

Détermination de la compacité des ciments et additions minérales à la sonde de Vicat

Thierry SEDRAN*
François de LARRARD
Laurédan LE GUEN
LCPC, Bouguenais, France

■ RÉSUMÉ

La méthode scientifique de formulation des bétons, développée par le LCPC et mise en œuvre dans le logiciel BétonlabPro depuis plusieurs années, est fondée sur des concepts granulaires. C'est pourquoi l'utilisation de ce logiciel nécessite la connaissance de la compacité de l'ensemble des fractions granulaires élémentaires, et notamment celle des poudres minérales (ciments, additions etc.). Pour ces dernières, une mesure visuelle de la demande en eau, par recherche d'un changement d'état entre mélange de boulettes humides et pâte lisse, est préconisée. L'appréciation du changement d'état dépend de l'opérateur, ce qui peut diminuer la reproductibilité, bien que pour un opérateur donné la répétabilité soit bonne. Des chercheurs ont récemment proposé une méthode alternative fondée sur la détermination de la demande en eau pour une consistance normale mesurée à la sonde de Vicat. Il est montré que les deux méthodes de mesure de la demande en eau sont cohérentes entre elles dans le cadre du modèle granulaire utilisé. On confirme ainsi l'intérêt de la nouvelle méthode, moins subjective, et on en précise le mode opératoire pour une utilisation dans BétonlabPro.

Determination of the compaction of cements and mineral admixtures using the vicat needle

■ ABSTRACT

The scientific method applied to concrete mix design, as developed by LCPC and introduced into the BetonlabPro software over the past several years, is based on granular concepts; for this reason, BetonlabPro users need to know about packing density for all elementary granular fractions, especially for mineral powders (cements, mineral additions, etc.). Concerning this last category, a visual assessment of the water demand, by means of searching for a state change between a mix of wet pellets and smooth paste was recommended. The evaluation of state change depends on operator interpretation, which could lower the level of reproducibility, even though repeatability for any single operator tends to be quite high. Researchers have recently proposed an alternative method based on determining the water demand for a normal consistency measured using the Vicat needle. This paper shows that both water demand measurement methods are consistent with one another within the framework of the granular model employed. The benefit of this new and less subjective method has thus been confirmed, and the operating procedure is detailed for application using BetonlabPro.

* AUTEUR À CONTACTER :

Thierry SEDRAN
thierry.sedran@lcpc.fr

INTRODUCTION

La méthode scientifique de formulation des bétons développée par le LCPC est fondée sur des concepts granulaires [1] mis en œuvre dans le logiciel BétonlabPro [2]. C'est pourquoi l'utilisation de ce logiciel nécessite la connaissance de la compacité de l'ensemble des fractions granulaires élémentaires, et notamment celle des poudres minérales (ciments, additions etc.). Pour ces dernières, une mesure visuelle de la demande en eau, par recherche d'un changement d'état entre pâte lisse et mélange de boulettes humides, était jusqu'à présent préconisée. On présente ici des résultats

d'essais validant une nouvelle méthode plus objective fondée sur l'utilisation de la sonde de Vicat, proposée par Lecomte *et al.* [3].

TRAVAUX ANTÉRIEURS

Deux méthodes sont actuellement utilisées pour évaluer la compacité des constituants. Celle-ci est déterminée à sec pour les matériaux dont le diamètre des grains est supérieur à 80 µm [4]. Par contre, elle est évaluée par un essai de demande en eau pour les éléments fins comme les liants et les additions minérales. Ceci permet de prendre en compte l'influence de l'eau sur le comportement des poudres, mais également celle d'un adjuvant de type superplastifiant si nécessaire. L'essai de demande en eau retenu jusqu'à présent dans BétonlabPro [2] se déroule de la façon suivante. À l'aide d'un malaxeur à mortier tel que décrit dans la norme NF EN 196-1, on mélange une masse M_p de poudre avec de l'eau et le cas échéant un superplastifiant. Par essais successifs, on détermine la quantité M_e d'eau pour laquelle le mélange obtenu a un aspect bouleté de terre humide et l'addition d'un petit incrément ΔM_e fait passer ce mélange à l'état de pâte homogène. La compacité C de la poudre est alors déterminée par la formule suivante :

$$C = \frac{1000}{1000 + M_v \frac{M_e}{M_p}}$$

où M_v est la masse volumique de la poudre (en kg/m³) et M_e et M_p sont les masses respectives d'eau et de poudre (en kg).

