



**HAL**  
open science

# INFLUENCE DE MICROBILLES DE VERRE DE FORME SPHÉRIQUE SUR LES PROPRIÉTÉS DE LA PÂTE DE CIMENT ET DU MORTIER

Thi Bich Hau Nguyen, Maxime Nicolas, Duy Huu Pham

► **To cite this version:**

Thi Bich Hau Nguyen, Maxime Nicolas, Duy Huu Pham. INFLUENCE DE MICROBILLES DE VERRE DE FORME SPHÉRIQUE SUR LES PROPRIÉTÉS DE LA PÂTE DE CIMENT ET DU MORTIER. Nouveaux Matériaux et Durabilité, Nov 2012, Toulouse, France. hal-01442353

**HAL Id: hal-01442353**

**<https://hal.science/hal-01442353v1>**

Submitted on 20 Jan 2017

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Toulouse, France  
19-20 Novembre 2012

## **INFLUENCE DE MICROBILLES DE VERRE DE FORME SPHÉRIQUE SUR LES PROPRIÉTÉS DE LA PÂTE DE CIMENT ET DU MORTIER**

NGUYEN Hau<sup>A,B</sup>, NICOLAS Maxime<sup>A</sup>, PHAM Duy Huu<sup>B</sup>

A École supérieure de Transports et de Communications, Hanoi, Vietnam

B Institut Universitaire des Systèmes Thermiques Industriels, Aix-Marseille Université, France

**RESUMÉ:** Ce sujet porte sur l'influence de micro-particules de verre sur la quantité d'eau optimale, sur le temps de prise de la pâte de ciment, sur la porosité ainsi que la résistance mécanique de mortier selon le temps. Les particules de verre utilisées dans ce sujet sont de forme sphérique avec un diamètre compris entre 1 et 50 microns. Dans un premier temps, nous nous intéressons à des billes de verre blanc, de masse volumique  $2.6 \text{ g/cm}^3$ , et de densité apparente environ  $1.5 \text{ g/cm}^3$ . Le rôle des billes de verre est de diminuer la porosité interstitielle des granulats et de remplacer la fraction non hydratée du ciment dans les interstices. Nous avons effectué différentes procédures de préparation de mélanges pour connaître le moment où il faut ajouter les billes de verre pour que leur présence soit la plus efficace. Ensuite, nous avons déterminé le temps de prise de chaque mélange de pâte de ciment sans et avec billes de verre.

Nous avons effectué aussi plusieurs essais mécaniques sur les éprouvettes en mortier sans et avec billes de verre, de dimension  $40 \times 40 \times 160 \text{ mm}$  : essais de compression et de flexion à trois points. Les résultats obtenus confirment l'influence de l'ajout de verre sur les propriétés physiques et mécaniques étudiés, et ils nous permettent de poursuivre quelques tests sur la micro structure du mortier pour comprendre l'effet des billes de verre dans le mortier, ainsi que le comportement des grains de ciment en présence d'autre particules de même taille.

**MOTS CLÉS :** microbilles de verre, pâte de ciment, mortier, temps de prise, résistance mécanique, micro structure.

---

## 1. INTRODUCTION

Les sous-produits industriels comme les cendres volantes ou la fumée de silice sont valorisés comme un liant hydraulique sans clinker. Étant un matériau recyclé à 100 % et à l'infini, le verre devient un sujet de plusieurs recherches depuis 2000 [S Mindess, 2008]. Le verre broyé de la taille des graviers et du sable est considéré comme des granulats dans le béton [C. Meyer et al., 2001]. Les expériences précédentes prouvent que les fines particules de verre de diamètre suffisamment petit ont un effet pouzzolanique sur l'hydratation, sur les propriétés physiques et chimiques du ciment [H. Saeed, 2008, R. Idir, 2009, A. Shayan, A. Xu, 2004]. La réaction alkali-silica ne se produit pas tant que la taille des particules est inférieure à 75 microns [Y. Shao et al., 2000]. Dans cet article, nous nous intéressons à une forme intermédiaire entre les granulats et la poudre fine : les microbilles de verre (MV) sous forme sphérique en inclusion dans les pâtes de ciment et les mortiers. Nous étudions l'influence des MV (i) sur la quantité d'eau optimale de la pâte cimentaire, (ii) sur le temps de prise de pâte cimentaire, (iii) sur la micro-structure de la pâte et du mortier cimentaire, et enfin (iv) sur la résistance mécanique du mortier.

