

Etude expérimentale du comportement thermique et du retrait endogène de pâtes de ciment au très jeune âge

Pierre Mounanga, Abdelhafid Khelidj, Ahmed Loukili, Guy Bastian

▶ **To cite this version:**

Pierre Mounanga, Abdelhafid Khelidj, Ahmed Loukili, Guy Bastian. Etude expérimentale du comportement thermique et du retrait endogène de pâtes de ciment au très jeune âge. XXIIe Rencontres Universitaires de Génie Civil 2004, Jun 2004, Marne-la-Vallée, France. hal-01786766

HAL Id: hal-01786766
https://hal.science/hal-01786766

Submitted on 6 May 2018

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.

Etude expérimentale du comportement thermique et du retrait endogène de pâtes de ciment au très jeune âge

Pierre Mounanga[1], Abdelhafid Khelidj[1], Ahmed Loukili[2], Guy Bastian[1]

[1] *GeM – I.U.T de Saint-Nazaire, 58 Rue Michel Ange, 44606 Saint-Nazaire Cedex*

[2] *GeM – Ecole Centrale de Nantes, 1 rue de la Noé, 44000 Nantes Cedex*

RESUME. Dès sa mise en œuvre, le béton est sujet à des fluctuations volumiques causées par le développement microstructural de la matrice cimentaire et l'exothermie du processus d'hydratation du ciment. Sous certaines conditions structurales, environnementales et climatiques, ces déformations peuvent rapidement provoquer la fissuration prématurée du matériau et compromettre l'esthétique, les performances et la durabilité des ouvrages en service. La connaissance des mécanismes physiques des déformations aux jeune et très jeune âges du béton est essentielle pour maîtriser leurs effets à l'échelle des ouvrages en béton.

Au cours de cette étude, nous nous sommes intéressés au développement du retrait endogène, du retrait chimique et des paramètres de transfert de chaleur de pâtes de ciment au très jeune âge et à différentes températures de cure isotherme. L'objectif est d'améliorer la compréhension des phénomènes et des interactions mis en jeu et d'apporter des éléments de prédiction de l'évolution du comportement et des déformations des matrices cimentaires durcissantes.

MOTS-CLÉS : pâte de ciment, retrait endogène, propriétés thermophysiques, maturité.

ABSTRACT. Since its making, the concrete undergoes volumetric variations caused by the microstructural development of the cementitious matrix and the exothermic characteristic of the cement hydration. Under particular structural, environmental and climatic conditions, these deformations can quickly cause the premature cracking of the material and compromise the aesthetics, the performances and the durability of the building. The knowledge of the physical mechanisms of early and very early age concrete deformations is essential to control their effects on the scale of the concrete works.

The present study deals with the development of chemical and autogenous shrinkage and the heat transfer properties of cement pastes at very early age and maintained at various isothermal-curing temperatures. The objective of this research work is to improve comprehension of phenomena and interactions brought into play and to bring new elements for the prediction of the behaviour and deformations of hardening cementitious systems.

KEYWORDS: cement paste, autogenous shrinkage, thermal properties, maturity.

1. INTRODUCTION

L'utilisation croissante des bétons à hautes performances (BHP) lors de la réalisation d'ouvrages de grandes dimensions (ponts, ouvrages d'art, gratte-ciel) a révélé leur grande sensibilité à la fissuration précoce. Cette fissuration, inesthétique, est préjudiciable à la durabilité du béton, car elle facilite la pénétration de l'humidité et d'espèces agressives, entraînant la corrosion des armatures et la détérioration subséquente du béton. Elle est qualifiée de précoce car elle se produit quelques jours, voire quelques dizaines d'heures après la mise en place du matériau.