La compacité d'un matériau dépend de l'énergie utilisée pour le compacter. Ceci est pris en compte dans le Modèle d'Empilement Compressible (MEC) [1] utilisé dans BétonlabPro, par l'intermédiaire d'un scalaire K , appelé indice de serrage, qui augmente avec l'énergie de compactage. Ainsi, à un mode opératoire de compactage donné correspond un indice de serrage fixé.

En faisant l'hypothèse que les classes granulaires monodimensionnelles composant un constituant ont la même compacité élémentaire, le MEC permet, connaissant la compacité expérimentale du constituant et l'indice de serrage de l'essai, de déterminer la compacité théorique des classes granulaires correspondant à un indice de serrage infini. Cette compacité, appelée compacité propre virtuelle, est notée β . C'est en principe¹ une propriété intrinsèque du constituant et sa connaissance autorise alors le calcul de la compacité de n'importe quel mélange incluant le constituant, pour n'importe quel mode de compactage décrit par un indice de serrage.

Ce dernier n'est pas directement mesurable ; il est calé par autocohérence. Comme on peut le constater sur la **figure 1**, la compacité théorique selon le MEC d'un mélange binaire évolue suivant une courbe de plus en plus « pointue » lorsque la valeur de l'indice de serrage augmente, pour des valeurs constantes de la compacité réelle des deux constituants élémentaires. Pour un essai de compacité donné, il est donc possible de caler la valeur de l'indice de serrage sur la base de données expérimentales relatives à des mélanges binaires. C'est ainsi qu'ont été déterminés les indices de serrage correspondant au compactage à sec et à l'essai de demande en eau, soit 9 et 6,7 respectivement [1, 6].

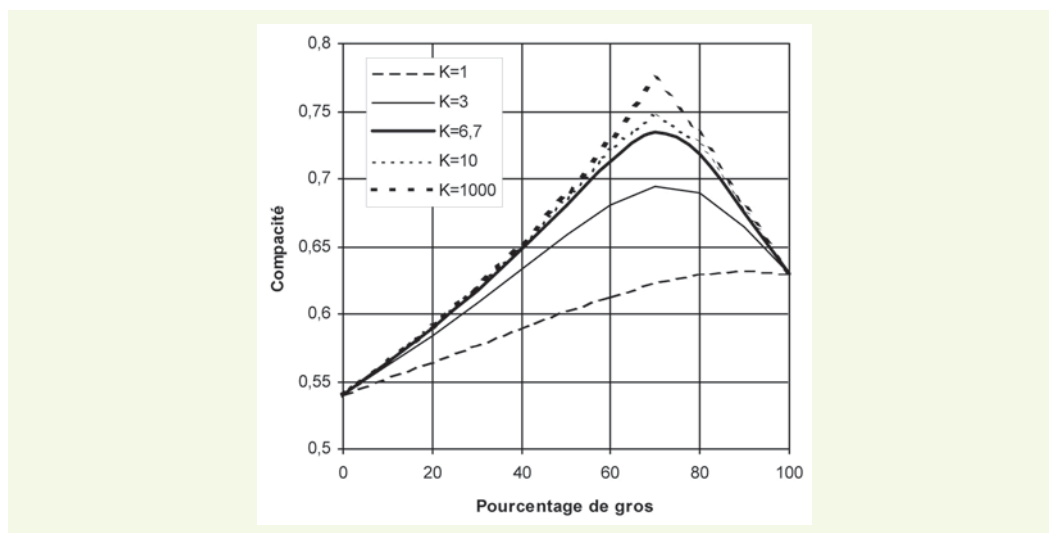
La mesure de la demande en eau sur pâte homogène, telle que décrite plus haut, présente une difficulté principale : l'appréciation du changement d'état est visuelle, ce qui peut être source d'une faible reproductibilité, bien que pour un opérateur donné la répétabilité soit satisfaisante. Cela peut être notamment le cas lorsque le changement d'état est progressif, en l'absence d'adjuvant ou en

¹En fait, il apparaît que les modes opératoires à faible énergie de mise en place ne conduisent pas toujours aux mêmes valeurs de β , en particulier pour les sables. C'est pourquoi, pour les mesures à sec relatives aux granulats, on recommande de pratiquer des compactages énergiques [5].

présence d’ultrafines par exemple. Par ailleurs, cette mesure n’est pas normalisée. Elle est donc rarement effectuée, et encore moins souvent communiquée au client par le fournisseur du constituant.

figure 1

Influence de la valeur de l’indice de serrage K sur la compacité d’un mélange binaire, pour des valeurs constantes des compacités élémentaires.