## 2. PLAN D'EXPÉRIENCES

### 2.1 Matériaux

Le ciment utilisé est blanc de type CEM II/B 42.5R (LL CE CP2 NF « SB » Cruas de Ciments Calcia), et gris de type CEM II/B 32.5R (CP2 NF de Ciments Calcia) adapté aux normes NF. Les microbilles de verre ont une granulométrie comprise entre 1 et 50  $\mu\text{m}$  et sont fournies par Minéralex. La figure 1 présente une analyse sur les tailles des particules de bille de verre. Les propriétés chimiques, physiques et minéralogiques de ces matériaux sont résumées dans l'annexe 1. L'eau utilisée est déminéralisée pour éviter les réactions inattendues car le comportement chimique des MV est inconnu.

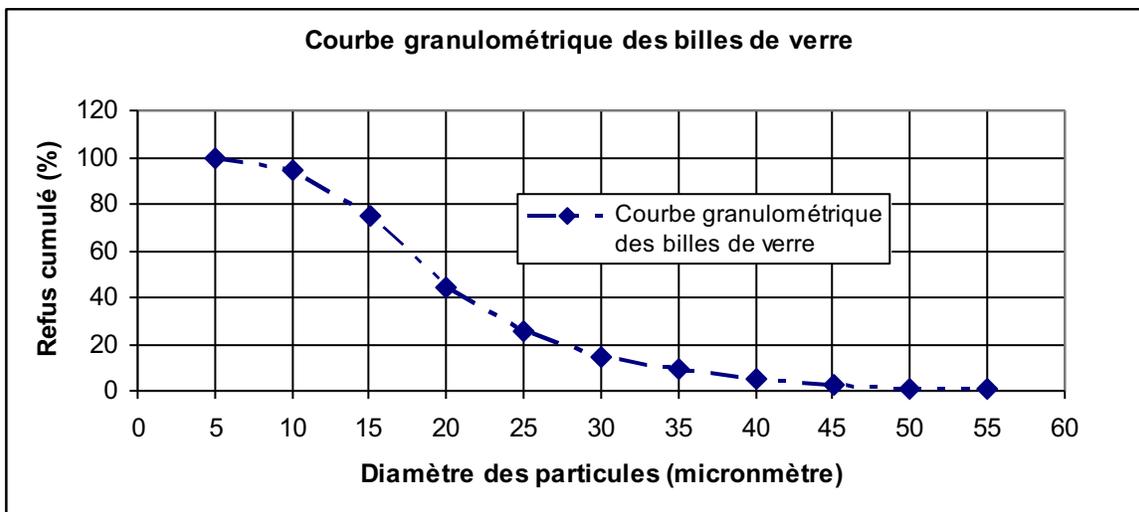


Figure 1. Courbe granulométrique des billes de verre

Les mélanges de pâtes de ciment sans ou avec microbilles de verre sont préparés selon la norme NF EN 196-3 et ASTM C305. Les pourcentages de ciment remplacés par des billes de verre sont respectivement : 5 %, 10 %, 15 %, 20 %, 25 %, 30 % et 35 %.

Le sable utilisé dans les essais mécaniques est normalisé (Sable normalisé en fraction BS 1881 part 131 de Société Nouvelle du Littoral). La granularité varie entre 0.15 et 2.36 mm (Les caractéristiques du BS 1881 part 131 sont présentés dans la fiche technique, annexe 1).

## 2.2 Méthode d'essais

La pâte de ciment est préparée selon la norme EN 196.3 et le mortier est mélangé selon la procédure issue de la norme ASTM C305. Pour les mélanges avec ajout des billes de verres, nous réalisons un pré-mélange manuel du ciment avec les MV avant l'ajout d'eau.

Les mesures de temps de prise de la pâte de ciment s'effectuent selon la norme EN 196.3 avec des mélanges différents dont les compositions sont mentionnées dans le tableau 2. La quantité d'eau optimale pour que la pâte de ciment obtienne la consistance standard est déterminée selon la méthode ASTM C187.

Les éprouvettes 4/4/16 pour la mesure de résistance en compression sont conservées dans l'eau jusqu'au jour de test à 3, 7, 14, et 28 jours. La proportion entre la quantité de liant et la quantité de sable est 1/2.75 en masse et la procédure respecte la norme ASTM C109. Les détails sont présentés dans le tableau 3.