En conditions endogènes (sans échanges de matière avec le milieu ambiant), les contraintes thermiques et le retrait endogène sont les principaux facteurs en cause dans le phénomène de fissuration « précoce » des bétons à hautes performances. Ces contraintes thermiques sont causées par l'exothermie des réactions d'hydratation du ciment dont les effets peuvent être accrus par la présence de coffrages présentant des propriétés thermiques différentes (bois d'un côté, acier de l'autre) et par l'enlèvement des coffrages avant que la cure du béton ne soit complètement terminée. Ces facteurs contribuent à la répartition inégale de la chaleur, ce qui entraîne des dilatations puis des retraits différentiels. A ces déformations d'origine thermique vient s'ajouter du retrait endogène provoqué par l'autodessiccation de la matrice cimentaire en cours de durcissement. L'amplitude de ces fluctuations volumiques au très jeune âge peut engendrer la fissuration prématurée du béton.

Aujourd'hui, plusieurs méthodes sont proposées pour réduire ce risque de fissuration (Bentz et Jensen, 2004). Cependant le succès de ces tentatives sous-entend une compréhension approfondie des mécanismes moteurs à l'origine des déformations des matrices cimentaires. Dans cette optique, on s'intéresse ici plus particulièrement à l'évolution du comportement thermique de pâtes de ciment en cours de prise et à l'influence de la température sur le développement du retrait endogène.

Nous avons procédé, parallèlement à l'étude du retrait endogène et des paramètres de transfert thermique, à un suivi de la cinétique d'hydratation des pâtes de ciment (par analyse thermogravimétrique) et de leur contraction Le Chatelier (par gravimétrie). Cela permet notamment d'exprimer l'évolution des propriétés, non plus en terme temporel, mais en terme de maturité du matériau.

Les mesures ont été réalisées sur des pâtes de ciment (CPA CEM 52.5 HTS du Teil) non adjuvantées de rapport *E/C*= 0.25, 0.30, 0.35 et 0.40 maintenues à des températures de cure isotherme de 10, 20, 30, 40 et 50°C. La période d'investigation des pâtes de ciment a été limitée **au très jeune âge**, c'est-à-dire les premières 24 heures d'hydratation. Comme le montre la figure 1, c'est au cours de cette période que le dégagement maximal de chaleur d'hydratation se manifeste. C'est donc la période durant laquelle le comportement thermique et les interactions entre l'historique de température et l'évolution du retrait endogène sont problématiques et complexes.

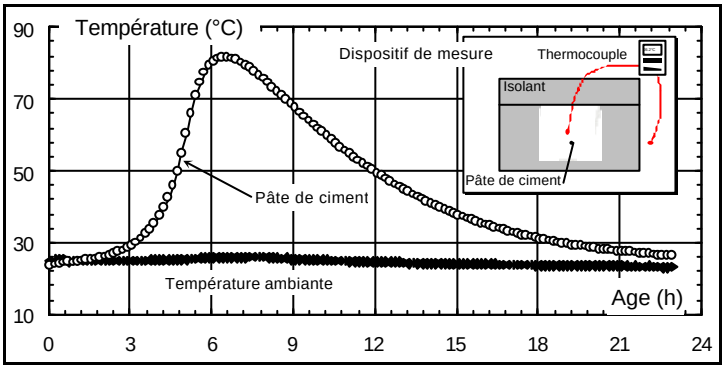


Figure 1 : Evolution de la température d'une pâte de ciment (E/C= 0.25) en conditions semi-adiabatiques.

Cette étude a été menée en collaboration avec la Section Microstructure et Durabilité du LCPC (Paris) au travers d'une participation au programme « Durabilité, entretien, réparation et adaptation des infrastructures », piloté par Mme Véronique Baroghel-Bouny.

2. MECANISMES A L'ORIGINE DE LA FISSURATION PRECOCE

Le schéma de la figure 2 récapitule les mécanismes moteurs à l'origine des déformations et de la fissuration précoce des matrices cimentaires. Dans la chaîne du processus qui aboutira à la fissuration précoce du béton, le comportement thermique et le développement du retrait endogène constituent des maillons fondamentaux.