Afin de contourner cette difficulté, Lecomte *et al.* [3] ont récemment proposé d’utiliser la notion de consistance normale des pâtes telle qu’elle est décrite dans la norme NF EN 196-3. La demande en eau correspond dans ce cas à la quantité d’eau nécessaire pour que la sonde de Vicat s’enfonce jusqu’à 6 mm du fond du moule contenant la pâte. Outre le fait que cet essai est normalisé, il présente l’intérêt de faire référence à une mesure quantitative, *a priori* non affectée par la subjectivité de l’opérateur. Ces auteurs ont montré, par calage sur des mélanges binaires de ciment et d’additions minérales, que l’indice de serrage était égal à 4,8 pour cet essai. L’objet de la campagne expérimentale présentée ci-dessous est de vérifier, à titre de validation complémentaire et afin de s’assurer de la cohérence des deux méthodes de mesure de demande en eau, que l’on peut déduire la compacité donnée par l’une de la seconde.

PROGRAMME D’ESSAIS

Les **tableaux 1** et **2** présentent les matériaux retenus pour les essais. La granulométrie du ciment de Saint-Pierre-la-Cour a été déterminée à l’aide d’un granulomètre laser Mastersizer 2000. La même granulométrie a été adoptée pour les deux autres ciments. Cette approximation n’a que peu d’influence sur les calculs effectués avec le MEC car ces deux ciments ont été employés purs. En effet, la connaissance précise de la granularité n’est indispensable que pour les mélanges avec plusieurs constituants de granularités proches, pour lesquels les interactions granulaires (de desserrement et de paroi) sont importantes. La granularité de la fumée de silice a été déduite de la fiche technique pour la partie grossière, et extrapolée pour la partie fine [2, 6] à partir de la valeur de surface spécifique donnée par le fournisseur (14 m²/g), en faisant l’hypothèse de grains sphériques et d’une granularité linéaire en log (d), d étant le diamètre des grains.

tableau 1
Matériaux utilisés pour les essais.

Nom	Masse volumique (kg/m ³)	Extrait sec (%)
CEM I 52,5 N CE CP2 NF de Lumbres (Holcim)	3 150	
CEM I 52,5 N CE CP2 NF de Saint-Pierre-la-Cour (Lafarge)	3 100	
CEM I 52,5 N CE CP2 NF du Havre (Lafarge)	3 160	
Silice thermique blanche (SEPR)	2 200	
Sika Viscocrete Tempo 10		30

tableau 2
Granularité
des matériaux.

Ciments		Fumée de silice	
Diamètre (µm)	Passant cumulé (%)	Diamètre (µm)	Passant cumulé (%)
0,5	0	0,04	0
0,63	2	0,05	4,4
0,8	3,5	0,063	9
1	4,9	0,08	13,7
1,25	6,3	0,1	18,1
1,6	8	0,125	22,6
2	9,8	0,16	27,4
2,5	11,9	0,2	31,9
3,15	14,5	0,25	36,3
4	17,9	0,315	40,9
5	21,7	0,4	45,6
6,3	26,4	0,5	50
8	32	0,63	58,3
10	38,2	0,8	67
12,5	45,1	1	75
16	53,8	1,25	83
20	62,8	1,6	92
25	72,7	2	100
31,5	83,2	2,5	100
40	92,8		
50	98,8		
63	99,8		
80	99,9		
100	100		

Le dosage de saturation en superplastifiant (Sp*) mesuré par la méthode des coulis [7] s'est avéré égal à 0,3 % d'extrait sec par rapport à la masse de ciment pour les trois ciments.

La campagne expérimentale a consisté à mesurer la demande en eau pour obtenir une pâte homogène et la demande en eau pour obtenir la consistance normale sur les échantillons suivants :

- les trois ciments, pour des dosages en superplastifiant Sp tels que Sp/Sp* soit égal à 0 ; 0,25 ; 0,5 ; 0,75 ; 1 ; 1,25 ; 1,5 ;
- des mélanges binaires dosés à 95/5, 90/10 et 80/20 (en pourcentages pondéraux) de ciment Saint-Pierre-la-Cour et de fumée de silice, respectivement. Les mélanges étaient additionnés de façon forfaitaire de 0,6 % d'extrait sec de superplastifiant par rapport au poids total (ciment + fumée de silice), afin d'assurer la saturation.