**Tableau 1**  
Mélanges pour étudier les propriétés de la pâte de ciment

Composition	Récapitulatifs							
	M <sub>0</sub>	M <sub>5</sub>	M <sub>10</sub>	M <sub>15</sub>	M <sub>20</sub>	M <sub>25</sub>	M <sub>30</sub>	M <sub>35</sub>
Ciment (g)	500	475	450	425	400	375	350	325
Billes de verre (g)	0	25	50	75	100	125	150	175

**Tableau 2**  
Mélanges pour la mesure de résistance mécanique du mortier

Composition	Récapitulatifs			
	M <sub>0</sub>	M <sub>15</sub>	M <sub>20</sub>	M <sub>25</sub>
Ciment (g)	500	425	400	375
Billes de verre (g)	0	75	100	125
Sable (g)	1375	1375	1375	1375
Eau (ml)	242	242	242	242

\* : Faute de temps, nous n'avons pas accompli les résultats sur la résistance mécanique du mortier avec les concentrations de MV au-delà de 25%.

## 3. RÉSULTATS, ANALYSES, DISCUSSION

### 3.1 Quantité d'eau optimale

Dans ces recherches, nous considérons les MV comme un remplaçant du ciment, pour économiser la fraction non hydratée du ciment dans les interstices. Chaque liant hydraulique demande une certaine quantité d'eau différente, appelée ici quantité d'eau optimale, pour que la pâte soit de bonne consistance ou que la prise se fasse dans de bonnes conditions.

En remplaçant une partie du ciment par des MV, et en supposant que les MV n'absorbent pas d'eau, ni ne produisent de réaction chimique avec l'eau, la quantité d'eau nécessaire pour l'hydratation diminue. De plus, la forme sphérique des billes diminue le frottement entre les particules de liant. Cela rend le mélange plus plastique et donc moins d'eau est nécessaire pour obtenir la consistance voulue.

Le tableau 4 présente les résultats expérimentaux sur la mesure de la quantité d'eau optimale. Nous montrons que celle-ci a tendance à diminuer par rapport au pourcentage de MV. Nous avons également observé qu'à partir d'une proportion de 20 %, les MV ne produisent plus d'influence sur la quantité d'eau du mélange. Nous pouvons considérer donc qu'au-delà de 20 %, le mélange ciment + MV est un liant uni et homogène (cet effet n'est pas visible pour des fractions de MV plus faibles). Ce liant demande donc une constante quantité d'eau constante pour assurer la consistance standard.

**Tableau 3**  
Quantité d'eau optimale pour chaque mélange

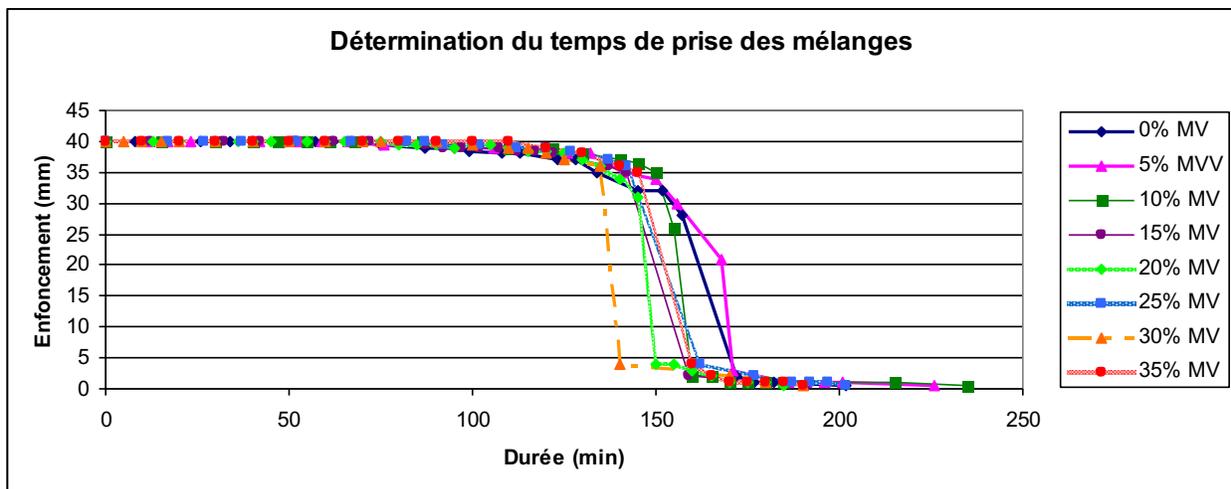
Eau (%)	Récapitulatifs							
	M <sub>0</sub>	M <sub>5</sub>	M <sub>10</sub>	M <sub>15</sub>	M <sub>20</sub>	M <sub>25</sub>	M <sub>30</sub>	M <sub>35</sub>
	33.0	31.4	30.8	30.0	29.0	28.0	28.0	28.0