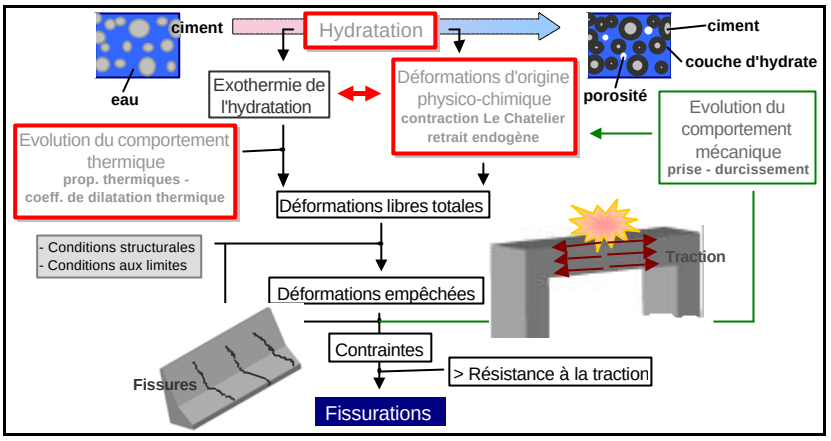


Figure 2 : Schéma simplifié du processus de fissuration précoce en conditions endogènes.

Les déformations d'origine thermique sont conditionnées par le coefficient de dilatation thermique et le champ de températures du matériau. Il existe aujourd'hui une base bibliographique conséquente sur l'évolution du coefficient de dilatation thermique de matrices cimentaires (Laplante et Boulay, 1994 ; Bjøntegaard, 1999 ; Turcry *et al.*, 2002 ; Sarkis *et al.*, 2002 par exemple). Cependant, à notre connaissance, aucune étude systématique n'a été menée dans le domaine pour relier, par exemple, la composition du matériau à l'évolution de son coefficient de dilatation thermique. De même, les études concernant l'évolution des propriétés thermophysiques, qui déterminent l'évolution du champ de températures, sont rares (De Schutter et Taerwe, 1995 ; Bastian et Khelidj, 1995).

Le retrait endogène est une conséquence de l'hydratation et de la microstructuration de la matrice cimentaire liant les granulats au sein du béton. De récentes études (Baroghel-Bouny et Kheirbek, 2001) ont montré que l'amplitude du retrait endogène de pâtes de ciment à faible rapport *E/C* (caractéristique des BHP) mesurée au terme d'1 jour d'hydratation pouvait représenter jusqu'à 42% de l'amplitude de retrait obtenue après 1 an de conservation endogène. Les premières 24 heures d'hydratation sont donc une période-clé dans la compréhension et la prédiction de l'évolution du retrait endogène. Au cours de cette période, les interactions entre le retrait endogène et l'élévation de température du matériau, manifestée lors de la prise, compliquent singulièrement l'analyse des résultats expérimentaux : aujourd'hui, s'il est admis que l'augmentation de la température accélère le développement du retrait endogène au jeune âge, l'influence de la température sur l'amplitude du retrait endogène reste l'objet d'âpres discussions (Bjøntegaard, 1999 ; Turcry *et al.*, 2002).

3. ETUDE DU COMPORTEMENT THERMIQUE DES MATRICES CIMENTAIRES

La détermination des paramètres de transfert de chaleur d'un matériau poreux est un problème complexe. Les spécificités de la pâte de ciment durcissante accroissent cette complexité : les modifications microstructurales importantes subies par le matériau, accompagnées d'une libération de

chaleur, imposent des temps de prise de mesures relativement courts afin de pouvoir suivre avec précision l'évolution des paramètres thermophysiques. La méthode utilisée ici est celle des fils chauffé et non chauffé (Bastian et Khelidj, 1995). Afin de s'affranchir de l'influence de la chaleur d'hydratation, un système périphérique de régulation en température a été adapté au montage initial (Mounanga, 2003).

