnothing < 40 \text{ nm}$).

L'eau contenue dans la pâte de ciment hydraté interviendra différemment dans les processus liés à la durabilité en fonction de sa localisation et de son état. Elle se retrouve sous différentes formes.

Tout d'abord, l'eau des capillaires qui est un surplus n'ayant pu réagir avec le ciment : pour les gros capillaires, l'eau est dite libre car les forces de surfaces n'affectent peu le volume total des pores ; pour les petits capillaires, l'eau est dite non-libre, puisqu'elle est retenue par des tensions capillaires. Elle a beaucoup d'influence sur le retrait de la pâte, notamment pour une humidité inférieure à 90%. Ensuite, l'eau absorbée qui est physiquement liée à la surface des solides. Une grande partie de cette eau peut-être retirée si le taux d'humidité est inférieur à 50%. Cette perte d'eau est en grande partie responsable du retrait de la pâte ou du béton. Puis, l'eau zéolitique qui est retenue entre les feuillets de C-S-H par des liens hydrogène. Enfin, l'eau liée chimiquement qui comme son nom l'indique, elle fait partie intégrante des C-S-H. On ne peut l'évaporer.

2.2.2 Les mécanismes de bases liés au retrait d'autodessiccation

Trois principaux mécanismes sont généralement avancés pour lier physiquement l'autodessiccation au retrait engendré lors du durcissement de la matrice en conditions endogènes :

- Le mécanisme de dépression capillaire, traduisant l'autodessiccation au sein de la porosité capillaire. Il s'appuie sur l'apparition de ménisques à l'interface des phases eau liquide-vapeur au sein de la porosité capillaire (Figure 2.2).

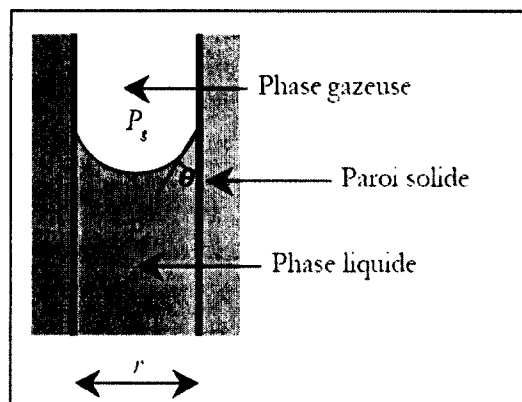


Figure 2.2 : Schéma d'un capillaire non saturé

Ces ménisques impliquent une mise en traction de la phase liquide, tendant à rapprocher les parois des pores. L'approche thermodynamique de ces phénomènes fait appel à deux lois,

celle de Laplace et de celle de Kelvin qui décrivent respectivement l'équilibre mécanique d'un ménisque soumis, de part et d'autre, à des pressions différentes et l'équilibre hygrométrique eau liquide-vapeur.

Loi de Laplace

$$P_1 = P_g - \frac{2\sigma}{r} \cdot \cos \theta \quad (1.1)$$

Avec

P_1 : la pression dans l'eau [Pa]

P_g : la pression de la phase gazeuse [Pa]

r : le rayon du pore où le ménisque existe [m]

θ : l'angle de mouillage [rad]

σ : la tension superficielle de l'interface d'eau liquide-vapeur [$\text{N}\cdot\text{m}^{-1}$]

Loi de Kelvin

$$P_1 - P_g = \frac{R \cdot T \cdot \rho_1}{M} \cdot \ln h \quad (1.2)$$

Avec

P_1 : la pression dans l'eau [Pa]

P_g : la pression de la phase gazeuse [Pa]

R : la constante des gaz parfaits [$\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$]

T : la température [K]

M : la masse molaire de l'eau [$\text{kg}\cdot\text{mol}^{-1}$]

ρ_1 : la masse volumique de l'eau [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$]

h : l'humidité relative [%]

La combinaison de ces lois permet de lier l'intensité de la dépression capillaire, le rayon du pore dans lequel se situent le ménisque et l'humidité relative régnant dans le pore.

Au cours de l'hydratation, les hydrates remplissent de plus en plus, les espaces entre les grains de ciment. Ainsi, le rayon moyen des pores capillaires diminue, ce qui conduit à une

diminution de l'humidité relative interne donc une autodessiccation de la pâte de ciment et une augmentation de la dépression capillaire. Cette dépression capillaire est compensée par une compression de la phase solide de la pâte, ce qui engendre le retrait.

- Le mécanisme de variation de tension superficielle, correspondant au départ de l'eau adsorbée sur le squelette solide. En effet, la tension superficielle des solides et des liquides est la résultante de la dissymétrie des forces d'attraction que subissent les atomes au voisinage de la surface. La variation de la tension superficielle d'un corps se traduit par une variation dimensionnelle de ce dernier, qui, à volume égal, est beaucoup plus importante dans les matériaux possédant une très grande surface spécifique [Hua, 1992], ce qui est le cas de la pâte de ciment. Dans la pâte, l'adsorption des molécules d'eau sur les surfaces solides provoque une relaxation des tensions superficielles. Par contre, la désorption entraîne une augmentation des tensions superficielles du squelette solide, ce qui cause un retrait.

- Le mécanisme de la variation de pression disjonctive, lié à l'autodessiccation au sein des nanopores des gels d'hydrates. Il concerne l'interaction entre deux surfaces solides recouvertes des molécules d'eau adsorbées. À une température donnée, l'épaisseur de la couche d'eau adsorbée dépend de l'humidité relative à partir de laquelle la couche d'eau adsorbée ne peut plus se développer librement. Si on augmente l'humidité relative au-dessus de cette valeur limite, l'adsorption a tendance à séparer ces deux surfaces solides pour augmenter l'épaisseur de la couche adsorbée. Donc les deux surfaces solides subiront une pression appelée la pression de disjonction [Hua, 1992]. La pression de disjonction entre les surfaces solides d'une pâte de ciment atteint sa valeur maximale quand la pâte est saturée. Si l'humidité relative de la pâte diminue, la pression de disjonction diminue aussi et les surfaces solides s'approchent en développant le retrait.

2.3 La nature chimique des ARR

Un des moyens pour contrôler le retrait est d'utiliser des agents réducteurs de retrait (ARR). Ces agents appartiennent à une classe de matières organiques chimiques connus en tant que

tensioactifs. Au niveau moléculaire, ils sont composés d'une partie hydrophile (soit polaire) et d'une partie hydrophobe (soit non-polaire) [Evans et coll., 1999], [Zana, 2005] (Figure 2.3). La partie hydrophile est souvent appelé la « tête hydrophile », tandis que la partie des molécules qui ont peu d'attraction avec l'eau, est aussi connue comme la « queue hydrophobique ».

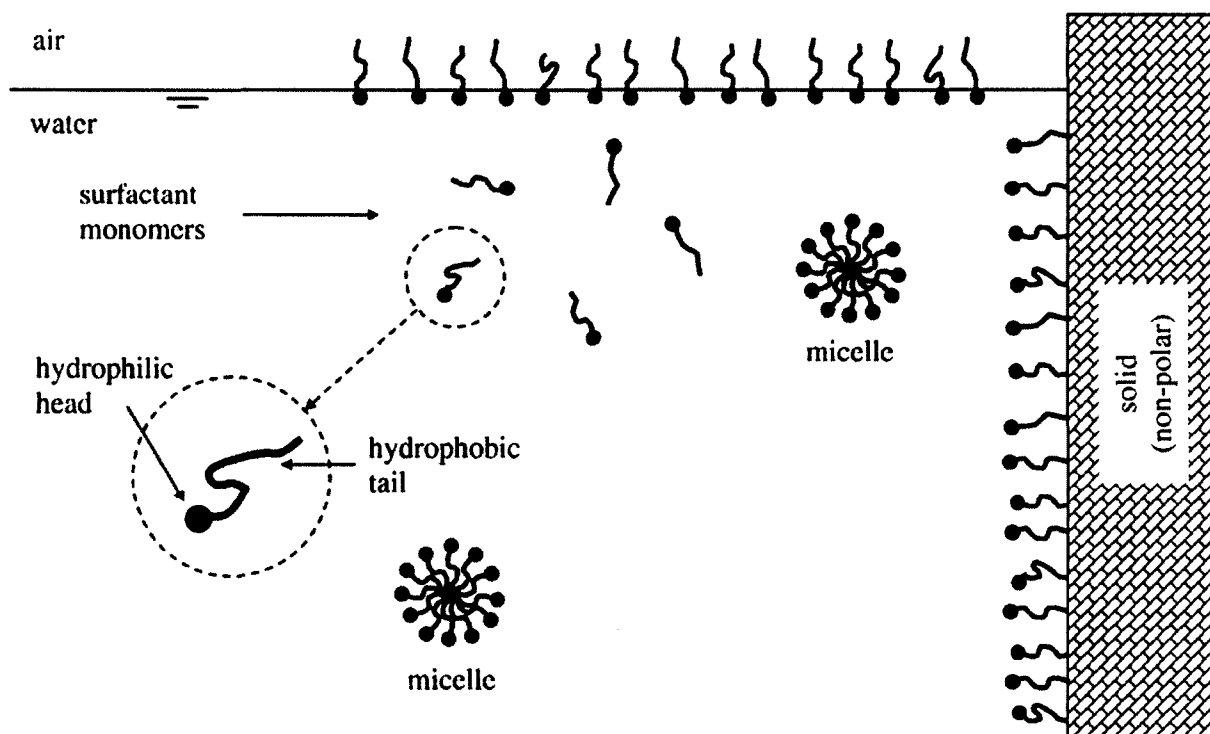
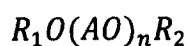


Figure 2.3 : Interactions des molécules de surfactants (amphiphiles) avec un solvant polaire (comme l'eau) [Rajabipour et coll., 2007]

Les ARR ont été introduits aux années 80-90 comme un nouveau type d'adjuvants chimiques. Un examen de l'histoire du développement des ARR a été fourni par [Nmai et coll., 1998]. Selon les brevets et les articles scientifiques [US 4547223, 1985]; [Tomita, 1992]; [US 5556460, 1996], les ARR sont des composés non-ioniques de caractères hydrophiles/hydrophobes variables, dans les familles des n-alcools, n-alkyl glycols, n-alkyl polyglycols et éthers de glycol. Leurs compositions chimiques peuvent être décrites en utilisant la formule chimique suivante :



où AO est l'oxyde d'alkylene comportant 2 à 4 atomes de carbone, et R_1 et R_2 sont choisis entre les groupes hydrogène, alkyle, hydroxyle, phényle et cycloalkyle. Le symbole « n » est le nombre entier qui indique le degré de la polymérisation.

Plusieurs ARR ont été récemment mis au point et commercialisés comme Eclipse™, Tetraguard™, et Perstop™. À part de tensioactifs organiques, ces produits contiennent souvent les impuretés des huiles. Les ARR commerciaux sont généralement utilisées comme adjuvants pour béton (liquide ou en poudre) dans le béton frais. Cependant, certains rapports ont suggéré que ces matériaux peuvent être appliqués à la surface de béton existante pour réduire le retrait. Les dosages de 1 à 2% sont typiquement suggérés par les producteurs de ces adjuvants comme suffisants afin de contrôler le retrait et d'éviter des effets secondaires indésirables (le ralentissement d'hydratation et de développement de résistance mécanique à jeune âge, la difficulté d'entraîner l'air et la réduction de résistance du béton aux cycles gel-dégel).

2.4 Mécanisme d'action d'un ARR

La tension de surface du liquide interstitiel affecte la perte d'humidité, la tension capillaire et la pression de disjonction [Young, 1986]. Non-expansifs, les ARR sont connus pour réduire la tension superficielle de l'eau interstitielle dans le béton [Balogh, 1996]. La figure 2.4 montre que la tension de surface de la solution contenant diverses quantités d'ARR diminue de 72 dynes/cm dans l'eau pure : soit avec 6% d'ARR (% en masse sur l'eau) dans la solution, la tension de surface diminue de moitié [Aï et Young, 1997]. [Shoya et coll.] ont signalé des réductions similaires de la tension de surface de la solution interstitielle.

La capacité des ARR de réduire la tension superficielle est liée à leurs propriétés moléculaires. Une fois dissout dans l'eau (la solution interstitielle), les molécules d'ARR se regroupent sur les interfaces non-polaires, tels que les interfaces air/eau ou air/huile (Figure 2.3). Leur adsorption au niveau d'interfaces provoque une diminution de l'énergie interfaciale; en tant que telle, l'addition d'un ARR conduit à une réduction de la tension superficielle de l'interface eau-air. Il existe naturellement une limite de saturation pour le nombre de molécules tensioactives qui peuvent être adsorbés sur une interface. Cette situation découle de la

répulsion électrostatique entre les têtes polaires de molécules de surfactant adjacentes [Evans et coll., 1999]. En conséquence, la réduction de la tension superficielle de l'interface eau-air est limitée aux concentrations élevées de tensioactifs. Des molécules de surfactant excédentaires qui ne peuvent pas se trouver sur l'interface restent dans la solution.

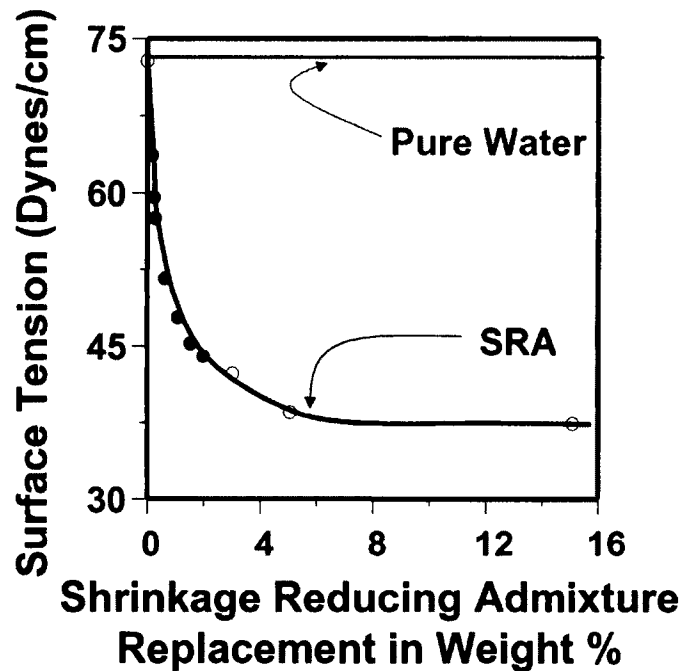


Figure 2.4 : Effet de la concentration de l'ARR sur la tension de surface d'une solution aqueuse [Ai et Young, 1997]

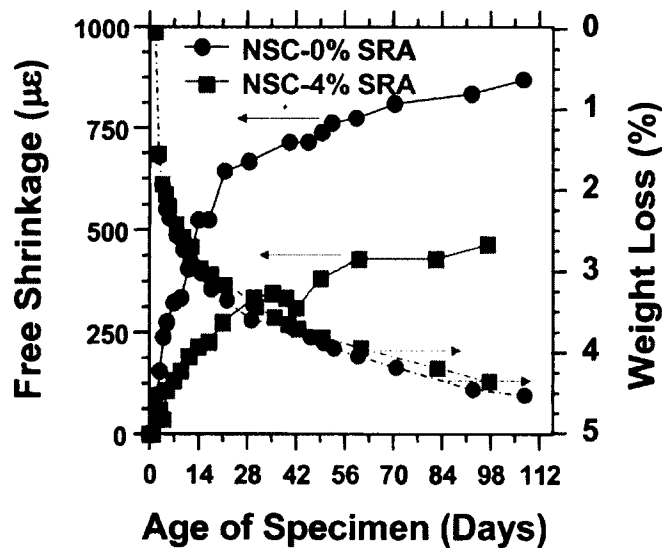


Figure 2.5 : Mesure du retrait libre et de la perte de poids des échantillons prismatiques de 100mm x 100mm x 400mm avec deux surfaces exposées au séchage (Débuté à 24h) [Weiss, 1999]

À faibles concentrations, ces molécules peuvent être présentes en tant que monomère dissous dans l'eau (Figure 2.3). Cependant, à des concentrations supérieures, les molécules d'ARR, comme tous les autres tensioactifs, ont une tendance à se regrouper et forment des micelles de manière à réduire le contact défavorable entre les queues hydrophobes et les molécules d'eau [Zana, 2005].

Les ARR ne fonctionnent pas seulement en réduisant la tension superficielle et, par conséquent, la perte d'eau au séchage, comme peut le voir à partir de la figure 2.5. Une perte de poids est observée dans les échantillons avec et sans ARR, mais le retrait mesuré peut être considérablement réduit dans les échantillons contenant 4% d'ARR (% en poids d'eau). Cela montre que la quantité d'eau perdue n'est pas significativement différente, contrairement à l'effet sur la variation de longueur.

Les réductions de retrait peuvent varier de 30% à 80% selon la composition du mélange (rapport eau-liant, type de ciment, présence des ajouts minéraux et des adjuvants chimiques), le temps de durcissement et le temps de séchage. Pour cette raison, le mécanisme d'action d'un ARR dans la matrice cimentaire n'est pas tout à fait connu.

2.5 Entraînement de l'air dans le béton

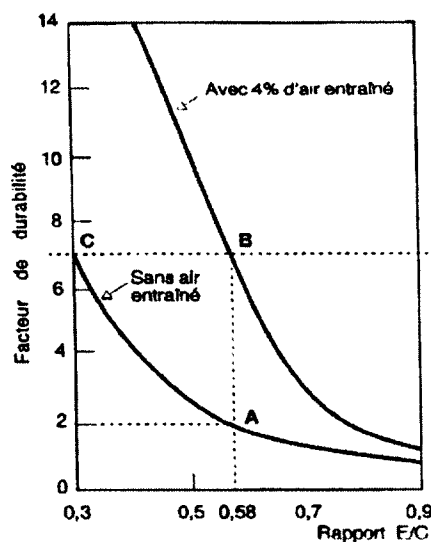


Figure 2.6 : Influence de l'air entrainé sur la durabilité des bétons soumis à des cycles gel-dégel [Ollivier et Coll, 1992]

Il semble bien établi actuellement que, pour les bétons ordinaires, une condition nécessaire de durabilité en ambiance hivernale est qu'ils renferment de l'air entrainé. (Figure 2.6). Il ne suffit pas qu'il contienne de l'air entrainé mais que le réseau de bulle d'air soit bien réparti.

2.5.1 Caractéristiques d'un réseau efficace de bulles d'air entrainé

Un tel réseau peut être défini par trois caractéristiques géométriques [Cours de Gagné, 2009] :

- Le facteur d'espacement des bulles d'air \bar{L} , qui correspond approximativement à la demi-distance séparant les parois de deux bulles voisines du réseau supposé régulier (Figure 2.7). Il est l'indicateur de l'efficacité de la protection durable du béton. En effet, des observations faites sur chantier et en laboratoire montrent le caractère protecteur d'un réseau d'air entrainé. Il ne s'affaiblit pas au fur et à mesure que \bar{L} augmente, mais il s'annule brutalement dès que le facteur d'espacement excède une valeur critique. [Langlois, 1986] (Figure 2.8). Toutes les normes et recommandations récentes (CSA A23.1) tiennent compte et prescrivent des valeurs critiques comprises dans la fourchette 200-250 micromètres. Cette valeur critique dépend du béton, mais aussi des conditions climatiques.



Figure 2.7 : Représentation du L Barre [Khayat, 2010]

- Le volume d'air V , généralement exprimé en pourcentage du volume du béton. C'est un moyen simple de contrôler la quantité d'air dans le béton à l'état frais à l'aide d'un

aéromètre. La détermination du \bar{L} du béton durci à partir de cette valeur fut entrepris par plusieurs chercheurs, et ce notamment par [Saucier et coll., 1991]. En effet, il a établi qu'il pouvait avoir un écart de 2% entre les valeurs mesurées avant et après durcissement. Mais ils ont aussi démontré que si dans un béton à l'état frais, la teneur en air paraît convenable, il n'assurerait pas nécessairement une valeur correcte du facteur d'espacement.

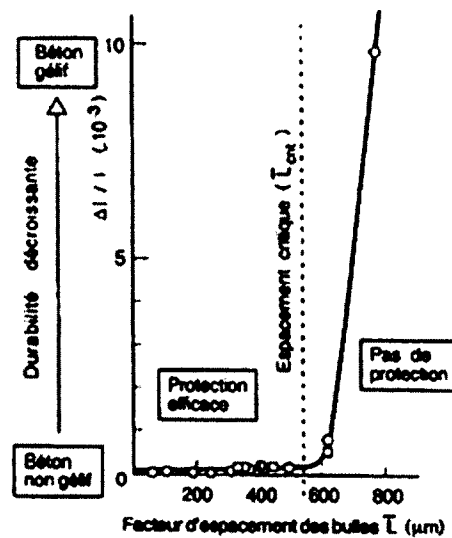


Figure 2.8 : Influence du facteur d'espacement des bulles d'air entrainé sur la durabilité d'un béton [Langlois, 1986]

- La surface volumique α , exprimé en mm^2 qui indique la surface spécifique des bulles d'air. En supposant toutes les bulles de même diamètre et régulièrement espacées, le calcul, fait en premier par [Willis, 1949], conduit à la relation simple suivante entre surface volumique et facteur d'espacement : $\alpha = 4/\bar{L}$.

2.5.2 Les propriétés du surfactant

La découverte des AEA (Agents Entraîneurs d'Air) est l'un des plus importants développements technologiques dans l'histoire du béton. Les AEA sont essentiellement composés d'un tensioactif ou de mélange de divers tensioactifs. Contrairement aux ARR, la plupart des AEA modernes contiennent des tensioactifs à caractère anionique (des sels d'acides gras, des alkyle/aryle sulfonates, des alkyle sulfates, etc.) en raison de la stabilité de

l'air générée avec eux. La stabilité de l'air occlus en utilisant AEA cationique ou non ionique est discutable.

2.5.3 Mesure du retrait endogène et de séchage

2.5.3.1 Par gravimétrie

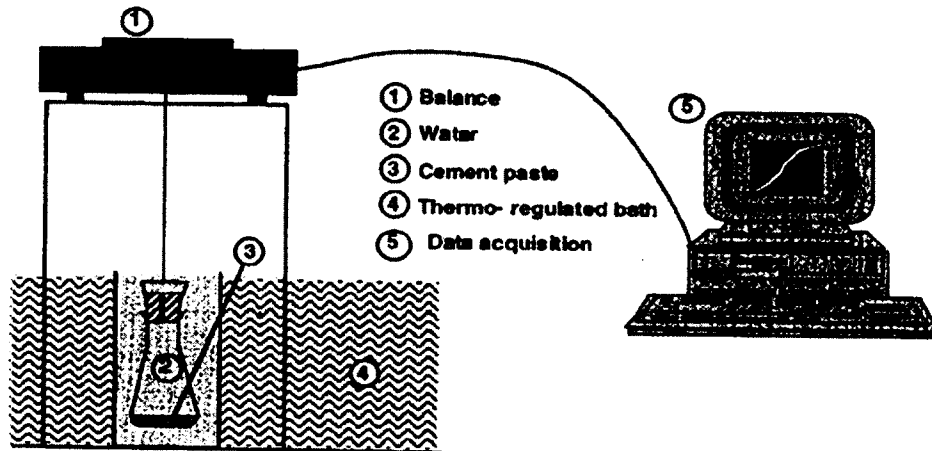


Figure 2.9 : Appareillage pour la mesure du retrait endogène total par gravimétrie [Bovin et coll., 1998]

[Boivin et coll., 1998] ont développé une méthode permettant d'évaluer le retrait endogène total par l'évolution du poids de l'échantillon sous l'eau. Cette méthode repose sur la mesure indirecte du changement de volume par l'évaluation du poids d'un erlenmeyer contenant de la pâte de ciment. Le tout est placé sous l'eau (Figure 2.9).

En effet, lors de l'hydratation, alors que le volume externe de l'erlenmeyer ne varie pas, sa masse augmente (la baisse de volume de la pâte hydratée est compensée par une arrivée d'eau dans le récipient). Cependant cette méthode comporte des désavantages : l'eau qui est ajoutée s'infiltré dans la pâte de ciment et réagit avec elle. Ainsi la mesure du retrait n'est plus représentative.

2.5.3.2 Par dilatométrie

[Tazawa et coll., 1992] a développé un appareil qui consiste à mesurer la variation de la longueur d'une éprouvette à l'aide de deux plots placés sur l'échantillon (Figure 2.10). Le désavantage majeur est que les mesures ne peuvent débuter qu'après le durcissement de

l'échantillon. Hors, la plus grande partie du retrait se fait durant les premières 24 h après le contact eau/ciment. De plus les contraintes de frottement entre l'échantillon et le support limitent le déplacement caractérisant le retrait.

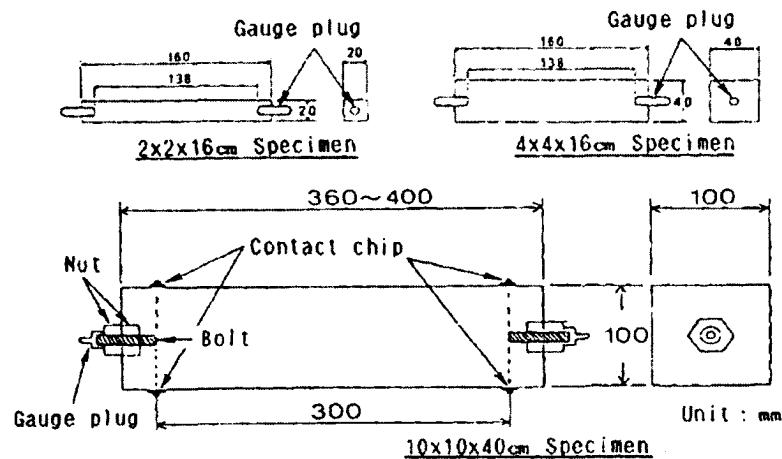


Figure 2.10 : Appareillage pour la mesure du retrait endogène externe par dilatomètre [Tazawa et coll., 1992]

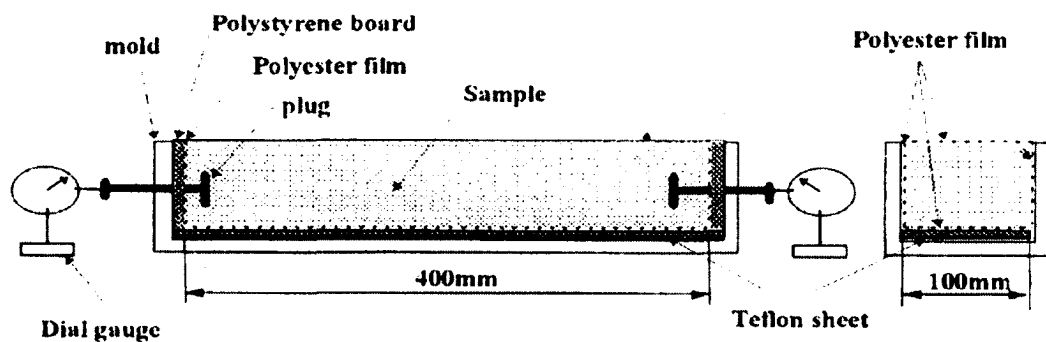


Figure 2.11 : Appareillage pour la mesure du retrait endogène externe par dilatomètre, durant les 24 premières heures [Tazawza et coll., 1996]

Par la suite, [Tazawa et coll., 1996] ont amélioré leur dispositif de mesure en lui permettant de mesurer le retrait endogène externe pendant les premières 24h, et ce à partir du contact eau/ciment. Les plots furent remplacés par des comparateurs de type LVDT (Transformateur Différentiel à Variation Linéaire) qui sont placés au moment de la mise en place du béton dans l'éprouvette (Figure 2.11).

Cette méthode de mesure a été encore améliorée en y noyant directement une corde vibrante dans l'échantillon frais, qui est relié à un système d'acquisition qui enregistre tous les

déformations du béton. Ainsi on peut mesurer le retrait endogène et de séchage, à court et à long terme (Figure 12).

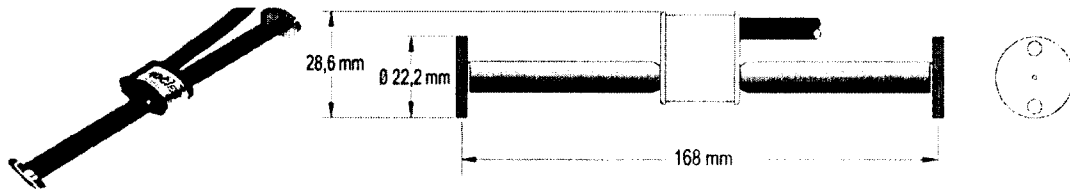


Figure 2.12 : Dispositif de mesure de type corde vibrante

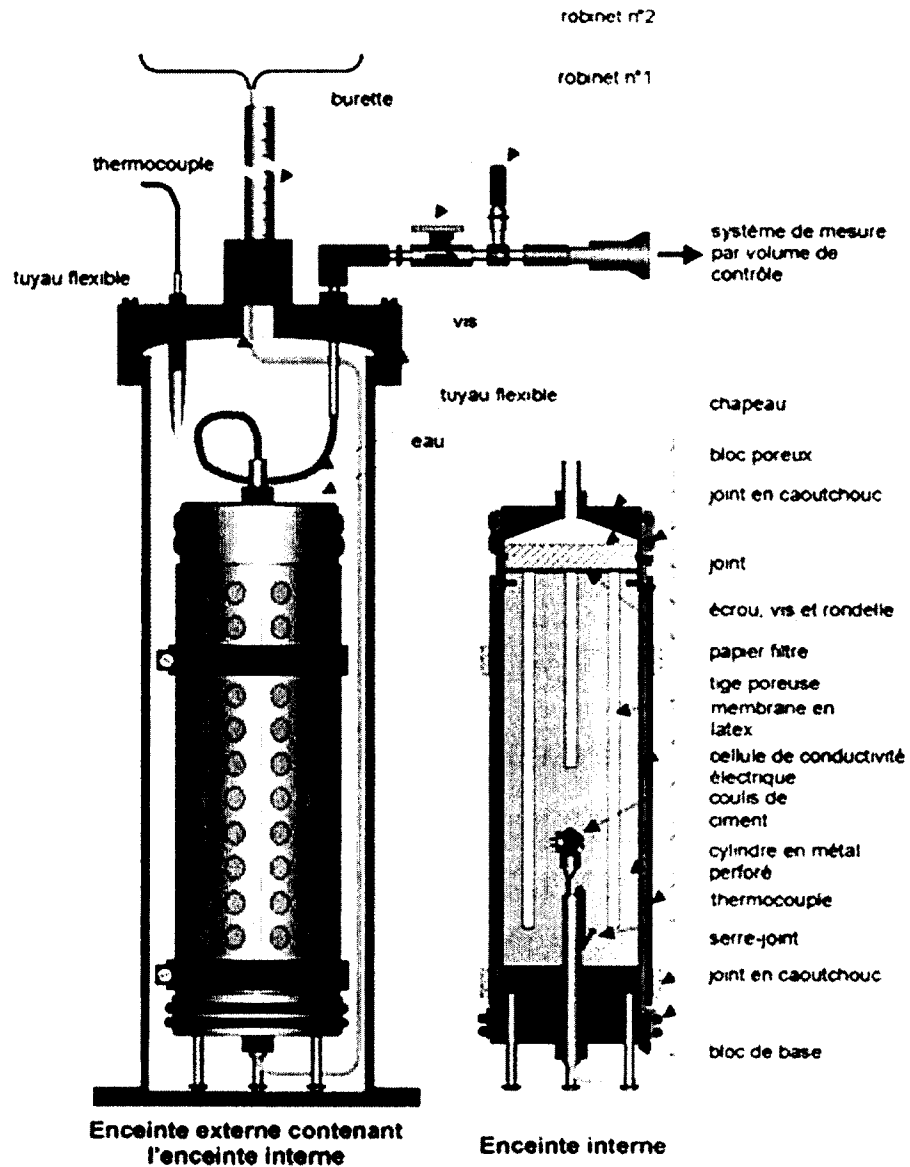


Figure 2.13 : Représentation schématique de la cellule à double compartiment développée pour l'étude du retrait endogène de la pâte de ciment [Gagné et coll., 1999]

[Gagné et coll., 1999] ont proposé une technique basée sur une cellule à double compartiment qui peut mesurer à la fois le retrait endogène externe et interne (Sachant que la somme des deux donne le retrait endogène total) (Figure 2.13).

La technique vise à mesurer avec précision le retrait endogène externe en commençant par la mesure à moins de 30 minutes après le contact eau-ciment initial. La cellule a également été conçue pour prévenir une surestimation du retrait endogène externe suite à un ressuage. L'originalité de la cellule vient du fait que le retrait autogène interne est obtenu en mesurant le volume d'air qui est aspiré dans la pâte à la suite de la formation du ménisque. Il a été décidé d'utiliser l'air, au lieu de l'eau, car il ne réagit pas de manière significative avec le ciment et parce que la viscosité relativement faible facilite sa pénétration dans la plupart des pores capillaires dans l'échantillon de pâte.

D'autres chercheurs, tel que [Holt et coll., 1998], [Hammer, 1999] et [Mak et coll. 1998] montrent dans leurs articles d'autres essais permettant de caractériser le retrait endogène à jeune âge.

2.6 Mesure de l'entraînement d'air

Il existe deux types de mesures pour quantifier et qualifier le réseau de bulles d'air dans un béton : mesure à l'état durci et mesure à l'état frais.

2.6.1 À l'état frais

Par gravité, par volume ou par pression, les trois méthodes sont normalisées par l'ASTM. Il y a une méthode appelée AVA.

- Par gravité, ASTM C138 qui consiste à peser un volume donné de béton et de connaître les masses exactes des matériaux utilisés pour le mélange. Puis avec un rapport de masse, la détermination de l'air contenue dans le béton est connue.

- Par volume : ASTM C173 propose de mesurer le changement de volume pour déterminer la quantité d'air dans le béton. En effet, une quantité de béton est placée dans le contenant. On le referme et le remplit d'eau jusqu'au bord. Une agitation dynamique et très physique est alors utilisée pour pouvoir homogénéiser le mélange et libérer les bulles d'air contenue dans le béton. On lit par la suite la différence de volume. Parfois une quantité d'alcool isopropylique est nécessaire pour faciliter la lecture.
- Par pression : ASTM C231 est la méthode la plus utilisée. La méthode par pression consiste à remplir un contenant de béton, à le refermer puis à y ajouter de l'eau jusqu'à un certain niveau. Puis une pression est appliquée poussant l'eau à compresser les vides d'air contenus dans le béton. Ainsi la mesure de l'air est donnée directement sur le cadran de lecture.

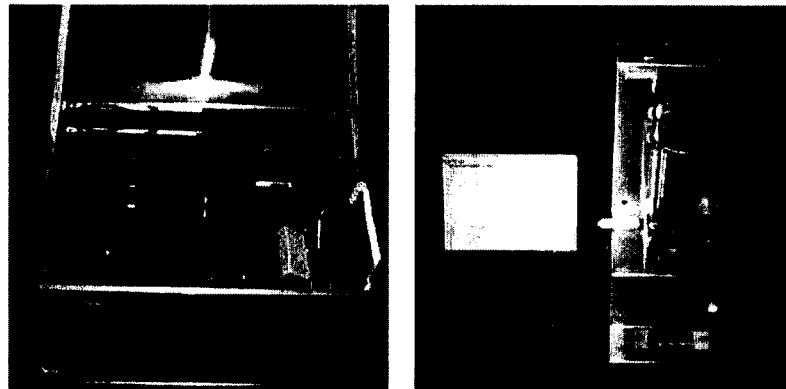


Figure 2.14 : Système d'AVA - Germann instruments

- Méthode AVA : Il existe une autre méthode nommée AVA (Figure 2.14) (Analyse des Vides d'Air frais). Il permet de mesurer sur béton frais les caractéristiques du réseau des bulles d'air (A, α, \bar{L}) et permet d'approcher la granulométrie des bulles. Un échantillon de mortier est prélevé et introduit à la base d'une colonne de liquide. Un agitateur magnétique permet de libérer les bulles du mortier en le mélangeant avec ce liquide. Les bulles montent à travers la colonne et sont recueillies par un enregistreur de poussée.

2.6.2 À l'état durci

Il n'existe qu'une seule méthode connue. C'est la lecture des bulles d'air via un microscope. Ce test a été normalisé par l'ASTM C 457.

2.7 Paramètres d'influence

2.7.1 Retrait endogène

Les principales variables influençant le retrait sont citées ci-dessous.