: Pourcentage par rapport à la masse totale de liant  
(ciment + microbilles de verre)

### 3.2 Temps de prise

Le temps de prise est évalué grâce à la méthode de Vicat, enfoncement d'une aiguille normalisée à partir du sommet de l'échantillon (40 mm). La figure 1 montre les valeurs relevées de l'enfoncement en fonction du temps pour les 8 préparations. Aux erreurs de mesure près, il y a peu de différence entre la pâte de ciment seule et la pâte de ciment avec MV pour les premiers instants ( $t < 70$  min). Le temps de début de prise des mélanges est à mesurer à  $135 \pm 10$  min. Ultérieurement, une différence notable au niveau du temps de fin de prise apparaît pour le mélange chargé à 5 % et 10 % en MV. À 10 %, la présence des microbilles de verre retarde le temps de fin de prise de 30 min par rapport au temps de fin de prise du ciment pur. Cela signifie que la quantité d'eau de ces deux mélanges (5 % et 10%) assure la bonne consistance de la pâte mais n'assure pas une bonne condition pour l'hydratation du ciment.

Nous constatons donc un effet retardateur de prise des MV pour les faibles concentrations. Au contraire, le temps de prise est réduit pour des concentrations de MV à partir de 15%. Nous pouvons établir un deuxième seuil : seuil de temps de prise, où l'ajout de MV accélère le temps de prise du mélange. Les temps de prise pour les 8 formulations sont récapitulés dans le tableau 5.



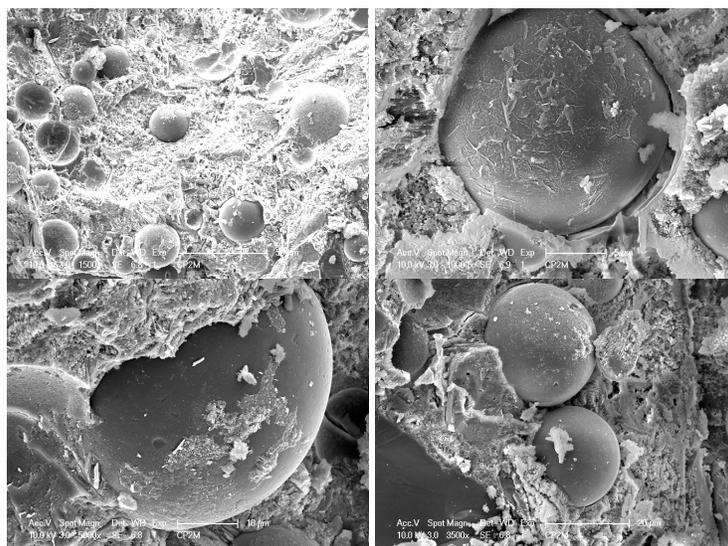
**Figure 2.** Mesures de l'enfoncement à l'aiguille de Vicat pour différents mélanges

**Tableau 4**  
Temps de début ( $T_1$ ) et de fin ( $T_2$ ) de prise des mélanges

	Récapitulatifs							
	$M_0$	$M_5$	$M_{10}$	$M_{15}$	$M_{20}$	$M_{25}$	$M_{30}$	$M_{35}$
$T_1$ (min)	134	141	145	137	135	142	135	140
$T_2$ (min)	202	226	235	191	185	202	200	190
$T_2-T_1$ (min)	68	85	90	54	50	55	55	50