3.1. EVOLUTION DES PROPRIETES THERMOPHYSIQUES EN FONCTION DU TEMPS

Au cours des premières 24 heures d'hydratation, on observe que :

La conductivité thermique des pâtes de ciment a une évolution légèrement croissante (figure 3-a, pour les pâtes à *E/C*= 0.30). Cet accroissement peut s'expliquer par des phénomènes de percolation de la phase solide du matériau, qui favorisent les transferts de chaleur par conduction.

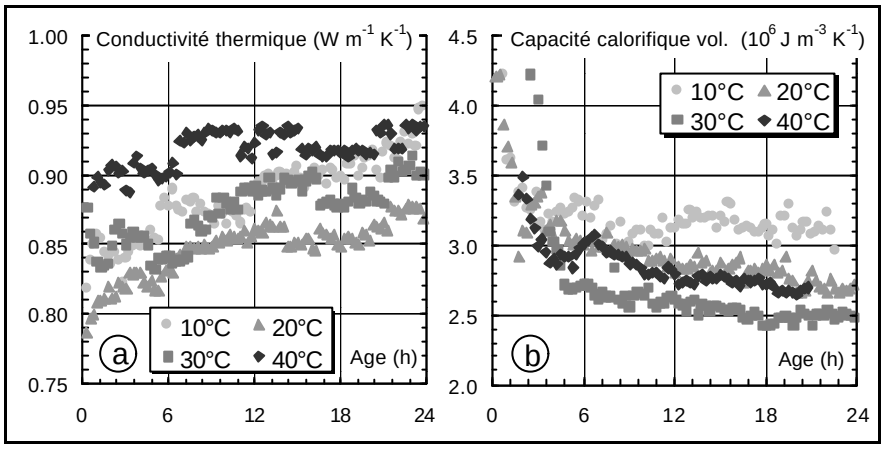


Figure 3 : Evolution de la conductivité thermique (a) et de la capacité calorifique volumique (b) de pâtes de ciment à E/C= 0.30 maintenues à 10, 20, 30 et 40°C.

La capacité calorifique volumique (figure 3-b, pour les pâtes à *E/C*= 0.30) décroît au cours des premières 24 heures d'hydratation. La valeur initiale élevée de capacité calorifique volumique des pâtes de ciment peut s'expliquer par la présence d'eau non chimiquement liée au sein du mélange encore fluide, l'eau a en effet une capacité calorifique volumique beaucoup plus élevée que celles des matières solides en présence.

Les valeurs récapitulées dans le tableau 1 montrent que la température et le rapport *E/C* n'ont pas d'influence significative sur les propriétés thermiques au terme des 20 premières heures d'hydratation.

Tableau 1 : Valeurs des propriétés thermiques des pâtes de ciment après 20 heures d'hydratation.

Température	*E/C= 0.25*			*E/C= 0.30*			*E/C= 0.30*			*E/C= 0.40*		
	l	*rc*	*a*	*l*	*rc*	*a*	*l*	*rc*	*a*	*l*	*rc*	*a*
10°C	0.84	2.66	0.32	0.91	3.06	0.30	0.86	2.82	0.30	0.84	2.88	0.29
20°C	0.90	2.54	0.35	0.85	2.66	0.32	0.86	2.59	0.33	0.86	2.36	0.36
30°C	0.84	2.64	0.32	0.89	2.48	0.36	0.82	2.40	0.34	0.91	2.82	0.32
40°C	0.85	2.36	0.36	0.92	2.73	0.34	0.91	2.68	0.34	0.88	3.08	0.29

(l : conductivité thermique [W m^{-1} K^{-1}] ; rc : capacité calorifique volumique [10^{6} J m^{-3} K^{-1}]; a= l/rc : diffusivité thermique [10^{-6} m^{2} s^{-1}]).

