Kaci A.* — Chaouche M.* *

* Université de Cergy-Pontoise, L2MGC, EA 4114, F – 95000 Cergy-Pontoise, France

Abdelhak.kaci@u-cergy.fr

** Laboratoire de Mécanique et Technologie – Cachan (ENS Cachan/CNRS UMR8535/UPMC/PRES UniverSud Paris), 61 av. du Président Wilson,-94230 Cachan, France

chaouche@lmt.ens-cachan.fr

RÉSUMÉ. Lors de la formulation des mortiers prêts à l'emploi, des additifs minéraux sont souvent utilisés comme épaississants et/ou agents de thixotropie. L'objectif de cette étude est de considérer l'influence de l'ajout d'une bentonite (argile minérale à base de montmorillonite) sur le comportement rhéologique des mortiers projetés, en particulier vis-àvis du fluage et de la thixotropie. Les résultats de cette étude montrent que l'ajout de la bentonite peut limiter le risque de fluage des mortiers projetés en augmentant le seuil d'écoulement après cisaillement et en diminuant le temps caractéristique de restructuration.

ABSTRACT. Fine mineral additives are often used in the formulation of ready-mix mortars as thickeners and thixotropic agents. In the present study, we consider the influence of bentonite (montmorillonite-based clay mineral) on the rheological behaviour of mortars, including in particular creep and thixotropy. Bentonite is found to enhance the mortar creep (or sag) resistance. This enhancement consists of both an increase of the yield stress recovered after shear, and a diminution of the characteristic time for yield stress recovery (related to microstructure rebuilding).

MOTS-CLÉS : Mortiers frais – Bentonite – Propriétés rhéologiques – Fluage – Thixotropie. KEYWORDS: Fresh mortars - Bentonite clay - Rheological properties - Creep - Thixotropy

1. Introduction

Les mortiers industriels (prêts à l'emploi) regroupant les colles à carrelage, les enduits de façade et les mortiers de réparation sont souvent caractérisés par une formulation très complexe. En effet, différents types d'adjuvants organiques et minéraux sont incorporés dans la formulation afin de répondre à un certain nombre d'exigences liées à leur mise en place (pompabilité, ouvrabilité, résistance au fluage, etc), leurs propriétés de durcissement (temps de prise, résistance à la fissuration, etc) et leur comportement à long terme (étanchéité, propriétés mécaniques, durabilité, etc). En général, ces mortiers sont livrés sous forme de poudre sèche à laquelle de l'eau est ajoutée avec un taux de dosage bien déterminé (recommandé). Le mélange est malaxé pour obtenir une pâte homogène. Cette dernière est appliquée soit mécaniquement (pompage-projection) ou manuellement, sur des supports verticaux ou horizontaux.

La relation entre les propriétés rhéologiques de ces matériaux et leur comportement lors de la mise en place est loin d'être clairement établie [Kaci *et al.*, (2009.a, 2009.b)]. La plupart des recherches consacrées au comportement rhéologique des matériaux cimentaires à l'état frais, se limitent à étudier les paramètres rhéologiques en régime stationnaire (à l'équilibre) [Paiva *et al.*,(2006, 2009)]. Or dans le cas de la mise en place, en particulier par un procédé de pompage projection, ces paramètres évoluent en fonction du temps, d'où la nécessité d'étudier l'évolution temporelle des propriétés rhéologiques (régime transitoire) [Khayat (2002), Roussel (2005), Bouras *et al.*,(2008)].

Dans un procédé de pompage-projection, le matériau subit différents taux de cisaillement avant d'arriver sur le support, ce qui induit une déstructuration plus ou moins importante du produit. Une restructuration doit s'effectuer d'une manière assez rapide et suffisante pour que le matériau soit capable de supporter son propre poids une fois sur le support. Dans la présente étude, pour simuler les sollicitations qu'il subit le long du circuit de pompage-projection, le mortier est soumis à un taux de cisaillement pendant 60 secondes (déstructuration) suivi par une contrainte de cisaillement maintenue constante jusqu'à l'équilibre (expérience de fluage). En supposant que le support est vertical (mur), la contrainte appliquée peut correspondre dans la pratique à celle exercée par la gravité, dont l'intensité peut être estimée à : ρga , où ρ est la densité de mortier, *a* épaisseur de la couche appliquée et g l'accélération de la pesanteur. Une fois sur le mur le matériau doit récupérer rapidement un seuil d'écoulement supérieur à la contrainte de gravité afin d'éviter tout fluage. Dans le cas d'une application verticale d'un enduit typique (p=1800 Kg/m³, a=2cm, g=10 m/s²), le seuil d'écoulement après projection doit être supérieur à 360 Pa afin d'éviter tout fluage.