Par souci d'homogénéité, il avait été décidé de fixer un protocole unique de détermination de la demande en eau à la consistance normale, que celle-ci soit mesurée en présence ou non de superplastifiant. Ce protocole a été déterminé sur la base des essais de Lecomte *et al.* [3] et après des essais préliminaires. Cependant, on verra plus loin que, pour des raisons opérationnelles, ce n'est pas exactement ce protocole qui sera retenu. Cet essai est réalisé à l'aide d'un malaxeur normalisé (décrit dans la norme NF EN 196-1) et de l'appareil de Vicat muni de la sonde de consistance de diamètre 10 mm, tel que décrit dans la norme NF EN 196-3.

Pour la fabrication des pâtes, on procède comme suit :

- on fait une réserve d'eau de ville à 20 ± 2 °C pour l'ensemble des essais ;
- on humidifie la surface de la cuve et de la pale du malaxeur en s'assurant qu'il ne reste aucun excès d'eau ;
- on pèse dans la cuve du malaxeur une certaine quantité d'eau (125 g par exemple au départ) contenant éventuellement le dosage en superplastifiant souhaité ;
- on pèse une masse $M_p = 500$ g de poudre et on l'ajoute dans le malaxeur ;
- on malaxe 90 s à petite vitesse ;
- on arrête le malaxage, puis on racle la cuve pendant 15 s à l'aide de la pale ;
- on malaxe 180 s supplémentaires à petite vitesse.

On réalise ensuite des mesures d'enfoncement pour différents teneurs en eau, selon les indications de la norme EN 196-3. On obtient alors un graphe semblable à celui de la **figure 2**, où h est la distance entre le fond du moule et l'extrémité de la sonde.

La quantité d'eau M_{e6} permettant d'obtenir une hauteur $h = 6$ mm peut être déterminée par essais successifs. Afin de limiter le nombre d'essais, il est possible de déduire par interpolation la quantité d'eau M_{e6} à partir de deux points encadrant la consistance normale.

Toutefois, afin de minimiser l'erreur, les points A et B devront vérifier les conditions suivantes :

$$h_A \leq 30 \text{ mm}$$

$$h_B \geq 2 \text{ mm}$$

$$M_{eB} - M_{eA} \leq 5 \text{ g}$$

On peut alors déterminer la compacité de la poudre par l'équation suivante :

$$C = \frac{1000}{1000 + M_v \frac{M_e}{M_p}}$$

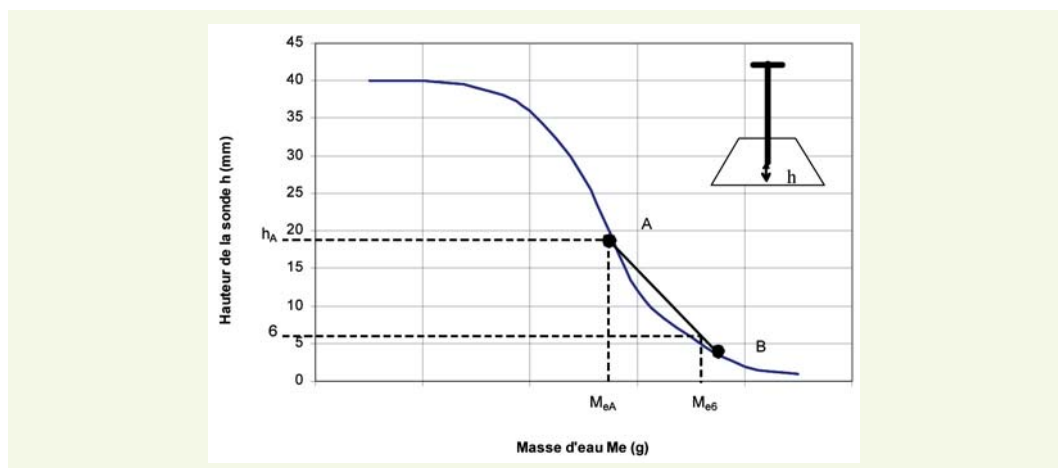
où :

$M_e = M_{e6}$ est la masse d'eau totale ajoutée (eau d'ajout plus eau de l'adjuvant),

M_v est la masse volumique de la poudre (en kg/m^3),

M_p est la masse de poudre.

figure 2
Évolution de
l'enfoncement de la sonde
en fonction du dosage
en eau.