- *Le rapport E/C* : La diminution du rapport E/C augmente le retrait endogène externe. De plus le retrait débute plus tôt. Cette augmentation est due au fait de la faible quantité d'eau : les pores capillaires qui se forment dans le béton sont très petits. Ce qui engendre alors une dépression élevée dans la phase liquide des capillaires en cours d'hydratation et commence à être ressentie plus tôt. [Tazawa et coll., 1995]
- *Le type de ciment* : Il influence l'évolution du retrait endogène à la fois par sa granulométrie et sa composition minéralogique. D'un point de vue morphologique, un ciment plus fin développera un retrait endogène plus important et commençant à plus courte échéance [Tazawa et coll., 1995]. Concernant sa composition, d'après les résultats de [Tazawa et coll., 1995], ce sont les teneurs en C_3A et, à degré moindre, en aluminoferrite qui conditionnent en grande partie l'amplitude du retrait endogène : l'hydratation de ces phases est en effet à l'origine d'une diminution importante de volume absolu. Cependant, d'autres chercheurs ont obtenu des résultats différents sur l'influence du C_3A : ils ont observé une diminution des déformations endogènes lorsque du C_3A pur était ajouté au ciment. Ces divergences de résultats montrent qu'il n'existe pas encore aujourd'hui d'explication claire de l'effet minéralogique du ciment sur l'allure des courbes de retrait.
- *Les ajouts minéraux* : Les laitiers de hauts fourneaux provoquent une augmentation du retrait endogène. Ce phénomène étant accentué par la proportion de substitution du ciment (Figure 2.15). La fumée de silice, elle aussi, développe du retrait endogène et ceux pour les

mêmes raisons que pour les laitiers de hauts fourneaux et à substitution différentes (Figure 2.16).

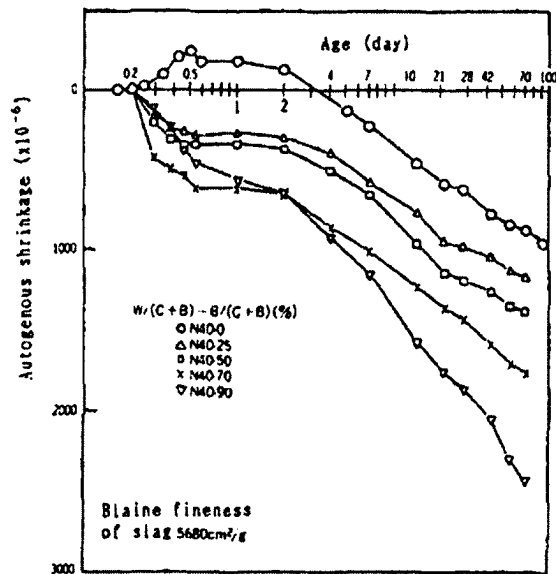


Figure 2.15 : Influence du laitier de haut fourneau sur le retrait endogène [Tazawa et coll., 1995]

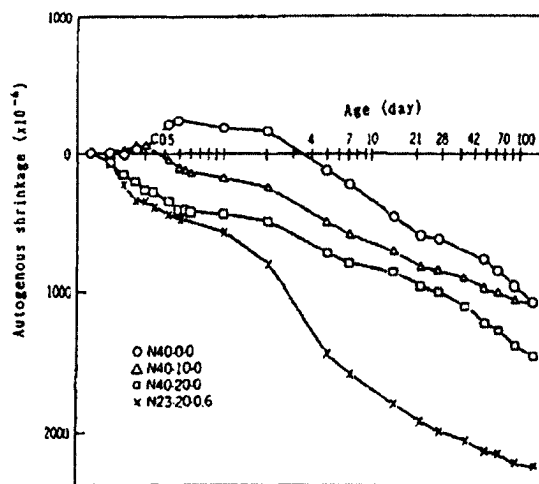


Figure 2.16 : Influence de la fumée de silice sur le retrait endogène [Tazawa et coll., 1995]

- *Les ajouts chimiques* : Les superplastifiants diminuent l'amplitude du retrait endogène (essais menés sur 100 jours). Ce phénomène est attribué aux propriétés retardatrices des superplastifiants sur la cinétique d'hydratation.

Le tableau 2.1 résume les facteurs influençant le retrait ainsi que les variables à considérées. Il a été établi lors du rapport du comité ACI-209R.

Tableau 2.1 : Facteurs influençant le fluage et le retrait du béton et les variables à considérer dans les méthodes de prédiction à recommander [Comité ACI 209R-92]

Factors		Variables considered	Standard conditions	
Concrete (Shrinkage)	Concrete composition	Cement paste content	Type of cement	Type I and II
		Water-cement ratio	Slump	2,7 in, (70 mm)
		Mix proportions	Air content	≤ 6 percent
		Aggregate characteristics	Fine aggregate percentage	50 percent
		Degree of compaction	Cement content	470 to 752 lb/cu yd (279 to 446 kg/m ³)
	Initial curing	Length of initial curing	Moist cured	7 days
		Curing temperature	Steam cured	1-3 days
		Curing humidity	Moist cured	73,4 ± 4 °F (23 ± 2°C)
			Steam cured	≤ 212 °F (≤ 100 °C)
			Relative humidity	≥ 95 percent

2.7.2 Le réseau de bulle d'air

Il existe plusieurs facteurs qui peuvent influencer la production du réseau de bulles d'air entraîné dans le béton.

➤ Le processus de malaxage

Il faut noter que c'est le processus de malaxage qui entraîne les bulles d'air dans le béton et non pas l'adjuvant entraîneur d'air. Les pales de la bétonnières, en malaxant la masse de béton frais, y créent des vortex et introduisent des bulles d'air dans la pâte. Mais ces bulles fusionnent facilement en bulles plus grosses, qui sont soumises à une poussée d'Archimède importante et viennent alors crever à la surface. Par la suite, la vibration peut expulser une partie des bulles résiduelles.

➤ L'adjuvant entraîneur d'air

Les agents entraîneur d'air sont des molécules organiques, de compositions chimiques variables, qui ont des propriétés de surfactants. Leurs molécules présentent un pôle hydrophobe et un pôle hydrophile. De ce fait, elles sont adsorbées aux interfaces air-eau (ou

ciment-eau). Cette adsorption abaisse fortement la tension de superficielle air-eau dont la valeur peut passer de 0,072 N/m à 0,018 N/m.

Dans d'autres cas, il semble établi que l'adjuvant entraîneur d'air produise, au contact de la solution interstitielle de la pâte de ciment, un précipité insolubles et hydrophobe, qui s'organise en une membrane à l'interface eau-air [Mielenz, 1958].

En outre, la partie hydrophile de la molécule d'entraîneur d'air, puisqu'elle est chargée électriquement, se fixe solidement sur les grains de ciment de charge électrique opposée. (Figure 2.17)

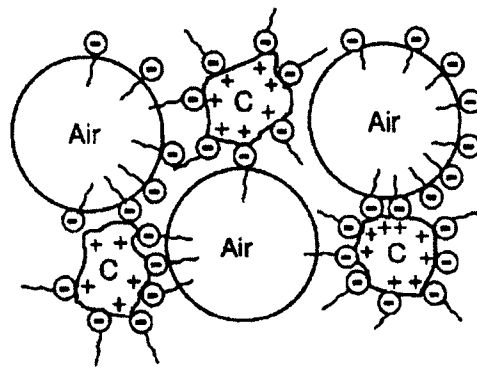


Figure 2.17 : Mécanisme d'action des agents entraîneurs d'air - [Gagné, Cours GCI 714]

Il faut noter que l'adjuvant n'est pas le seul déterminant du réseau de bulles d'air entraîné. Deux groupes de facteurs ont une influence décisive, que nous allons examiner : les paramètres de compositions et les conditions de fabrication.

➤ Les paramètres de composition

Le ciment et le rapport E/C : Le ciment intervient d'abord physiquement par sa finesse. Plus un ciment est broyé finement, alors plus la quantité d'adjuvant pour produire un même volume de bulle sera grande. Selon certains chercheurs l'accroissement va de 75% à 100% lorsque la surface spécifique du ciment passe de 300 à 500 m²/kg. [Kosmatka et coll., 2004] Pour d'autres auteurs, c'est le rapport E/C qui est important. Son influence est liée à la consistance du béton. La baisse du rapport E/C provoque une augmentation du seuil de cisaillement et de la viscosité de la pâte. Selon [Du et Folliard, 2005], l'augmentation du seuil

de cisaillement et de la viscosité engendre une « barrière énergétique » qui s'oppose à la formation de bulles d'air.

Les additions minérales : L'influence des additions minérales sur la production du réseau de bulles d'air entrainé varie considérablement en fonction de la dimension des particules, de leur réactivité de leur composition chimique et de leur taux d'addition dans le béton. L'emploi des fillers calcaires permet d'avoir des bétons à air entrainé, un comportement aux cycles gel-dégel satisfaisant pour le dosage recommandé. Contrairement aux cendres volantes, qui elles, exigent un surdosage en AEA pouvant aller jusqu'à 5 fois la quantité normalement recommandée [Gebler et coll., 1983, Zhang, 1996]. Les explications les plus probables et les plus souvent mises en causes sont reliées aux propriétés physico-chimiques des cendres volantes. Cela n'empêche pas de produire un réseau de bulles d'air avec un facteur d'espacement et un volume d'air conforme pour la protection contre les cycles de gel-dégel.

Les laitiers de haut-fourneau, en revanche, diminuent l'efficacité des AEA. [Saric-Coric et Aïtcin, 2003] Dans leurs travaux, ils ont montré que pour un volume d'air entrainé donné, la demande en AEA augmente avec le dosage en laitier. En effet, pour un béton contenant 50% à 80% nécessitait un dosage d'AEA de 2 à 4 fois plus élevés que ceux sans laitier. Selon ces chercheurs, ceci est due à la faible production en Ca^{2+} .

Les adjuvants : Les agents entraineur d'air (AEA) peuvent interagir avec d'autres adjuvants du béton (superplastifiants, réducteur d'eau, retardateur, agent réducteur de retrait, un agent colloïdal). Ces interactions sont souvent liées à l'apport d'électrolytes inorganiques ou de molécules organiques polaires contenus dans les adjuvants pouvant être utilisé simultanément avec l'AEA [Du et Folliard, 2005].

➤ Les conditions de fabrication

Le mode de malaxage : Le type de malaxeur influence le mécanisme d'emprisonnement et de dispersion des bulles d'air dans le béton frais. Les paramètres de malaxage (durée, vitesse, couple, compression, tension, cisaillement, pétrissage, etc.) gouvernent la vitesse de production et la dimension des bulles d'air [Du et Folliard, 2005]. L'efficacité du processus de malaxage est aussi fonction de la quantité relative de béton dans le malaxeur. Des charges trop

faibles ou trop importantes peuvent diminuer très significativement l'intensité des processus de cisaillement ou la formation de vortex dans le béton frais.

La température : L'augmentation de la température du béton engendre une diminution du volume d'air entraîné. Pour pouvoir maintenir le volume d'air constant, il faut augmenter le dosage de l'adjuvant entraîneur d'air. Le facteur d'espacement tend alors à diminuer. Par contre si le dosage de l'adjuvant est diminué pour tenir compte de la température du béton, le facteur d'espacement risque d'augmenter [Du et Folliard, 2005].

2.8 Entraînement de l'air dans les BAPs

De nombreuses études en laboratoire et plusieurs projets de construction ont démontré qu'il est possible de produire des bétons autoplacants à air entraîné comportant un réseau de bulles stable et pouvant offrir une protection adéquate contre l'attaque par les cycles de gel-dégel [Khayat et coll., 1995, Khayat et coll., 2000].

Cependant, certaines formulations de bétons autoplacants peuvent produire un réseau de bulles d'air instable en raison de leur grande fluidité et d'une viscosité parfois trop faible [Khayat et coll., 2002]. L'agitation (durant le transport) ou le pompage favorisent l'échappement ou le fusionnement des bulles, ce qui peut produire un facteur d'espacement supérieur aux spécifications habituelles.

Khayat et Assaad ont démontré qu'il est possible de stabiliser un réseau de bulles d'air entraîné dans différents types de bétons autoplacants produits avec ou sans agents de viscosité [Khayat et coll., 2002]. La stabilité a notamment été évaluée durant une période de 95 minutes suivant le premier contact eau ciment. L'utilisation d'un agent de viscosité peut augmenter par un facteur de 2 à 4 la demande en adjuvant entraîneur d'air nécessaire pour produire un facteur d'espacement stable et inférieur à 200 μm . Les liants contenant des cendres volantes peuvent aussi contribuer à augmenter la demande en adjuvant entraîneur d'air. Des réseaux de bulles d'air instables ont été obtenus avec les bétons contenant un dosage en matières cimentaires relativement faible (360 kg/m^3) et un fort dosage en superplastifiants ainsi qu'avec ceux ayant un étalement relativement élevé (640 \pm 10 mm) [Khayat et coll., 2002].

Au Canada, des bétons autoplaçants à air entraîné sont fréquemment utilisés, notamment pour la réparation des structures en béton armé. Ces projets ont pu démontrer qu'il est tout à fait possible de produire en usine, de transporter et de pomper des bétons autoplaçants possédant un réseau de bulles d'air entraîné stable et offrant une bonne protection contre l'attaque par les cycles de gel-dégel [Ollivier et coll., 1992].

CHAPITRE 3 MÉTHODOLOGIE ET EXPÉRIMENTATION

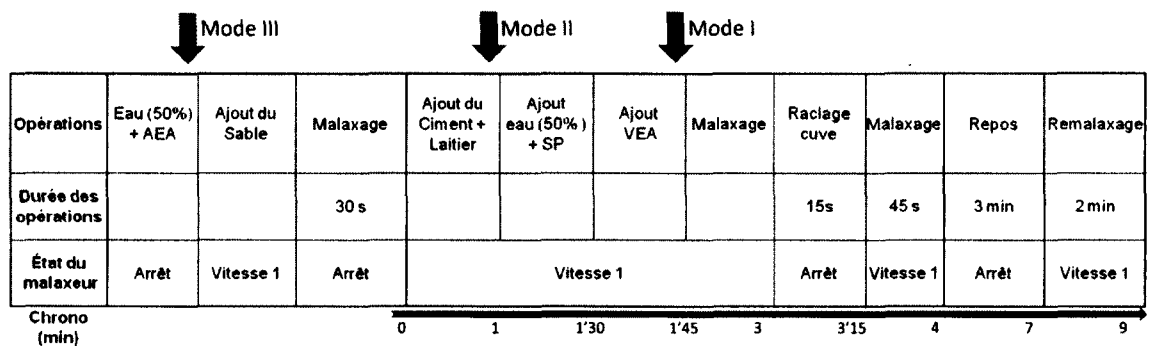
3.1 Programme expérimental

3.1.1 Phase I : Étude de la compatibilité des adjuvants chimiques dans les MBE

- Objectifs

Cette première phase consiste à étudier la compatibilité entre les agents réducteurs de retrait (ARR) et les agents entraîneurs d'air (AEA) utilisés dans les mortiers de béton équivalent (MBE). Les combinaisons ARR/AEA, présentées dans le tableau 3.2, seront optimisées dans le but de mesurer la demande en AEA ainsi que le comportement du mélange (teneur en air, fluidité, demande en SP). Le but de cette phase est donc de déterminer les combinaisons ARR/AEA compatibles pour l'étude de la phase II.

- Choix de la séquence de malaxage



Mode I : l'ajout de l'ARR est effectué 30 secondes après le VEA,

Mode II : l'ajout de l'ARR se fait à 1 minute de malaxage après l'ajout des liants.

Mode III : l'ajout de l'ARR se fait après avoir introduit l'AEA.

Mode IV : ce mode est une séquence de malaxage sans ARR.

Figure 3.1 : Séquence de malaxage en fonction de 3 modes d'introduction

Dans le but de choisir une séquence de malaxage optimale, trois modes d'ajout d'ARR et un sans ARR ont été sélectionnés. L'utilisation de quatre produits commerciaux ainsi que les recommandations de leurs fiches techniques ont été utilisées (Tableau 3.6). La figure 3.1 montre les séquences de malaxage utilisées ainsi que les moments d'ajout de l'ARR.

Les essais ont été réalisés à l'état frais. Les tests suivants ont été réalisés sur les mortiers : Mini-étalement, Airmeter (Mortier), Masse volumique (ASTM C185).

Le tableau 3.1 résume les combinaisons testées ainsi que les modes d'introduction performantes pour maintenir la maniabilité et la stabilité de l'air. Le mode I est le mode qui semble être le plus souvent favorable contrairement au mode II et au mode III. Donc pour la suite du projet, la séquence de malaxage sera le mode I.

Tableau 3.1: Performance des combinaisons ARR/AEA en fonction des modes d'introductions de l'ARR

	Mode permettant de diminuer la perte de maniabilité	Modes favorisant la stabilité de l'air
ARR30/AEA13	Mode I - Mode III	Mode III
ARR35/AEA13	Mode III	Mode II - Mode I
ARR40/AEA14	Mode I - Mode II	Mode I
ARR45/AEA12	Mode I	Mode I

- Optimisations et compatibilité ARR/AEA

Les molécules sondes seront testées avec des AEA commerciaux et les produits existants seront testés avec les AEA recommandés dans les fiches techniques des ARR. Le tableau 3.6 résume les combinaisons qui ont été étudiées dans cette partie de la phase I.

Les combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ont été choisies en fonction des produits les plus utilisés sur le marché. Pour les produits existants, l'AEA recommandé par la fiche technique des produits, fut utilisé.

Tableau 3.2 : Combinaisons des ARR/AEA étudiées

Agents Réducteurs de Retrait		Agent Entraîneur d'Air				
		AEA 10	AEA 11	AEA 12	AEA 13	AEA 14
Molécules sondes	ARR 1	x	x		x	x
	ARR 2	x	x		x	x
	ARR 3	x			x	x
	ARR 4	x			x	x
	ARR 5	x			x	x
	ARR 6	x			x	x
	ARR 7	x	x		x	x
	ARR 8	x	x		x	x
	ARR 9	x				
	ARR 10	x				
	ARR 11	x				
	ARR 12	x				
Produits existants	ARR 20	x				
	ARR 30				x	
	ARR 35				x	
	ARR 40					x
	ARR 45			x		

x : Les combinaisons ARR/AEA des mélanges étudiés - Phase I

- Méthodologie

Tableau 3.3 : Essais de la phase I

Propriété	Mesure	Appareil	Temps après le contact eau-ciment	Norme
Température	Température	Thermomètre	10, 40, 70 min	ASTM C 1064
	Mini-étalement	Mini-cône	10, 40, 70 min	ASTM C1437
Ouvrabilité	Temps d'écoulement	Mini V-funnel	10, 40, 70 min	
Rhéologie	Seuil Viscosité plastique	Rhéo ConTec	10, 40, 70 min	
Teneur en air	Air total	Contenant de 400ml	10, 40, 70 min	ASTM C185
		Air mètre	10, 40 70 min	

Dans le but d'optimiser et de déterminer les combinaisons compatibles, des tests à l'état frais ont été réalisés. Le tableau 3.3 résume les essais utilisés pour caractériser les combinaisons ARR/AEA.

3.1.2 Phase II : Caractérisation sur MBE

- Objectif

La seconde phase du projet consiste à étudier les propriétés physiques (retrait de séchage, retrait endogène et teneur en air), les propriétés mécaniques (résistance à la compression) et les propriétés rhéologiques (seuil de cisaillement et viscosité plastique) des combinaisons ARR/AEA performantes de la phase I sur mortier de béton équivalent. Sachant que le retrait est plus accentué sur mortier que sur béton, cette caractérisation sur MBE permettra d'avoir une meilleure estimation de la performance des molécules sonde. Les courbes de retrait obtenues permettront de voir la performance des produits testés.

- Cure et échantillonnage

Pour les résistances à la compression et le facteur d'espacement, les échantillons ont été mis en cure selon la norme ASTM C 192. Ils sont coulés en une couche dans des moules cylindriques de 100x200mm.

Pour les mesures de retrait endogène et de séchage, le mortier est coulé en une seule couche dans des moules prismatiques 75x75x350 mm. À partir de leurs mises en place, ils sont stockés dans une salle à 23°C de température et 50% d'humidité relative. Par la suite, ils sont démoulés 24 heures après le contact eau-liant, puis scellés dans deux couches de film plastique recouvertes par la suite de deux couches d'adhésifs d'aluminium. Ce scellement assure qu'il n'y ait aucun échange avec l'environnement extérieur, ce qui permet la mesure du retrait endogène. L'éprouvette restera scellée durant 14 jours (après contact eau-liant). Après 14 jours, le scellement est enlevé pour permettre la mesure du retrait de séchage.

- Méthodologie

La caractérisation des combinaisons ARR/AEA sur mortier de béton équivalent a été faite à l'état frais et durci (Tableau 3.4). Les essais réalisés à l'état frais permettent de caractériser la

fluidité et les propriétés rhéologiques des mélanges et d'étudier la stabilité de l'air au cours du temps. Les essais faits à l'état durci mettront en évidence les propriétés physiques (retrait endogène, retrait de séchage et le facteur d'espacement) des combinaisons testées ainsi que leur résistance à la compression.

Tableau 3.4 : Essais sur MBE de la phase II

Propriété	Mesure	Appareil	Temps après le contact eau-ciment	Norme
Température	Température	Thermomètre	10, 40, 70 min	ASTM C 1064
Ouvrabilité	Mini-étalement	Mini-cône	10, 40, 70 min	ASTM C1437
	Temps d'écoulement	Mini V-funnel	10, 40, 70 min	
Rhéologie	Seuil Viscosité plastique	Rhéo ConTec	10, 40, 70 min	
Teneur en air	Air total	Contenant de 400ml	10, 40, 70 min	ASTM C185
		Air mètre	10, 40 70 min	
Propriété mécanique	Resistance à la compression	Presse	1, 7, 28 et 56 jours	ASTM C109
Propriété physique	Facteur d'espacement	Microscope	28 jours	ASTM C457
	Retrait endogène	Corde vibrante	De 0 à 14 jours	
	Retrait de séchage	Corde vibrante	Après 14 jours	

- Mesure du retrait endogène et de séchage

La mesure des déformations pour le retrait de séchage et endogène se fait à l'aide du extensomètre à corde vibrante (Figure 3.2). La jauge de déformation se compose de deux joues reliées par un tube qui protège une fine corde d'acier. L'ensemble est scellé par un double joint torique. Les joues assurent le transfert des déformations du béton à la corde. Un électroaimant est fixé à la partie centrale de l'appareil. Les déformations qui se développent dans le béton changent la tension mécanique de la corde et, du coup, sa fréquence de

résonance est lue par l'électroaimant. Les cordes sont branchées à un système d'acquisition des données du type de CR1000. Ainsi les déformations sont enregistrées pour être traitées par la suite.



Figure 3.2 : Dispositif de mesure du retrait - Corde vibrante

3.1.3 Phase III : Validation sur béton

- Objectif

Cette dernière phase a pour but de valider sur béton, les résultats pertinents obtenus sur mortier. Cette validation permettra de connaître et de comprendre l'action des molécules sondes vis-à-vis de la durabilité. Par la suite, l'entraînement de l'air et le retrait mesurés dans les mortiers pourront être corrélés à ceux des bétons autoplaçants. Ainsi, des données supplémentaires seront obtenues dans le but d'aider à la compréhension de l'action des ARR/AEA dans les bétons autoplaçants.

- Cure et échantillonnage

Pour les résistances en compression et le facteur d'espacement, les échantillons ont été curés selon la norme ASTM C 192. Ils sont coulés en une couche dans des moules cylindriques de 100 x 200 mm. Pour les retraits, c'est la même chose que dans la phase II. Pour l'écaillage et le gel-dégel, les normes ASTM C 672 et ASTM C 666 sont respectivement utilisés.

- Méthodologie

Le tableau 3.5 montre les tests réalisés sur béton ainsi que les normes d'essai utilisées. De plus, des tests de durabilité ont été effectués pour évaluer la durabilité au gel des bétons contenant un agent réducteur de retrait.

Tableau 3.5 : Essais de la phase III - Validation sur Béton

Propriété	Mesure	Appareil	Temps après le contact eau-ciment	Norme
Ouvrabilité	Étalement	Cône d'Abrams	10, 40, 70 min	ASTM C1611
	Capacité à travers les armatures	J-Ring	10, 40, 70 min	ASTM C1621
Stabilité	Indice de ségrégation	Colonne de ségrégation	10 min	ASTM C1610
Rhéologie	Seuil			
	Viscosité plastique	Rhéo ConTec	10, 40, 70 min	
Teneur en air	Air total	Air mètre	10, 40, 70 min	ASTM C185
Propriété mécanique	Resistance à la compression	Presse	1, 7, 28 et 56 jours	ASTM C39
	Facteur d'espacement	Microscope	28 jours	ASTM C457
Propriété physique	Écaillage	Matériel de congélation		ASTM C672
	Gel-Dégel	Chambre environnementale		ASTM C666
	Retrait endogène	Corde vibrante	De 0 à 14 jours	
	Retrait de séchage	Corde vibrante	Après 14 jours	

3.2 Les paramètres d'étude

3.2.1 Les molécules existantes et les molécules sondes

Parmi les produits commerciaux, 5 ARR ainsi que leurs AEA respectifs ont été choisis. La collaboration avec le département de chimie a permis de sélectionner 12 molécules sondes (Figure 3.3). Elles ont été soumises à des tests de compatibilités avec des AEA sélectionnés.

Les propriétés des produits commerciaux sont répertoriées dans le tableau 3.6. Les dosages recommandés pour un béton ordinaire y figurent à titre informatif. Dans notre cas (pour des bétons autoplaçants) des optimisations en AEA furent nécessaires afin d'avoir la quantité d'air visée pour le projet.

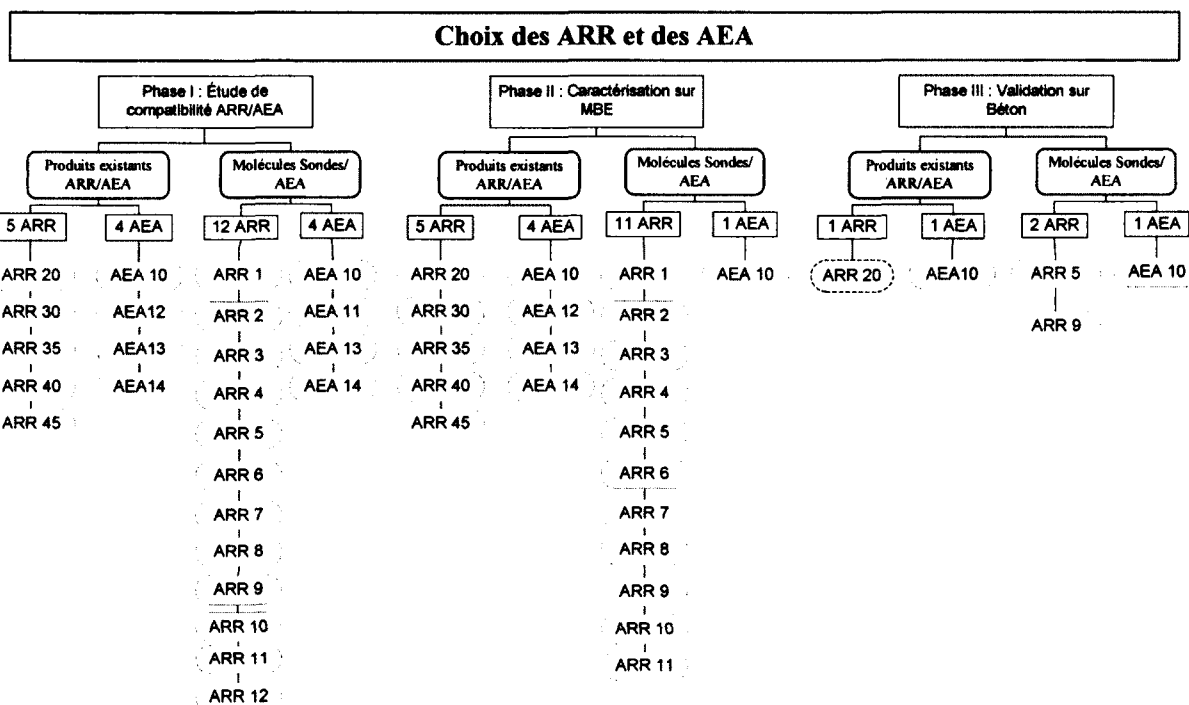


Figure 3.3 : Organigramme des choix des ARR et AEA dans le projet

Tableau 3.6 : Les produits commercialisés d'ARR et d'AEA

	Densité	ES* (%)	Recommandation de la fiche technique	
			Dosage	Compatibilité AEA
ARR				
ARR 20	0,991	9,51	2,5 à 7,5 l/ m ³	AEA 10
ARR 30	0,924	0	1 % par kg de liant	AEA 11 / AEA13
ARR 35	0,950	0	1 à 2 % par kg de liant	AEA 11 / AEA13
ARR 40	1,063	0	0,5 à 4 % par kg de liant	AEA 14
ARR 45	0,979	0	3,7 l/ m ³	AEA 12
AEA				
AEA 10	1,026	19,48	8 à 98 ml/100 kg de liant	
AEA 11	1,016	2,11	30 à 60 ml/100 kg de liant	
AEA 12	1,014	18,73	30 à 320 ml/100 kg de liant	
AEA 13	1,019	10,12	15 ml/100 kg de liant	
AEA 14	1,001	8,30	65 à 195 ml/100 kg de liant	

*ES : quantité d'extrait sec contenue dans la solution.

Les AEA choisis pour donner les combinaisons ARR/AEA, proviennent des recommandations des fiches techniques des chaque ARR.

Quant aux molécules sondes, leurs propriétés sont reprises dans le tableau 3.7. Les tensions de surfaces sont mesurées par rapport à celle de l'eau qui est de 72 dynes/cm à 20°C.

Tableau 3.7 : Les molécules sondes d'ARR

	Masse molaire Mw (g.mol ⁻¹)	Densité (*) (à 25° C)	Tension de surface(*) (2% soln. (25°C))	HLB
ARR1	106,12	1,12	71,6	8,64
ARR2	194,23	1,12	71,0	9,34
ARR3	134,17	1,02	63,8	7,68
ARR4	192,3	1,02	59,2	7,56
ARR5	118,17	0,9	40,0	6,39
ARR6	118,17	NA	52,1	6,39
ARR7	118,17	1,11	55,4	6,24
ARR8	152,2	1,06	44,4	5,76
ARR9	132,2	0,88	41,4	5,91
ARR10	118,17	0,97	NA	6,39
ARR11	118,17	0,95	39,3	6,39
ARR12	190,3	0,93	29,8	NA

() Ses mesures ont été réalisées dans le cadre d'un projet de stage d'un étudiant de chimie sous la supervision du Pr Jolicoeur
(NA**) Pas disponible*

3.2.2 Composition des mélanges

Une composition de béton a été fixée afin de diriger l'étude sur la performance et la compatibilité des SP/AC/AEA/ARR. La composition du BAP est donné dans le tableau 3.8, dont le rapport est de E/C=0,47, pour un étalement de 650 ±50 mm. Cette composition contient 30% de laitier de haut fourneau et 70% de ciment de type GU et un dosage en liant de 420 kg/m³.

À partir de ce mélange de BAP, une composition de MBE a été déduite [Schwartzentruber et Col., 1999] ainsi que le mini-étalement équivalent [Erdem et Col., 2009]. La composition de MBE-BAP est donnée dans le tableau 3.9. Le dosage en SP a été ajusté pour obtenir un étalement de 250 ± 50 mm. De même que le dosage en AEA, pour avoir un pourcentage d'air entrainé dans le mortier de 12-15% ce qui correspond à environ 5-8% pour un béton.

Tableau 3.8 : Composition de BAP pour E/L=0,47

Matériaux	Densité	Masse (kg/m ³)
Ciment (CSA Type GU)	3,14	294
Laitier	2,87	126
Eau	1,00	197
Sable	2,63	782
Gravier (MSA 14mm)	2,71	806
SP (PNS)	1,27	Variable
DG 200 (VEA)	-	0,07 % d'eau
AEA	-	Variable
ARR	-	Variable

Volume de pâte = 33,4%*

* Ne prends pas en considération l'air entrainé

Tableau 3.9 : Composition des MBE pour les différents produits testés

Matériaux	Densité	Masse (kg/m ³)
Ciment (CSA Type GU)	3,14	415
Laitier	2,87	178
Eau	1,00	278
Sable	2,63	1257
SP (PNS)	1,27	Variable
DG 200 (VEA)	-	0,07 % d'eau
AEA	-	Variable
ARR	-	Variable

CHAPITRE 4 COMPATIBILITÉ DES MOLÉCULES SONDÉS ARR /AEA

Dans cette partie, l'étude de la compatibilité des ARR proposés en présence d'AEA existants sera présentée. 12 molécules sonde ont été testées avec des AEA, pour voir l'efficacité de l'entraînement d'air en présence des ARR. Les combinaisons proposées sont référencées dans le tableau 4.1 (Rappel du tableau 3.2). Tous les mélanges ont un étalement fixe (250 ± 10 mm), le dosage en ARR est de 1% par rapport au liant, et le dosage en VEA est de 0,07% d'eau.

Tableau 4.1 : Combinaisons des molécules sondes (ARR) et des AEA étudiés

Agents Réducteurs de Retrait	Agent Entraîneur d'Air			
	AEA 10	AEA 11	AEA 13	AEA 14
ARR 1	x	x	x	x
ARR 2	x	x	x	x
ARR 3	x		x	x
ARR 4	x		x	x
ARR 5	x		x	x
Molécules sondes	ARR 6	x	x	x
	ARR 7	x	x	x
	ARR 8	x	x	x
	ARR 9	x		
	ARR 10	x		
	ARR 11	x		
	ARR 12	x		

x : Les combinaisons ARR/AEA des mélanges étudiés

4.1 Mélanges de référence

La figure 4.1 illustre le dosage en AEA nécessaire pour avoir une teneur en air comprise entre 12% et 15% dans le MBE de référence sans ARR. 4 AEA ont été utilisés : AEA10, AEA11, AEA13 et AEA14. Le dosage dans l'AEA11 est plus important (4,5 fois) qu'avec les 3 autres AEA (Figure 4.1). L'AEA10 est l'agent entraîneur d'air ayant un dosage relativement faible

(20 ml/100 kg de liant). L'AEA 13 et l'AEA14 nécessitent respectivement 55 ml/100 kg de liant et de 40 ml/100 kg de liant.

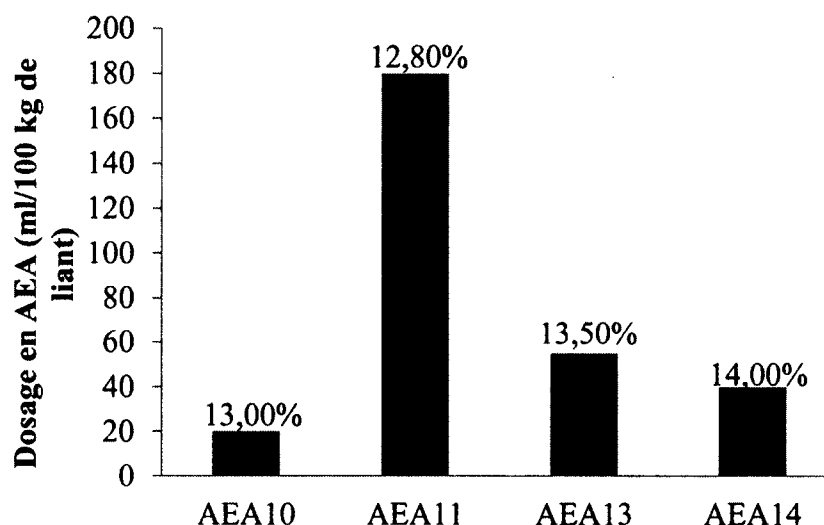


Figure 4.1: Mélange de référence – Dosage en AEA (ml/ 100kg de liant) pour une teneur en air comprise entre 12% et 15%

4.2 Molécules sonde ARR1 à ARR8

4.2.1 Présentation des résultats

L'étude de huit premières molécules sondes a été réalisée dans un premier temps. Les premières molécules proposées par les chimistes ont été testées avec des AEA existants. Les essais ont été menés à l'état frais uniquement.

L'objectif est d'identifier un AEA qui soit compatible avec les ARR sondes. Les figures 4.2 à 4.9 présentent la teneur en air des combinaisons ARR/AEA en fonction du dosage en AEA de chaque molécule sondes.

Dans le cas de l'ARR1, le dosage en AEA11 est équivalent à celui du mélange de référence et celui de l'AEA 10 a été doublé afin d'avoir une teneur en air entre 12% et 15%. Quant à

l'AEA 13 et l'AEA 14, leurs dosages ont diminué de moitié sans pour autant maintenir la teneur en air entre 12% et 15% (Figure 4.2).