On s'intéressera dans cette étude aussi bien à la valeur de seuil d'écoulement après cisaillement qu'à la cinétique de restructuration (thixotropie). Nous allons nous intéresser en particulier à l'influence d'une argile bentonitique sur les propriétés de fluage.

2. Matériaux et méthodes

2.1. Matériaux

Le mortier de référence utilisé dans cette étude est composé d'un ciment Portland (CEM I 52,5), d'une chaux hydraulique, d'un sable siliceux avec une distribution granulaire contrôlée et d'un agent entraîneur d'air (voir tableau 1). Une bentonite de sodium, commercialisée comme additif pour fluides de forage, est utilisée avec différents taux de dosage (de 0 à 1%).

Afin de minimiser la porosité du squelette granulaire, différents sables et charges de granulométries différentes sont généralement utilisés dans la pratique. Dans notre étude du sable siliceux broyé a été tamisé pour obtenir deux granulométries différentes désignées par **d1** [entre 0,16 mm et 0,315 mm] et **d2** [entre 1,25 mm et 2,5 mm]. Les pourcentages de (d1) et (d2) par rapport à la quantité du sable utilisé dans le mortier sont 30% et 70% respectivement.

Constituant	Ciment	Chaux hydraulique	Sable	Entraineur d'air	Argile bentonitique	Eau (pourcentage en masse par rapport à la poudre)
% (masse)	15	5	80	0.01	Varie de : 0→1%	15

Tableau 1. Composition des mortiers considérés

2.2. Mesures rhéologiques

Les mesures rhéologiques sont effectuées à l'aide d'un rhéomètre (AR2000ex) équipé d'une géométrie Vane-cylindre. Cette géométrie est reconnue comme étant bien adaptée pour les suspensions granulaires comme les mortiers [D'Aloia *et al.*(2006), Bauer *et al.*, (2007)]. Les mortiers ont été préparés selon la procédure décrite dans le tableau 2.

Tableau 2. Etapes de malaxage

Durée	Etat du malaxeur	Opérations		
	Arrêt	Introduction du Prémix en poudre		
30 secondes	Vitesse lente (62 tr/min)	Introduction de la quantité d'eau recommandée		
30 secondes	Arrêt	Raclage des bords et de la cuve du bol		
1 minute	Vitesse rapide (125 tr/min)			

Pour simuler les sollicitations subies lors du procédé de mise en place, l'échantillon a été soumis à la suite de sollicitations représentée sur la Figure 1. Tout d'abord, un taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ est appliqué pendant un temps T_c (temps de cisaillement). Ensuite, on applique une contrainte relativement faible σ_{i-1} , fixée durant un temps T_f (temps de fluage). La valeur de la contrainte appliquée est inférieure à la contrainte seuil. Cette dernière est préalablement déterminée à partir de la courbe d'écoulement (obtenue à contrainte simposées). L'échantillon est à nouveau cisaillé pendant un temps T_c . Une contrainte plus élevée ($\sigma_i > \sigma_{i-1}$) est appliquée durant un temps T_f . Les temps T_c et T_f sont suffisamment long pour atteindre l'état d'équilibre et cela pour les différentes valeurs de contraintes et des taux de cisaillement étudiés. On a pris pour cette étude les valeurs suivantes : $T_c = 60$ s et $T_f = 30$ s.