RÉSULTATS OBTENUS ET DISCUSSION

Ajustement de l'indice de serrage

Le **tableau 3** et la **figure 3** présentent l'ensemble des résultats obtenus pour les ciments. En général, la compacité mesurée à la sonde de Vicat croît en fonction du dosage en superplastifiant, comme on pouvait s'y attendre. De même, selon ce dernier essai, l'adjonction du superplastifiant à la saturation ($Sp/Sp^* = 1$) conduit à une augmentation de compacité comprise entre 0,04 et 0,05. La même tendance est obtenue avec l'essai de demande en eau sur pâte homogène, sauf pour le ciment de Saint-Pierre-la-Cour, dont la compacité selon cet essai reste à peu près stationnaire lorsque le dosage de superplastifiant croît de 0 à 1,25 fois la dose de saturation.

Pour chaque ciment et chaque dosage en superplastifiant, les valeurs de β ont été calibrées sur la base des essais de demande en eau sur pâte homogène, avec $K = 6,7$. On a alors calculé l'indice de serrage correspondant à la valeur de compacité obtenue pour l'essai de demande en eau sur pâte normale (**figure 4**). La valeur moyenne obtenue, égale à 4,7, est très proche de la valeur de 4,8 obtenue par Lecomte *et al.* En appliquant une valeur de 4,8, on a ensuite recalculé les compacités théoriques pour les pâtes normales. Comme le montre la **figure 5**, la correspondance avec l'expérience est satisfaisante et l'erreur moyenne est limitée à 0,011 en valeur absolue. Une autre façon de présenter les résultats (**tableau 4**) est de comparer les valeurs de β obtenues à partir des essais sur pâtes homogènes ($K = 6,7$) et celles obtenues à partir des essais sur pâtes normales ($K = 4,8$). L'écart moyen entre les deux valeurs est également de 0,011.

figure 3
Mesures des compacités
des ciments par les deux
méthodes de demande en
eau.