3.2. EVOLUTION DES PROPRIETES THERMOPHYSIQUES EN FONCTION DE L'AVANCEMENT DE L'HYDRATATION

Les évolutions de la conductivité thermique et de la capacité calorifique volumique en fonction du degré d'hydratation du ciment sont représentées aux figures 4 et 5, respectivement. Nous avons observé une faible influence de la température sur l'évolution de ces paramètres et avons donc choisi de ne pas faire apparaître la température de conservation de chaque pâte sur les figures.

On observe globalement une faible croissance de la conductivité thermique des pâtes en fonction de leur maturité (figure 4), la majorité des valeurs mesurées se situant entre 0.80 et 0.90 W m^{-1} K^{-1}.

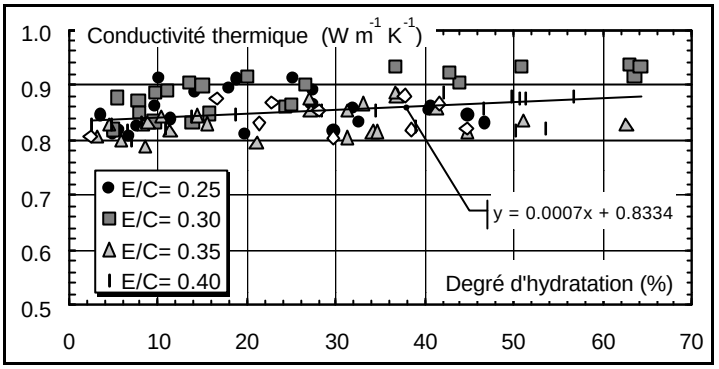


Figure 4 : Evolution de la conductivité thermique en fonction du degré d'hydratation du ciment.

L'évolution de la capacité calorifique volumique est, quant à elle, légèrement descendante en fonction du degré d'hydratation (figure 5). Ces résultats confirment ceux de De Schutter et Taerwe (De Schutter et Taerwe, 1995) obtenus sur une pâte de ciment à *E/C*= 0.50 (ciment de type III) et conservée à 20°C.

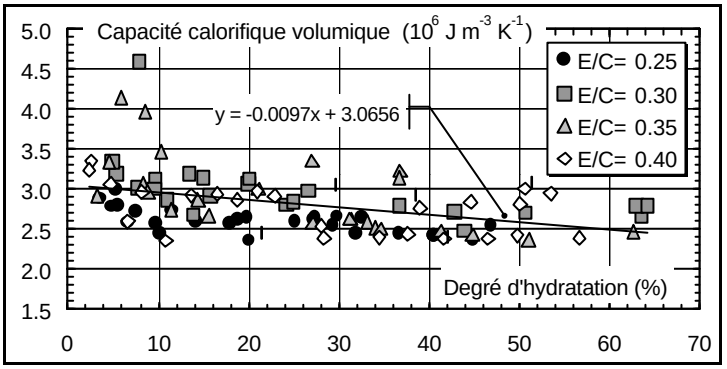


Figure 5 : Evolution de la capacité calorifique en fonction du degré d'hydratation du ciment.

4. EVOLUTION DU RETRAIT ENDOGENE AU COURS DE L'HYDRATATION

La figure 6 présente l'évolution des déformations endogènes en fonction du degré d'hydratation a. L'origine des déformations endogènes a été ramenée à a= 7% d'hydratation, afin de se placer au début de la rigidification du matériau (Mounanga *et al.*, 2004). On observe que pour la gamme de températures étudiée (10 à 50°C), et entre 7 et 50% d'hydratation, on peut dresser une corrélation quasi linéaire entre le degré d'hydratation du ciment et l'amplitude du retrait endogène.