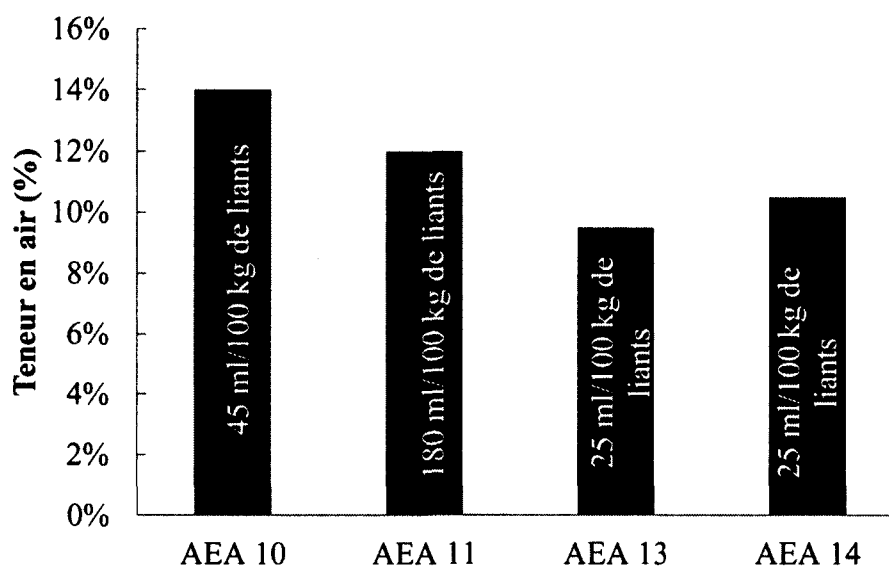


Figure 4.2 : Teneur en air (%) en fonction des dosages en AEA de la molécule ARR1

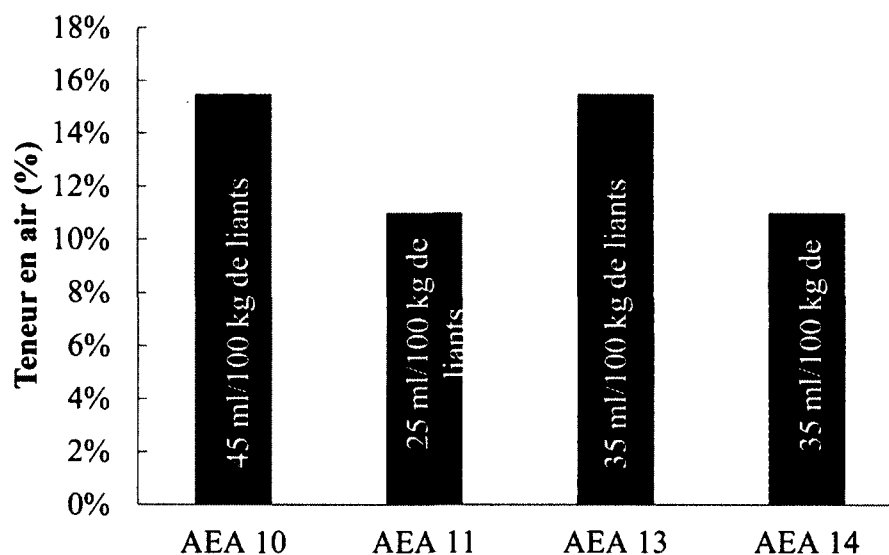


Figure 4.3 : Teneur en air (%) en fonction des dosages en AEA de la molécule ARR2

En présence de l'ARR2, le dosage de l'AEA 10 est doublé afin de maintenir la teneur en air entre 12% et 15% (Figure 4.3). L'AEA 13 et l'AEA 14 montrent qu'en présence d'ARR2, le

dosage en AEA diminue par rapport à la référence. Le dosage de l'AEA 11 en présence de l'ARR2, est beaucoup plus faible que celui de la référence (25 ml/100 kg de liant vs 180 ml/100 kg de liant), pour avoir une teneur en air légèrement inférieure à 12% (Figure 4.3).

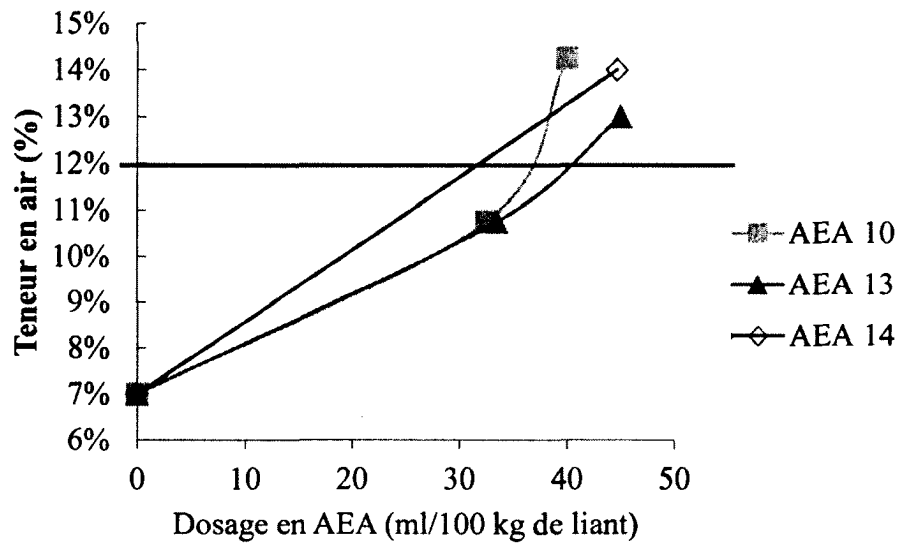


Figure 4.4 : Teneur en air (%) en fonction des dosages en AEA de la molécule ARR3

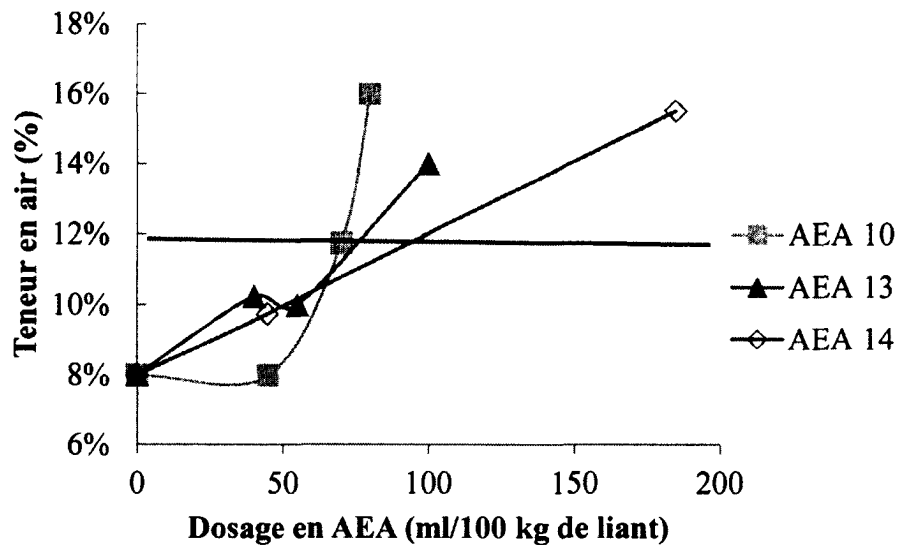


Figure 4.5 : Teneur en air (%) en fonction des dosages en AEA de la molécule ARR4

Les courbes de la figure 4.4 montrent que l'ARR3 est compatible avec les trois AEA. Il est possible d'entraîner plus de 12% d'air avec des dosages correspondant approximativement aux

dosages recommandés dans les fiches techniques. La combinaison ARR3/AEA10 voit son dosage en AEA doublé, contrairement à celui de la référence. La présence d'ARR3, le dosage d'AEA diminue en moyenne de 10 ml/100 kg de liant.

La molécule ARR4 est compatible avec les trois AEA testés (Figure 4.5). L'ARR4, combiné avec l'AEA10, engendre une teneur en air qui augmente de manière exponentielle en fonction du dosage en AEA. En outre son dosage reste tout de même 3 fois supérieur à celui du mélange de référence. Le dosage de l'EA13 augmente de 15 ml/100 kg de liant pour maintenir une teneur en air d'au moins 12% en présence d'ARR4. Dans le cas de l'AEA 14, son dosage est doublé pour maintenir l'air à 12%.

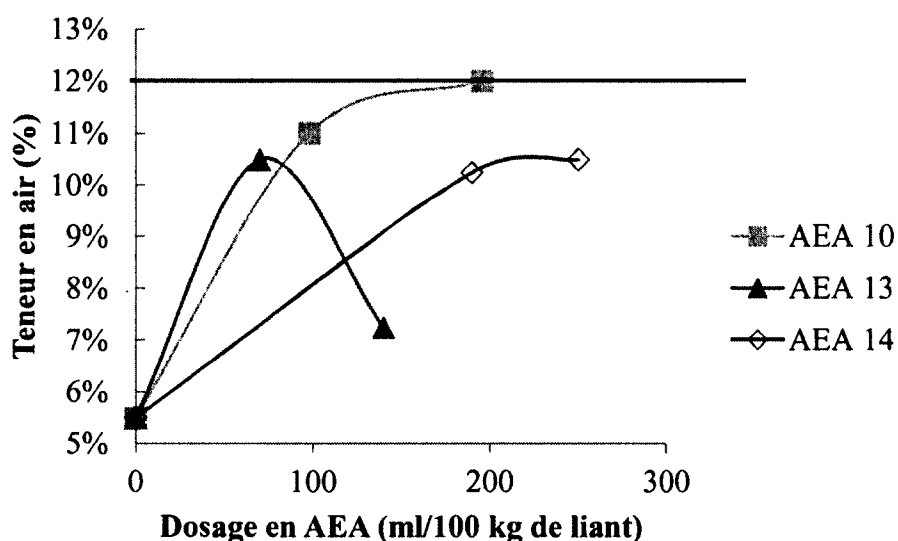


Figure 4.6 : Teneur en air (%) en fonction des dosages en AEA de la molécule ARR5

La figure 4.6 montre que l'AEA13 et l'AEA14 ne peuvent entrainer de l'air en présence de l'ARR5. Le dosage de l'AEA13 a été triplé pour essayer d'atteindre les 12% d'air, mais le seuil de saturation est atteint rapidement. Quant à l'AEA14, pour 5 fois son dosage de référence, le seuil de saturation est atteint et la teneur en air ne dépasse pas les 10%. Pour la combinaison ARR5/AEA10, l'entraînement de l'air est possible, mais la courbe montre une tendance asymptotique autour de 12% d'air. Cette valeur est atteinte pour un dosage en AEA de 10 fois supérieur à celui du mélange de référence.

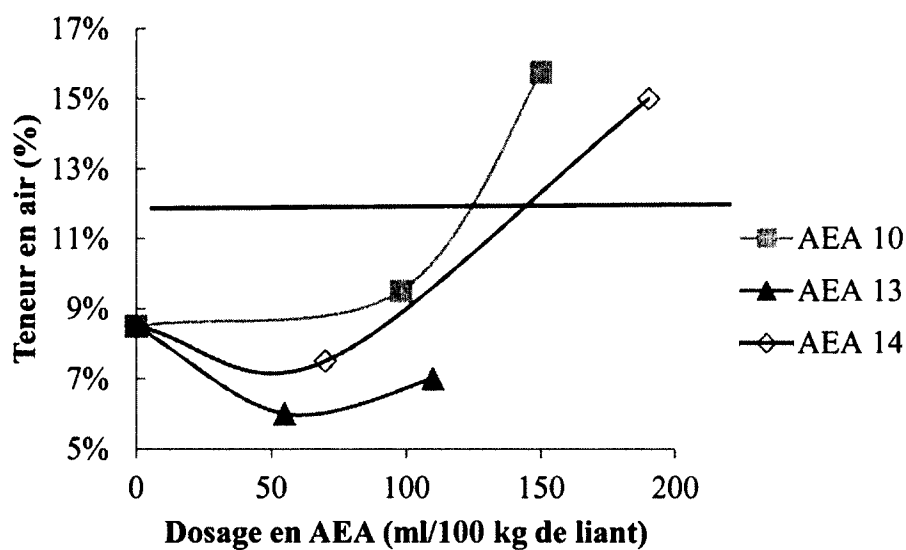


Figure 4.7 : Teneur en air (%) en fonction des dosages en AEA de la molécule ARR6

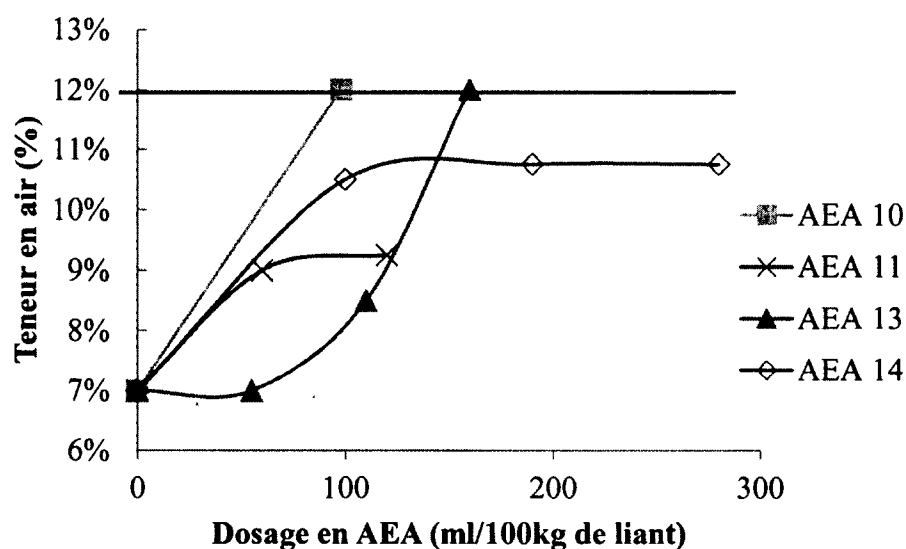


Figure 4.8 : Teneur en air (%) en fonction des dosages en AEA de la molécule ARR7

Pour la molécule ARR6, les agents entraîneurs d'air AEA14 et AEA10 permettent d'atteindre au minimum 12% d'air pour des dosages respectifs de 3,5 fois et 6 fois leur mélange de référence (Figure 4.7). L'AEA13 en présence d'ARR6 voit sa teneur en air diminuer lorsque le dosage en AEA augmente. La combinaison ARR6/AEA13 atteint la saturation pour un dosage de 120 ml/100 kg de liant.

Dans le cas de la molécule sonde ARR7, l'AEA14 et l'AEA11 sont respectivement à saturation pour un dosage en AEA de 90 ml/100 kg de liant et de 50 ml/100 kg de liant (Figure 4.8). Le dosage en AEA13 en présence de l'ARR7, est de 160 ml/100 kg de liant pour avoir 12% d'air dans le mélange, contrairement au mélange témoin où il n'était que de 55 ml/100 kg de liant. À partir de 55 ml/100kg de liant en AEA, la teneur en air dans le mélange augmente de manière exponentielle avec l'augmentation du dosage en AEA. L'AEA10 qui ne demandait que 20 ml/100 kg de liant dans le mélange de référence, pour atteindre les 12% d'air, voit son dosage augmenté à 100 ml/100 kg de liant en présence d'ARR7 pour avoir cette même teneur en air.

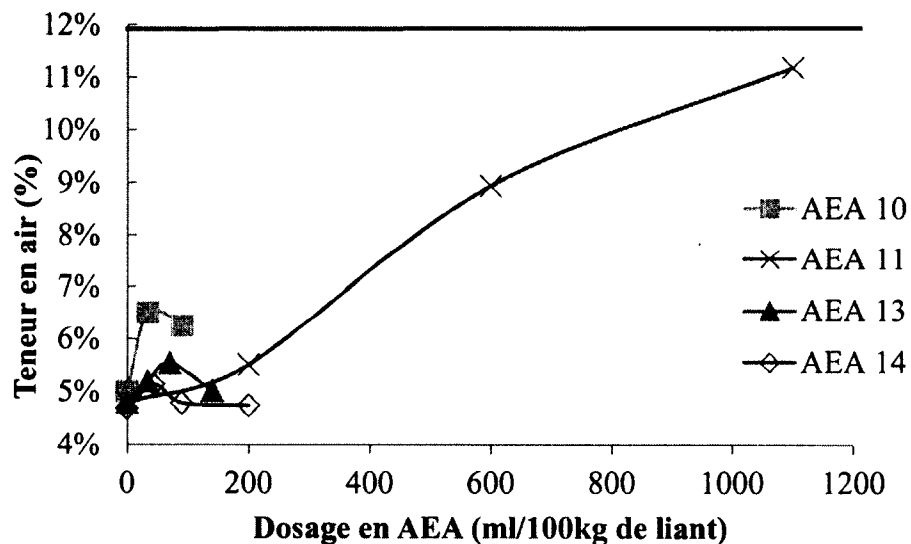


Figure 4.9 : Teneur en air (%) en fonction des dosages en AEA de la molécule ARR8

La figure 4.9 montre la difficulté d'entraîner de l'air avec l'ARR8. Avec les AEA14, AEA10 et AEA13, la saturation est atteinte pour des dosages inférieurs à 100 ml/100 kg de liant. Ces résultats montrent que l'entraînement de l'air avec ces trois AEA en présence de l'ARR8 est impossible. Dans le cas de l'AEA11, la teneur en air augmente en fonction du dosage. Le dosage pour avoir 11,5% d'air est de 1100 ml/100 kg de liant.

Ce dosage est extrêmement élevé puisque pour le mélange de référence il n'est que de 180 ml/100 kg de liant pour obtenir 12,80% d'air.

4.2.2 Discussion des résultats - ARR1 à ARR8

Afin de mettre en évidence l'AEA le plus compatible avec les molécules sondes d'ARR, les résultats ont été regroupés dans la figure 4.10. Le dosage en AEA est exprimé en pourcentage du dosage de l'AEA dans le MBE de référence sans ARR. Pour certaines combinaisons ARR/AEA, l'augmentation du dosage en AEA n'influait aucunement la teneur en air. En effet, leurs teneurs en airs restaient inférieures à 12%. Le tableau 4.2 met en évidence les combinaisons ARR/AEA non compatibles, dont la teneur en air reste inférieure à 12%.

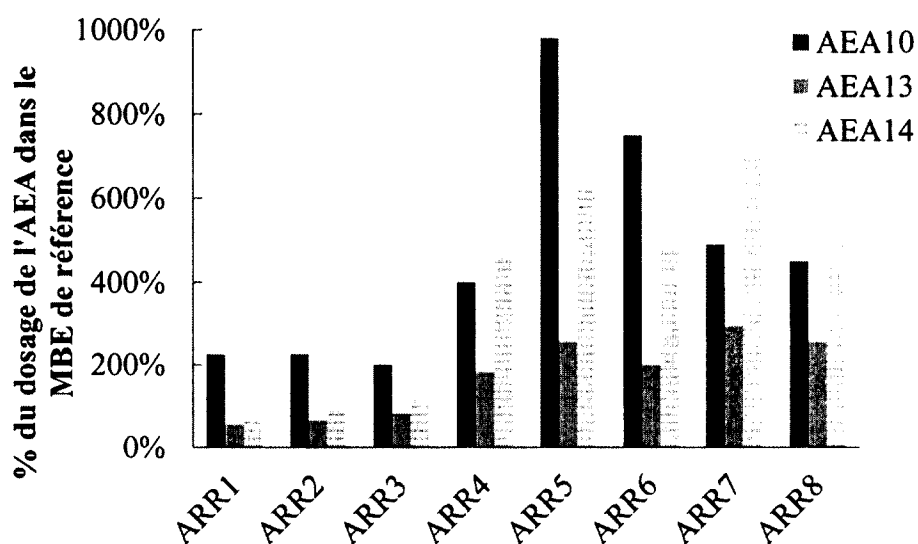


Figure 4.10 : Pourcentage du dosage en AEA dans les MBE de référence en fonction des huit molécules sondes étudiées pour avoir 12 à 15% d'air dans le mélange

La figure 4.10 montre que l'ajout d'ARR augmente la demande en AEA pour obtenir 12 à 15% d'air. Il en ressort également sur le graphique deux groupes de molécules : ARR1 à ARR3 ont un dosage en AEA inférieur à 200% par rapport au dosage de référence de l'AEA pour l'AEA10; ARR4 à ARR8 ont un dosage en AEA nettement supérieur aux autres molécules.

Le tableau 4.2 permet de mettre en évidence les cas où l'entraînement adéquat d'air fut impossible (la quantité d'air contenue dans les mélanges était inférieure à 12%). Il est clair que l'AEA10 est celui qui permet d'avoir au minimum de 12% d'air. Pour certaines combinaisons, le seuil de saturation était vite atteint lorsque leur mélange contenait l'AEA13

ou l'AEA14. De plus le tableau conclut que l'AEA 13 et AEA14 ne sont pas compatibles avec ces ARR. On peut en déduire que l'AEA compatible avec la série de molécules sondes proposée est l'AEA10.

Tableau 4.2 : Les combinaisons non-compatibles - Teneur en air inférieure à 12%

		Agent entraineur d'air		
		AEA 10	AEA 13	AEA 14
Molécules sondes	ARR 1		X	X
	ARR 2			X
	ARR 3			
	ARR 4			
	ARR 5		X	X
	ARR 6		X	X
	ARR 7			X
	ARR 8			X

x : mélanges non compatible, teneur en air inférieure à 12%

4.3 Molécules sondes ARR9 à ARR12

4.3.1 Présentation des résultats

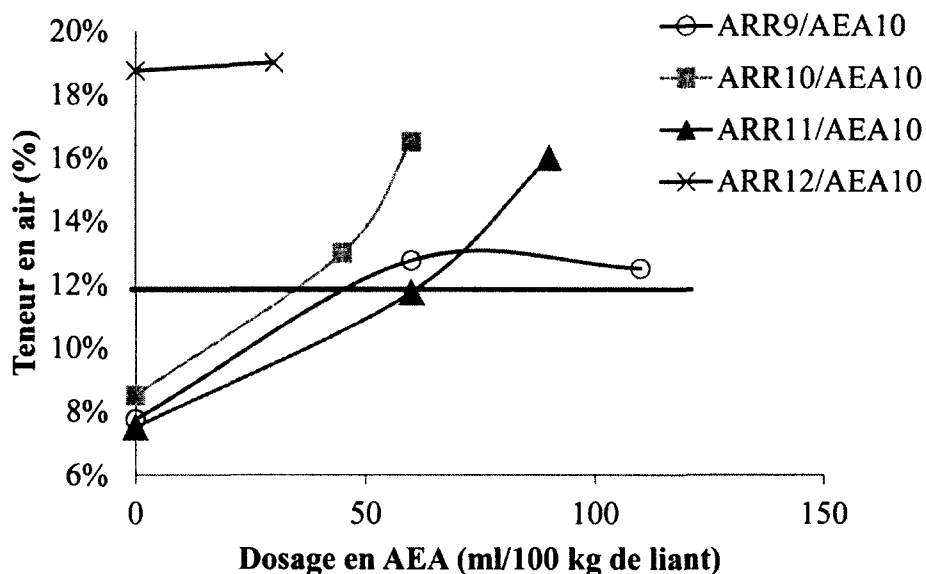


Figure 4.11 : Teneur en air (%) des molécules sondes ARR9 à ARR12 en fonction du dosage en AEA10 (ml/100 kg de liant)

Quatre autres molécules ont été retenues à la suite des premiers résultats obtenus. Elles sont désignées ARR9, ARR10, ARR11 et ARR12. Ayant déjà choisi l'AEA10 comme entraîneur d'air le plus compatible avec les molécules sondes, les mêmes essais que pour les huit autres molécules ont été menés (Étalement, teneur en air, température) avec cette AEA.

Les combinaisons ARR9/AEA10, ARR10/AEA10 et ARR11/AEA10 sont compatibles avec l'AEA10. En effet, pour un dosage compris entre 40 et 60 ml/100 kg de liant, la teneur en air dans les mélanges est de 12 % minimum. La molécule ARR12 entraîne de l'air sans ajout d'AEA.

4.3.2 Discussion des résultats - ARR9 à ARR12

L'analyse des résultats obtenus avec ces quatre molécules montrent qu'il existe des molécules organiques qui peuvent entraîner de l'air sans AEA. En outre, les trois molécules ARR9, ARR10 et ARR11, montrent une bonne compatibilité avec l'AEA10.

4.4 Conclusion

Cette première phase du projet avait pour but d'identifier un AEA compatible avec des molécules sondes (ARR). Les résultats permettent de conclure qu'en présence d'un ARR, le dosage en AEA augmente pour avoir une teneur en air comprise entre 12% et 15%. Toutes les molécules sondes sont compatibles avec l'AEA10, mise à part l'ARR8, qui lui n'est compatible qu'avec l'AEA11. Son dosage, pour atteindre 12% reste tout de même extrêmement élevée (+1100 ml/100 kg de liant). Cette molécule possède des propriétés hydrophobes. L'ARR12 utilisé seul (sans AEA) a entraîné 18,5%. Dans ce cas, il faudrait donc utiliser un désentraîneur d'air.

Pour la suite du projet, l'ARR12 n'a pas été retenu. Il fera l'objet de projet futur. Pour la phase II du projet, l'AEA10 sera l'agent entraîneur d'air utilisé car c'est celui ayant la meilleure compatibilité globale avec l'ensemble des molécules sondes (Tableau 4.2).

Tableau 4.3 : Les combinaisons ARR/AEA retenues pour la phase II

Agents Réducteurs de Retrait	Agent Entraîneur d'Air			
	AEA 10	AEA 12	AEA 13	AEA 14
ARR 1	x			
ARR 2	x			
ARR 3	x			
ARR 4	x			
ARR 5	x			
Molécules sondes	ARR 6	x		
	ARR 7	x		
	ARR 8	x		
	ARR 9	x		
	ARR 10	x		
	ARR 11	x		
	ARR 20	x		
Produits existants	ARR 30		x	
	ARR 35		x	
	ARR 40			x
	ARR 45		x	

x : Les combinaisons ARR/AEA des mélanges caractérisés pour la phase II

CHAPITRE 5 CARACTÉRISATION DES COMBINAISONS ARR/AEA SUR MBE

La caractérisation des molécules sondes combinées à l'AEA10 fera l'objet de ce chapitre. De plus, afin de comparer la performance des molécules sondes, 5 ARR commerciaux et leur AEA respectif ont été ajoutés au projet. Les 16 combinaisons ARR/AEA ainsi que le mélange de référence contenant l'AEA10 ont été testés à l'état plastique et à l'état durci. Pour chaque mélange, l'étalement initial est fixé à 250 ± 10 mm, pour un dosage en ARR de 1% et de VEA de 0,07% par rapport à l'eau.

5.1 Présentation des résultats

5.1.1 Fluidité et propriétés rhéologiques

Après optimisation des dosages des adjuvants de chaque combinaisons ARR/AEA (étalement initial $=250 \pm 10$ mm), le suivi de la perte de fluidité dans le temps a été fait jusqu'à 70 min après le contact eau/liant. Les mesures à 40 minutes ont été prises pour compléter l'essai.

5.1.1.1 Produits existants

La figure 5.1 présente la variation de l'étalement dans le temps des combinaisons ARR/AEA des produits existants. Les figures 5.2 et 5.3 présentent respectivement la variation du seuil de cisaillement et la variation de la viscosité plastique dans le temps des combinaisons ARR/AEA des produits existants.

La figure 5.1 montre une perte d'étalement pour les combinaisons ARR30/AEA13, ARR40/AEA14 et ARR35/AEA13. La combinaison ARR35/AEA13 engendre une importante perte de sa maniabilité, tel que le montre la courbe du seuil de cisaillement en fonction du temps (Figure 5.2). À 70 minutes (après contact eau/liant), la valeur du seuil de cisaillement pour ARR35/AEA13 est élevée alors que son étalement est faible. En

effet, pour un seuil de cisaillement de 50 Pa, l'étalement est de 190 mm. De plus, la combinaison ARR35/AEA13 connaît une augmentation rapide de son seuil de cisaillement et une viscosité plastique faible (Figures 5.2 et 5.3).

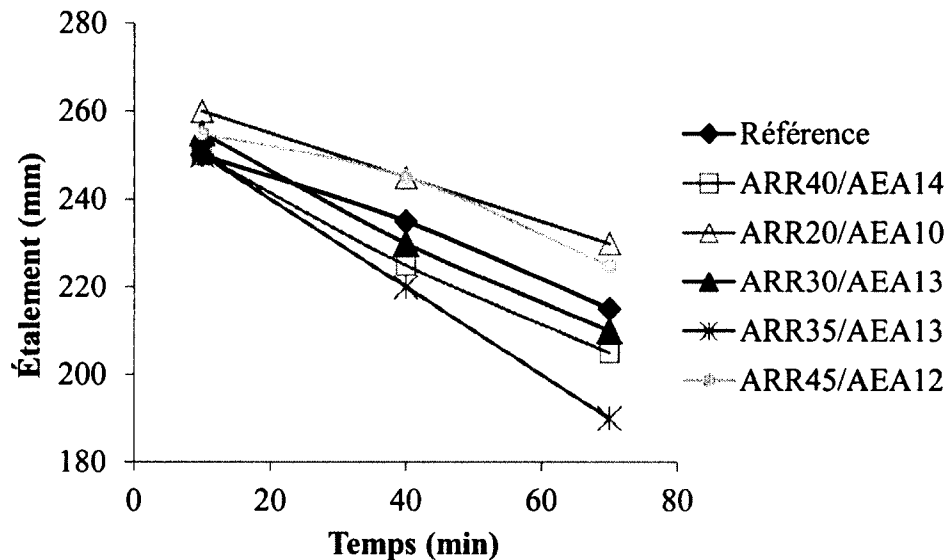


Figure 5.1 : Variation de l'étalement dans le temps des combinaisons ARR/AEA des produits existants

Par rapport au mélange de référence, les combinaisons ARR20/AEA10 et ARR45/AEA12 ont une meilleure fluidité dans le temps. Dans le cas de la combinaison ARR20/AEA10, l'ajout de l'ARR améliore la fluidité (Figure 5.1). Pour un même dosage en SP (0,70% par rapport au liant), l'étalement à 40 minutes après le contact eau/liant pour la référence est de 230 mm, autant pour la référence (sans ARR) que pour la combinaison ARR20/AEA10. À 70 minutes, la perte de fluidité augmente pour les deux combinaisons. Il en résulte donc, que l'ARR20 contribue à garder la maniabilité (Figure 5.1). La combinaison ARR20/AEA10 présente une variation du seuil de cisaillement peu importante (Figure 5.2). À 10 minutes, la valeur de son seuil est de 16 Pa puis passe à 24 Pa après 70 minutes. La viscosité plastique de cette combinaison est stable dans le temps (environ 4 Pa.s jusqu'à 70 minutes) (Figure 5.3).

Le mélange de référence montre un accroissement de la valeur du seuil de cisaillement linéaire avec une pente relativement faible (Figure 5.2). Sa viscosité plastique est plus

élevée que pour les combinaisons ARR/AEA (Figure 5.3). Donc l'ajout d'ARR diminue la viscosité plastique des mélanges.

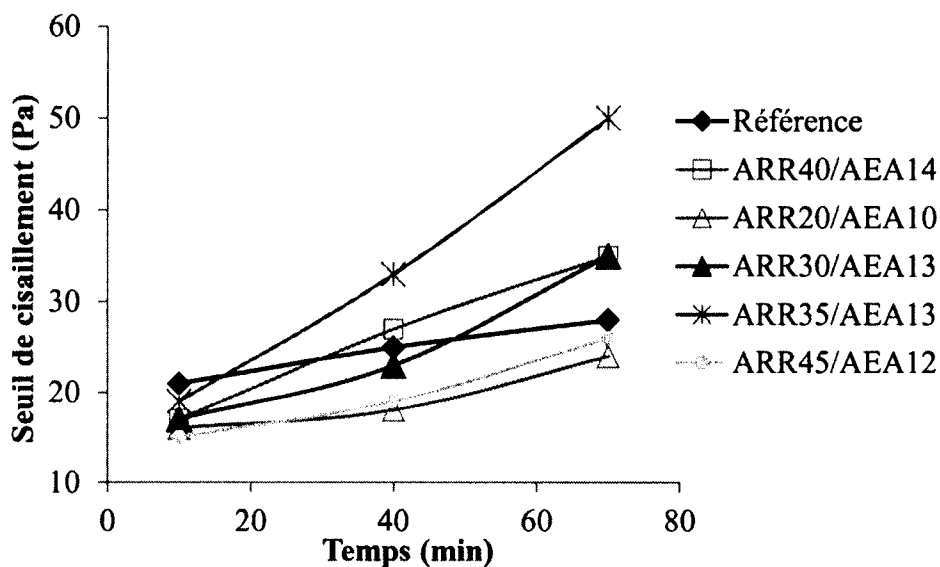


Figure 5.2 : Variation du seuil de cisaillement dans le temps des combinaisons ARR/AEA des produits existants

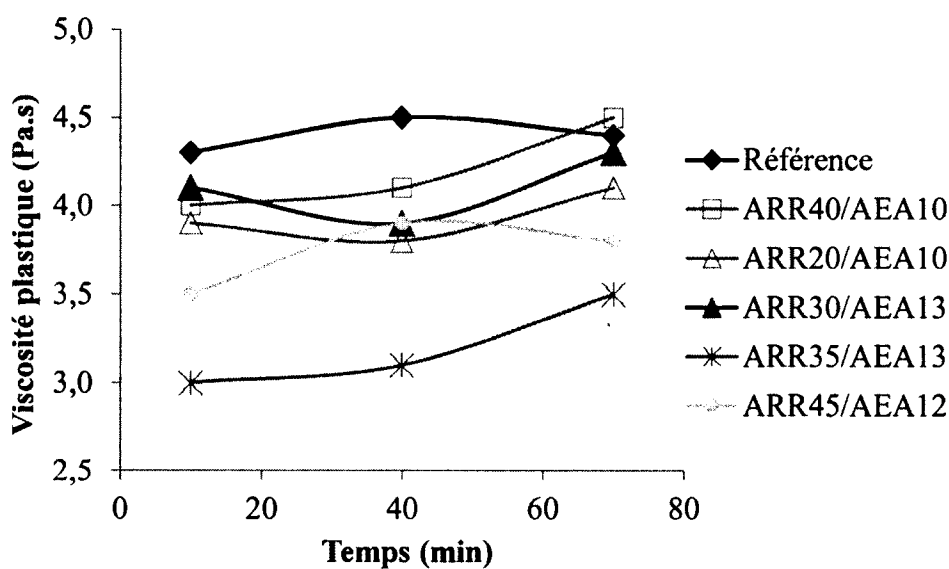


Figure 5.3 : Variation de la viscosité plastique dans le temps des combinaisons ARR/AEA des produits existants

5.1.1.2 Molécules sondes

La variation de l'étalement dans le temps des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes est montrée aux figures 5.4 et 5.5. Elles regroupent respectivement les molécules sondes ARR1 à ARR6 et ARR7 à ARR11.

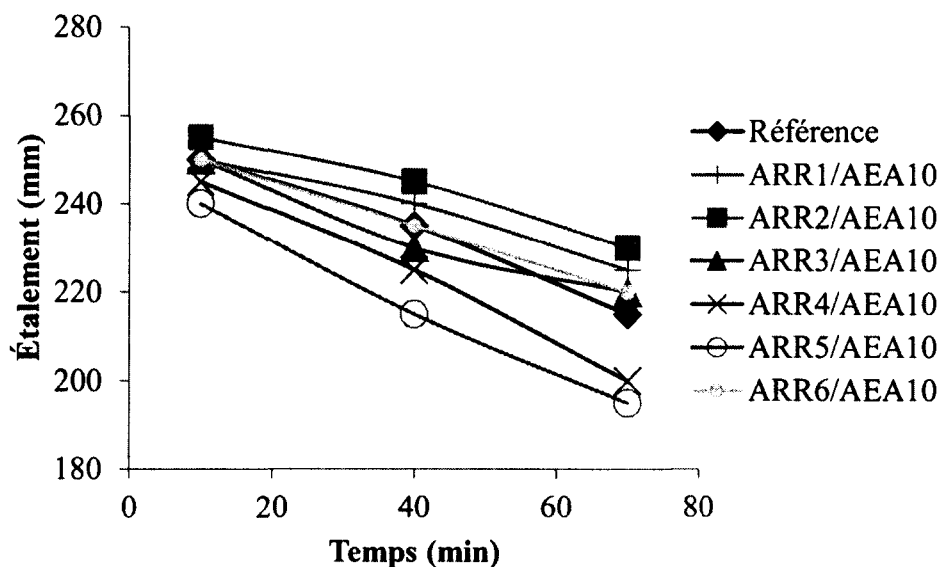


Figure 5.4 : Variation de l'étalement dans le temps des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ARR1 à ARR6

Par rapport au mélange de référence, les combinaisons ARR5/AEA10 et ARR4/AEA10 ont une perte d'étalement importante (Figure 5.4). Toutes les combinaisons connaissent une perte d'étalement dans le temps, mais celui de l'ARR4 et l'ARR5 est plus conséquente. La figure 5.5 montre que les combinaisons ARR9/AEA10, ARR10/AEA10 et ARR11/AEA10 ont une perte de maniabilité moins importante et ont les mêmes pentes. L'ARR7 a un étalement moins important que les autres molécules, (même étalement que celui de la référence), mais néanmoins sa perte de fluidité augmente dans le temps, contrairement à celui de la référence. Son étalement à 70 minutes est de 180 mm. Par conséquent, l'ARR7 diminue la maniabilité dans le temps. La combinaison ARR8/AEA10 montre également une perte de fluidité (Figure 5.5). La pente de sa courbe est plus importante que celle des molécules ARR9, ARR10 et ARR11. Mais dans son cas, l'étalement initial est 260 mm, un peu plus haut que celui de la référence. La capacité des molécules sondes à influencer l'étalement dans le temps a été mesurée. Dans le cas des ARR5, ARR4 et ARR7, la perte de maniabilité est plus importante que celle de la référence. Cependant certaines molécules améliorent la maniabilité, par rapport à celle de la référence. C'est le cas des ARR2, ARR1, ARR9, ARR10 et ARR11. Pour les autres ARR, le comportement est semblable à celui du mélange de référence (Figure 5.4 et 5.5).