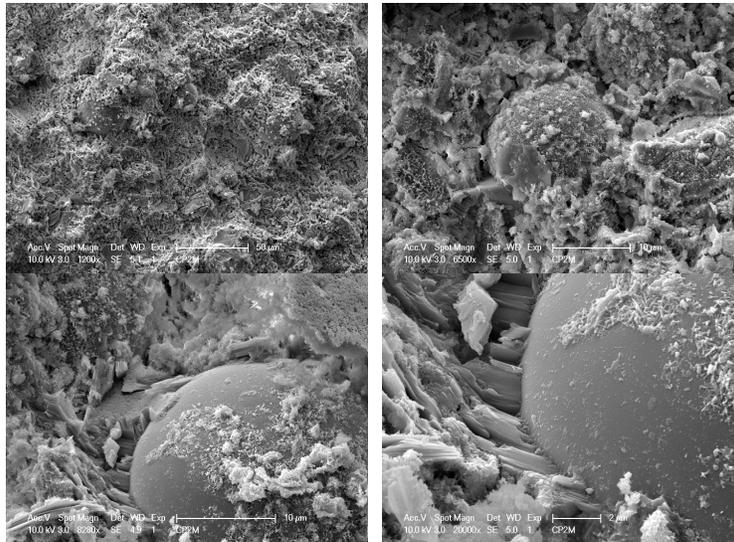
### 3.3 Micro-structure

Pour mieux comprendre le comportement des microbilles de verre dans les mélanges, deux observations sous microscopie à balayage ont été faites sur une éprouvette de pâte de ciment âgée de 28 jours (figure 3), et une éprouvette de mortier âgée d'un an (figure 4).



**Figure 3.** Visualisation au microscope électronique des microbilles de verre dans la pâte de ciment à l'âge de 28 jours.

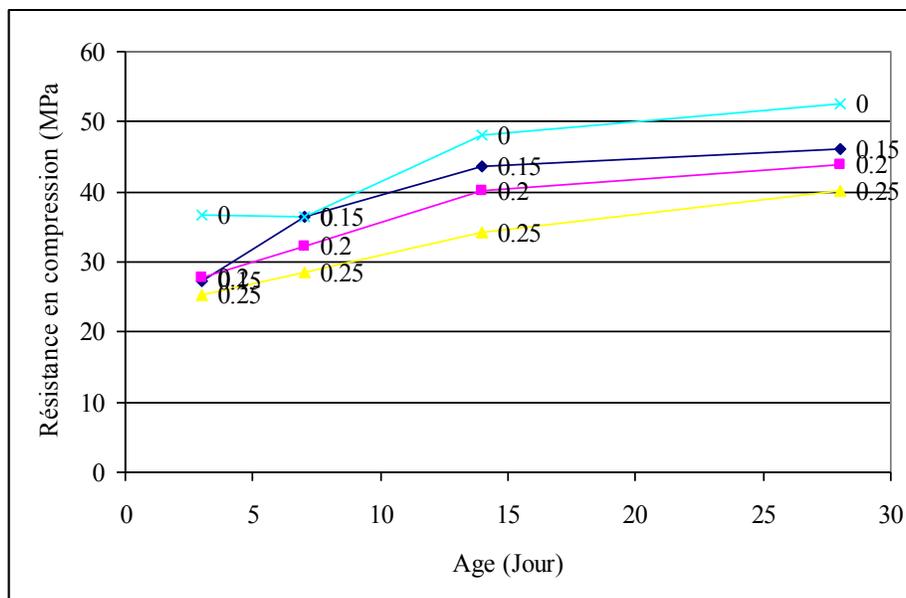
Sur la figure 3, les particules de verre sont clairement identifiées dans la structure et il semble n'y avoir ni cohérence, ni réaction chimique entre les billes et les autres constituants de la pâte. Au contraire, sur les images du mortier à un an (figure 4), des nouveaux produits sont apparus sur la surface des microbilles. Ceux ci viennent peut être des réactions chimiques avec des produits d'hydratations de ciment, tel que la réaction alkali-silica. D'autres essais en microscopie à balayage sont en cours pour pouvoir donner plus de conclusions sur la micro-structure des pâtes avec microbilles de verre.