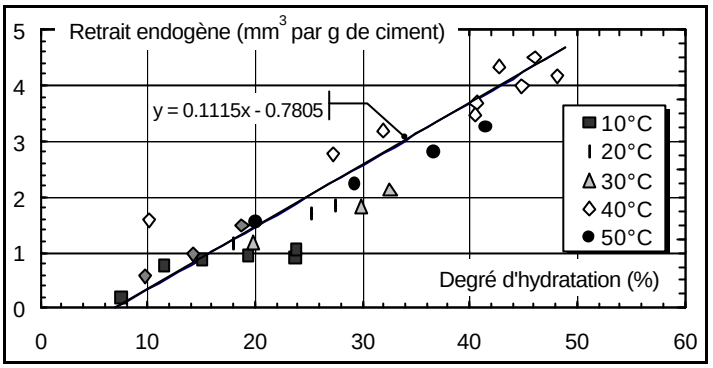


Figure 6 : Evolution du retrait endogène de pâtes de ciment à E/C= 0.25 en fonction du degré d'hydratation du ciment. Les déformations ont été initialisées à a= 7%.

Cette affirmation est tempérée par la dispersion d'un certain nombre de points, qui montre que d'autres facteurs sont impliqués dans le développement des déformations endogènes. Parmi ceux-ci, on peut citer la dépression capillaire générée par l'autodessiccation du matériau et définie par l'état d'équilibre thermodynamique entre les phases liquide et gazeuse de l'espace poreux.

Or cet état d'équilibre est dépendant de la température à laquelle est soumis le matériau.

Des essais de mesure de dépression capillaire des pâtes de ciment fraîches à différentes températures de cure sont en cours de réalisation au sein de notre laboratoire, afin de prendre en compte ce paramètre dans notre approche des mécanismes de déformation endogène.

5. LE CONCEPT DE MATURITE APPLIQUE A LA CONTRACTION LE CHATELIER

Prévoir les propriétés du béton et notamment ses déformations à court terme est essentiel, pour évaluer le risque de fissuration précoce. Au sein des structures, l'exothermie des réactions d'hydratation produit des élévations de température qui accélèrent l'évolution chimique et microstructurale du matériau. En postulant que cette évolution suit une loi d'Arrhenius, une notion de maturité peut être définie pour des historiques de températures variables.

En maturométrie, le point délicat est de déterminer « l'énergie apparente d'activation » qui intervient dans la loi d'Arrhenius.

On propose ici une nouvelle méthode de détermination de l'énergie d'activation apparente du ciment, au très jeune âge, basée sur des mesures de contraction Le Chatelier. Cette méthode repose sur l'hypothèse d'une relation linéaire entre le degré d'hydratation et le retrait chimique du ciment : cette hypothèse a été validée par plusieurs auteurs (Garcia-Boivin, 2001 par exemple) bien qu'il ait été démontré, par ailleurs, que la relation *retrait chimique / degré d'hydratation* pouvait dépendre de la température de conservation du matériau (Geiker, 1983 ; Mounanga *et al.*, 2004).

En reprenant l'expression, démontrée par D'Aloï a (D'Aloï a, 1998), entre un incrément de degré d'hydratation Δa d'un ciment et son énergie d'activation apparente E_a, on obtient :

$$\ln\left(\frac{\Delta a}{\Delta t}\right) = -\frac{E_a}{R}\left(\frac{1}{T}\right) + \text{constante} \quad \Rightarrow \quad \ln\left(\frac{\Delta(\Delta V_{chim})}{\Delta t}\right) = -\frac{E_a}{R}\left(\frac{1}{T}\right) + \text{constante} \qquad \text{[Eq. 1]}$$

avec T : la température de la pâte [K], Δt : le temps requis pour élever le degré d'hydratation d'un incrément $\Delta\alpha$ à la température T [s] et R : la constante des gaz parfaits [J mol^{-1} K^{-1}].

$\Delta V_{chim}/\Delta t$ correspond à la pente initiale de chaque courbe d'évolution de contraction Le Chatelier. On note, en effet, à la figure 7, que la valeur de pente initiale augmente à mesure que la température de conservation croît. Les valeurs de pente initiale $\Delta V_{chim}/\Delta t$ sont obtenues en dérivant les courbes de

contraction Le Chatelier. On observe, sur ces courbes dérivées (figure 8-a), un maximum indiquant un point d'inflexion sur les courbes de contraction Le Chatelier : autour de ce point, l'évolution du retrait chimique est quasi-linéaire en fonction du temps.