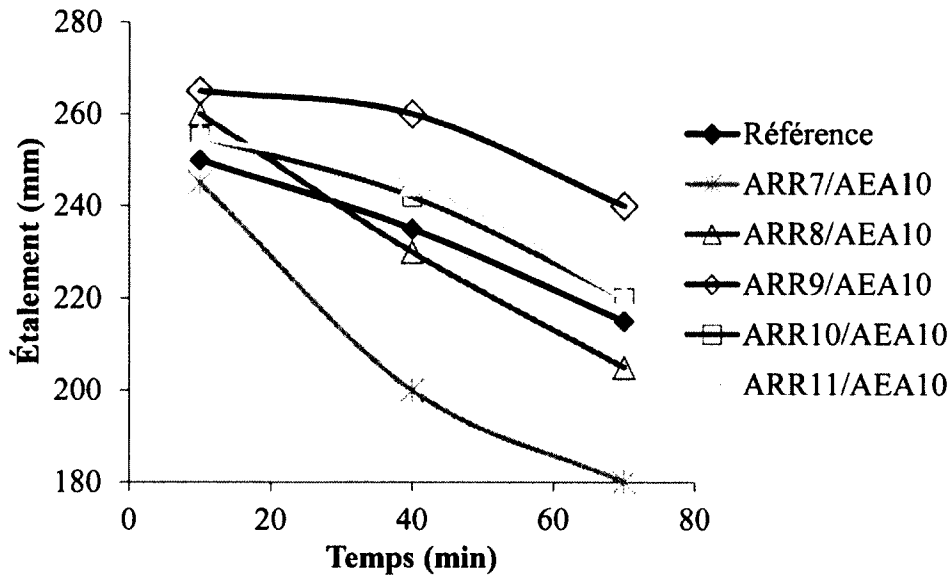


Figure 5.5 : Variation de l'étalement dans le temps des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ARR7 à ARR11

Les figures 5.6 et 5.7 montrent la variation du seuil de cisaillement dans le temps des combinaisons ARR1 à ARR6 et celles des ARR7 à ARR11. La figure 5.6 montre que les combinaisons ARR5/AEA10 et ARR4/AEA10 ont un seuil de cisaillement qui augmente plus rapidement que celui des autres molécules. Pour les combinaisons ARR1/AEA10 et ARR2/AEA10, le seuil de cisaillement ne varie pas beaucoup au cours du temps.

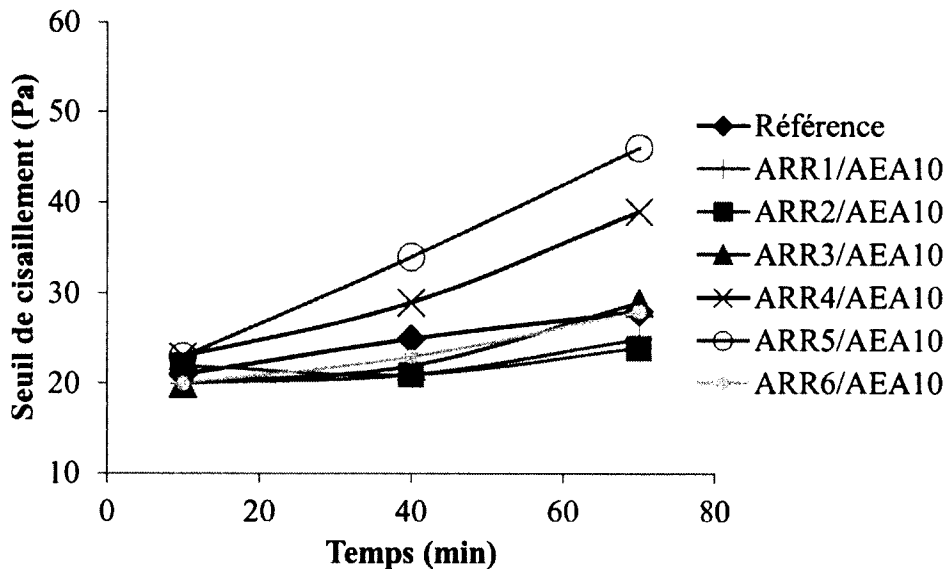


Figure 5.6 : Variation du seuil de cisaillement dans le temps des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ARR1 à ARR6

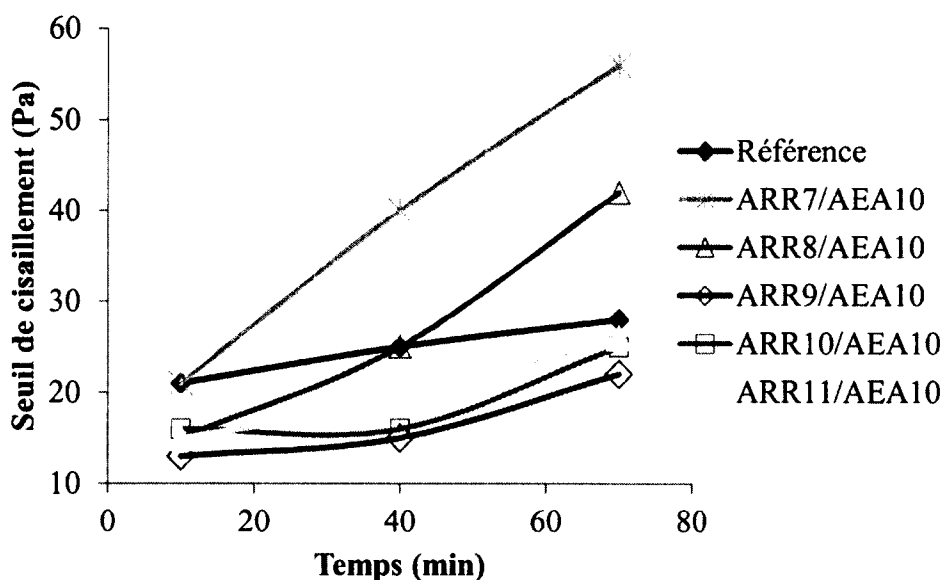


Figure 5.7 : Variation du seuil de cisaillement dans le temps des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ARR7 à ARR11

Les courbes de la figure 5.7 montrent que les combinaisons ayant une perte de maniabilité relativement faible, telles qu'ARR9/AEA10, ARR10/AEA10 et ARR11/AEA10, ont des valeurs du seuil de cisaillement faibles après 70 minutes. La variation du seuil de cisaillement est d'environ de 5 Pa. Dans le cas de l'ARR7/AEA10, la variation du seuil de cisaillement est de 35 Pa.

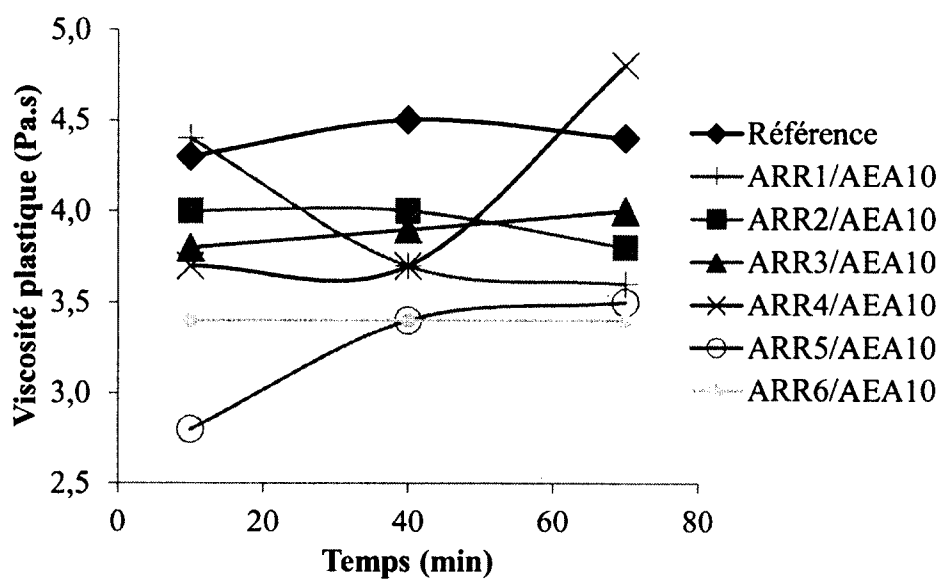


Figure 5.8 : Variation de la viscosité plastique dans le temps des combinaisons ARR/AEA des molécules sonde ARR1 à ARR6

Les figures 5.8 et 5.9 montrent la variation de la viscosité plastique dans le temps, des combinaisons des molécules ARR1 à ARR6 et celles des molécules ARR7 à ARR11.

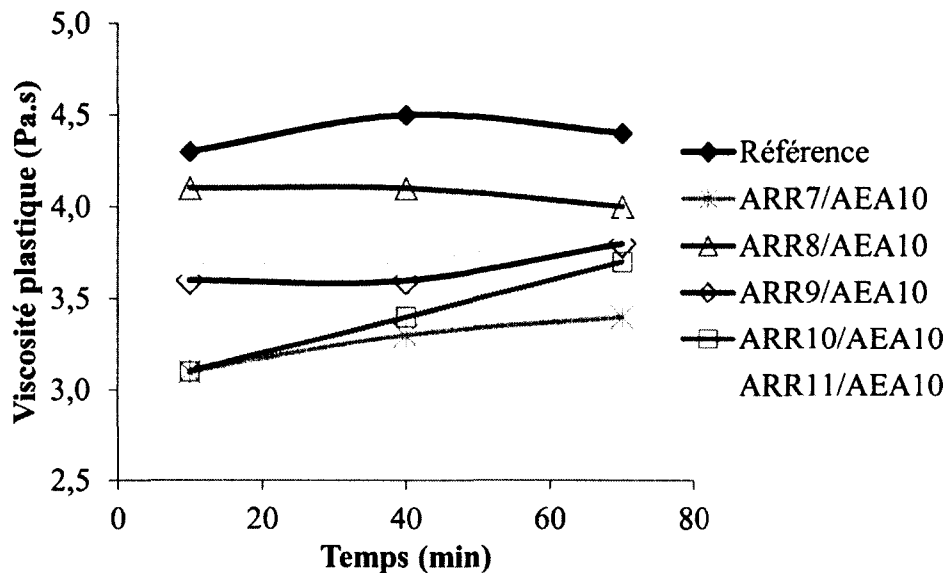


Figure 5.9 : Variation de la viscosité plastique dans le temps des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ARR7 à ARR11

La viscosité plastique de l'ARR6/AEA10 ne subit aucune variation au cours du temps. À contrario, celle de l'ARR1/AEA10 connaît une forte augmentation avec le temps et celui de l'ARR4, l'ARR5 et l'ARR10 subissent une diminution importante avec le temps. La plupart des combinaisons ARR/AEA ont un comportement visco-plastique inférieur à celui de la référence. On en déduit donc qu'il y a une interaction entre ARR/VEA.

5.1.2 Teneur en air

Le dosage en AEA de chaque combinaison ARR/AEA a été optimisé pour avoir une teneur en air initiale comprise entre 12% et 15%. La teneur en air a été suivie à 40 et 70 minutes après le contact eau/liant.

5.1.2.1 Produits existants

Le dosage en AEA des combinaisons ARR/AEA des produits existants est illustré à la figure 5.10. La variation de l'air dans le temps est montrée à la figure 5.11.

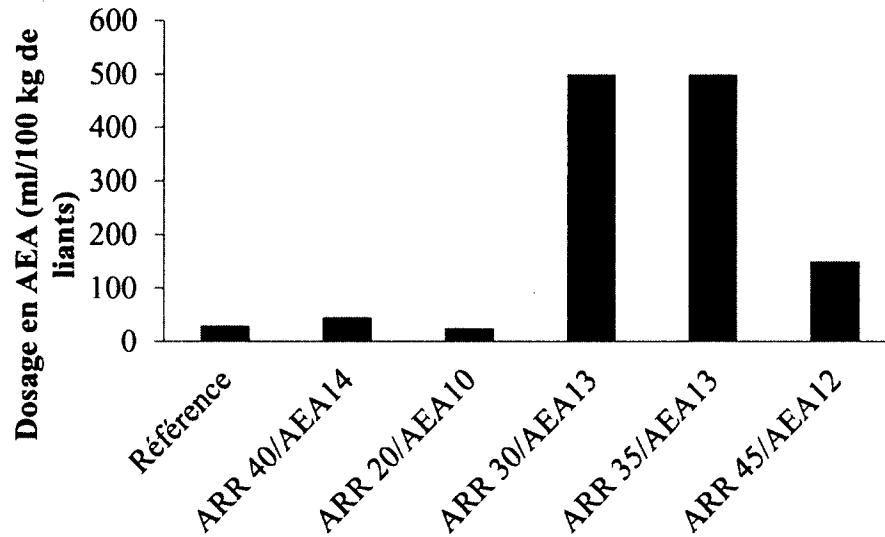


Figure 5.10 : Dosage en AEA (ml/100 kg de liant) des produits existants pour avoir une teneur en air comprise entre 12% et 15%

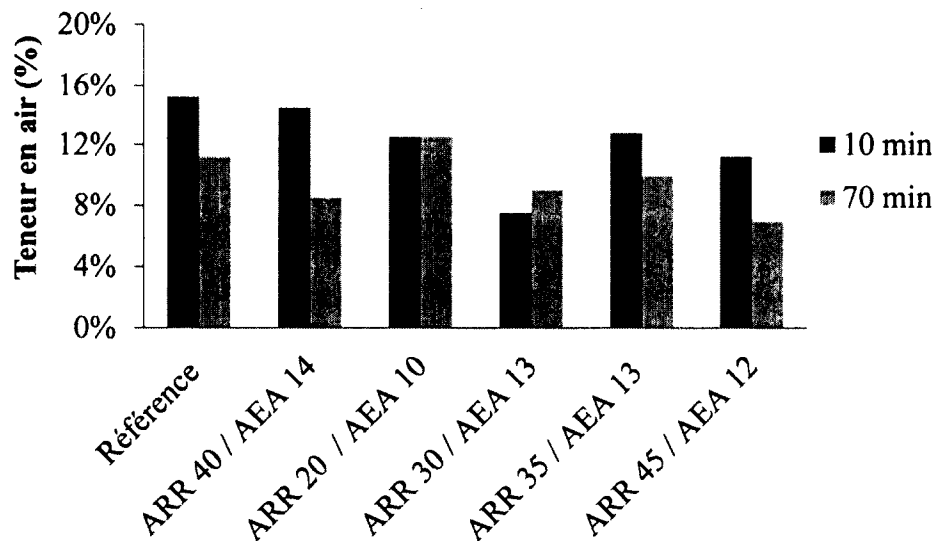


Figure 5.11 : Stabilité de l'air dans le temps des combinaisons ARR/AEA des produits existants

Le mélange de référence a un dosage en AEA10 de 30 ml/100 kg de liant (Figure 5.10). C'est un dosage faible, si l'on se réfère à la fiche technique de cet agent entraîneur d'air. Sa teneur en air initiale est de 15,5%, ce qui est légèrement au dessus de la teneur en air visée mais acceptable. En revanche, une perte de 4% d'air est observée pour le mélange de référence (Figure 5.11). Le dosage en AEA pour les combinaisons ARR30/AEA13 et ARR35/AEA13 est plus important que pour la référence (500 ml/100kg de liant) (Figure

5.10). Ce dosage correspond à 16,5 fois de celui de la référence. Ces combinaisons ont une teneur en air initiale inférieure à 12% (Figure 5.11). En ce référant à la figure 4.2 du chapitre 4, le dosage du mélange de référence en AEA13 est également 9 fois inférieures à ceux des combinaisons ARR30/AEA13 et ARR35/AEA13. Dans le temps, la teneur en air de la combinaison ARR30/AEA13 augmente de 2%. La teneur en air de la combinaison ARR35/AEA13, malgré sa faible valeur initiale, il diminue au cours du temps (2%). Ces deux produits commerciaux réagissent comme un désentraineur d'air (Figure 5.11). Dans le cas de l'ARR40/AEA14, la perte d'air dans le temps est similaire à celle du mélange de référence. C'est-à-dire qu'initialement, la teneur en air est de 15%, mais à 70 minutes après le contact eau/liant, la quantité d'air n'est que de 8,5%. Cette combinaison n'a pas une bonne stabilité dans le temps (Figure 5.11).

L'ARR20/AEA10 montre une excellente stabilité puisque la teneur en air initiale est identique à celle mesurée à 70 minutes, soit 13% (Figure 5.11). Pour ARR45/AEA12, le dosage en AEA est élevé mais pas autant que pour les combinaisons avec AEA13 (Figure 5.10). Cependant, au cours du temps, la teneur en air diminue jusqu'à 7%.

5.1.2.2 Molécules sondes

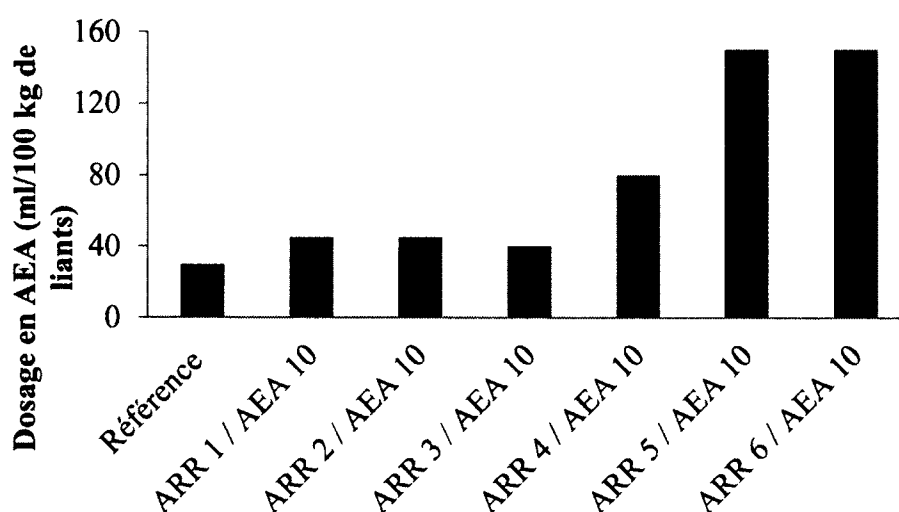


Figure 5.12 : Dosage en AEA (ml/100kg de liant) des molécules sondes ARR1 à ARR6 pour avoir une teneur en air comprise entre 12% et 15%

Les dosages en AEA et la stabilité de l'air dans le temps des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ARR1 à ARR6 sont présentés aux figures 5.12 et 5.14. Les figures 5.13 et 5.15 présentent le dosage en AEA et la stabilité de l'air dans le temps des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ARR7 à ARR11.

Les combinaisons ARR1/AEA10, ARR2/AEA1, ARR3/AEA10, ARR4/AEA10 et ARR10/AEA10 ont un dosage en AEA légèrement plus haut que celui de la référence. L'ARR5/AEA10, ARR6/AEA10, ARR7/AEA10 et ARR8/AEA10 ont un dosage en AEA10 de 150 ml/100 kg de liant (Figure 5.12 et 5.13).

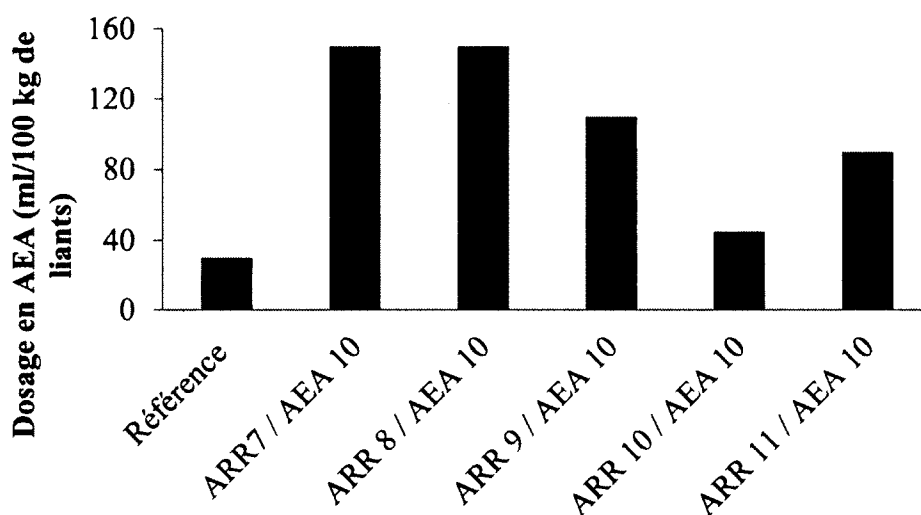


Figure 5.13 : Dosage en AEA (ml/100 kg de liant) des molécules sondes ARR7 à ARR11 pour avoir une teneur en air comprise entre 12% et 15%

La teneur en air initiale de chaque combinaison est de 12 à 15% sauf dans le cas de l'ARR8/AEA10. Cette molécule, ARR8, n'est pas compatible avec l'AEA10, tel que démontré au chapitre précédent. Le seul AEA qui permet d'avoir un minimum d'air entraîné est l'AEA11, mais le dosage est cependant largement supérieur à 1100 ml/100 kg de liant.

L'ARR7/AEA10 est la seule combinaison qui connaît un gain d'air au cours du temps. À l'inverse, les combinaisons ARR1/AEA10 à ARR5/AEA10, et ARR11/AEA11 perdent

entre 2 à 3% d'air dans le temps. Les combinaisons ARR6/AEA10 et ARR10/AEA10 montrent une perte d'air allant jusqu'à 4 % (Figure 5.14 et 5.15). La teneur en air de la combinaison ARR9/AEA10 est constante (13%) dans le temps.

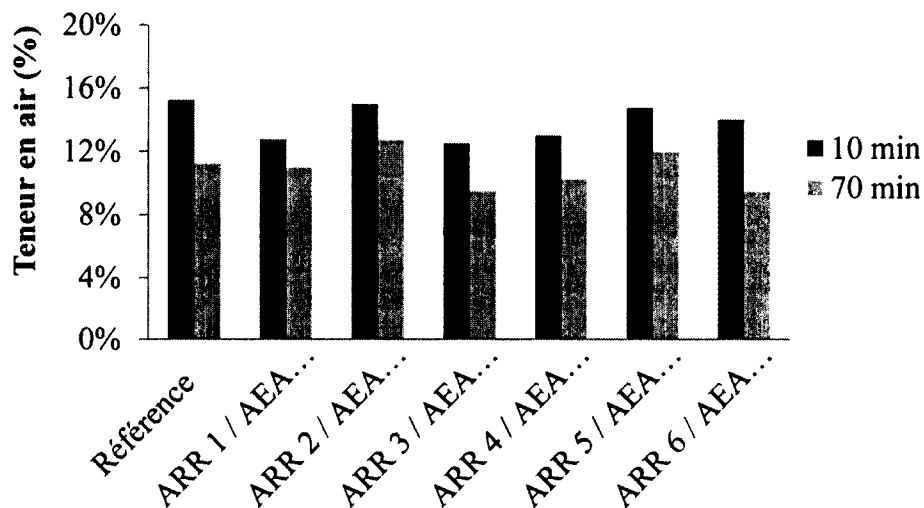


Figure 5.14 : Stabilité de l'air dans le temps des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ARR1 à ARR6

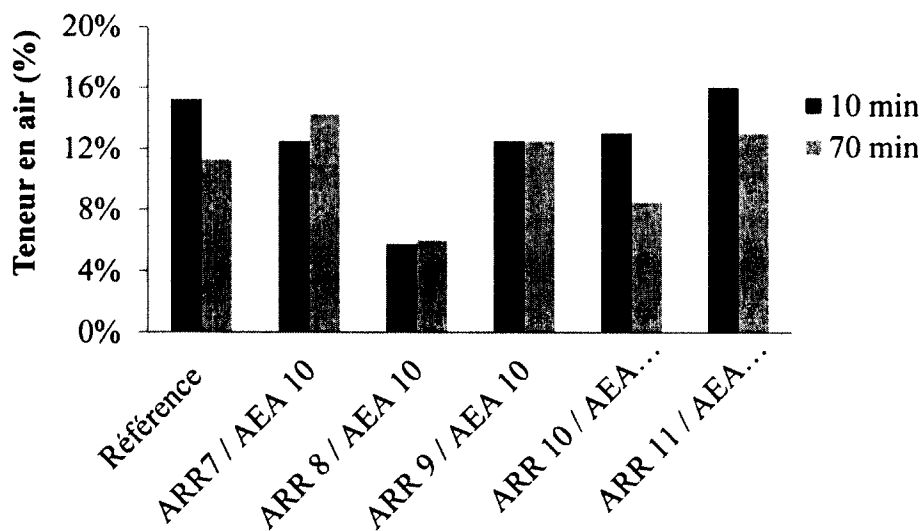


Figure 5.15 : Stabilité de l'air dans le temps des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ARR7 à ARR11

5.1.3 Résistance à la compression

La résistance à la compression des mortiers a été déterminée conformément à la norme ASTM C 109 sur des cubes de 50 mm de côté. Elle a été mesurée au démoulage (24 heures), puis à 7, 28 et 56 jours de mûrissement humide à température contrôlée.

Tableau 5.1 : Résistance en compression des combinaisons ARR/AEA des produits existants

	Résistance à la compression (MPa)			
	1 jour	7 jours	28 jours	56 jours
Référence	8,0	28,1	42,9	48,0
ARR40/AEA14	9,8	32,7	51,0	54,0
ARR20/AEA10	6,9	27,0	41,1	41,7
ARR30/AEA13	8,5	27,3	48,7	51,7
ARR35/AEA10	7,6	25,8	40,9	47,5
ARR45/AEA12	9,8	32,4	45,3	53,2

Tableau 5.2 : Résistance en compression des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes

	Résistance à la compression (MPa)			
	1 jour	7 jours	28 jours	56 jours
Référence	8,0	28,1	42,9	48,0
ARR1/AE1A0	7,0	27,8	44,0	45,4
ARR2/AEA10	8,0	26,4	39,1	43,5
ARR3/AEA10	8,9	29,4	43,8	52,7
ARR4/AEA10	7,5	29,1	43,8	48,2
ARR5/AEA10	7,6	28,8	42,1	44,7
ARR6/AEA10	7,3	28,6	40,1	45,7
ARR7/AEA10	7,3	23,7	33,7	38,6
ARR8/AEA10	10,1	33,3	46,8	61,6
ARR9/AEA10	5,5	25,1	37,1	34,7
ARR10/AEA10	5,7	29,6	50,0	46,0
ARR11/AEA10	7,3	28,7	42,4	46,6

Les tableaux 5.1 et 5.2 présentent les valeurs moyennes de la résistance à la compression pour chaque combinaison. Les figures 5.16, 5.17 et 5.18 présentent les résistances à la compression en pourcentage par rapport au mélange de référence, des produits existants, des molécules sondes ARR1 à ARR6 et des molécules sondes ARR7 à ARR11.

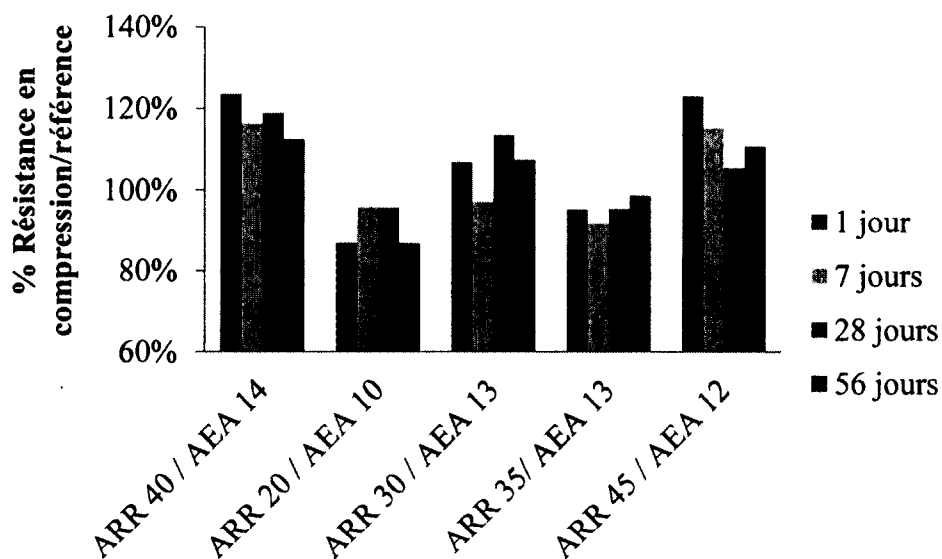


Figure 5.16 : Résistance en compression des combinaisons des produits existants exprimés en pourcentage par rapport à la référence

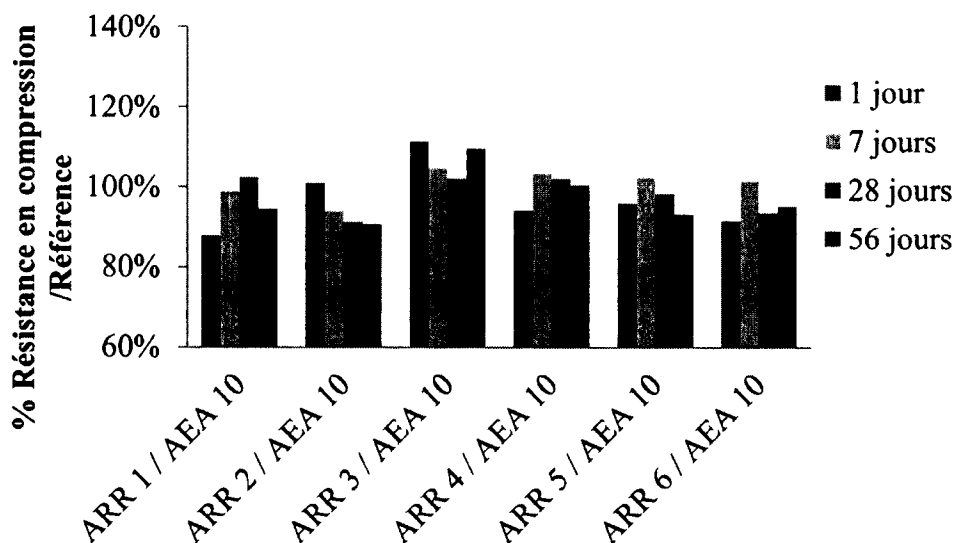


Figure 5.17 : Résistance en compression des combinaisons des molécules sondes ARR1 à ARR6 exprimées en pourcentage par rapport à la référence

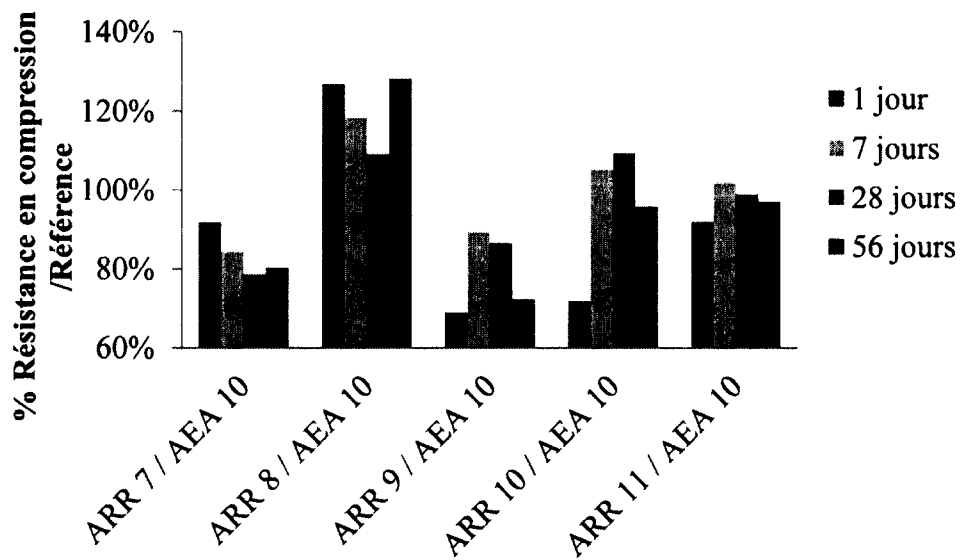


Figure 5.18 : Résistance en compression des combinaisons des molécules sondes ARR1 à ARR6 exprimées en pourcentage par rapport à la référence

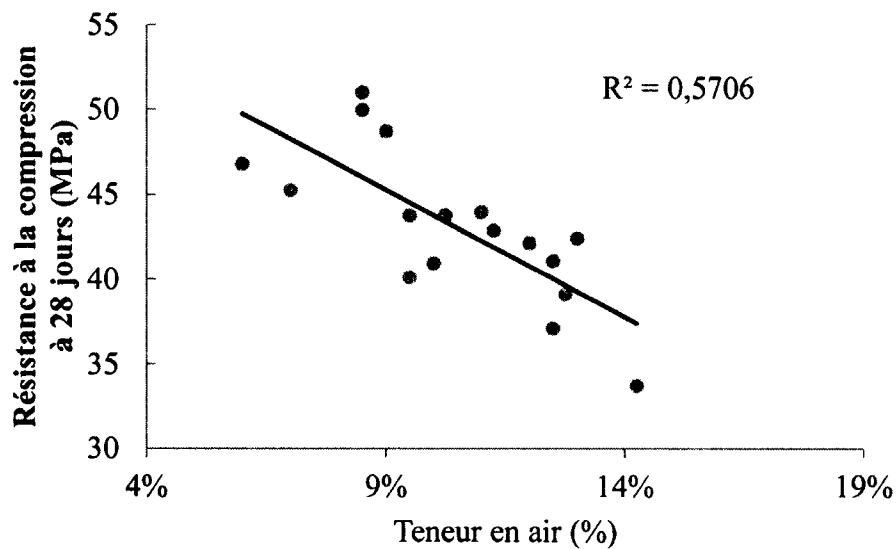


Figure 5.19 : Influence de la teneur en air à 70 minutes (%) sur la résistance en compression à 28 jours (MPa)

La figure 5.19 illustre l'influence de la teneur en air (à 70 minutes) sur la résistance en compression à 28 jours. Le choix de la teneur en air à 70 minutes est le plus représentatif de la teneur en air au moment de l'échantillonnage.

Pour les produits existants, les résistances à la compression les plus élevées ont été obtenues avec les combinaisons ARR40/AEA10 et ARR45/AEA12. La combinaison ARR20/AEA10 a une résistance relativement faible (Figure 5.16). Parmi les molécules sondes, les combinaisons ARR9/AEA10 et ARR7/AEA10 possèdent une résistance à la compression plus faible, mais une teneur en air à 70 minutes de 12,5% et de 14,3% respectivement. La figure 5.19 permet d'expliquer les différences de résistances en compression par une différence de volume d'air. En effet, lorsque la teneur en air augmente, cela fait diminuer la résistance en compression.

5.1.4 Retrait endogène

Le retrait endogène a été mesuré à l'aide d'extensomètres à corde vibrante noyée dans le mortier. La mesure a été faite jusqu'à 14 jours après le contact eau/liant. La procédure de mesure et les conditions de murissement ont été expliquées dans le chapitre 3. Les figures 5.20, 5.21 et 5.22 présentent les courbes de retrait endogène des produits existants, des molécules sondes ARR1 à ARR6 et des molécules sondes ARR7 à ARR11. Pour toutes les combinaisons, on mesure une expansion initiale, dont l'intensité varie d'une combinaison à l'autre (Figure 5.20, 5.21 et 5.22).

Pour les combinaisons ARR35/AEA13 et ARR45/AEA12, la pente de leur courbe de retrait endogène est plus faible que celui de la référence (Figure 5.20). De plus leurs pics d'expansions initiaux sont inférieurs à celui de la référence. L'ARR30/AEA13 et l'ARR20/AEA10 ont des pics initiaux plus importants que la référence et les autres produits commerciaux. La pente des deux courbes est plus faible que celui de la référence. L'ARR45/AEA14 a une pente similaire à celui de la référence et son pic d'expansion initial est inférieur à ce dernier.