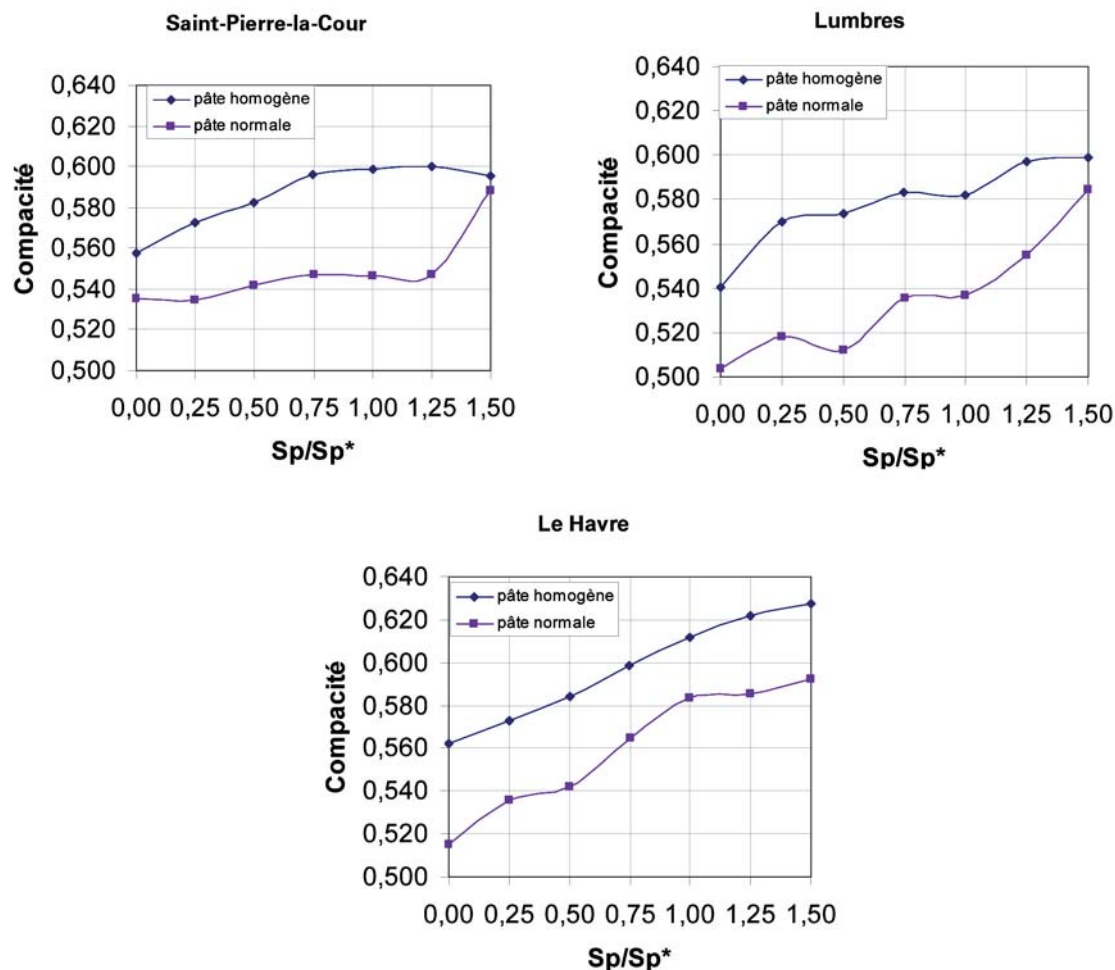


tableau 3
Résultats des mesures
de compacités.

Sp/Sp*	Saint-Pierre-la-Cour		Lumbres		Le Havre	
	Pâte homogène	Pâte normale	Pâte homogène	Pâte normale	Pâte homogène	Pâte normale
0	0,558	0,536	0,5402	0,5039	0,5619	0,5153
0,25	0,572	0,535	0,5700	0,5181	0,5731	0,5357
0,5	0,582	0,542	0,5738	0,5120	0,5844	0,5419
0,75	0,596	0,547	0,5834	0,5359	0,5986	0,5649
1	0,598	0,547	0,5823	0,5370	0,6117	0,5836
1,25	0,6	0,547	0,5973	0,5549	0,6217	0,5854
1,5	0,595	0,589	0,5991	0,5845	0,6272	0,5925

figure 4
Valeurs de K calculées
pour la demande en eau
sur pâtes normales à
partir des b calées sur la
demande en eau sur pâtes
homogènes.

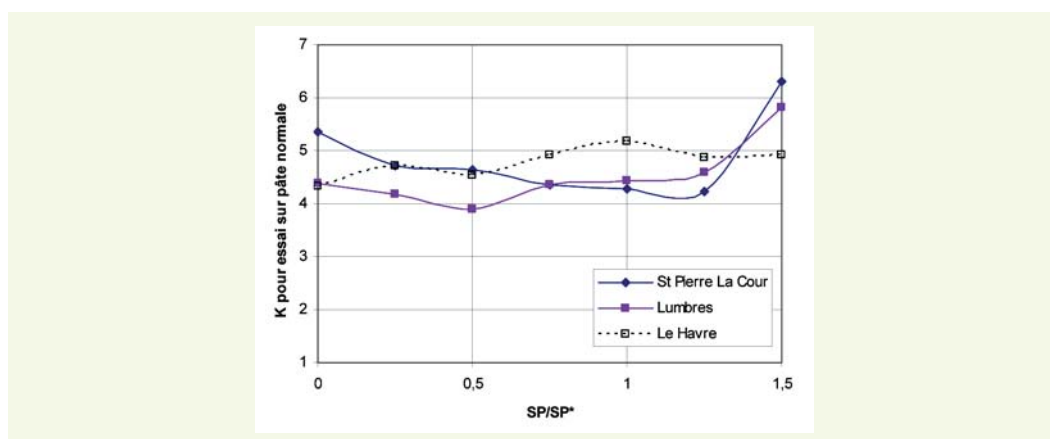


figure 5
Comparaison entre les
valeurs expérimentales
de compacités mesurées
sur pâtes normales et les
valeurs théoriques déduites
des essais sur pâtes
homogènes avec K = 4,8.