Figure 1. Protocole des sollicitations considérées pour étudier le fluage des mortiers

3. Résultats et discussions

3.1. Comportement rhéologique

Généralement les matériaux cimentaires à l'état frais, incluant les mortiers, sont considérés comme des fluides de Bingham où un modèle à deux paramètres suffit pour décrire le comportement rhéologique. Cependant, dans le cas des mortiers comportant des dosages élevés en polymère un troisième paramètre est nécessaire afin de modéliser les courbes d'écoulement [Bouras *et al.*,(2008), Papo (1988), Yahia et Khayat (2001, 2003)]. Les contraintes à l'équilibre sont reliées aux taux de cisaillement par la relation suivante (modèle d'Herschel-Bulkley) :

$$\sigma = \sigma_0 + \mu \dot{\gamma}^n \tag{1}$$

Avec : σ_0 Contrainte seuil, μ viscosité plastique et *n* indice de fluidité.

La figure 2 représente la courbe d'écoulement du mortier contenant 0.1% de bentonite, obtenue en appliquant des contraintes de cisaillement croissantes puis décroissantes.



Figure 2. Courbe d'écoulement du mortier contenant 0.1 % de bentonite.

La partie ascendante de la courbe d'écoulement est inférieure à celle descendante ce qui indique que le matériau présente de la rhéopexie. Le cisaillement induit donc un épaississement du mortier. L'analyse de la figure 2 montre que la courbe d'écoulement descendante suit le modèle de Bingham tandis que la branche ascendante suit plutôt le modèle rhéo-épaississant d'Herschel-Bulkley. Néanmoins, l'intérêt réside dans la détermination de la valeur de seuil d'écoulement, associée à l'apparition de l'écoulement permettra de déterminer les valeurs des contraintes à considérer pour les expériences de fluage. La valeur de seuil d'écoulement est donc déterminée en extrapolant la courbe d'écoulement ascendante pour une valeur de taux de cisaillement nulle.

3.2. Résultats des essais de fluage

La figure 3 représente l'évolution temporelle de la déformation pour les différentes contraintes appliquées, dans le cas du mortier sans bentonite. On constate que pour les faibles valeurs de contraintes appliquées (inférieures à 380 Pa), la déformation augmente dans un premier temps pendant une certaine période transitoire jusqu'à ce qu'on atteigne un état d'équilibre correspondant à l'arrêt de l'écoulement. Au-dessus d'une certaine valeur critique de la contrainte appliquée (comprise entre 350 et 380 Pa), un écoulement permanent avec un taux de cisaillement fini est obtenu après une certaine période transitoire. Ce phénomène

appelé aussi "bifurcation de la viscosité" a été déjà observé dans le cas d'autres types de fluides thixotropes et des fluides à seuil [Coussot *et al.*, (2002a)].



Figure 3. *Evolution temporelle de la déformation pour différentes valeurs de contraintes appliquées : cas du mortier sans bentonite.*

La figure 4 représente l'évolution temporelle du taux de cisaillement apparent pendant la période de fluage pour les différentes valeurs des contraintes appliquées dans le cas de deux mortier (sans et avec 1% de bentonite).



Figure 4. Evolution temporelle des taux de cisaillement pendant la période de fluage en fonction des contraintes appliquées : (a) mortier sans bentonite, (b) mortier avec 1% de bentonite

On remarque qu'au dessous du seuil d'écoulement, le taux de cisaillement tend vers zéro en moins d'une seconde. Tandis qu'au dessus, l'écoulement résultant est caractérisé par des valeurs très fluctuantes des taux de cisaillement. L'amplitude de ces fluctuations diminue à mesure que nous nous éloignons de la valeur du seuil. Ce phénomène peut être lié au comportement en avalanches bien connus dans le cas des fluides pâteux [Coussot *et al.* (2002b)].

La figure 5 représente l'évolution de la contrainte seuil après cisaillement pendant la période de fluage en fonction des valeurs de pré-cisaillement pour différents dosages en bentonite. Toutes les formulations présentent de la rhéopexie. Cette dernière propriété est accentuée avec l'augmentation du dosage en bentonite.



Figure 5. Seuil d'écoulement en fonction des taux de cisaillement pour différents dosages en bentonite.