Les courbes des combinaisons ARR7/AEA10 et ARR8/AEA10 ont des pentes plus importantes que celui de la référence (Figures 21 et 22). Pour les autres combinaisons, la pente est plus faible que celui du témoin. Parmi les combinaisons ayant une faible pente, l'ARR10 a une pente quasiment nulle. On pourrait dire que sa courbe se comporte de

manière asymptotique autour de la déformation moyenne de 100 $\mu\text{m}/\text{m}$ après son pic initial (125 $\mu\text{m}/\text{m}$). L'ARR9/AEA10 et ARR11/AEA10 ont des pentes similaires, mais pour l'ARR11 son pic d'expansion n'est que de 61 $\mu\text{m}/\text{m}$ et celui de l'ARR9 est de 131 $\mu\text{m}/\text{m}$ (2 fois celui de l'ARR11). Dans le cas de l'ARR9/AEA10 et ARR10/AEA10, l'expansion initiale atteint 130 $\mu\text{m}/\text{m}$ environ, ce qui contribue à diminuer le retrait endogène puisqu'à 14 jours après le contact eau/liant, les mortiers sont encore en expansion (Figure 5.20). La combinaison ARR1/AEA10 a le pic d'expansion initial le plus faible (16 $\mu\text{m}/\text{m}$). De plus durant le premier jour de mesure, l'ARR1 connaît un retrait endogène important, contrairement à la référence et aux autres molécules sondes. Après 6 jours de mesure, l'ARR1 et la référence ont les mêmes tendances (pentes similaires et différence de déformation entre les deux d'environ 10 $\mu\text{m}/\text{m}$).

Les figures 5.23 à 5.25 présentent la déformation à 14 jours des combinaisons ARR/AEA des produits existants, des molécules sondes ARR1 à ARR11. La déformation endogène est exprimée en pourcentage de la déformation endogène du mortier de référence. Parmi les produits existants, la combinaison ayant produit le moins de retrait endogène est l'ARR30/AEA13, mais sa teneur en air est relativement faible (6%). La combinaison ARR20/AEA10 a produit moins de retrait que la référence (Figure 5.23). Elle est les deuxièmes combinaisons ayant produit le moins de retrait. Le comportement de la courbe de retrait endogène de l'ARR40/AEA14 est quasiment similaire à celui de la référence (Figure 5.20).

Les combinaisons ARR9/AEA10, ARR10/AEA10 et ARR11/AEA10 sont les plus performantes au retrait endogène (Figure 5.24). La combinaison ARR7/AEA10 a un retrait endogène plus important que celui de la référence. Les molécules ARR1 à ARR6 ont un pourcentage de déformation par rapport à la référence comprise entre 60% et 80% (Figure 5.23). Parmi eux, l'ARR5/AEA10 est la combinaison qui a le pourcentage le plus faible. Les combinaisons ARR9/AEA10 et ARR10/AEA10 connaissent des valeurs de pics d'expansions initiales plus importantes que pour les autres combinaisons. Ces pics pourraient être à l'origine de leurs bonnes performances à limiter le retrait endogène.

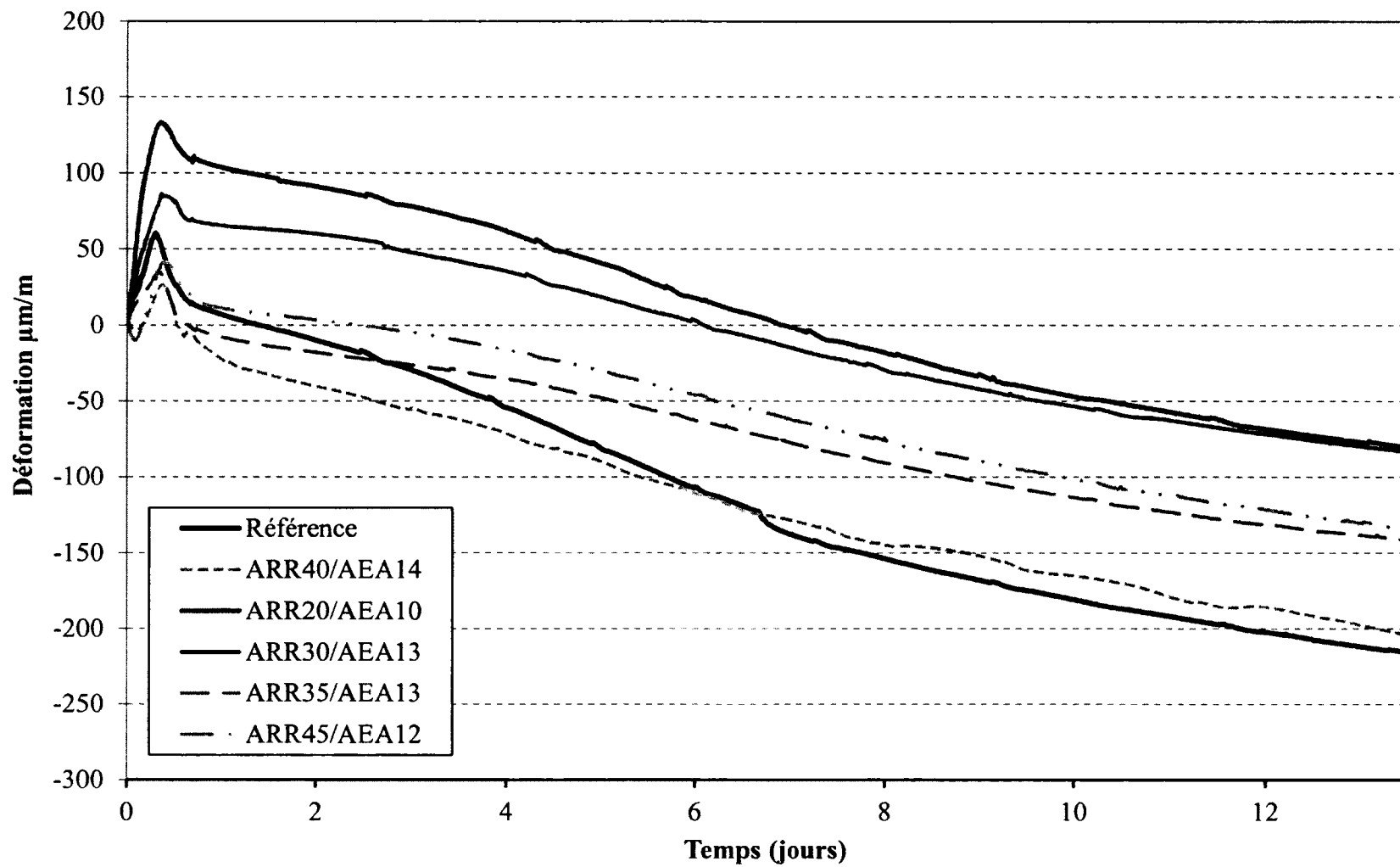


Figure 5.20 : Courbe du retrait endogène des combinaisons ARR/AEA des produits existants

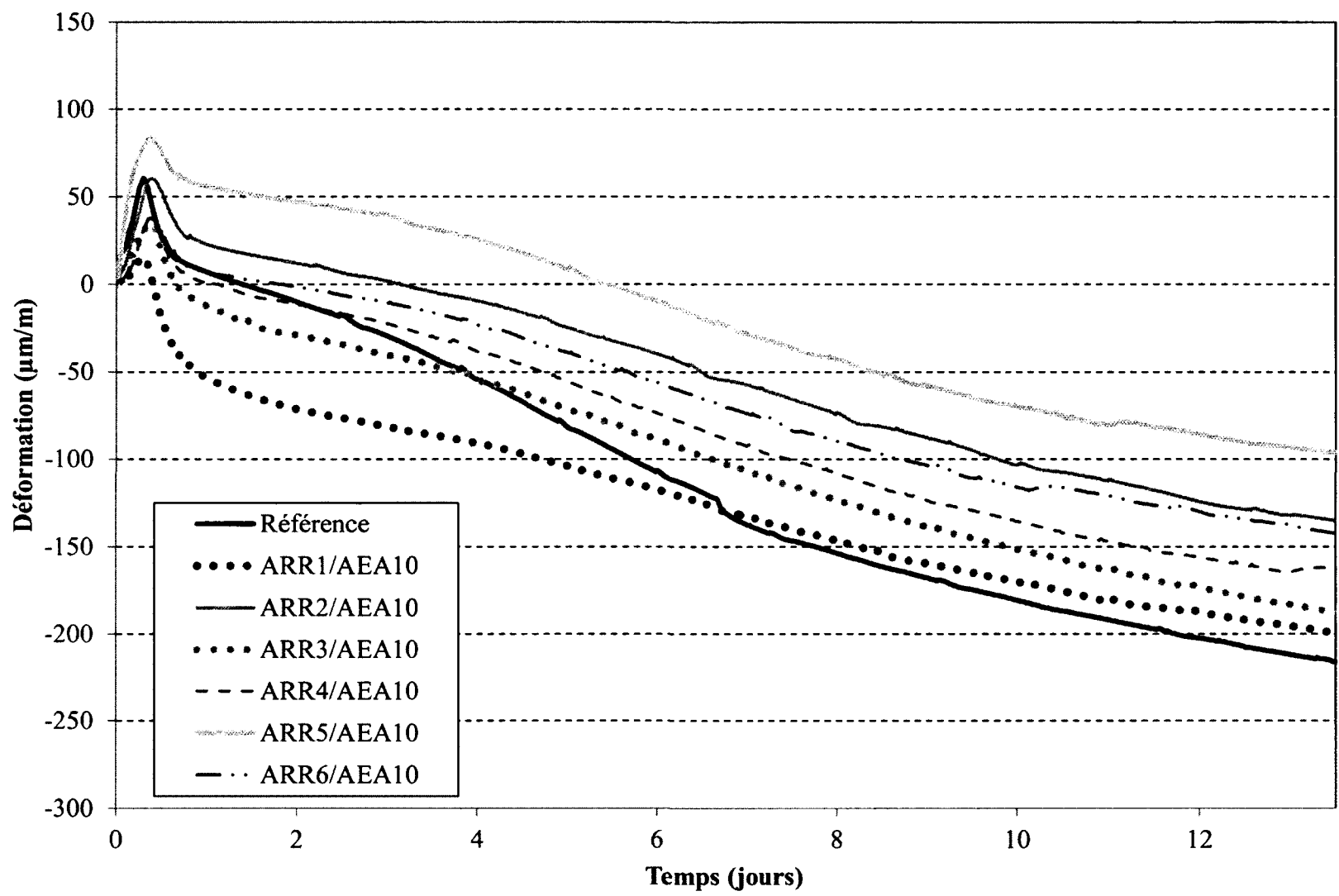


Figure 5.21 : Courbe du retrait endogène des combinaisons ARR/AEA des molécules sonde ARR1 à ARR6

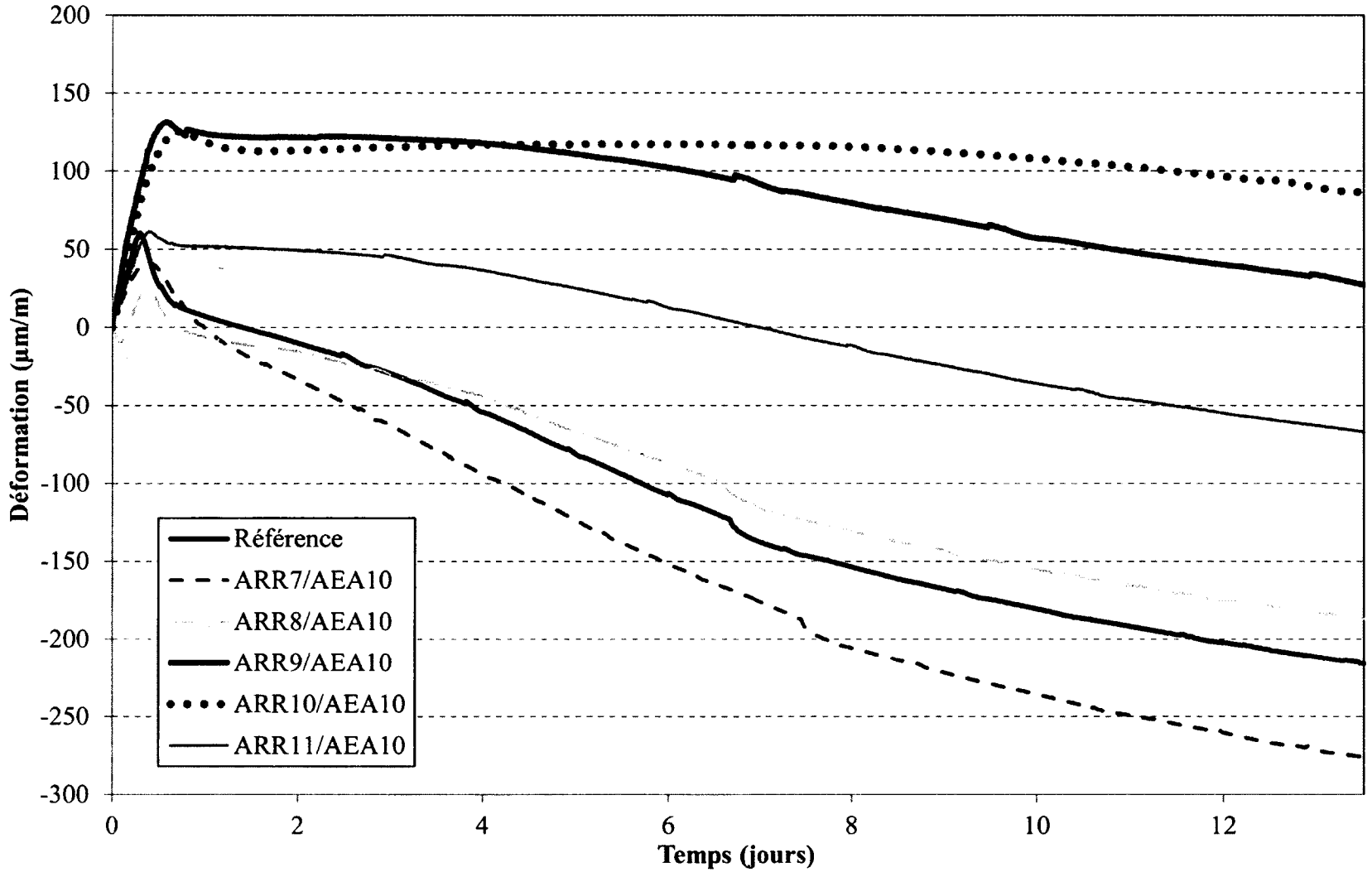


Figure 5.22 : Courbe du retrait endogène des combinaisons ARR/AEA des molécules sonde ARR7 à ARR11

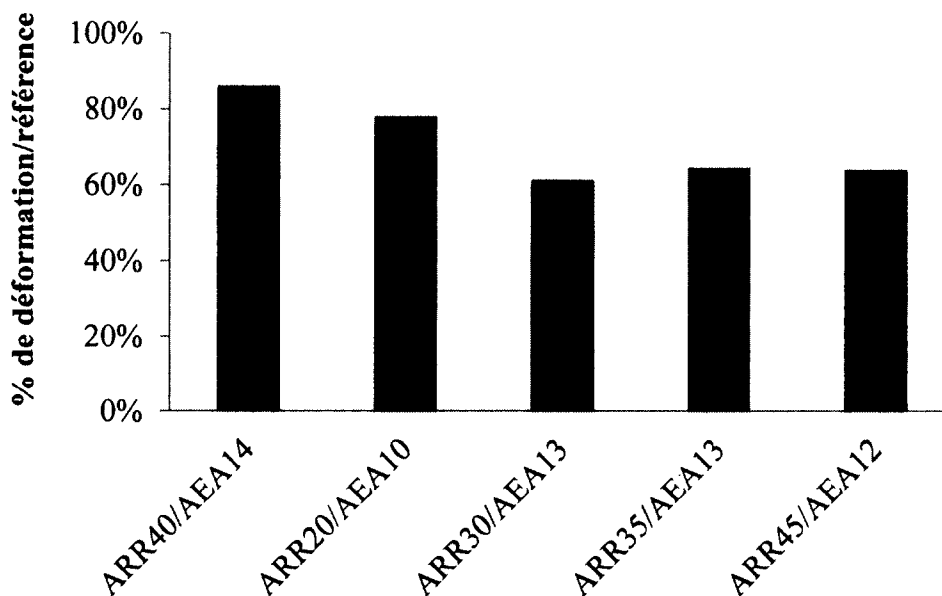


Figure 5.23 : Déformation endogène à 14 jours des combinaisons ARR/AEA des produits existants exprimées en pourcentage par rapport à la référence

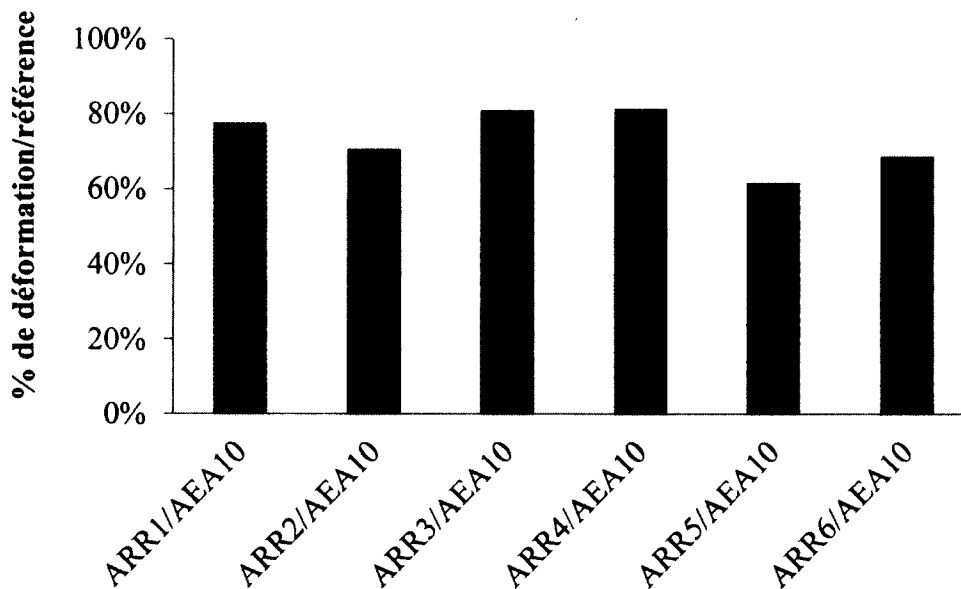


Figure 5.24 : Déformation endogène à 14 jours des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ARR1 à ARR6 exprimées en pourcentage par rapport à la référence

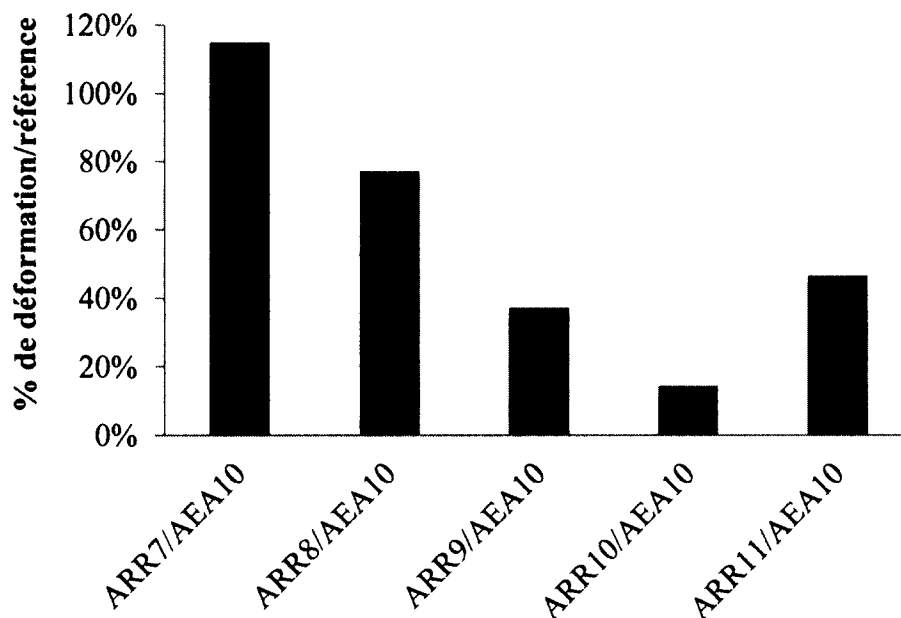


Figure 5.25 : Déformation endogène à 14 jours des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ARR1 à ARR6 exprimées en pourcentage par rapport à la référence

5.1.5 Retrait de séchage

La mesure du retrait de séchage est faite à partir des mêmes cordes vibrantes utilisées pour le retrait endogène. Le début du séchage est à 14 jours après le contact eau/liant. Les figures 5.25 à 5.27 présentent les courbes du retrait de séchage des produits existants, des molécules sondes ARR1 à ARR11. Comme le montre les figures 5.25, 5.26 et 5.27, les mesures du retrait de séchage sont toujours en cours au moment d'écrire ce mémoire. Néanmoins, la performance de chaque combinaison est clairement observable.

Comme expliqué dans le chapitre 3, paragraphe 3.2.2, le retrait de séchage débute au 14^{ème} jour après le contact eau-liant. Pour cela, on enlève les couches qui isolaient la poutre de l'environnement extérieur, et le début du retrait de séchage est mesuré. Cet instant est noté pour déterminer le début du retrait de séchage et ainsi apporter des corrections sur les courbes pour obtenir les courbes du retrait de séchage comme le montre les figures 5.25, 5.26 et 5.27. Le temps noté correspond à la mesure 0 $\mu\text{m}/\text{m}$ au temps 0 pour le retrait de séchage. Par la suite de simples soustractions sont faites pour avoir la valeur de déformation du retrait de séchage en fonction du temps.

Parmi les produits existants, la combinaison ARR35/AEA13 montre une bonne performance au retrait de séchage. Cependant, tenant compte des résultats de la figure 5.11, cette combinaison ne permet pas un entrainement d'air satisfaisant (Figure 5.25). La combinaison ARR20/AEA10 est la deuxième meilleure combinaison du point de vue du retrait au séchage.

Dans le cas des molécules sondes, les combinaisons ARR5/AEA10, ARR6/AEA10, ARR8/AEA10 et ARR9/AEA10 sont les plus performantes (Retrait de séchage faible). Il faut rappeler qu'il n'a pas été possible d'entraîner de l'air pour la combinaison ARR8/AEA10. L'évolution du retrait de séchage des produits existants, des molécules sondes ARR1 à ARR6 et des molécules sondes ARR7 à ARR11 est présentée aux figures 5.28, à 5.30. Le retrait de séchage de chaque combinaison ARR/AEA est calculé à 1, 7, 12 et 20 semaines. Il est exprimé en pourcentage du retrait de séchage du mortier de référence.

La figure 5.28 montre que la combinaison ARR30/AEA13 a un pourcentage de retrait de séchage le plus faible à 20 semaines (66%). Dans le cas opposé, l'ARR40/AEA12 présente le pourcentage le plus élevé, 94%. Parmi les combinaisons des molécules sondes, l'ARR1/AEA10 est la pire des combinaisons (Figure 5.29). À 20 semaines de retrait de séchage, ARR1/AEA10 a subi 111% de retrait de séchage. La combinaison ayant subi le moins de retrait de séchage est l'ARR9/AEA10 (58%) (Figure 5.30).

En observant l'évolution des combinaisons ARR/AEA dans le temps, l'efficacité de certaines combinaisons semble varier. L'ARR20/AEA10 subit un retrait moins important avec le temps (Figure 5.28). À 1 semaine, l'ARR20/AEA10 produit 82% de retrait de séchage et à 20 semaines 76%. Dans le cas de l'ARR45/AEA12, le pourcentage de retrait de séchage augmente avec le temps : à 1 semaine, 67% de retrait de séchage est observé, tandis qu'à 20 semaines, celle-ci a 78%. La combinaison ARR30/AEA13 montre une particularité. En effet, la pente de sa courbe de retrait de séchage est parallèle à celui de la référence. De plus son retrait reste toujours en moyenne à 65% de celui de la référence (Figure 5.28).

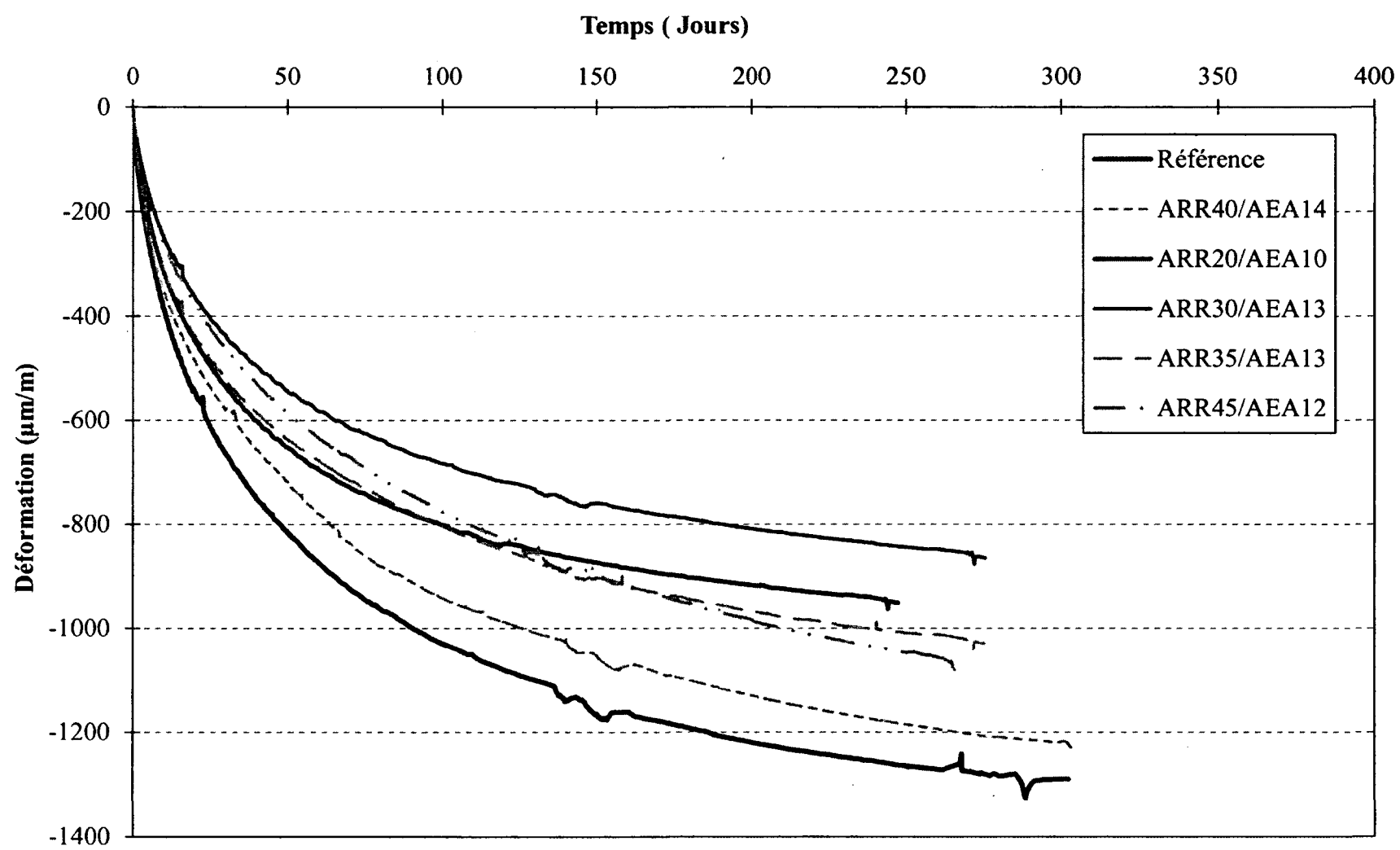


Figure 5.26 : Courbe de retrait de séchage des combinaisons ARR/AEA des produits existants

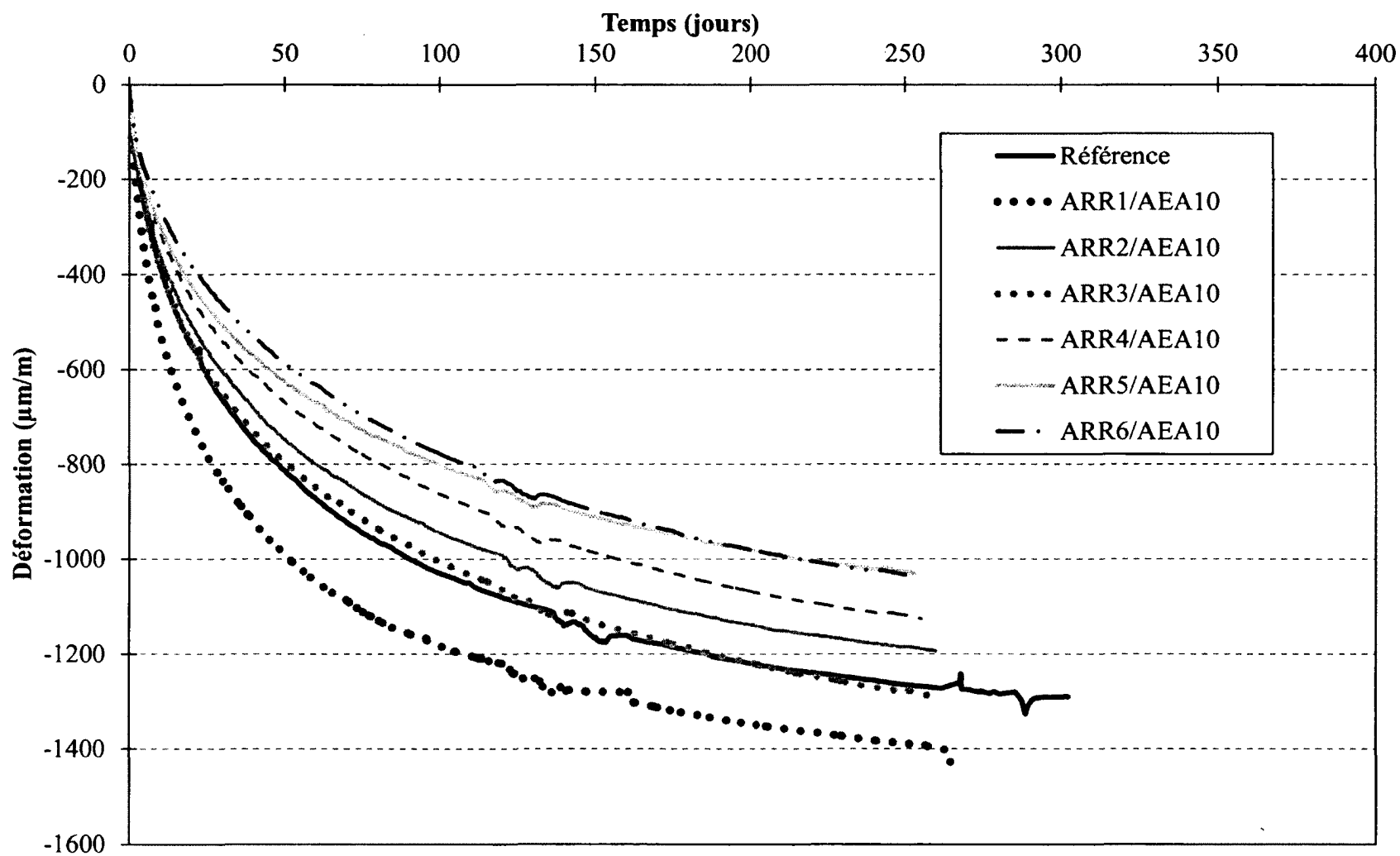


Figure 5.27 : Courbe de retrait de séchage des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ARR1 à ARR6

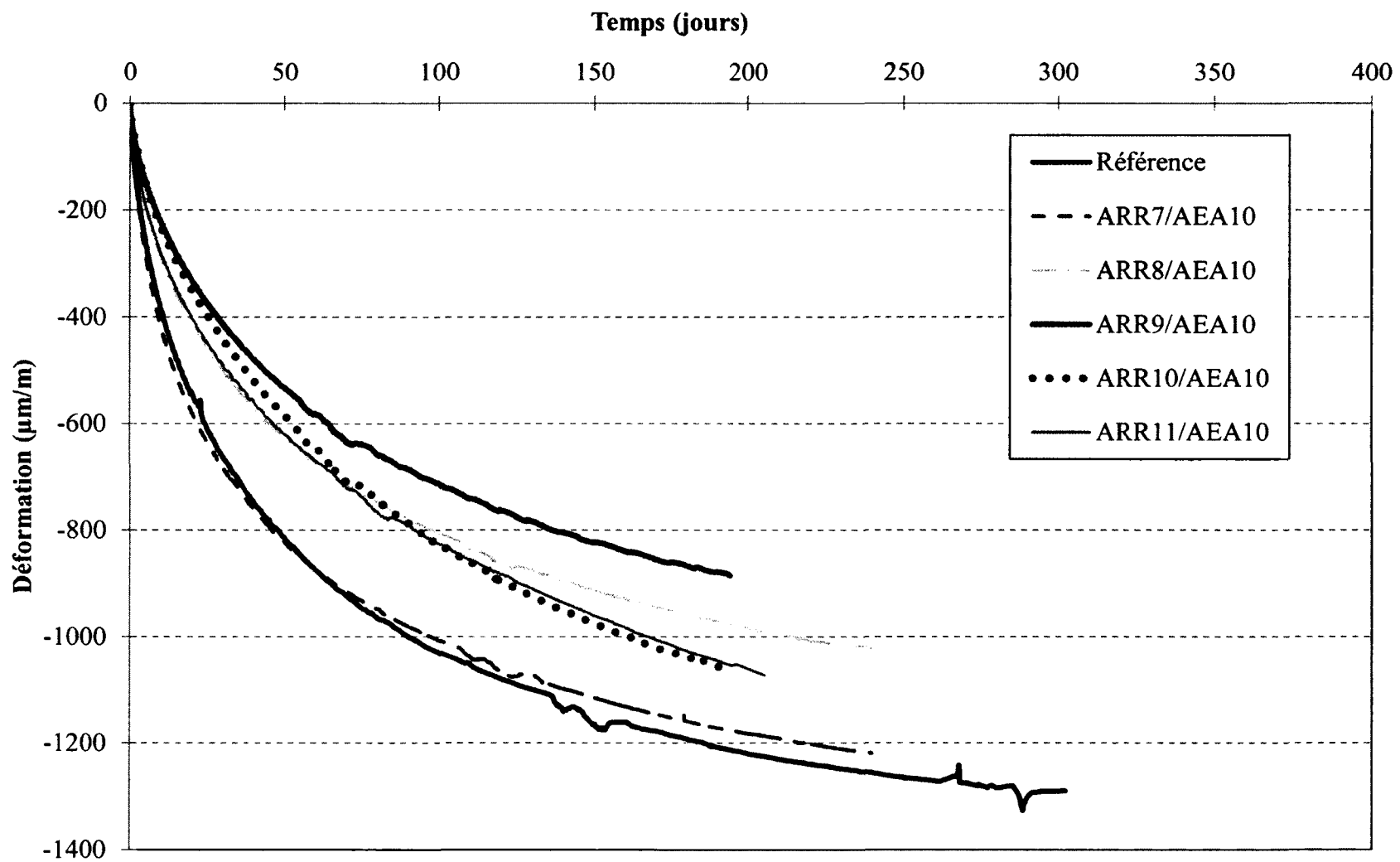


Figure 5.28 : Courbe de retrait de séchage des combinaisons ARR/AEA des molécules sondes ARR7 à ARR11

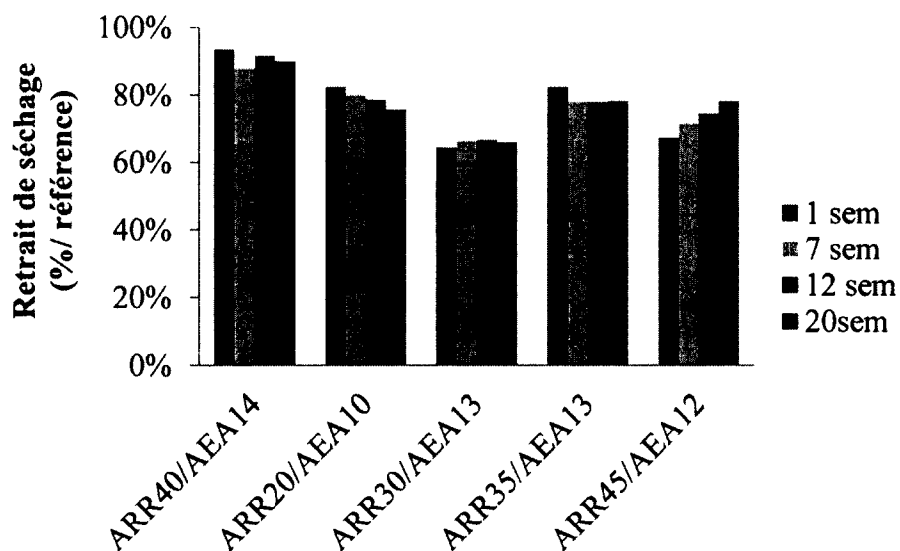


Figure 5.29 : Pourcentage de la déformation au retrait de séchage des combinaisons des produits existants en fonction du temps (1, 7, 12 et 20 semaines)

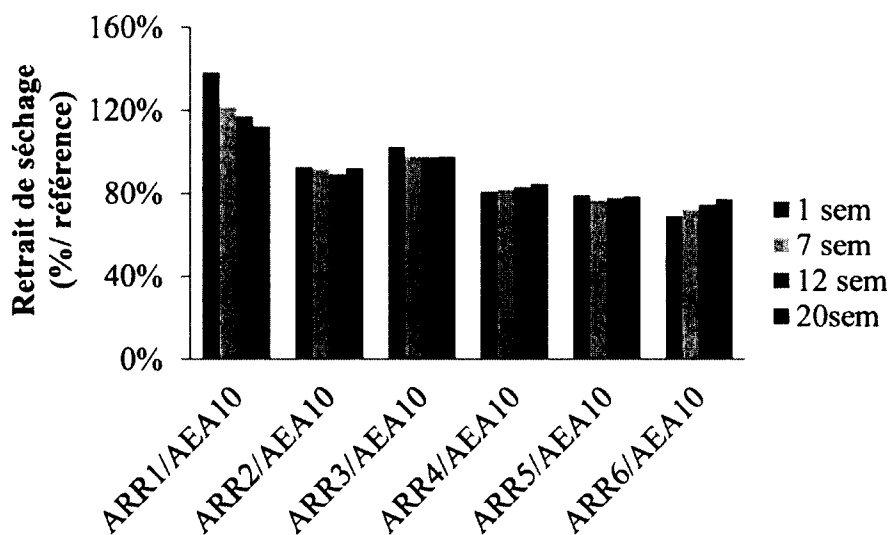


Figure 5.30 : Pourcentage de la déformation au retrait de séchage des combinaisons des molécules sondes (ARR1 à ARR6) en fonction du temps (1, 7, 12 et 20 semaines)

Parmi les molécules sondes, les combinaisons ARR/AEA qui améliorent leur efficacité au cours du temps sont : ARR1/AEA10, ARR7/AEA10. Dans le cas contraire, les combinaisons qui connaissent une augmentation de leur pourcentage de retrait dans le temps sont : ARR6/AEA10, ARR9/AEA10, ARR10/AEA10, ARR11/AEA10 (Figures

5.29 et 5.30). En revanche les molécules ARR2/AEA10, ARR4/AEA10, ARR5/AEA10 et ARR8/AEA10 ne produisent pas de variation du retrait de séchage dans le temps.