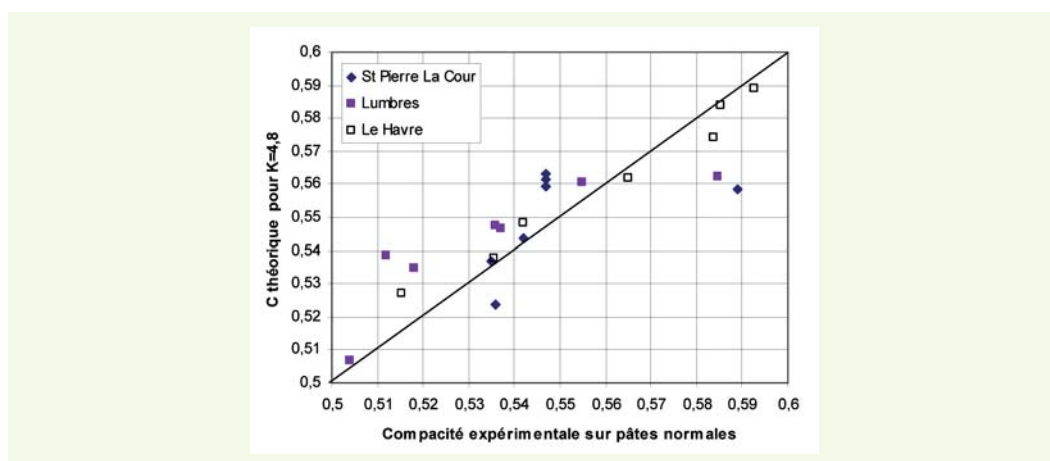


tableau 4
Valeurs de β calées
par le MEC. β (6,7) :
valeurs calées à partir des
compacités mesurées sur
pâtes homogènes avec un
indice de serrage de 6,7 ;
 β (4,8) : valeurs calées
à partir des compacités
mesurées sur pâtes
normales avec un indice de
serrage de 4,8.

Sp/Sp*	Saint-Pierre-la-Cour		Lumbres		Le Havre	
	β (6,7)	β (4,8)	β (6,7)	β (4,8)	β (6,7)	β (4,8)
0	0,4687	0,4813	0,4518	0,449	0,4724	0,4604
0,25	0,4821	0,4803	0,4802	0,4632	0,4832	0,481
0,5	0,4918	0,4875	0,4839	0,457	0,4941	0,4874
0,75	0,5054	0,4926	0,4931	0,4812	0,508	0,5111
1	0,5074	0,4926	0,4921	0,4824	0,5209	0,5307
1,25	0,5094	0,4926	0,5067	0,5007	0,5309	0,5326
1,5	0,5044	0,5364	0,5085	0,5317	0,5364	0,5401

■ Vérification pour des liants composés

Les résultats obtenus sur les mélanges de ciment et de fumée de silice sont présentés dans le **tableau 5**. La compacité du ciment n'ayant été mesurée pour un dosage de 0,6 % (soit 2SP*) avec aucune des deux méthodes a donc été extrapolée linéairement à partir des résultats obtenus sur les mélanges à 5 et 10 % de fumée de silice. La compacité de la fumée de silice n'a également pas été mesurée directement car la présence de ciment est nécessaire pour que l'adjuvant joue son rôle. Elle a donc, dans un premier temps, été calibrée pour les essais sur pâtes homogènes, de telle sorte que le MEC s'ajuste au mieux aux résultats expérimentaux. Ayant ainsi déterminé la compacité du ciment et de la fumée de silice pour $K = 6,7$, on a pu en déduire leurs β , soit 0,5426 et 0,6321 respectivement. Les simulations avec le MEC ont alors été réalisées sur cette base, avec $K = 4,8$, pour reconstruire l'évolution de la compacité issue des essais sur pâtes normales. On observe sur la **figure 6** que le modèle décrit de façon raisonnable les résultats expérimentaux. De plus, le modèle donne le même écart moyen (autour de 0,01 en valeur absolue) avec les résultats expérimentaux, pour les deux méthodes. Ceci confirme le caractère acceptable de la valeur de 4,8.

Dans la présente étude, par souci d'homogénéité, un cycle unique de malaxage a été sélectionné pour l'ensemble des essais sur pâtes normales alors que Lecomte *et al.* [3] avaient retenu des temps de malaxage différents pour les pâtes avec ou sans adjuvant :

- sans adjuvant : on malaxait 90 s à petite vitesse, on arrêtait le malaxage, puis on raclait la cuve pendant 15 s à l'aide de la pale, et enfin on malaxait pendant 90 s à petite vitesse ;
- avec adjuvant : le cycle de malaxage était appliqué deux fois de suite.

Après analyse des essais, on constate que cette différence de protocole de malaxage n'a qu'un effet mineur sur les mesures de demande en eau puisque l'on retrouve une même valeur de l'indice de serrage dans les deux études. Toutefois, les protocoles de malaxage proposés par Lecomte *et al.* présentent un double avantage :