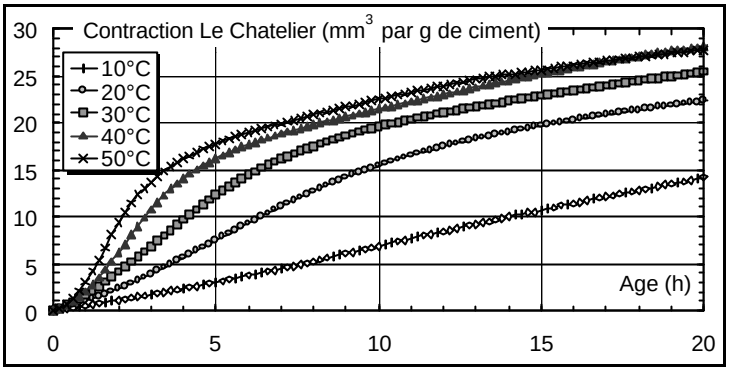


Figure 7 : Evolution de la contraction Le Chatelier, mesurée par gravimétrie, de pâtes de ciment à E/C= 0.25 maintenues à 10, 20, 30, 40 et 50°C (Mounanga, 2003).

Les valeurs, calculées à partir de l'équation 1, sont représentées sur la figure 8-b, pour les pâtes de ciment à *E/C*= 0.25. On observe un bon alignement des points entre eux, indiquant la pertinence de la loi d'Arrhenius pour décrire l'influence de la température sur l'évolution du retrait chimique au cours des premières heures d'hydratation.

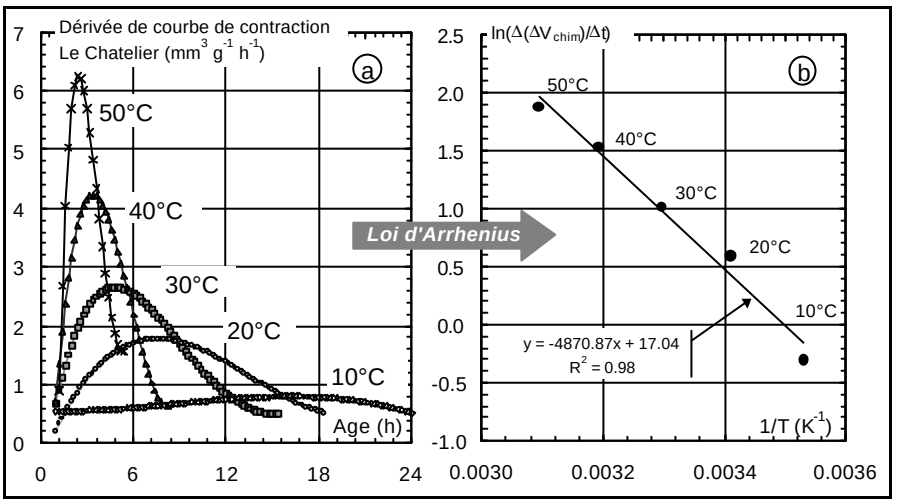


Figure 8 : Principe d'application du concept de maturité aux résultats de contraction Le Chatelier de pâtes de ciment à E/C= 0.25.

Le tableau 2 réunit l'ensemble des valeurs de E_a obtenues pour les différentes pâtes de ciment étudiées. Ces valeurs sont proches de celles mesurées par Turcry *et al.* pour un ciment de même type.

Tableau 2 : Energies d'activation apparentes obtenues.