En résumé, pour ARR20/AEA10, ARR1/AEA10, ARR7/AEA10, le temps de séchage améliore l'efficacité de ces combinaisons. Pour d'autres le temps n'a pas d'influence sur leur pourcentage de retrait. Les combinaisons ARR6/AEA10, ARR9/AEA10, ARR10/AEA10, ARR11/AEA10 et ARR45/AEA12 montrent une dégradation du pourcentage de retrait de séchage dans le temps. C'est-à-dire que le pourcentage de retrait de séchage augmente avec le temps.

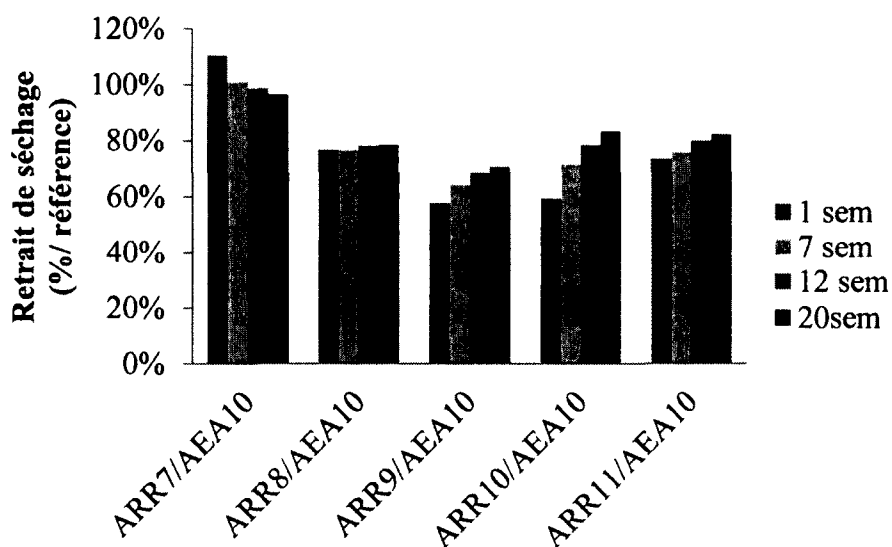


Figure 5.31 : Pourcentage de la déformation au retrait de séchage des combinaisons des molécules sondes (ARR7 à ARR11) en fonction du temps (1, 7, 12 et 20 semaines) par rapport à témoin

5.2 Discussion des résultats

5.2.1 Fluidité et propriétés rhéologiques

Il a été démontré dans la littérature que la maniabilité d'un mélange est liée à son seuil de cisaillement. Les combinaisons ARR20/AEA10 et ARR45/AEA12 subissent une perte de maniabilité moins importante que les autres combinaisons (Figure 5.1).

Les combinaisons ARR2/AEA10 et ARR9/AEA10 ont un seuil de cisaillement faible, ce qui entraîne une faible perte de maniabilité (Figure 5.4, 5.5, 5.6 et 5.7). Les combinaisons ARR5/AEA10, ARR4/AEA10, ARR8/AEA10 et ARR7/AEA10 perdent rapidement en maniabilité, ce qui se traduit par une augmentation de la variation seuil de cisaillement. En outre pour les autres combinaisons, la variation de leur seuil de cisaillement et leurs pertes de maniabilité sont plus faibles. On peut donc dire que pour un seuil de cisaillement faible, la perte de maniabilité sera faible, et le mélange gardera sa fluidité au cours du temps. L'ajout d'ARR influence la perte de maniabilité et la variation du seuil au cours du temps.

De plus, la présence d'ARR influence la viscosité plastique du mélange. En effet, en présence d'ARR, le mélange voit sa viscosité plastique diminuée, sauf dans le cas de l'ARR4 qui connaît une augmentation de sa viscosité à 70 minutes.

5.2.2 Teneur en air et résistance à la compression

Le dosage de chaque combinaison a été optimisé afin d'obtenir une teneur en air initiale de 12 à 15%. La teneur en air des combinaisons ARR20/AEA10 et ARR9/AEA10 est stable dans le temps (Figures 5.11 et 5.15). Pour certaines combinaisons, l'entraînement de l'air est impossible, comme pour ARR30/AEA12 et ARR8/AEA10 (Figures 5.11 et 5.15). Les produits ARR30 et ARR8 montrent des propriétés hydrophobes. Ils ont l'effet d'un désentraineur d'air. Les ARR40/AEA14 et ARR45/AEA12 ont les meilleures résistances à la compression parmi les produits existants. Ces résultats peuvent s'expliquer par une faible teneur en air (12%) (Figure 5.11). Les résultats indiquent que les résistances à la compression les plus faibles sont obtenues avec les combinaisons ARR/AEA ayant une bonne stabilité de l'air dans le temps (ARR20/AE10, ARR7/AEA10 et ARR9/AEA10). Leur résistance était plus faible en raison du plus grand volume d'air subsistant après 70 minutes. Selon [Kumar et al., 2003], les pores capillaires et les plus gros pores sont responsables de la réduction de la résistance en compression. Les plus gros pores peuvent résulter de l'entraînement de l'air et d'un compactage inadéquat. Dans le cas des bétons autoplaçants, les macropores sont principalement constitués de bulles d'air entraîné.

5.2.3 Retrait endogène – Pic d’expansion initial

Toutes les combinaisons ARR/AEA montrent un pic d’expansion à jeune âge. Selon [Sant et coll., 2011], cette expansion initiale serait causée par l’amplification de la sursaturation en portlandite et sa cristallisation.

[Maltese et coll., 2004] ont caractérisé cette expansion initiale par les technique de ESEM-FEG (Environmental scanning electron microscopy-field emission gun), de thermogravimétrie et de diffraction aux rayons X. Les figures 5.32 et 5.33 montrent des images de leurs recherches obtenues à partir du ESEM-FEG.

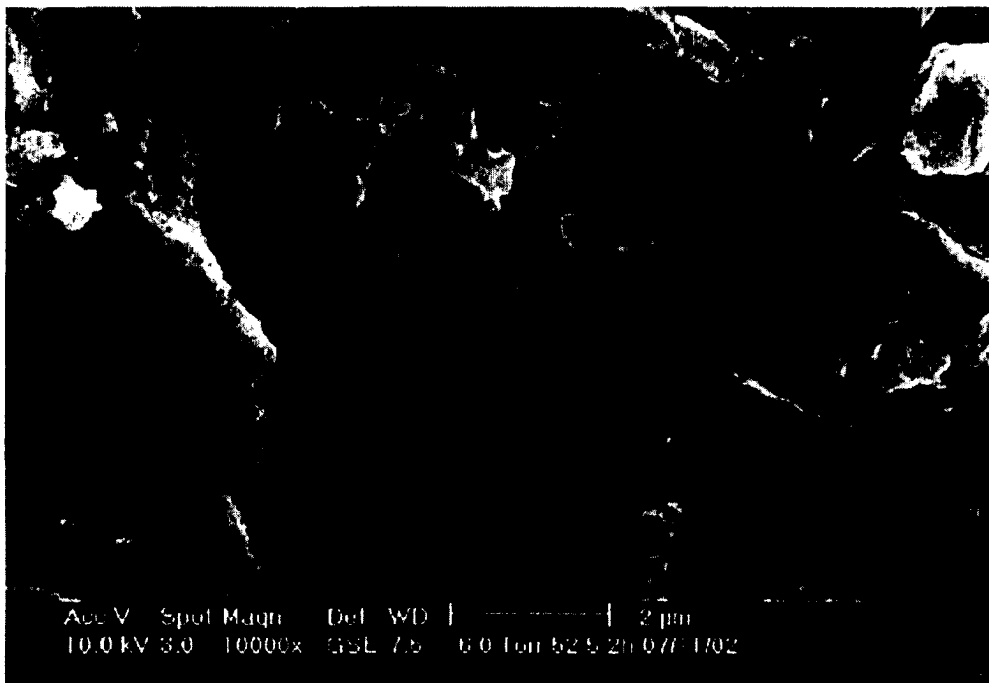


Figure 5.32 : ESEM-FEG (Environmental scanning electron microscopy-field emission gun) de pâte de ciment (0%ARR) après 2h de murissement [Maltese et coll., 2004].

Des aiguilles prismatiques sont présentes dans le mélange contenant 3% d’ARR. Selon leurs analyses par DRX, ces prismes bien formés pourraient être des cristaux d’ettringite ou, plus probablement, de la chaux hydratée du fait que cette formation cristalline a été plus prononcée lorsqu’un agent expansif et un ARR étaient utilisés.

Le pic d'expansion pourrait influencer la performance des molécules sondes face au retrait endogène. Les valeurs du retrait endogène à 14 jours ont été déterminées à partir de $t = 0$ (t étant le temps). La figure 5.34 montre que l'expansion initiale a un effet sur le retrait endogène à 14 jours. Plus l'expansion initiale est importante, plus le retrait endogène à 14 jours est faible.

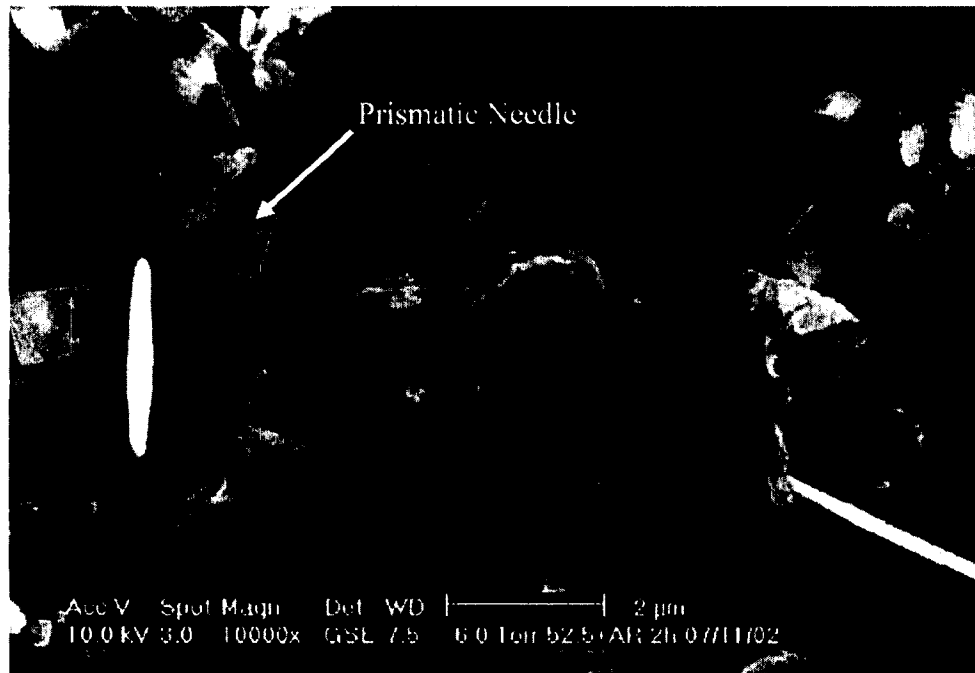


Figure 5.33 : ESEM-FEG (Environmental scanning electron microscopy-field emission gun) de pâte de ciment (3%ARR) après 2h de murissement [Maltese et coll., 2004].

L'étude de la corrélation entre la tension de surface spécifique, de l'intensité de l'expansion initiale et du retrait endogène montre que les ARR ayant une tension de surface faible tendent à produire une expansion initiale plus faible (Figures 5.34, 5.35 et 5.36). La figure 5.36 montre que la tension de surface influence le retrait endogène à 14 jours.

Il est supposé que d'autres paramètres influencent la performance des molécules au retrait endogène. D'autres essais, tel que le MBE (Microscope Électronique à Balayage) et la

DRX (Diffraction aux rayons X) à jeune âge (24h après le contact eau/liant), sont nécessaires afin de pouvoir les déterminer.

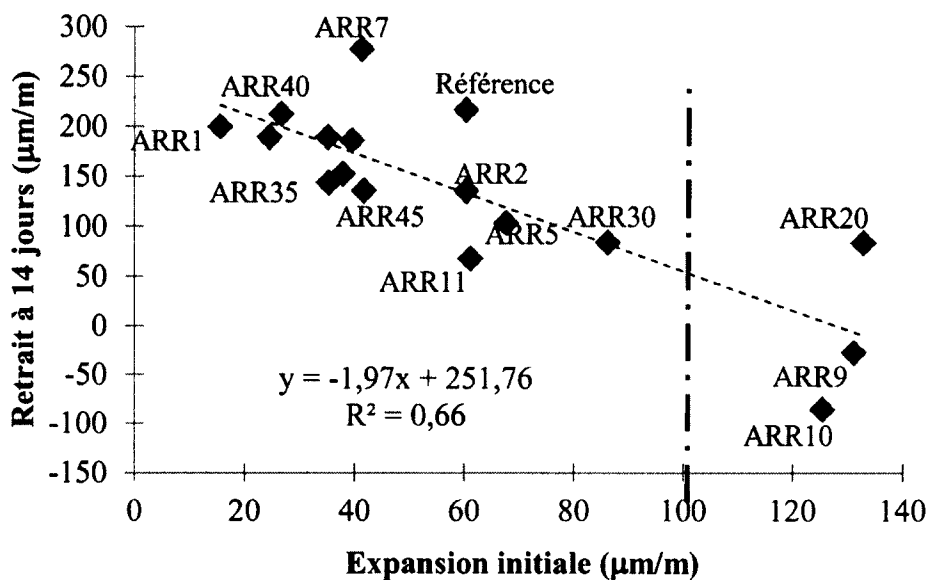


Figure 5.34 : Retrait endogène à 14 jours (µm/m) en fonction de l'expansion initiale (µm/m)

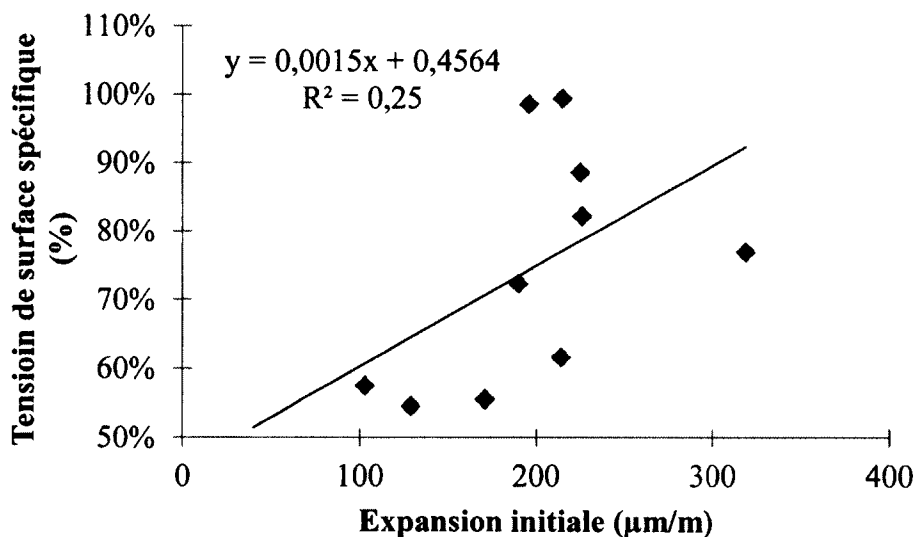


Figure 5.35 : Tension de surface spécifique des molécules (%) en fonction de l'expansion initiale (µm/m)

Parmi les molécules sondes, les combinaisons ARR9/AEA10, ARR10/AEA10 et ARR11/AEA10 ont de bonnes performances au retrait endogène, c'est-à-dire que ces

molécules subissent moins de retrait endogène. Les ARR20/AEA10 et ARR35/AEA13 sont les deux meilleures combinaisons des produits existants pour le retrait endogène, puisque à 14 jours, leurs déformations sont les plus faibles.

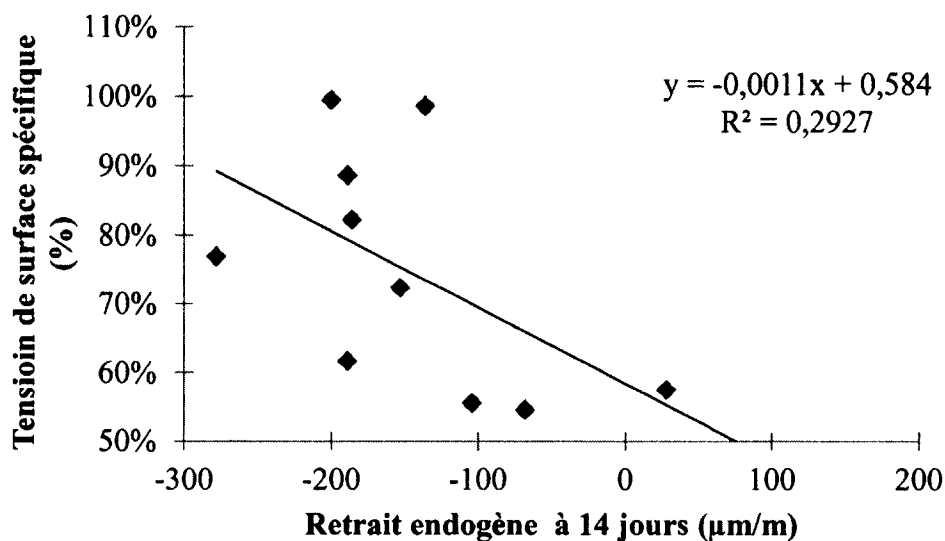


Figure 5.36 : Tension de surface spécifique (%) en fonction du retrait endogène à 14 jours (μm/m)

5.2.4 Influence de la tension de surface sur le retrait de séchage

Beaucoup de recherches ont indiqué que le retrait de séchage des matériaux cimentaires est causé par une force compressive résultant de la tension de surface des pores capillaires [Tomita, 1992, Chujo et coll., 1969].

Selon [Chujo et coll., 1969], dans une pâte de ciment durci, si un agent organique est capable d'abaisser la tension superficielle de l'eau, alors la force compressive exercée sur les pores capillaire sera diminuée et donc une réduction du retrait de séchage sera possible.

Les figures 5.37 et 5.38 présentent le retrait de séchage relatif à 1 et 20 semaines, en fonction de la tension de surface spécifique (par rapport à l'eau) de chaque molécule

sonde. Les résultats montrent que plus la tension de surface spécifique est faible, plus le retrait de séchage diminue (Figure 5.37 et 5.38). L'hypothèse de [Chujo et coll., 1969] semble être vérifiée pour les molécules testées.

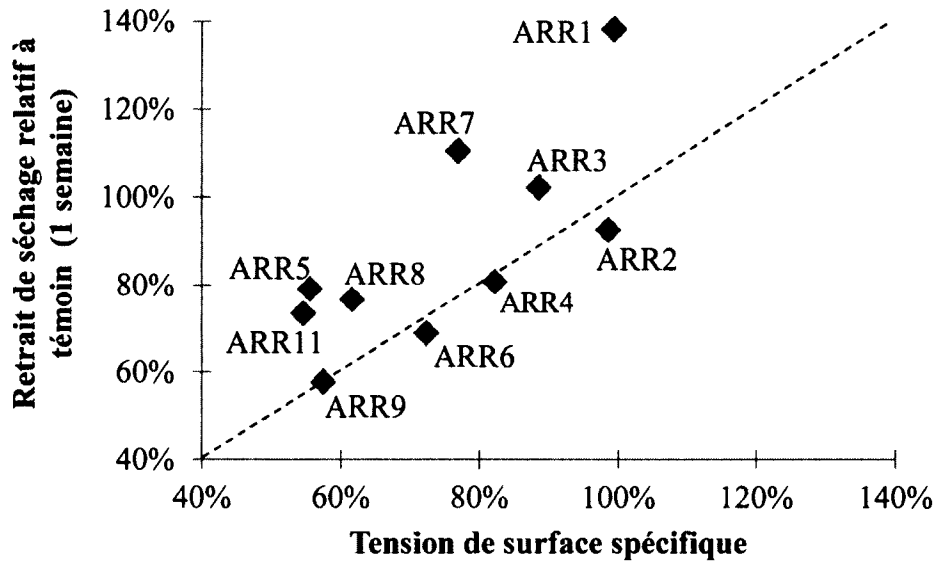


Figure 5.37 : Retrait de séchage à 1 semaine par rapport à témoin en fonction de la tension de surface de la solution par rapport à la tension de surface de l'eau

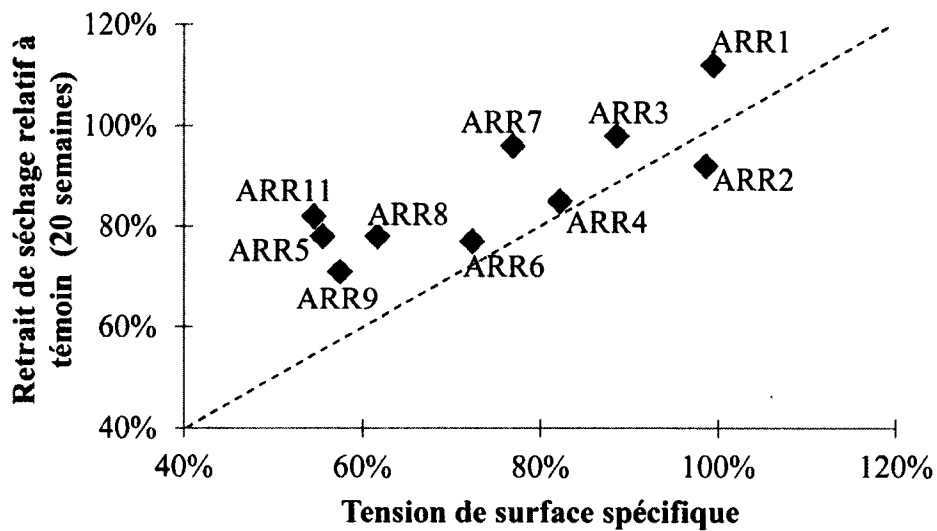


Figure 5.38 : Retrait de séchage à 20 semaines par rapport à témoin en fonction de la tension de surface de la solution par rapport à la tension de surface de l'eau

Les figures 5.37 et 5.38 suggèrent que pour une tension de surface spécifique inférieure à 60%, certaines molécules sont plus performantes pour diminuer le retrait de séchage. C'est le cas de l'ARR9 et l'ARR5. Ce paramètre n'est pas le seul qui permette de déterminer les molécules performantes au retrait.

5.2.5 Influence de la valeur HLB sur le dosage en AEA

Les molécules sondes ont montré une hydrophobicité variable en présence d'AEA. Les figures 5.39 et 5.40 présentent le dosage en AEA de chaque combinaison ARR/AEA en fonction du HLB des molécules sondes.

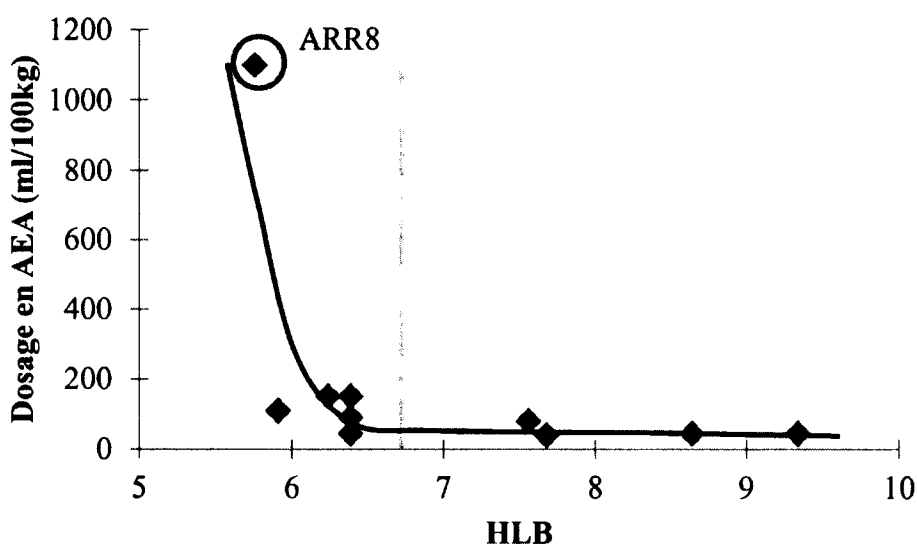


Figure 5.39 : Dosage en AEA (ml/100kg de liant) en fonction de la balance Hydrophile-Lipophile des molécules sonde (HLB)

L'ARR8 a un dosage en AEA supérieur à 1000 ml/100 kg de liant. Sa valeur de HLB faible (5,7), ce qui montre bien son caractère hydrophobe (Figure 5.39). La valeur HLB n'est pas nécessairement une mesure parfaite pour l'hydrophobicité, mais cela en donne une indication.

En se basant sur nos résultats, deux principaux groupes de molécules se démarquent de la figure 5.40. Un premier groupe comprend les molécules partiellement hydrophobes,

correspondant à un dosage en AEA d'environ 100 à 150 ml/100 kg de liant. Un second groupe comprend celles qui sont hydrophiles, correspondant à un dosage en AEA d'environ 50 ml/100 kg de liant.

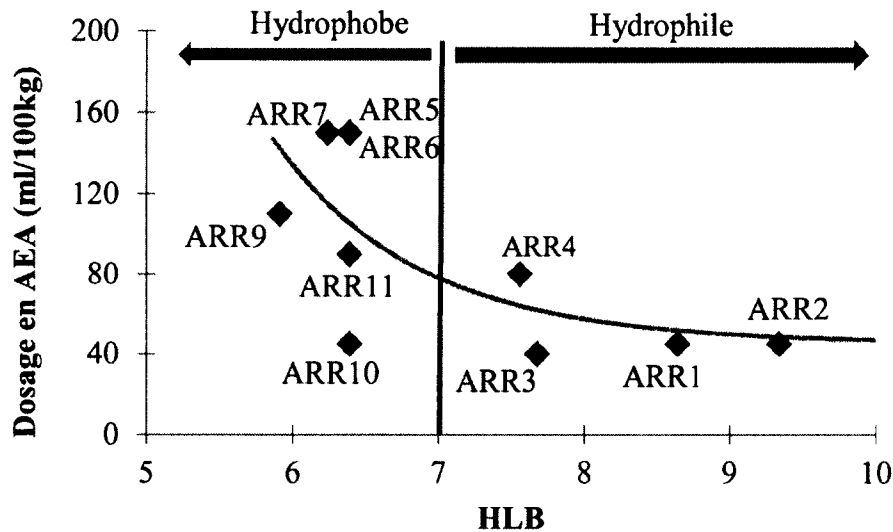


Figure 5.40 : Dosage en AEA (ml/100 kg de liant) en fonction de la balance Hydrophile-Lipophile des molécules sonde (HLB)

Les molécules ARR10 et ARR4 semblent cependant faire exception à la règle. L'ARR10 a la même valeur de HLB que l'ARR5 et l'ARR6, mais son dosage en AEA est néanmoins 3 fois moins importantes (Figure 5.40). Globalement, on peut quand même conclure que la valeur HLB contribue également, à identifier les molécules subissant le moins de retrait de séchage.

5.2.6 Tension de surface et HLB

Les figures 5.41 et 5.42 présentent les tensions des surfaces des molécules sondes en fonction du HLB. Les résultats expérimentaux sont regroupés en trois catégories de retrait (% de la référence) à 1 et à 12 semaines. Une échelle de classification de la performance de molécules sondes est proposée. Les molécules ayant engendrées un retrait de séchage supérieur à 90% sont considérées comme moins performantes.

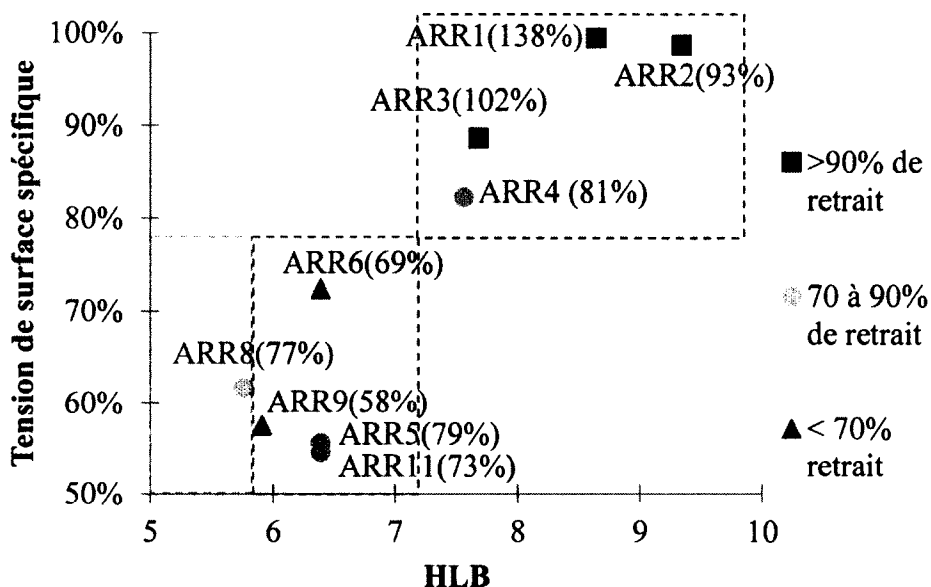


Figure 5.41 : Tension de surface de spécifique à l'eau des molécules sondes en fonction de leurs valeurs de HLB – Retrait de séchage relatif à témoin à 1 semaine - () Valeur du retrait de séchage relatif à témoin à 1 semaine

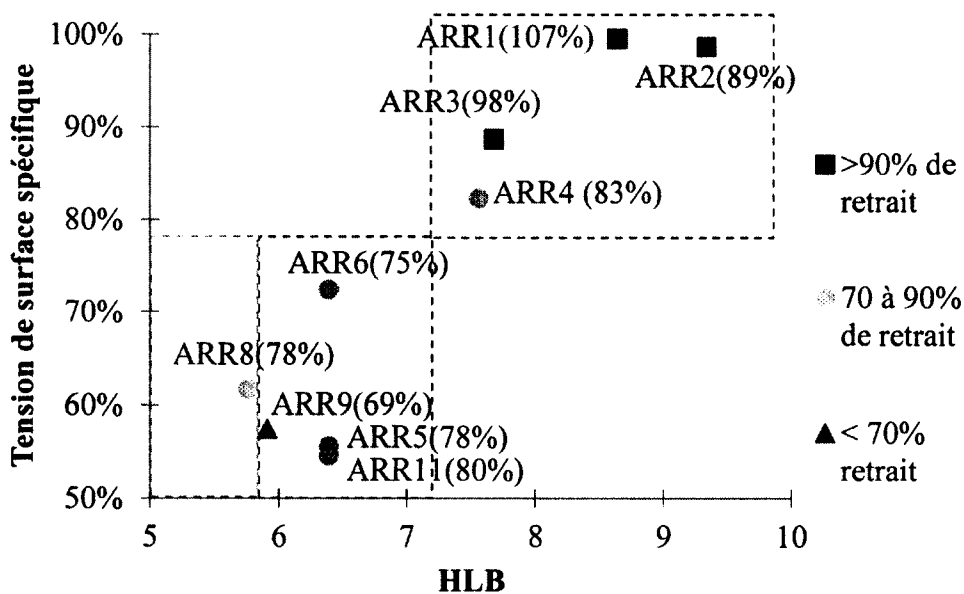


Figure 5.42 : Tension de surface de spécifique à l'eau des molécules sondes en fonction de leurs valeurs de HLB – Retrait de séchage relatif à témoin à 12 semaines - () Valeur du retrait de séchage relatif à témoin à 12 semaines

Les molécules ayant un retrait de séchage compris entre 70% et 90%, ont une performance intermédiaire. Les molécules qui produisent un retrait inférieur à 70% sont

considérées comme les plus performantes pour diminuer le retrait de séchage. Cette classification permet aussi un suivi de la performance dans le temps.

Les figures 5.41 et 5.42 montrent que deux groupes de molécules se démarquent. Le premier groupe est constitué des molécules sondes ayant une tension de surface spécifique supérieure à 80% et une valeur HLB supérieure à 7. Ces ARR sont peu efficaces pour diminuer le retrait de séchage. Dans le cas des molécules, ARR1 et ARR3, celles-ci engendrent plus de retrait que celui du mortier de référence à 1 semaine et à 12 semaines (Figure 5.41 et 5.42).

Le deuxième groupe de molécules comprend celles qui possèdent une meilleure performance pour diminuer le retrait de séchage. Ce groupe est caractérisé par une tension de surface inférieure à 80% et un HLB inférieur à 7. Les figures 5.41 et 5.42 suggèrent que, pour qu'une molécule soit performante dans le temps, la tension de surface ainsi que le HLB doivent être faibles. La molécule sonde, ARR8 montre qu'il existe une limite inférieure de HLB pour lequel l'entraînement de l'air est impossible.

5.3 Conclusion

Cette partie du projet avait pour but de déterminer les combinaisons performantes au retrait endogène et de séchage afin de les tester sur béton. De plus cette étude a permis de mieux comprendre les paramètres qui influencent la performance d'un ARR organique en présence d'AEA.

- L'ajout d'ARR diminue la viscosité plastique du mélange et influence la valeur du seuil de cisaillement. La teneur en air affecte la résistance en compression. Pour des mélanges ayant une teneur en air inférieur à 12%, leur résistance à la compression est supérieure à celle des mélanges avec une teneur en air supérieur à 12%. L'entraînement d'air est impossible si les ARR ont des propriétés hydrophobes (ARR8, ARR30). Le dosage en AEA de chaque combinaison ARR/AEA est lié à la balance hydrophile-hydrophobe. Les molécules sondes ayant un HLB supérieur à 5,9

peuvent entraîner de l'air pour atteindre 12%. Les molécules ayant un HLB inférieur semblent être totalement hydrophobes.

- Le pic d'expansion initial observé pour chaque combinaison ARR/AEA contribue à l'amélioration du retrait endogène. Néanmoins, cela ne semble pas être la seule cause à cette amélioration. D'autres essais sont nécessaires pour comprendre, identifier et quantifier ce phénomène. Par exemple : la calorimétrie, pour quantifier la cinétique d'hydratation, la diffraction aux rayons X permettrait d'identifier les produits formés lors de l'hydratation, la thermogravimétrie quantifierait la quantité de Ca(OH)_2 formée et le microscope électronique à balayage permettrait de visualiser la morphologie des produits formés.
- Les résultats concluent que pour une tension de surface spécifique inférieure à 60% et une valeur de HLB comprise entre 5,9 et 7, les molécules permettent de diminuer le retrait jusqu'à 40% par rapport à la référence.
- Pour la validation sur béton, l'ARR20/AEA10 est la meilleure combinaison au retrait endogène et de séchage. Cette combinaison produit une bonne stabilité de l'air. Les molécules sondes, ARR5/AEA10 et ARR9/AEA10 sont les combinaisons retenues pour leur bonne performance au retrait endogène et de séchage, mais également pour leur bonne stabilité de l'air.