3.3. Relation entre le fluage et la thixotropie

Pour décrire la thixotropie, le modèle le plus basique doit contenir au moins un paramètre structurel λ , qui caractérise le degré d'interconnections dans la microstructure du matériau à un instant et à un taux de cisaillement donnés. Les interactions à l'origine de la thixotropie sont ceux liés aux particules colloïdales (la bentonite, les adjuvants polymères, une partie de ciment et la chaux). En général, on suppose que λ =0 pour une microstructure totalement déstructurée et λ = 1 pour une restructuration totale. Durant le fluage, l'évolution du paramètre λ peut être déterminée par une compétition entre la restructuration de la microstructure, qui s'effectue avec un temps caractéristique τ et une déstructuration dont la cinétique dépend essentiellement du taux de cisaillement instantanée. Cela se traduit par l'équation suivante [Moore, (1959)] :

$$\frac{d\lambda}{dt} = \frac{1}{\tau} - \lambda \dot{\gamma}(t)$$
^[2]

465

La propriété rhéologique qui peut être directement déduite des mesures de fluage est la viscosité plastique. Cette dernière doit diverger lorsque le paramètre structurel tend vers 1 et, tendre vers une valeur finie lorsque la structure est complètement déstructurée ($\lambda = 0$). La relation la plus simple entre λ et μ qui répond à l'ensemble des hypothèses précédentes peut être exprimée sous la forme suivante :

$$\mu(\lambda) = \mu_0 \left(\frac{1}{1 - \lambda(t)}\right)$$
^[3]

Avec : µ0 viscosité Newtonienne (microstructure entièrement déstructurée).

Lorsque le matériau est soumis à une contrainte de fluage fixe σ , le taux de cisaillement peut être calculé (comportement Binghamien) :

$$\dot{\gamma}(t) = \frac{\sigma - \sigma_{y}}{\mu_{0}} (1 - \lambda(t))$$
[4]

Avec σ_y contrainte seuil tenant compte des conditions du pré-cisaillement.

En combinant les éqs. (2) et (4), on obtient :

$$\frac{d\lambda}{dt} = \frac{1}{\tau} - \frac{\sigma - \sigma_y}{\mu_0} \lambda + o(\lambda^2)$$
^[5]

Pour résoudre l'éq.(5), le terme non linéaire doit être ignoré ($\lambda <<1$). En combinant avec l'éq.(4), on obtient la relation donnant l'évolution du taux de cisaillement durant la première phase du fluage:

$$\dot{\gamma}(t) = \left(\frac{\sigma - \sigma_y}{\mu_0} - \frac{1}{\tau}\right) + \left(\dot{\gamma}_0 - \left(\frac{\sigma - \sigma_y}{\mu_0} - \frac{1}{\tau}\right)\right) \exp\left(-\frac{t}{\mu_0/(\sigma - \sigma_y)}\right)$$
[6]

 $\dot{\gamma}_0$ taux de cisaillement initial.

De l'éq. 6, on déduit le temps caractéristique du fluage:

$$\tau_{fluage} = \frac{\mu_0}{\sigma - \sigma_y} \tag{7}$$

Le temps caractéristique de fluage estimé à partir de l'éq.(7), augmente lorsque la contrainte appliquée se rapproche du seuil d'écoulement et diverge lorsque la contrainte est égale au seuil (apparition d'un écoulement permanent).

De point de vue procédé, il serait important de pouvoir estimer la force maximale, liée au seuil d'écoulement, que peut supporter le matériau après avoir subit une histoire de cisaillement donnée. C'est pourquoi on va estimer le temps nécessaire pour que le matériau atteigne son seuil d'écoulement. En utilisant l'éq.6, l'évolution du temps caractéristique du fluage en fonction de la contrainte appliquée est représentée sur la figure 6, dans le cas de deux formulations différentes (sans bentonite et avec 1% de bentonite). Les résultats sont en accord avec l'expression analytique donnée par l'éq.7. Le temps caractéristique de fluage augmente avec la contrainte appliquée et c'est en augmentant la contrainte appliquée (en restant audessous du seuil d'écoulement) que le fluage est ralenti.



Figure 6: Évolution du temps caractéristique de restructuration en fonction de la contrainte appliqué pour différents dosages en bentonite.



Figure 7 : *Temps caractéristique de restructuration en fonction du dosage en bentonite.*

La figure 7 représente l'évolution du temps caractéristique du seuil d'écoulement après cisaillement pour différents dosages en bentonite. On remarque que la bentonite accélère la cinétique de restructuration. Ces résultats mettent clairement en évidence l'effet de cet additif sur la thixotropie du mortier.