E/C	*Pentes initiales de courbes (mm³ g⁻¹ h⁻¹)*					*Energie d'activation (J mol⁻¹)*
	10°C	20°C	30°C	40°C	50°C	
0.25	0.74	1.80	2.75	4.59	6.50	34400
0.30	0.72	1.48	2.65	3.94	5.81	35500
0.35	0.71	1.19	2.59	4.17	5.60	40600
0.40	0.78	1.49	2.66	4.12	5.73	35400

6. CONCLUSION

L'étude des propriétés thermophysiques des pâtes de ciment durcissantes a montré, que d'une manière générale, leurs variations étaient relativement faibles au très jeune âge et en cours de prise.

Au très jeune âge, on a observé une corrélation unique et quasi linéaire entre l'amplitude du retrait endogène de pâtes de ciment à *E/C*= 0.25 et le degré d'hydratation du ciment entre 7 et 50% et à *T*= 10, 20, 30, 40 et 50°C.

L'accroissement de la pente initiale des courbes de retrait chimique peut être représenté par la loi d'Arrhenius et permet donc le calcul de l'énergie d'activation apparente du ciment au très jeune âge.

7. BIBLIOGRAPHIE

Baroghel-Bouny, V., Kheirbek, A. (2001) « Effect of mix-parameters on autogenous deformations of cement pastes-Microstructural interpretations » *Concrete Science and Engineering*, vol. 3, n° 9, p. 23-38.

Bastian, G., Khelidj, A. (1995) « Propriétés thermophysiques d'un béton fraîchement coulé » *Bulletin de liaison des LPC*, vol. 200, p. 25-35.

Bentz, D.P., Jensen, O.M. (2004) « Mitigation strategies for autogenous shrinkage cracking » A paraître in *Cement and Concrete Composite*. Disponible sur http://ciks.cbt.nist.gov/~bentz/aci2001/

Bjøntegaard, Ø. (1999) « Thermal dilation and autogenous deformation as driving forces to self-induced stresses in high performance concrete », Thèse de doctorat, NTNU Division of Structural Engineering: Trodheim (Norvège), 256 p.

D'Aloï a, L. (1998) «Détermination de l'énergie d'activation apparente du béton dans le cadre de l'application de la méthode du temps équivalent à la prévision au jeune âge : Approches expérimentales mécaniques et calorimétrique, simulations numériques », Thèse de doctorat, INSA de Lyon, vol. 1 et 2, 511 p.

De Schutter, G., Taerwe, L. (1995) « Specific heat and thermal diffusivity of hardening concrete » *Magazine of Concrete Research*, vol. 47, n° 172, p. 203-208.

Garcia-Boivin, S. (2001) « Retrait au jeune âge du béton : Développement d'une méthode expérimentale et contribution à l'analyse physique du retrait endogène », Thèse de doctorat, ENPC (Paris), 251 p.

Geiker, M. (1983) « Measurements of chemical shrinkage and a systematic evaluation of hydration curves by means of the dispersion model », Thèse de doctorat, Technical University of Denmark.

Laplante, P., Boulay, C. (1994) « Evolution du coefficient de dilatation thermique du béton en fonction de sa maturité aux tout premiers âges » *Materials and Structures*, vol. 27, p. 596-605.

Mounanga, P. (2003) « Etude expérimentale du comportement de pâtes de ciment au très jeune âge : hydratation, retraits, propriétés thermophysiques », Thèse de doctorat, Université de Nantes, 217 p.

Mounanga, P., Khelidj, A., Loukili, A., Baroghel-Bouny, V. (2004) « Predicting $Ca(OH)_2$ content and chemical shrinkage of hydrating cement pastes using analytical approach » *Cement and Concrete Research*, vol. 34, n° 2, p. 255-265.

Sarkis, M., Granju, J.-L., Arnaud, M., Escadeillas, G. (2002) «Coefficient de dilatation thermique d'un mortier frais » *Materials and Structures*, vol. 35, n° 251, p. 415-420.

Turcry, P., Loukili, A., Barcelo, L., Casabonne, J. M. (2002) « Can the maturity concept be used to separate the autogenous shrinkage thermal deformation of cement paste at early age? » *Cement and Concrete Research*, vol. 32, n° 9, p. 1443-1450.