CHAPITRE 6 VALIDATION SUR BÉTON

À partir des résultats de la phase II, trois combinaisons ont été testées sur béton en plus du mélange de référence. Le but de cette étude est de permettre de valider les propriétés de durabilité des bétons pour les combinaisons ARR/AEA les plus performantes au retrait. Les comportements des combinaisons ARR/AEA sur mortier seront aussi comparés aux résultats sur béton.

6.1 Les combinaisons ARR/AEA testées

La composition de BAP pour ce projet impose un étalement initial de 650 ± 20 mm. Rappelons que le dosage en VEA est de 0,07% d'eau et celui de l'ARR est de 1% de liant. Des essais sont réalisés afin de pouvoir étudier les variations temporelles que subit le mélange (10, 40 et 70 minutes après le contact eau/liant). Le tableau 6.1 présente les combinaisons ARR/AEA, ainsi que les dosages en AEA, en SP et la teneur en air sur MBE.

Tableau 6.1 : Les combinaisons ARR/AEA de MBE retenues pour la validation sur béton

Mélanges	Dosage en AEA (ml/100 kg de liant)	Teneur en air à 10 minutes (%)	Teneur en air à 70 minutes (%)	Dosage en SP (%/liant)
Référence	30	15,3	11,3	0,75
ARR20/AEA10	25	12,5	12,5	0,73
ARR5/AEA10	150	14,8	12,0	0,75
ARR9/AEA10	110	12,5	12,5	0,71

6.2 Rapport E/L et dosage en liant

6.2.1 Effet de la ségrégation statique

La ségrégation statique est un paramètre important pour un BAP. Brièvement, elle définit la perte d'homogénéité du béton. Le tableau 6.2 présente les paramètres de compositions

et les résultats de l'étalement, de la teneur en air et du pourcentage de ségrégation statique du mélange de référence.

En comparant l'étalement et la teneur en air du mélange MBE-Référence et BAP-Référence, il est démontré qu'il n'y a pas de corrélation entre les MBE et les BAP contenant de l'air entraîné et un ARR. En effet, l'étalement souhaité pour l'équivalence en béton est de 650 ± 20 mm et pour la teneur en air comprise entre 5 et 8% d'air. Pour le MBE, la fourchette maximale de la teneur en air est atteinte pour un dosage de 30 ml/100 kg de liant (Tableau 6.2).

Tableau 6.2 : Compositions et résultats à l'état frais du mélange de référence

	MBE	BAP				
		1	2	3	4	5
E/L	0,47	0,47	0,47	0,47	0,47	0,42
Quantité de liant (kg/m ³)	420	420	420	420	420	448
VEA (% d'eau)	0,07	0,07	0,07	0,07	0,09	0,07
ARR (%/liant)	-	-	-	-	-	-
AEA (ml/100kg de liant)	30	45	60	60	60	60
SP (%/liant)	0,75	0,75	0,60	0,60	0,63	0,60
Étalement (mm)	250	710	650	680	660	640
Air (%)	15,3	5,7	7,7	8,5	8,0	9,0
Ségrégation (%)	-	19,7	26,5	23,4	34,5	7,4
Remarques	-	-	-	VEA avant SP	VEA avant SP	-

En revanche pour le béton, la valeur minimale de la teneur en air est obtenue pour un dosage légèrement plus haut (soit 45 ml/100 kg de liant). De plus, la ségrégation statique du mélange 1 de BAP montre qu'il n'est pas homogène, puisqu'il y a beaucoup de

ségrégation (Tableau 6.2). Pour qu'un mélange soit considéré comme homogène, le pourcentage en ségrégation statique doit être inférieur à 15% [Normes ASTM C 1610].

Suite à ces résultats, trois autres mélanges de BAP ont été réalisés. Dans le mélange no2, le dosage en SP a été diminué et le dosage en AEA augmenté (Tableau 6.2). Le mélange no3 possède les mêmes proportions que le no2, mais l'ajout de VEA est faite avant le SP. Le mélange no4 a un dosage en VEA augmenté par rapport au no3.

Parmi ces trois mélanges, aucune diminution de la ségrégation statique n'a été observée. Il a été donc décidé, de diminuer le rapport E/L à 0,42 mais d'augmenter la quantité en liant afin d'avoir le même pourcentage de pâte que pour un rapport E/L=0,47. Le mélange no5 BAP correspond à ses nouveaux paramètres. En conservant le même dosage en VEA (0,07% d'eau), la ségrégation statique du mélange est de 7,4%. Ce qui permet de produire un mélange homogène et stable.

6.2.2 Composition de BAP (E/L=0,42)

Après avoir obtenu une diminution de la ségrégation statique pour un rapport E/L=0,42, la composition utilisée pour tester la durabilité est donnée dans le tableau 6.3.

Tableau 6.3 : Composition pour un rapport E/L=0,42

Matériaux		Dosage	Densité
Ciment (kg/m ³)	Type GU	313	3,14
Laitier (kg/m ³)	Groupe	134	2,87
Sable (kg/m ³)		782	2,63
Gravier (kg/m ³)	MSA 14mm	806	2,71
Eau (kg/m ³)		188	1,00
SP (%/liant)		Variable	1,27
VEA (%/eau)		0,07	-
ARR (%/liant)		1	-
AEA (ml/100 kg de liant)		Variable	1,02

% de volume de pâte = 33,45%

Le volume de pâte utilisé pour produire les bétons ayant un rapport E/L=0,47 a été conservée pour produire des bétons ayant un rapport E/L=0,42. Sachant que les retraits endogènes et de séchage sont associés à la pâte, une comparaison relative entre les MBE et BAP pourra être faite. D'autre part, il est à rappeler que le but premier de cette phase est de pouvoir définir la durabilité des bétons autoplacants contenant un ARR organique et un AEA.

6.3 Présentation des résultats – E/L=0,42

6.3.1 Propriétés rhéologiques

Après optimisation de chaque mélange pour les combinaisons choisies (étalement initial = 650 ± 20 mm), le suivi de la perte de fluidité dans le temps a été fait jusqu'à 70 min après le contact eau/liant. Une mesure intermédiaire à 40 minutes a été faite pour compléter l'essai.

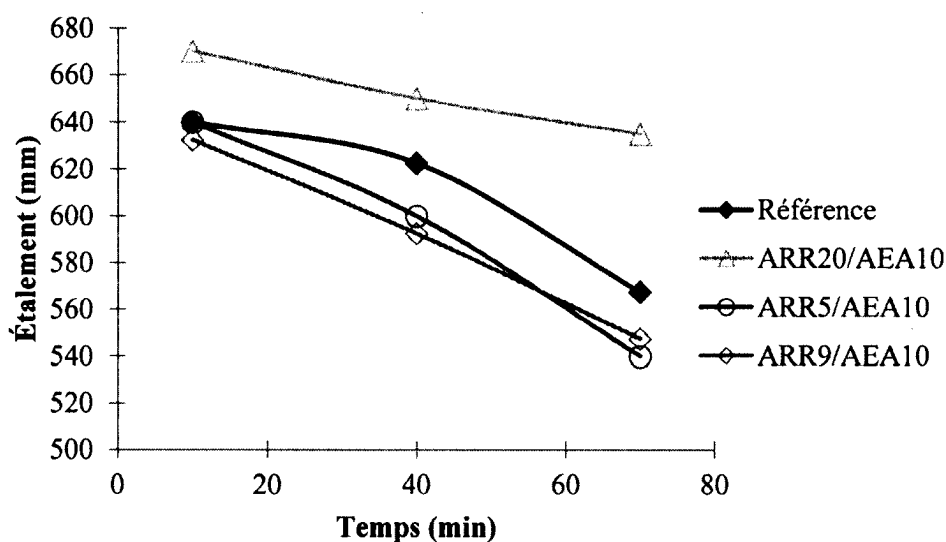


Figure 6.1 : Variation de l'étalement dans le temps – BAP

Les figures 6.1 et 6.2 présentent respectivement la variation de l'étalement initial et la variation du seuil de cisaillement des combinaisons ARR/AEA testées sur BAP dans le

temps. La combinaison ARR20/AEA10 montre une perte de maniabilité faible et donc une variation du seuil de cisaillement faible contrairement aux autres combinaisons (Figure 6.1 et 6.2). Les combinaisons ARR5/AEA10 et ARR9/AEA10 montrent une perte de maniabilité ainsi qu'une augmentation du seuil de cisaillement.

La variation de la viscosité plastique des combinaisons ARR/AEA est présentée à la figure 6.3.

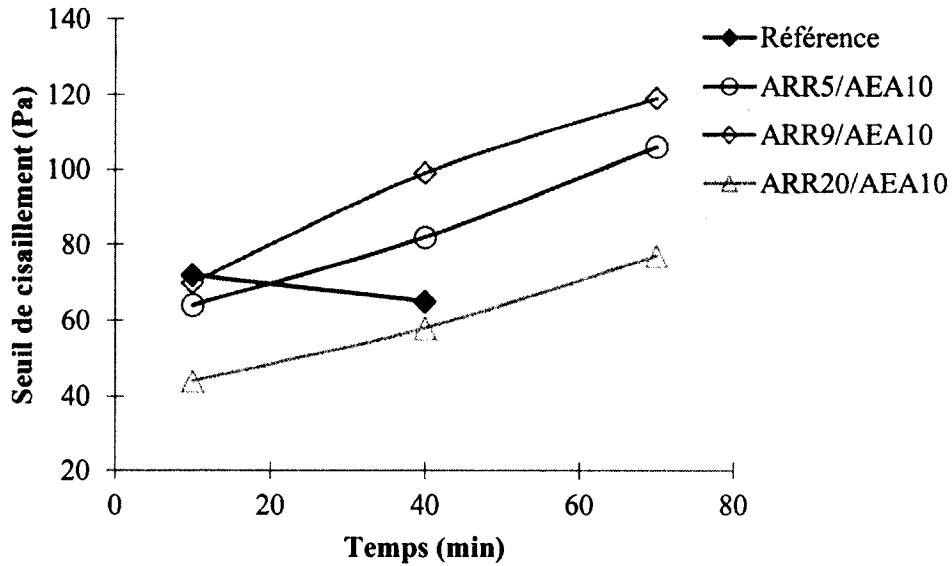


Figure 6.2 : Variation du seuil de cisaillement dans le temps – BAP

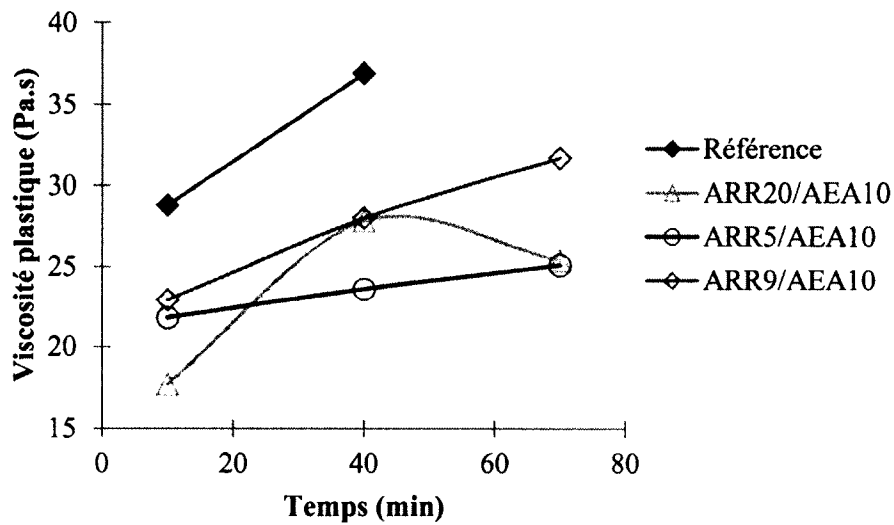


Figure 6.3 : Variation de la viscosité plastique dans le temps – BAP

Les résultats montrent que l'ajout d'ARR diminue la viscosité plastique. La combinaison ARR20/AEA10 conserve une faible viscosité dans le temps. La viscosité plastique des couples, ARR5/AEA10 et ARR9/AEA10, augmente dans le temps.

6.3.2 Teneur en air

Le dosage en AEA a été optimisé pour obtenir une teneur en air comprise entre 5 à 8%.

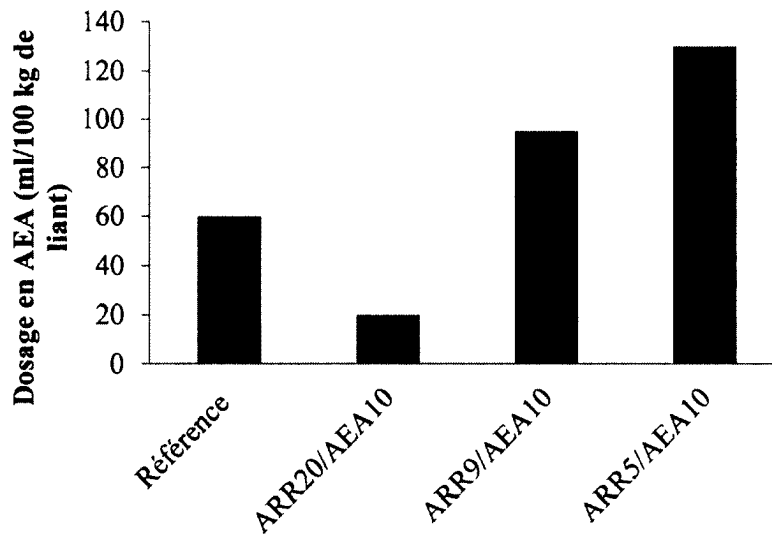


Figure 6.4 : Dosage en AEA (ml/100kg de liant) des combinaisons ARR/AEA – BAP

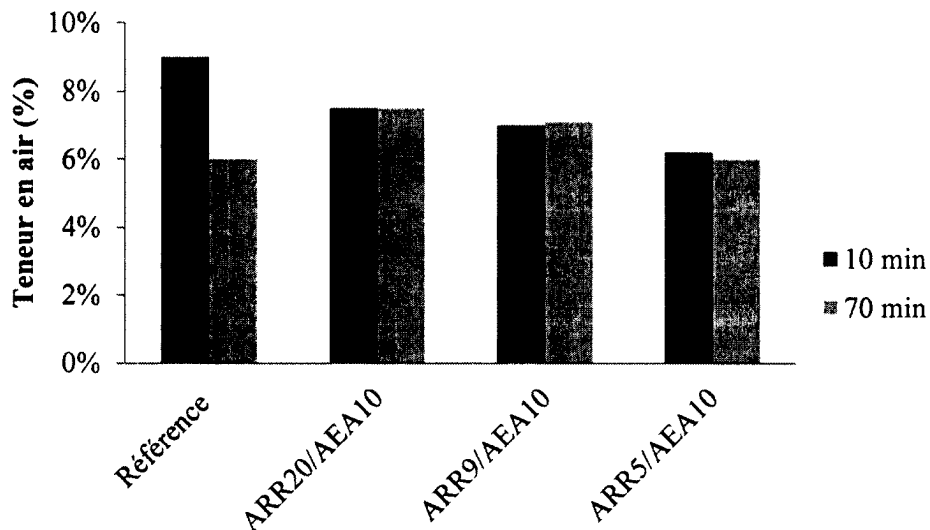


Figure 6.5 : Variation de la teneur en air des combinaisons ARR/AEA – BAP

La figure 6.4 présente le dosage en AEA des combinaisons ARR/AEA et de la référence. La teneur en air de chaque mélange a été suivie dans le temps pour évaluer la stabilité de l'air (Figure 6.5).

La demande en AEA pour le couple ARR20/AEA10 est 3 fois moins importante que celle de la référence (Figure 6.4). Toutes les combinaisons ARR/AEA ont une bonne stabilité de l'air, puisque la perte d'air est inférieure à 1%. Le mélange de référence montre une perte d'air de 3%. L'ajout de l'ARR produit une bonne stabilité de l'air pour les ARR20, ARR5 et ARR9.

6.3.3 Ségrégation statique

Pour chaque combinaison, l'indice de ségrégation statique a été mesuré 10 minutes après le contact eau/liant. La figure 6.6 présente les résultats du pourcentage de ségrégation des combinaisons ARR/AEA.

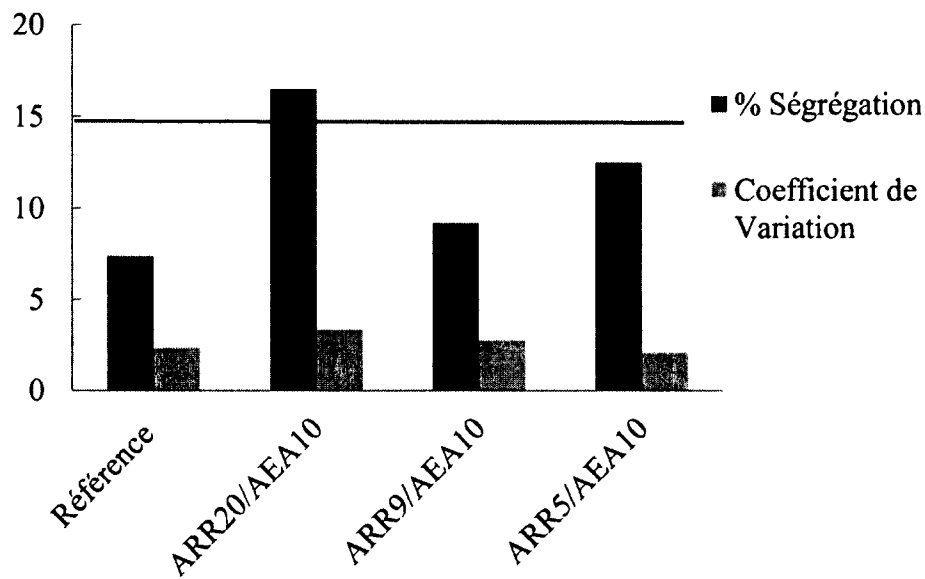


Figure 6.6: Pourcentage de ségrégation des combinaisons ARR/AEA – BAP E/L=0,42

La figure 6.6 montre bien que l'ajout d'ARR augmente le pourcentage de ségrégation ce qui rend donc le mélange moins stable. Cet effet est notamment plus important pour l'ARR20/AEA20.

6.3.4 Résistance à la compression

Des essais de compression ont été réalisés après 24h, 7 jours, 28 jours et 56 jours après le contact eau/liant. La figure 6.7 présente les résultats des résistances à la compression des combinaisons ARR/AEA. Les résultats sont exprimés en pourcentage de la résistance à la compression du BAP de référence.

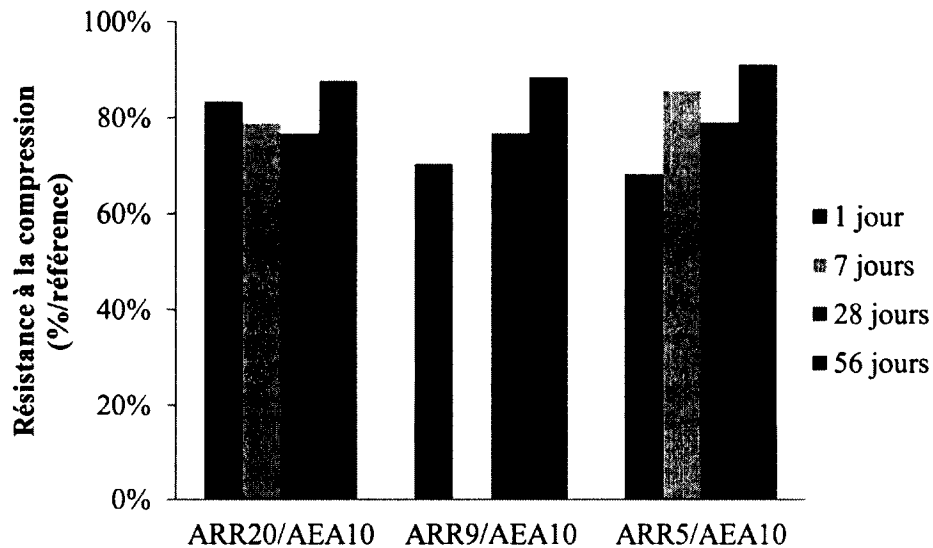


Figure 6.7 : Résistance en compression à 1, 7, 28 et 56 jours des combinaisons ARR/AEA testées sur BAP exprimée en pourcentage par rapport au béton de référence

Toutes les combinaisons ont une résistance à la compression inférieure à la référence (Figure 6.7). Globalement les résistances à la compression augmentent en fonction du temps. Les résistances à la compression des BAP avec ARR sont faibles puisque toutes les combinaisons avaient une teneur en air au moins supérieur à celle de la référence (au moment de l'échantillonnage).

6.3.5 Retrait endogène

Comme pour les MBE, les combinaisons ARR/AEA testées sur BAP ont fait l'objet des mesures de retrait endogène. La figure 6.9 montre les courbes de retrait endogènes des 3 combinaisons testées ainsi que celui du mélange de référence.

Le couple ARR20/AEA10 montre un pic d'expansion initial plus important que celui des autres couples. L'expansion de l'ARR20/AEA10 engendre une diminution due retrait endogène à 14 jours.

Les 2 molécules sondes, ARR5 et ARR9 montrent un comportement similaire à l'ARR20 à partir de 7 à jours. Les pentes des courbes de déformation des molécules ARR5/AEA10, ARR9/AEA10 et ARR20/AEA10 sont plus faible que celui de la référence. La pente est prise à partir du pic d'expansion. La combinaison de ces 2 paramètres (le pic d'expansion initiale et la pente) conduit à un retrait endogène bien plus faible pour les bétons contenant un ARR.

Afin de mieux comparer les performances des molécules testées, la figure 6.8 présente la déformation due au retrait endogène exprimée en pourcentage de celle du BAP de référence. La déformation a été mesurée 14 jours après le contact eau/liant. Toutes les combinaisons ARR/AEA montrent de bonnes performances au retrait endogène. Ils diminuent le retrait endogène jusqu'à 70% par rapport à la référence (Figure 6.8).

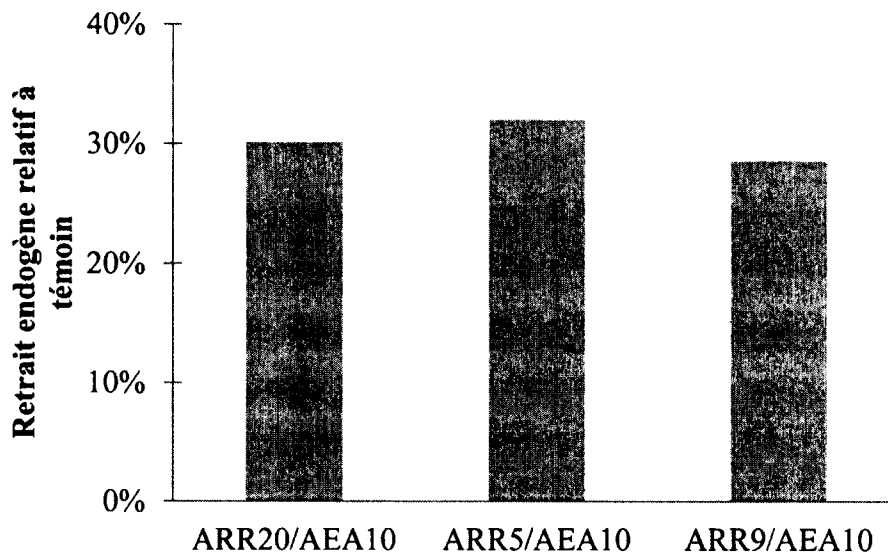


Figure 6.8 : Retrait endogène des combinaisons ARR/AEA testés sur BAP relatif à témoin (%)

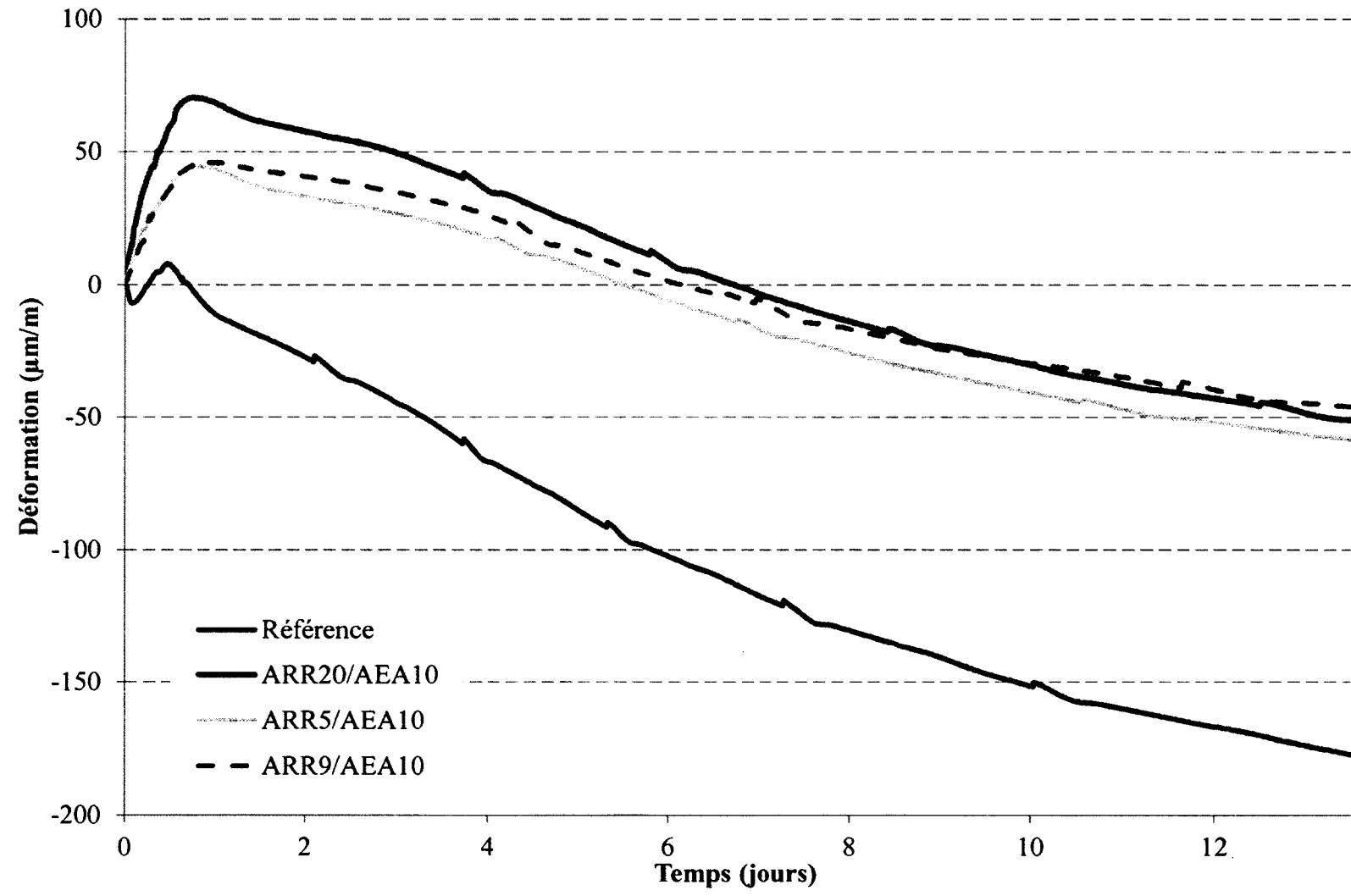


Figure 6.9 : Courbe de retrait endogène et de séchage des combinaisons ARR/AEA – BAP

6.3.6 Retrait de séchage

Après 14 jours de conservation scellée, les éprouvettes ont été exposées à des conditions de séchage (50% HR à 23 °C). La figure 6.11 montre les courbes de retrait de séchage obtenues pour les combinaisons ARR/AEA testées. Les résultats sont encore en cours d'acquisition, mais les premières données permettent de comparer la performance des molécules sondes. L'ARR20, qui est un produit commercial, produit plus de retrait que les deux molécules sondes. Les deux molécules montrent un comportement similaire (Figure 6.11). La pente de la courbe ARR9/AEA10 et ARR20/AEA10 sont similaire à celui de la référence.

La figure 6.10 présente les déformations du retrait de séchage à 1, 7, 12 et 20 semaines. Une augmentation du retrait de séchage au cours du temps est observée. Le retrait est exprimé en pourcentage de celui de la référence. Ces résultats montrent à nouveaux que le retrait le plus faible est obtenu avec les 2 molécules sondes. On constate aussi que l'efficacité des ARR diminue légèrement dans le temps, notamment pour l'ARR20 et l'ARR5. En effet, après 7, 12 et 20 semaines, le retrait de séchage s'approche lentement de celui de la référence. L'ARR9/AEA10 montre une stabilisation du retrait par rapport à la référence au cours du temps (moyenne de 70% de retrait par rapport à la référence).

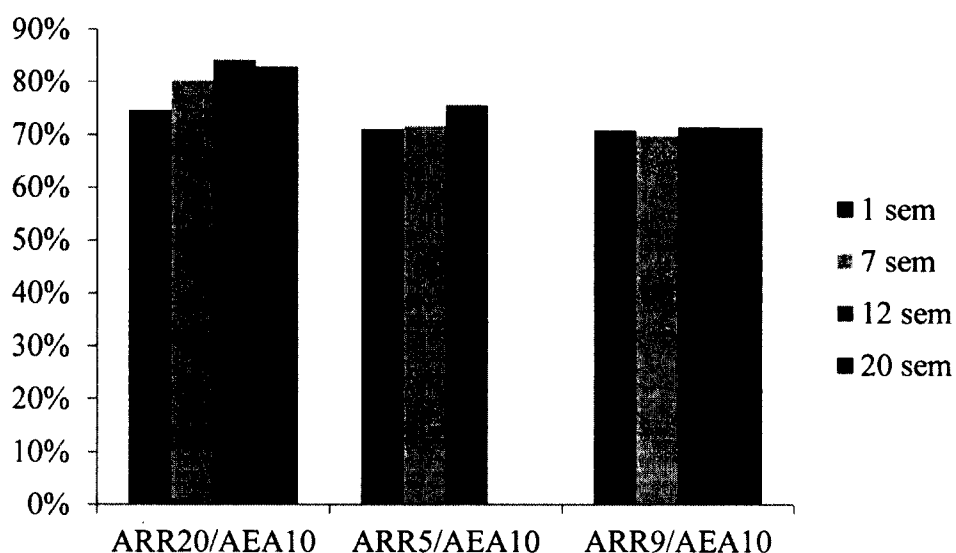


Figure 6.10 : Retrait de séchage des combinaisons ARR/AEA relatif à témoin (%)

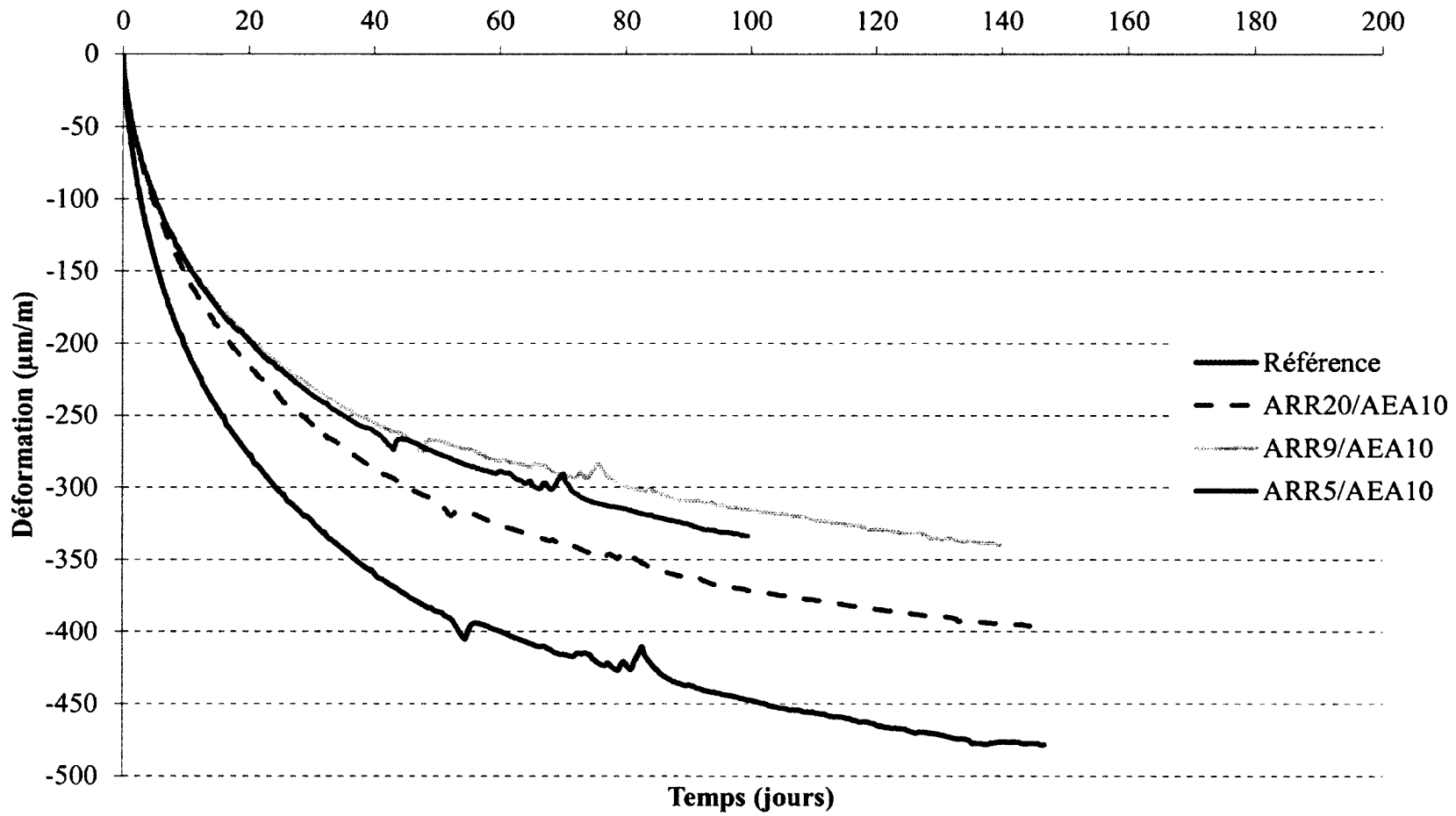


Figure 6.11 : Courbe de retrait de séchage des combinaisons ARR/AEA – BAP

6.3.7 Gel-dégel

Les combinaisons ARR/AEA ont été soumises à des tests de gel-dégel selon la norme ASTM C 666. Les résultats de l'essai sont présentés aux figures 6.12, 6.13 et 6.14. Elles illustrent respectivement l'allongement, le facteur de durabilité et la variation de la masse en fonction du nombre de cycles de gel dégel.