**Figure 4.** Visualisation au microscope électronique des microbilles de verre dans le mortier après un an.

### 3.4 Résistance mécanique

Du fait de leur forme sphérique et de leur apparente incohésion avec la pâte environnante, les billes de verre font diminuer les propriétés mécaniques des mélanges. Nous montrons sur la figure 4 la résistance à la compression en fonction de l'âge pour différents mélanges, avec comme courbe de référence la courbe du mortier standard (sans MV). La résistance décroît proportionnellement au pourcentage de billes de verre ajoutées dans le mélange. En empêchant la prise du ciment, à 3 jours, la résistance du mortier des mélanges modifiés est beaucoup plus faible que celle du mortier de référence  $M_0$ . Par contre, nous avons vu que le rapport entre la résistance au jeune âge (3 et 7 jours) et celle à 28 jours des mélanges est toujours de l'ordre grandeur de 70 % par rapport à la résistance standard considérée comme la résistance à 28 jours. Nous pouvons donc conclure que les microbilles n'ont pas fait changer le comportement mécanique des particules de ciment.



**Figure 5.** Résistance en compression du mortier en fonction de l'âge. La fraction de MV est indiquée sur chaque courbe.

**Tableau 5**

Mélange	3 jours		7 jours		14 jours		28 jours	
	R <sub>3</sub> (Mpa)	SAI (%)	R <sub>7</sub> (Mpa)	SAI (%)	R <sub>14</sub> (Mpa)	SAI (%)	R <sub>28</sub> (Mpa)	SAI (%)
M <sub>15</sub>	27.4	74.7	36.5	100.0	43.6	90.7	46.1	87.4
M <sub>20</sub>	27.7	75.6	32.2	88.0	40.2	83.6	43.8	83.2
M <sub>25</sub>	25.2	68.9	28.6	78.3	34.2	71.1	40.3	76.4
M <sub>0</sub>	36.6		36.5		48.1		52.7	

Les valeurs de la résistance en compression et de l'indice d'activité de résistance en compression (SAI-calculé selon ASTM C311) sont présentées dans le tableau 6. Les microbilles de verres, malgré leur forme sphérique avec une surface peu rugueuse, jouent bien le rôle d'un ajout minéral comme les cendres volantes avec un indice SAI > 70 % [X. Feng, B. Clark, 2011]. Cela nous permet de considérer ces microbilles de verre comme un autre ajout minéral, source potentielle d'économie de ciment.

#### 4. CONCLUSIONS

Ces travaux montrent l'influence des microbilles de verre sur le comportement physique, chimique et mécanique du ciment. La quantité d'eau optimale, le temps de prise, les images de microstructure et la résistance mécanique de la pâte et du mortier sont déterminés. Les microbilles de verre font à la fois diminuer la quantité d'eau optimale et augmenter le temps de prise de la pâte de ciment. Le comportement des microbilles dans le mélange, ainsi que la micro-structure de la pâte et du mortier change selon le temps et évolue largement après 28 jours. Les billes de verre jouent aussi le rôle d'un ajout minéral, et assure le même comportement que les cendres volantes.

Des recherches avec un autre type de ciment, des essais avec modifications dans la procédure et les mesures au-delà de 28 jours sont prévues pour améliorer la compréhension du rôle des microbilles de verre dans les pâtes de ciment, les mortiers et les bétons.

#### RÉFÉRENCES

- [1] S Mindess (2008), *Developments in the formulation and reinforcement of concrete*, Woodhead Publishing, Canada.
- [2] C. Meyer, N. Egosi, C. Andela. (2001), Concrete with waste glass as aggregate, Recycling and reuse of glass cullet, Proceedings of the international symposium 2001, Scotland, UK
- [3] H. Saeed (2008), *Glass powder blended cement hydration modeling*, Sherbrooke, CANADA
- [4] R. Idir (2009), *Mécanismes d'action des fines et des granulats de verre sur la réaction alkali-silice et la réaction pouzzolanique*, Insa Toulouse, France
- [5] A. Shayan, A. Xu (2004), Value-added utilization of waste glass in concrete, *Cement and concrete research* 34,, ARRB Transport Research Ltd, 81-89
- [6] Y. Shao, T. Lefort, S. Moras, D. Rodriguez (2000), Studies on concrete containing ground waste glass, *Cement and concrete research* 30,, ARRB Transport Research Ltd, 91-100
- [7] X. Feng, B. Clark (2011), Evaluation of the Physical and Chemical Properties of Fly Ash Products for Use in Portland Cement Concrete, *World of Coal Ash Conference 2011*, Denver,USA, 3-7