4. Conclusion

Nous avons étudié l'influence de l'ajout d'une argile bentonitique sur le comportement rhéologique des mortiers projetés à l'état frais, en particulier la capacité du matériau à retrouver son seuil d'écoulement après avoir été fortement cisaillé (thixotropie).

Les courbes d'écoulement obtenues à contraintes imposées, montrent que les mortiers présentent de la rhéopexie. Nous avons constaté que la bentonite fait augmenter à la fois la valeur de seuil d'écoulement après cisaillement et la cinétique de restructuration de la microstructure. Par ailleurs, le seuil d'écoulement après cisaillement augmente avec le taux de pré-cisaillement (le mortier présente de la rhéopexie).

Un modèle simple de thixotropie a été utilisé pour interpréter les courbes expérimentales de fluage. L'ajout de la bentonite fait augmenter le caractère épaississant induit par le cisaillement. Ce phénomène peut se révéler avantageux en particulier face au risque de fluage lors d'une application machine (projection) sur des supports verticaux. Toutefois l'augmentation de la valeur de seuil d'écoulement induite par le cisaillement peut dépasser le seuil d'écoulement critique d'un mortier pompable ce qui peut conduire à un blocage d'écoulement.

Remerciements

Les auteurs remercient l'entreprise ParexLanko pour le financement de ce travail.

Bibliographie

- Banfill P.F.G: Rheological methods for assessing the flow properties of mortar and related materials, Construction and Building Materials 8 (1994), pp 43-50.
- Bauer E., de Sousa G.G., Guimarães A.E., Silva F.G.S: Study of the laboratory Vane test on mortars, Building and Environment 42, (2007) 86-92.
- Bouras R, Chaouche M, Kaci S: Influence of Viscosity-Modifying Admixtures on the Thixotropic Behaviour of Cement Pastes, Appl. Rheol. 18:4 (2008) 45604.
- Coussot P, Nguyen Q. D., Huynh H. T.and Bonn D : Avalanche Behavior in Yield Stress Fluids, Phys. Rev. Lett. 88, (2002b) 175501

- Coussot P, Nguyen Q.D., Huynh H.T., Bonn D : Viscosity bifurcation in thixotropic, yielding fluids, J. Rheol. 46 (2002a) 573–589.
- D'Aloia Schwartzentruber L., Le Roy R., Cordin J: Rheological behaviour of fresh cement pastes formulated from a Self Compacting Concrete (SCC), Cement Concrete Res. 36 (2006) 1203-1213.
- Kaci A, Bouras R, Chaouche M, Andreani P, Brossas H: Adhesive and Rheological Properties of Mortar Joints, Appl. Rheol. 19: 5 (2009b) 51970.
- Kaci A, Chaouche M, Andreani P-A, Brossas H: Rheological behaviour of render mortars, Appl. Rheol. 19:1 (2009a) 13794.
- Khayat K.H : Influence of thixotropy on stability characteristics of cement grout and concrete, Mater. J., 99 (2002) 234 – 241
- Moore F.: The rheology of ceramic slip and bodies, Trans. Br. Ceramic Soc., 58 (1959) 470-494.
- Paiva H., Esteves L.P., Cachim P.B., Ferreira V.M : Rheology and hardened properties of single-coat render mortars with different types of water retaining agents, Construction and Building Materials, 23 (2009)1141-1146.
- Paiva H., Silva L.M., Labrincha J.A. and Ferreira V.M : Effects of a water-retaining agent on the rheological behaviour of a single-coat render mortar, Cement and Concrete Research, 36, (2006), pp. 1257-1262.
- Papo A.: Rheological models for cement pastes, Mater. Struct., 21 (1988) 41-46.
- Roussel N : Steady and transient flow behaviour of fresh cement pastes, Cem.Concr. Res. 35 (2005) 1656 1664.
- Tattersall G.H: Workability and Quality-Control of Concrete, E & FN SPON, London, (1991).
- Yahia A. and Khayat K.H. : Applicability of rheological models to highperformance grouts containing supplementary cementitious materials and viscosity enhancing admixture, Mater. Struct., 36 (2003) 402 – 412.
- Yahia A. and Khayat K.H: Analytical models for estimating yield stress of highperformance pseudoplastic grout, Cem. Concr. Res., 31 (2001) 731 738.