- pour les mesures sur ciment sans adjuvant, le protocole proposé est celui de la norme EN NF 196-3 et les valeurs de demande en eau sont en général disponibles auprès du fournisseur de ciment ;

tableau 5

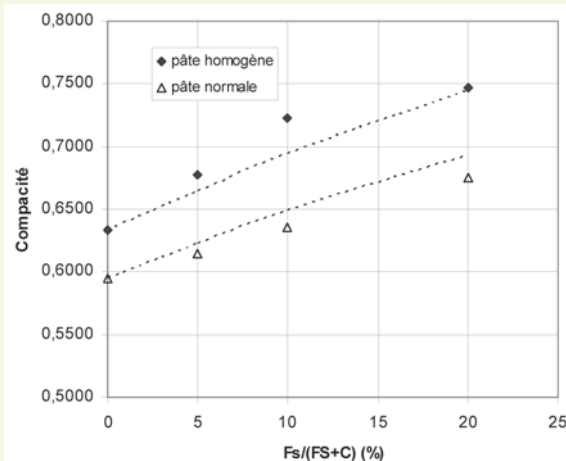
Résultats des mesures de compacité pour le mélange Saint-Pierre-la-Cour + fumée de silice SEPR.

FS/(C +FS) (%)	Pâte homogène	Pâte normale
0	0,6333*	0,5948*
5	0,6780	0,6147
10	0,7228	0,6353
20	0,7467	0,6752

* valeurs extrapolées à partir des mesures à 5 et 10 % de fumée de silice.

figure 6

Compacités expérimentales et simulations. Les points représentent les valeurs de compacités expérimentales, les traits en pointillés représentent les simulations réalisées avec le MEC avec les B du ciment et de la fumée de silice calées avec les essais sur pâtes homogènes. Les calculs ont été réalisés avec $K = 6,7$ et 4,8 respectivement pour les essais sur pâtes homogènes et sur pâtes normales.



– l'adoption d'un double cycle de malaxage pour les mélanges adjuvantés semble conduire en général à des courbes plus régulières que celles obtenues ici (cf. **figure 3**). De plus, pour certains ciments et pour des teneurs en eau très proches de la demande en eau, un seul cycle de malaxage ne permet pas d'obtenir une pâte homogène.

CONCLUSION

On a confirmé la pertinence de la mesure de la compacité des poudres par détermination de la demande en eau d'une pâte de consistance normale, au sens de la norme EN 196-3. En l'absence d'adjuvant, le cycle de malaxage retenu est celui de la norme. Pour les mesures avec adjuvant, on répète une seconde fois le cycle. Cet essai donne des résultats cohérents avec ceux fournis par l'essai de demande en eau pour l'obtention d'une pâte homogène qui était retenu jusqu'à présent. La valeur de l'indice de serrage de 4,8 proposé par Lecomte *et al.* a été confirmée. Cette nouvelle méthode présente l'avantage d'être moins subjective que la précédente et de s'appuyer sur une norme existante. Elle demande toutefois un peu plus de temps. Le protocole retenu dans la présente étude sera donc proposé comme méthode alternative de mesure de la demande en eau des poudres dans la version 3 de BétonlabPro.

REMERCIEMENTS

Les auteurs tiennent à remercier chaleureusement André Lecomte pour ses conseils et les échanges informels qu'ils ont eus avec lui lors de cette étude.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- 1 DE LARRARD F., *Structures granulaires et formulation des bétons*, ERLPC, avril 2000, OA 34, 414 pages.
- 2 SEDRAN T., DE LARRARD F., *BétonlabPro 2, logiciel de formulation des bétons*, 2000, distribué par les presses de l'ENPC (http://pfe.enpc.fr/presse_enpc.asp).
- 3 LECOMTE A., MECHLING J.-M., DILIBERTO-JEANNOT C., *Indice de serrage des pâtes cimentaires de consistance normale, 7^e édition des journées scientifiques du RF2B*, Toulouse, 19-20 juin 2006, disponible sur www.lmdc.insa-toulouse.fr/RF2B/Actes-RF2B-2006/ActesRF2B2006.htm.
- 4 LEDÉE V., DE LARRARD F., SEDRAN T., BROCHU F., *Essai de compacité des fractions granulaires à la table à secousses. Mode opératoire*, Méthode d'essai des LPC, 2004, 61.
- 5 DE LARRARD F., LEDÉE V., SEDRAN T., BROCHU F., DUCASSOU J.-B., *Nouvel essai de mesure de compacité des fractions granulaires*, *Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées*, 2003, 246-247, pp. 101-116.
- 6 SEDRAN T., *Rhéologie et rhéométrie des bétons. Application aux bétons autonivelants*, Thèse de l'ENPC, mars 1999, 220 pages.
- 7 DE LARRARD F., BOSCH F., CATHERINE C., DEFLORENNE F., *La nouvelle méthode des coulis de l'AFREM pour la formulation des bétons à hautes performances*, *Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées*, 1996, 202, pp. 61-69.