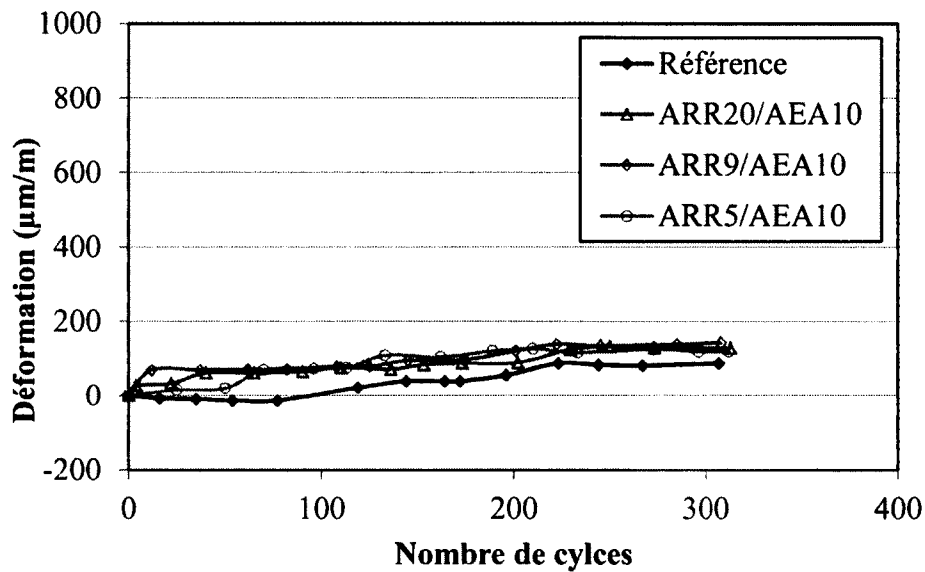


Figure 6.12 : Déformation en fonction du nombre de cycles de gel-dégel des combinaisons testées

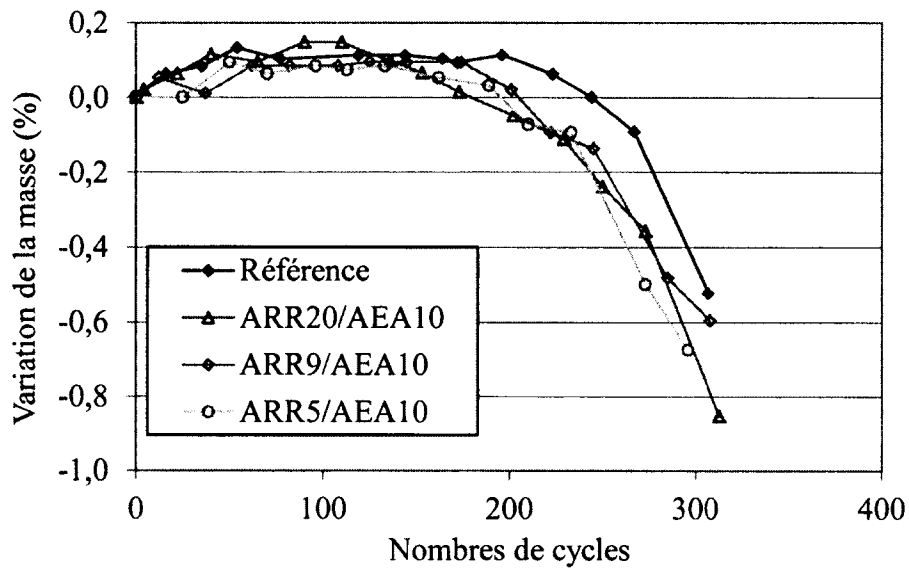


Figure 6.13 : Variation de la masse en fonction du nombre de cycles – BAP

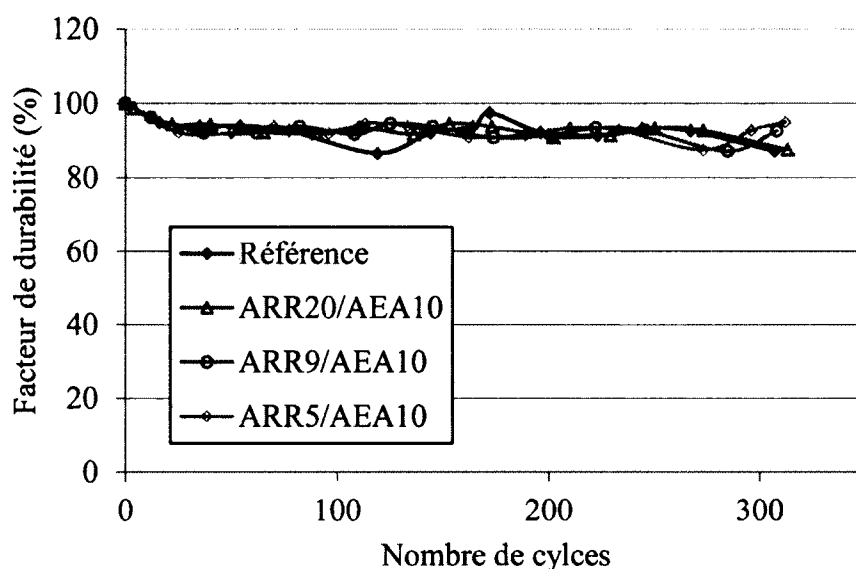


Figure 6.14 : Facteur de durabilité en fonction du nombre de cycles – BAP

Les courbes de la figure 6.12 indiquent que toutes les combinaisons ARR/AEA sont durables face aux cycles gel-dégel. Cela est tout à fait normal puisqu'ils contiennent tous un bon réseau de bulles d'air entrainé. La figure 6.12 montre que les déformations des combinaisons ARR/AEA sont inférieures à 250 $\mu\text{m}/\text{m}$ à 300 cycles, ce qui est caractéristique d'un béton parfaitement durable au gel-dégel. La masse des échantillons augmente légèrement car ils absorbent un peu d'eau lors des cycles gel-dégel (Figure 6.13). Par la suite, elle diminue car il se produit un léger écaillage de surface. Des petits débris se détachent de la surface, ce qui engendre une légère perte de masse.

Ce phénomène est considéré comme normal si la perte de masse est moins de 1%. La figure 6.14 montre que tous les mortiers sont durables car tous les facteurs de durabilité sont supérieurs à 90% après 300 cycles.

6.3.8 Écaillage

La durabilité à l'écaillage a été testée selon la norme ASTM C672. La norme donne une grille d'évaluation visuelle de la qualité de la surface (Tableau 6.4). Le tableau 6.5

présente l'intensité de l'écaillage en fonction de la masse de débris (kg/m^2) après 50 cycles [ASTM C672]

Tableau 6.4 : Évaluation visuelle de la surface écaillée - ASTM C672

Indice	Conditions de surface
0	Aucun écaillage
1	Très léger (3,2 mm max. aucun granulat)
2	Léger à modéré
3	Modéré (quelques granulats)
4	Modéré à sévère
5	Sévère (granulats sur toute la surface)
6	Pop out (granulats arrachés à la pâte)

Tableau 6.5 : Résistance à l'écaillage en fonction de la masse des débris après 50 cycles, [ASTM C672]

Résistance d'écaillage	Masse des débris (kg/m^2) - Après 50 cycles
Très bon	< 0,1
Bon	< 0,75
Acceptable	< 1,0

Le tableau 6.6 présente les résultats des essais d'écaillage. La référence possède une bonne durabilité à l'écaillage. La molécule sonde ARR5 est la moins performante, mais la résistance à l'écaillage reste acceptable (Figure 6.6). Globalement, toutes les combinaisons ARR/AEA permettent d'obtenir une bonne durabilité à l'écaillage.

Tableau 6.6 : Résultats d'écaillage après 50 cycles – BAP

Combinaisons ARR/AEA	Nombres de cycles	Masse des débris (kg/m^2)	Observation visuelle - Après 50 cycles	Degré de résistance
Référence	84*	0,182	1	Bon
ARR20/AEA10	51	0,173	1	Bon
ARR5/AEA10	52	0,738	1	Bon
ARR9/AEA10	50	0,436	1	Bon

* Données manquantes à 50 cycles

6.4 Discussion des résultats

6.4.1 Influence du rapport E/L

Les résultats obtenus pour un rapport $E/L=0,47$, montrent que la ségrégation statique du mélange de référence est mauvaise. L'ajout d'ARR diminue la viscosité du mélange, ce qui engendre une augmentation de la ségrégation.

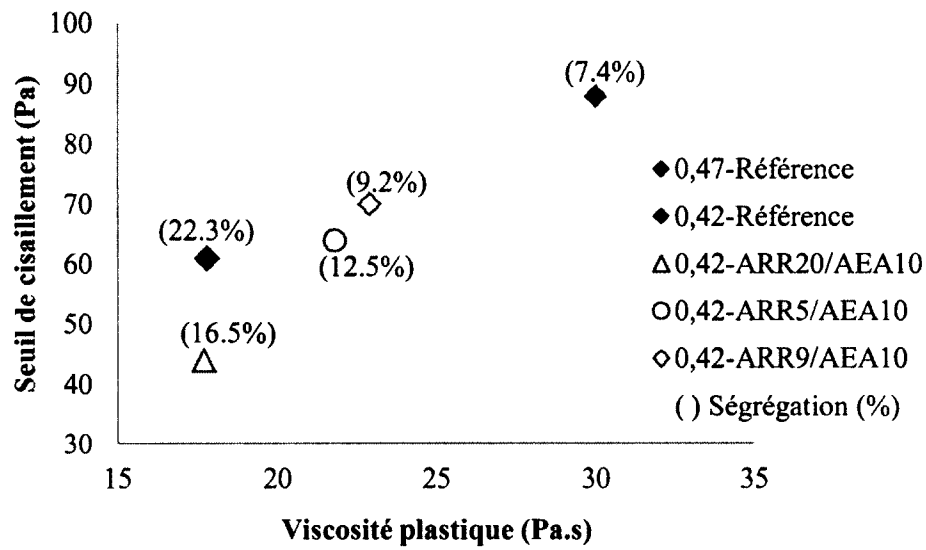


Figure 6.15 : Seuil de cisaillement en fonction de la viscosité plastique (la ségrégation statique est indiquée entre parenthèse)

La figure 6.15 présente le seuil de cisaillement en fonction de la viscosité plastique. Les valeurs sont indicées à l'aide de pourcentage de ségrégation statique. La diminution du rapport E/L , améliore grandement la ségrégation statique. La ségrégation statique est liée à la viscosité plastique. L'ajout d'ARR diminue la viscosité plastique, ce qui augmente le pourcentage de ségrégation.

6.4.2 Durabilité et résistance à la compression

Les résultats confirment que l'air entraîné diminue la résistance à la compression. Tous les produits testés produisent une bonne stabilité de l'air. Ce qui permet d'obtenir des bétons durables. La présence de l'air entraîné est la principale cause de la bonne

performance des combinaisons ARR/AEA face aux cycles gel-dégel et aux cycles de l'écaillage.

6.4.3 Retrait endogène

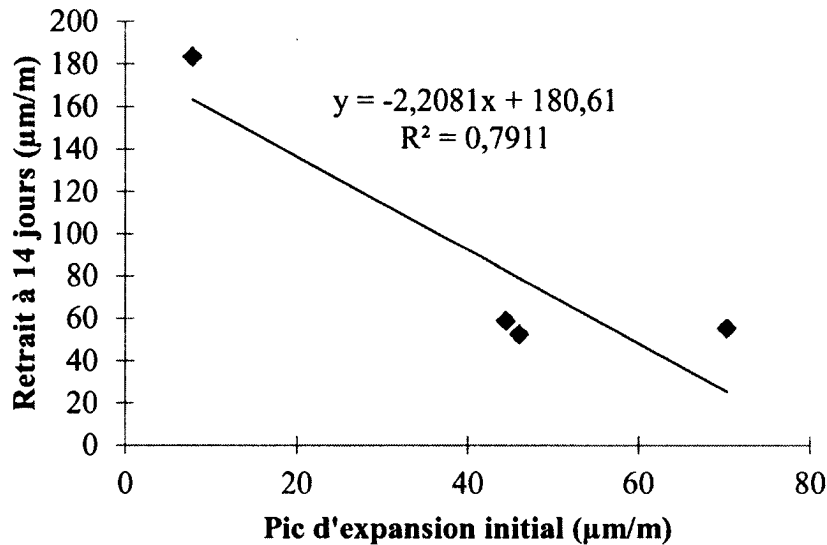


Figure 6.16 : Retrait endogène à 14 jours en fonction du pic d'expansion initial – BAP

Les courbes d'expansion des combinaisons ARR/AEA testées sur béton présentent un pic d'expansion initial. Ce pic est moins important sur béton du fait que la quantité de pâte est plus faible que celle d'un mortier de béton. Il existe une corrélation entre le pic d'expansion initial et la valeur de déformation à 14 jours (Figure 6.16). Pour une expansion initiale supérieure à 40 µm/m, une diminution du retrait endogène à 14 jours, plus de 50%, est observée.

6.4.4 Influence de la tension de surface sur le retrait de séchage

Les observations déjà faites sur mortier semblent être aussi valables pour le béton. En effet, plus la tension de surface est faible plus, le retrait est faible (Figure 6.17).

La combinaison ARR5/AEA10 montre une augmentation du pourcentage de retrait par rapport au témoin, au cours du temps. À 1 semaine, le retrait de séchage est de 68,6% et à

20 semaines, il est de 75,2%. L'ARR9/AEA10 subit une augmentation moins importante (à 1 semaine, 69,6% et à 20 semaines, 71,3%). L'ARR20/AEA10 a une augmentation du retrait de séchage important (1 semaines, 73,8% et à 20 semaines, 82,8%).

L'ARR9 montre de meilleur résultat que la molécule sonde ARR5 et que le produit existant ARR20.

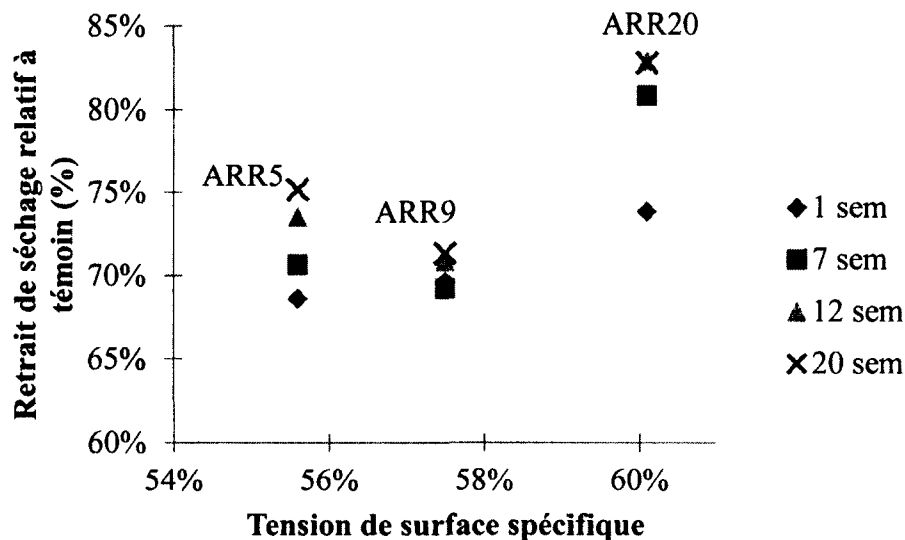


Figure 6.17 : Retrait de séchage relatif à témoin en fonction de la tension de surface de l'eau par rapport aux molécules testées à 1, 7, 12 et 20 semaines

6.4.5 Comportement MBE-BAP vs BAP

Les résultats montrent que la corrélation entre MBE-BAP et BAP n'est pas très bonne. L'écart de comportement a forcé une modification du rapport E/L. Le calcul de la nouvelle composition de béton (E/L=0,42), a été fait pour obtenir le même volume de pâte que pour le rapport E/L=0,47. Ceci permet une comparaison relative de certains résultats. Les figures 6.18 et 6.19 illustrent la comparaison de la demande en SP et du dosage en AEA des bétons et des mortiers.

La demande en SP des bétons est moins importante que celle des MBE (Figure 6.18). Pour les mortiers de béton, la demande en SP est la même pour les 3 combinaisons ARR/AEA et pour la référence mortier. Pour les bétons, la référence béton a une demande en SP supérieure à celles des combinaisons ARR/AEA de bétons. En présence

d'ARR, la demande en SP est affectée. Le dosage en superplastifiant doit être diminué lorsque l'ARR est ajouté au béton.

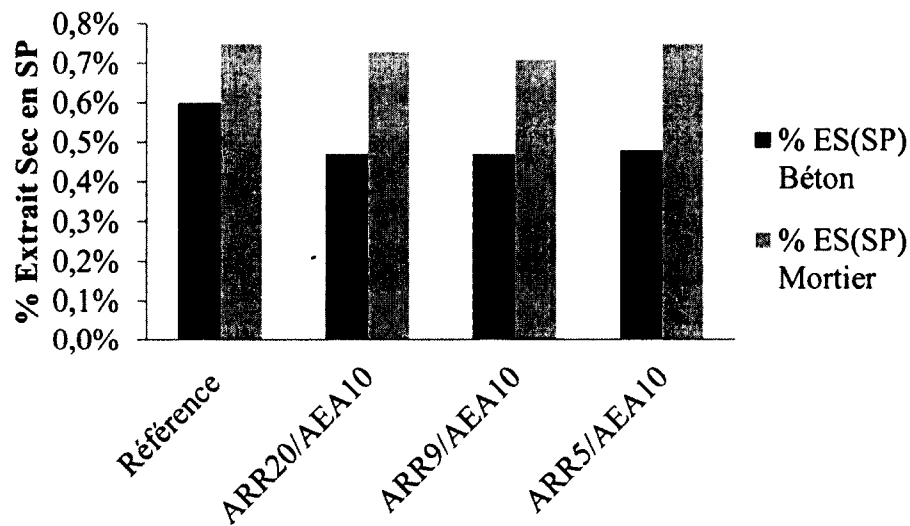


Figure 6.18 : Demande en SP des combinaisons ARR/AEA pour BAP et MBE-BAP

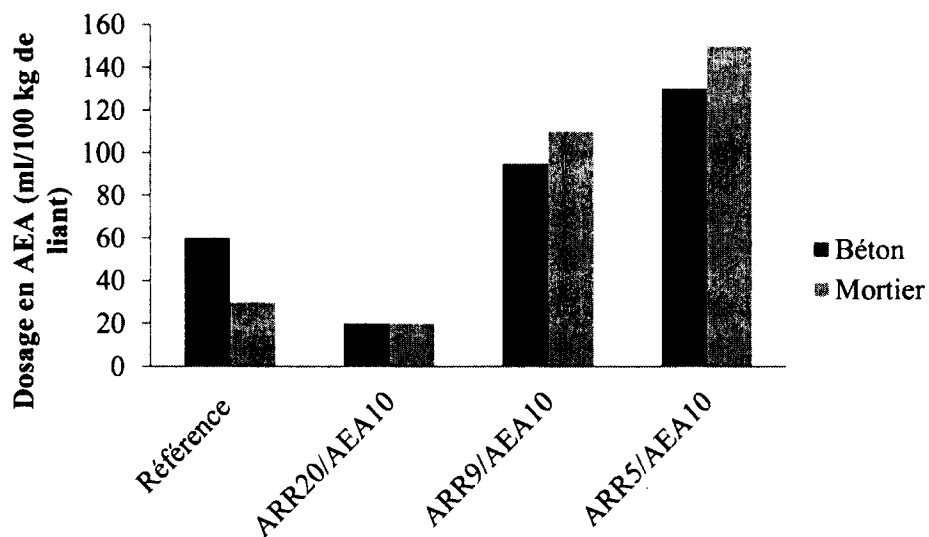


Figure 6.19 : Dosage en AEA des combinaisons ARR/AEA sur MBE-BAP et BAP

Pour la teneur en air, la demande en AEA pour la référence béton est plus importante que pour la référence sur mortier (Figure 6.19). La combinaison de produit existant,

ARR20/AEA10, ne connaît aucune variation du dosage en AEA entre le béton et le mortier. En présence des molécules sondes, ARR5/AEA10 et ARR9/AEA10, le dosage en AEA pour le mortier est supérieur que celui du béton.

Cette comparaison reste subjective puisque la teneur en eau des granulats ainsi que la quantité d'eau dans le mélange affecte beaucoup la demande en SP ainsi que le dosage en AEA.

6.5 Conclusion

- Les essais ont montré que l'équivalence n'est pas bonne entre un MBE-BAP et un BAP contenant un AEA et un ARR. En présence d'ARR, la viscosité plastique diminue, ce qui engendre une augmentation du pourcentage de ségrégation.
- Les combinaisons ARR/AEA testées (ARR20/AEA10, ARR5/AEA10 et ARR9/AEA10) ont de bonne performance à la durabilité. Ces bonnes performances sont dues aux bons réseaux de bulles d'air. La mesure du facteur d'espacement entre les bulles d'air permettra de confirmer cette conclusion.
- Sur les courbes de retrait endogène, le pic d'expansion initial des bétons est moins important que pour les mortiers. Cela est dû à la quantité de pâte plus importante dans les MBE. Une corrélation entre le pic d'expansion initial et le retrait à 14 jours existe. En effet, le retrait endogène à 14 jours diminue lorsque le pic d'expansion est supérieur à 40 $\mu\text{m/m}$.
- Les combinaisons des molécules sondes testées (ARR5/AEA10 et ARR9/AEA10) sont plus performantes au retrait de séchage que le produit existant (ARR20/AEA10). La tension de surface affecte le retrait de séchage, mais également l'amplitude du retrait dans le temps. Une faible tension de surface engendre une diminution du retrait de séchage. Des essais de porosité au mercure permettraient de

connaître la taille de pore et leur interconnexion. Ce qui permettrait de compléter la compréhension sur la performance des molécules sondes.

En conclusion, les molécules ARR5 et ARR9 combinés avec un AEA, montrent de bonnes performances au retrait endogène et de séchage mais également à la durabilité.

CHAPITRE 7 CONCLUSION

7.1 Conclusion générale

Cette étude a pour objectif de mieux comprendre les effets des ARR sur les performances et les propriétés des BAP. L'ajout de plusieurs adjuvants conduit parfois une dégradation de certaines propriétés du béton (retard de prise, perte de résistance au gel, perte de résistance mécanique, détérioration du réseau de bulle d'air). L'objectif spécifique de cette étude est d'évaluer les effets du retrait sur les interactions avec d'autres adjuvants, tels que les superplastifiants et les agents entraîneurs d'air. Afin de répondre à cet objectif, des produits commerciaux et des molécules sondes ont été testés.

Cette recherche a permis de dégager les principales conclusions suivantes :

- L'ajout d'ARR dans le mélange a montré que la demande en AEA, pour avoir une teneur en air suffisante pour la durabilité augmente. La viscosité du mélange diminue, ce qui entraîne une augmentation de la ségrégation statique. La fluidité et la maniabilité du mélange ne semblent pas être affectées par l'ajout d'ARR.
- La performance de certaines molécules sondes au retrait endogène est affectée par le pic d'expansion initiale. Plus l'amplitude du pic d'expansion est importante, plus le retrait endogène à 14 jours diminue.
- La Balance Hydrophilique-Lipophile et la tension de surface des molécules organiques influencent grandement leur performance au retrait de séchage et au retrait endogène. Un intervalle regroupant les molécules performantes au retrait de séchage a été établi. Pour une tension de surface inférieure à 60% et une valeur de HLB comprise entre 5,9 et 7, les molécules diminuent le retrait jusqu'à 40% par rapport à la référence.
- Les molécules ayant un HLB inférieur à 5,9 sont hydrophobes. L'entraînement de l'air est donc lié à la Balance Hydrophilique-Lipophile des molécules.

- La validation sur béton de quelques combinaisons ARR/AEA performantes sur MBE montre qu'il n'y a pas une bonne équivalence. L'indice de ségrégation des bétons augmente en présence d'ARR ce qui rend le mélange instable.
- Les essais sur béton ont permis de conclure que les combinaisons ARR5/AEA10 et ARR9/AEA10 ont une bonne performance au retrait de séchage et une bonne résistance à la durabilité.

Cette recherche a permis d'étendre les connaissances sur les interactions entre les différents adjuvants contenus dans un BAP, mais également d'identifier une plage de molécules organiques susceptible de performer au retrait. Cette étude a permis de faire avancer la recherche sur des molécules organiques ARR dans un BAP. Elle aura permis de comprendre l'action d'un ARR organique dans un BAP, mais également en présence des autres adjuvants.

7.2 Perspectives de recherche

Cette étude a mis en évidence qu'en présence d'ARR, un pic d'expansion initial apparaît. La quantification et l'origine de ce phénomène n'ont pas été précisées. Pour mieux le caractériser, il serait nécessaire de faire des essais complémentaires ; la calorimétrie donnerait la cinétique d'hydratation (le temps de prise, la vitesse de réaction, la chaleur d'hydratation), la diffraction au rayon X permettrait d'identifier les produits formés lors de cette expansion. Selon [Maltese et coll., 2004], le pic d'expansion initial serait lié à la quantité de Ca(OH)_2 formée lors de l'hydratation. Afin de quantifier la quantité de Ca(OH)_2 formée un essai de thermogravimétrie pourra être fait, et le microscope électronique à balayage visualiserait la morphologie des produits formés. De plus, peu de recherche a été faites sur ce sujet. Cela contribuerait à la connaissance et à la compréhension de la formation d'un pic d'expansion initial.

Parmi les molécules sondes proposées, une molécule entraîne de l'air à elle seule. Une étude sur les ARR organiques pouvant entraîner à lui seul de l'air pourrait être faite. Dans

ce cas, il faudrait un adjuvant pouvant diminuer les teneurs en air trop importantes pour s'ajuster à la réglementation (6% à 8% dans les bétons), soit un désentraineur d'air. Si l'hydrophobie des molécules ne sera plus interférer par la présence d'AEA, il restera une ou des propriétés qui seront influencées. La présence d'un désentraineur d'air pourrait provoquer des interactions entre les différents adjuvants. Cette étude sera intéressante et permettrait d'élargir la gamme de molécule susceptible de performer.

RÉFÉRENCES

- AI, H., et YOUNG, J. F., (1997) *Mechanisms of shrinkage reduction using a chemical admixture*, in Proceedings of the 10th International Congress on the Chemistry of Cement, H. Justnes, editor, Gothenburg, Sweeden, vol. 3.
- AÏTCIN, P.-C., NEVILLE, A.M., ACKER, P., (1997) *Integrated View of Shrinkage Deformation*, *Concrete International*, vol. 19, n°9, p. 35-41.
- ASTM International (1998), *Standard test method for microscopical determination of parameters of the air-void system in hardened concrete*, ASTM International, 14 p. (Standard ASTM C457-98).
- ASTM International (2001), *Standard test method for density (Unit Weight), yield and air content (gravimetric) of concrete*, ASTM International, 4 p. (Standard ASTM C138/C138M-01a).
- ASTM International (2001), *Standard test method for air content of freshly mixed concrete by the volumetric method*, ASTM International, 8 p. (Standard ASTM C173/C173M-01).
- ASTM International (2002), *Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in. or [50-mm] Cube Specimens)*, ASTM International, 9 p. (Standard ASTM C109/C109M-02).
- ASTM International (2002), *Standard test method for air content of hydraulic cement mortar*, ASTM International, 3 p. (Standard ASTM C185-02).
- ASTM International (2002), *Standard Test Method for Making and Curing Concrete Test Specimens in the Laboratory*, ASTM International, 8 p. (Standard ASTM C192/C192M-02).
- ASTM International (2003), *Standard test method for resistance of concrete to rapid freezing and thawing*, ASTM International, 6 p. (Standard ASTM C666/C666M-03).
- ASTM International (2003), *Standard Test Method for Scaling Resistance of Concrete Surfaces Exposed to Deicing Chemicals* ASTM International, 5 p. (Standard ASTM C672/C672M-03).
- ASTM International (2004), *Standard Test Method for Temperature of Freshly Mixed Hydraulic-Cement Concrete*. ASTM International, 3 p. (Standard ASTM C1064/C1064M-04).

- ASTM International (2004), *Standard Test Method for Air Content of Freshly Mixed Concrete by the Pressure Method*, ASTM International, 9 p. (Standard ASTM C231-04).
- ASTM International (2005), *Standard Test Method for Compressive Strength of cylindrical Concrete Specimens*, ASTM International, 7 p. (Standard ASTM C39/C39M-05).
- ASTM International (2005), *Standard test method for slump flow of self-consolidating concrete*, ASTM International, 6 p. (Standard ASTM C1611/C1611M-05).
- ASTM International (2006), *Standard Test Method for Static segregation of self-consolidating concrete using column technique*, ASTM International, 4 p. (Standard ASTM C1610/C1610M-06a).
- ASTM International (2006), *Standard test method for passing ability of self-consolidating concrete by J-Ring*, ASTM International, 4 p. (Standard ASTM C1621/C1621M-06).
- ASTM International (2007), *Standard test method for flow of hydraulic cement mortar*, ASTM International, 2 p. (Standard ASTM C1437-07).
- BALOGH, A., (July 1996), *New admixture combats concrete shrinkage*, Aberdeen's Concrete Construction, II, USA, vol. 47, n°7.
- BARON, J., SAUTEREY, R., (1982) *Chapitre 27 Les retraits de la pâte de ciment*, Les Bétons Hydrauliques : Connaissance et Pratique. Presses de l'École Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, p. 485-501. ISBN 2-85978-033-5.
- BERKE, N.S., DALLAIRE, M.P., GARTNER, E.M., KERKAR, A.V., MARTIN, T.J., (1996) *Drying shrinkage cement admixture*, US Patent 5 556 460.
- BOIVIN, S., ACKER, P., RIGAUD, S., et CLAVAUD, B., (1998) *Experimental Assessment of Chemical Shrinkage of Hydrating Cement Paste*, Autogenous Shrinkage of Concrete, Edited by Ei-ichi Tazawa, E & FN Spon, London, p 81 - 92.
- CHUJO, K., KONDO, M., (1969) *A study on the causes of volume change of cement paste*, RILEM Symposium on physical and chemical causes of creep and shrinkage of concrete (Munich), Materials and structures, vol. 2, n°1, p. 23-24.
- DÉTRICHÉ, C.H., (1992) *Chapitre 4 La maîtrise de la fissuration précoce : condition de la durabilité des ouvrages*, La durabilité des Bétons, Presses de l'École Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, p.107-128., ISBN 2-85978-184-6.

- DU, L., FOLLIARD, K.J., (2005) *Mechanisms of air entrainment in concrete*, Cement and Concrete Research, vol. 35, p 1463-1471.
- ERDEM, T.K., KHAYAT, K.H., YAHIA, A., (2009) *Correlating rheology of self-compacting concrete to corresponding concrete-equivalent mortar*, ACI Materials Journal, vol. 106, n°2, p 154-160.
- EVANS, D.F., WENNERSTRÖM, H., (1999) *The Colloidal Domain*, 2nd Ed. Wiley-VCH, New York.
- GAGNÉ, R., AOUAD, I., SHEN, J., POULIN, C., (1999) *Development of a new experimental technique for the study of the autogenous shrinkage of cement paste*, Materials and structures/Matériaux et constructions, CRIB Canada, vol. 32, p 635-642.
- GAGNÉ, R., (2009) *Cours GCI 714 : Durabilité des bétons - Chapitre 2 Durabilité des bétons*, Université de Sherbrooke, Québec.
- GEBLER, S., KLIEGER, P., (1983) *Effect of fly ash on the air-void stability of concrete*, Conference on “ Fly Ash, Silica Fume, Slag & Other Mineral By-Products in Concrete”, ACI SP-79, CANMET Ottawa, vol. 1, p 103-12. ISSN: 01932527.
- GOTO, T., SATO, T., SAKAI, K., II, M., (1985) *Cement shrinkage reducing agent and cement composition*, US Patent 4 574 223.
- HAMMER, T.A., (1999) *Test methods for linear measurement of autogenous shrinkage before setting*, Autogenous Shrinkage of concrete, E & FN Spon, New-York, p.143-154. ISBN: 0-419-23 890-5.
- HUA, C., (1992) *Analyses et modélisation du retrait d'autodessiccation de la pâte de ciment durcissante*, Thèse de doctorat, L'école Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, 160 p.
- HOLT, E., LEIVO, M., (June 1998) *Autogenous shrinkage at very early ages, in Autogenous shrinkage of concrete*, Proceedings of the International Workshop, Hiroshima, p. 133-142.
- HUA, C., (1992), *Analyses et modélisations du retrait d'autodessiccation de la pâte de ciment durcissante*. Thèse de Doctorat, ENPC : Paris, p.160.
- KHAYAT, H.K., (1995) *Frost durability of concrete containing viscosity-modifying admixtures*, ACI Material Journal, vol. 92, n° 6, p 625-633.
- KHAYAT, H.K., (2000), *Optimisation and performance of air-entrained self-consolidating concrete*, ACI Material Journal, vol. 97, n° 5, p 526-535.

- KHAYAT, H.K., (2002) *Air-void stability in self-consolidating concrete*, ACI Material Journal, vol. 99, n° 4, p 408-416.
- KHAYAT, H.K.,(2010) Cours GCI -711 : Technologie avancée des bétons, Université de Sherbrooke, Québec.
- KOSMATKA, S.H., PANARESE, W.C., GISSING, K. D., MACLEOD, N.F., (1995) *Contrôle et dosage des mélanges de béton*, Ottawa, 6e Édition, Association Canadienne du ciment Portland, p. 228. ISBN 0-89312-139-8.
- KOSMATKA, S.H., KERKHOFF, B., PANARESE, W.C., MACLEOD, N.F., MCGRATH, R.J., (2004) *Dosage et contrôle des mélanges de bétons*, EB01, Association canadienne du ciment, Ottawa, 7^e Edition, p 356.
- LANGLOIS, M., (1986) *Relations entre les caractéristiques des vides d'air et la durabilité des bétons usuels soumis à de longs cycles de gel-dégel*, Thèse, Université de Laval, Québec.
- MALTESE, C., PISTOLESI,C., LOLLI,A., BRAVO,A., CERULLI,T., SALVIONI,D., (2004) *Combined effect of expansive and shrinkage reducing admixtures to obtain stable and durable mortars*, Cement and Concrete Research, n° 35, p 2244-2251.
- MAILVAGANAM, N.P., 1994, *Concrete Admixtures Handbook*, 2nd Edition, Noyes Public., 1009-17.
- MAK, S.L., RITCHIE, D., TAYLOR, A., DIGGINS, R. (1998) *Temperature effects on early ages autogenous shrinkage in high performance concrete in Autogenous shrinkage of concrete*, Proceedings of the International Workshop, Hiroshima, p. 153-163
- MIELENZ, R.C, WOLKODOFF, J.S., BACKSTROM H.L., FLACK H.L., (1958) *Origin evolution and effects of the air void system in concrete: Part 1. Entrained air in unhardened concrete*, Journal of the American Concrete Institute, vol. 30, n°1, p. 95-121.
- NMAI, C., TOMITA, R., HONDO, F., et BUFFENBARGER, J., (1998), *Shrinkage reducing admixtures*, Concrete International, vol.20, n°4, p 31-37.
- OLLIVIER, J.P., VICHOT, A., (1992) *Chapitre 10 – La durabilité des bétons en ambiance hivernale rigoureuse*, La durabilité de béton, Presses de l'école nationale des ponts et chaussées, France, p 387-486. ISBN : 9782859784348.
- POWERS, T.C., (1962) *A hypothesis on carbonation shrinkage*, J.Res. Dev. Labs. Portld. Cem. Ass., vol.4, n°2, p 47-56.

- RAJABIPOUR, F., SANT, G., WEISS, J., (2007) *Interactions between shrinkage reducing admixtures (SRA) and cement paste's pore solution*, Cement and Concrete Research, vol.38, p. 606-615.
- SANT, G., LOTHENBACH, B., JUILLAND, P., LE SAOUT, G., WEISS, J., SCRIVENER, K., (2011) *The origin of early age expansions induced in cementitious materials containing shrinkage reducing admixtures*, Cement and Concrete Research, vol. 41, n°3, p. 218-229.
- SARIC-CORIC, M., AÏTCIN P.-C., (2003), *Bétons à hautes performances à base de ciments composés contenant du laitier et de la fumée de silice*, Revue canadienne de génie civil, vol. 30, n°2, p. 414-428.
- SAUCIER, F., PIGEON, M., CAMERON, M., (1991) *Air-void stability. 5. Temperature, general analysis, and performance index*, ACI Materials Journal, vol. 8, n°1, p 25-36.
- SCHWARTZENTRUBER, A., CATHERINE, C., (1999), *La méthode du mortier de béton équivalent (MBE) – Un nouvel outil d'aide à la formulation des bétons adjuvantés*, Materials and structures, vol. 33, p 475-482.
- SHOYA, M., et SUGITA M., *Application of special admixture to reduce shrinkage cracking of air dried concrete*, Hachinohe Institute of Technology, Hachinohe, Japan, 1-11.
- SWENSON, E.G., SEREDA, P.J., (1968) *Mechanism of the carbonation shrinkage of lime and hydrated cement*, J. appl. Chem., vol. 18, p 111-117.
- TAZAWA, E., MIYAZAWA, S., (1992) *Autogenous shrinkage of cement paste with condensed silica fume*, Fourth canmet/ACI International conference on fly ash, silica fume, slag and natural pouzzolans in concrete, Istanbul, Turkey, p 875-894.
- TAZAWA, E., MIYAZAWA, S., (1995) *Influence of cement and admixture on autogenous shrinkage of cement paste*, Cement and Concrete Research, vol. 25, n° 2, p 281-287.
- TAZAWA, E.I., MIYAZAWA, S., (1996) *Influence of Curing Conditions on Autogenous Shrinkage of Concrete*, International Conference on Engineering Materials, Ottawa, Tokyo 1997, p 373-384.
- TOMITA, R., (Juin 1992) *A study on the mechanism of drying shrinkage reduction through the use of an organic shrinkage reducing agent*, Concrete Library of JSCE, No 19, p. 233-245.
- WEISS, W. J., (1999) *Prediction of early-age shrinkage cracking in concrete elements*, Ph.D. Dissertation, Northwestern University, Evanston, IL.

WILLIS, T.F., (1949) *Discussion of Powers T.C., The air requirement of frost resistant concrete*, Proceedings Highway research Board, vol. 29, p 203-211.

YOUNG, J. F., principal author, (1986), *Physical mechanisms and their mathematical descriptions*, TC 69, in Fourth RILEM International Symposium on Creep and Shrinkage of Concrete: Mathematical Modeling, editor, p 44-78.

ZANA, R., (2005) *Introduction to surfactants and surfactant self-assemblies*, in: R.Zana (Ed.), Dynamics of Surfactant Self-Assemblies, Taylor & Francis, Boca Raton, Florida, p. 1-35.

ZHANG, D.S., (1996), *Air entrainment in fresh concrete with PFA*, Cement and Concrete Composite, vol. 18, n°6, p. 905-920.