



HAL
open science

Déformation endogène des pâtes de ciment au très jeune âge : Analyse critique et développement métrologique

Marwen Bouasker, Pierre Mounanga, Abdelhafid Khelidj

► To cite this version:

Marwen Bouasker, Pierre Mounanga, Abdelhafid Khelidj. Déformation endogène des pâtes de ciment au très jeune âge : Analyse critique et développement métrologique. 25e rencontres de l'AUGC, May 2007, Bordeaux, France. pp.1-8. hal-04647153

HAL Id: hal-04647153

<https://hal.science/hal-04647153>

Submitted on 13 Jul 2024

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.

Déformation endogène des pâtes de ciment au très jeune âge: Analyse critique et développement métrologique

M. Bouasker, P. Mounanga, A. Khelidj

*GeM UMR CNRS 6183 – Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique
IUT de Saint-Nazaire, 58, Rue Michel Ange, BP 420, 44606 Saint-Nazaire cedex.*

*Marwen.bouasker@univ-nantes.fr, Pierre.mounanga@univ-nantes.fr,
Abdelhafid.khelidj@univ-nantes.fr*

RÉSUMÉ. L'objectif de ce papier est d'analyser et de comparer les déformations endogènes de matériaux cimentaires mesurées avec trois méthodes différentes. Au cours de cette étude, un dispositif linéique horizontal, un dispositif linéique vertical et un dispositif volumique rotatif ont été développés. Les essais ont été réalisés sur des pâtes de ciment Portland de différents rapports Eau/Ciment (E/C) : 0,25 ; 0,30 et 0,40. Les effets du ressuage sur la déformation volumique et linéique et de l'absorption du liquide d'immersion sur la déformation volumique ont été quantifiés. La comparaison des résultats des différentes méthodes montre que la méthode volumique rotative est la plus adaptée pour mesurer la déformation endogène au très jeune âge même si des améliorations sont encore nécessaires concernant le choix du liquide d'immersion.

ABSTRACT. The objective of this paper is to analyse and to compare the results obtained with three different experimental methods used for the measurement of hydrating cement-based material autogenous deformation. A horizontal and a vertical linear measurement systems and a rotary volumetric device, especially designed for the study of very early-age strain, have been developed. The tests have been performed on Portland cement pastes with three different water-to-cement ratios (W/C) equal to 0.25, 0.30 and 0.40. The effects of bleeding on both the linear and the volumetric results and of immersion liquid absorption on the volumetric results have been quantified. The critical analysis of these results yields the conclusion that, among the three test methods used and in the range of W/C ratios investigated, the dynamic volumetric method is the most adapted for the measurement of early-age autogenous strain even if some improvements have to be made in the choice of the immersion liquid.

MOTS-CLÉS: retrait endogène, méthodes de mesure, ressuage, très jeune âge.

KEYWORDS: autogenous shrinkage, measurement methods, bleeding, very early age.

1. Introduction

Le retrait endogène est une propriété commune à toutes les matrices cimentaires à liant hydraulique : il résulte du phénomène de contraction Le Chatelier et de la consommation de l'eau par les réactions d'hydratation qui provoque une désaturation du réseau poreux. Le retrait endogène est particulièrement problématique au très jeune âge des matrices cimentaires à faible E/C et constitue même une cause de fissuration précoce du matériau. En effet, la dépression capillaire générée par l'auto-dessiccation peut atteindre des valeurs très élevées (plusieurs MPa selon Hua *et al.*, 1995). Plusieurs études ont montré que le retrait endogène qui se développe pendant le premier jour d'hydratation représente une part très importante des déformations endogènes à long terme du matériau : au terme des premières 24 h, la déformation endogène peut atteindre plus de 40% (Baroghel-Bouny et Kheirbek, 2001), voire, pour certains bétons à hautes performances, plus de 80% (Lee *et al.*, 2003) de la déformation mesurée après une année de maturation en conditions endogènes. Il est donc important de se focaliser sur les tout premiers jours (3 jours) d'hydratation afin de mieux comprendre les mécanismes encore mal connus à l'origine de cette déformation.

Actuellement, il n'existe pas de méthodes normalisées de mesure du retrait endogène au très jeune âge : dans les normes actuelles, la mesure du retrait commence après un jour d'hydratation. Ceci a amené plusieurs laboratoires à développer leurs propres systèmes de mesure (Jensen et Hansen, 1995 ; Justnes *et al.*, 1996 ; Bjøntegaard *et al.*, 2004 ; Barcelo *et al.*, 2005 ; Lura et Jensen, 2007)

Or, de nombreuses contradictions entre les résultats obtenus démontrent qu'il est encore très difficile de mesurer de façon précise le retrait endogène des matrices cimentaires dès le très jeune âge. Les instruments actuels de mesure du retrait endogène se réfèrent principalement à deux types de méthodes de mesure : les méthodes dites « linéiques » (horizontales ou verticales) et les méthodes dites « volumétriques ». Ces instruments enregistrent souvent, pour des éprouvettes de composition semblable et dans des conditions de mesure identiques, des évolutions dimensionnelles très différentes. Plusieurs chercheurs (Justnes *et al.*, 1996 ; Bjøntegaard *et al.*, 2004 ; Barcelo *et al.*, 2005 par exemple) ont montré que ces différences pouvaient être expliquées par des artefacts expérimentaux, tels que le ressuage de la phase liquide, la sédimentation et la ségrégation de la phase solide, les frottements à l'interface moule-éprouvette dans le cas des méthodes linéiques, l'absorption et la pénétration du liquide d'immersion à l'intérieur de la membrane en latex dans le cas de la méthode volumétrique. De récents travaux (Mitani, 2003 ; Barcelo *et al.*, 2005 ; Lura et Jensen, 2007) ont permis de quantifier l'influence de l'absorption d'eau sur la mesure du retrait endogène. Il manque cependant encore de données expérimentales pour quantifier l'influence relative de chaque artefact et son impact direct sur la mesure du retrait endogène.

2. Programme expérimental

Dans ce papier, on s'intéresse à la déformation endogène de pâtes de ciment Portland de rapports Eau/Ciment (E/C) égaux à 0,25 ; 0,30 et 0,40. Le ciment utilisé est de type CEM I 42,5 de l'usine Saint Pierre La Cour. La finesse du ciment est de $3390 \text{ cm}^2/\text{g}$, sa composition de Bogue est 62% de C_3S , 11% de C_2S , 8% de C_3A et 8% de C_4AF . L'ensemble des essais est réalisé à une température constante de $20 \pm 0,5^\circ\text{C}$.

2.1. Retrait chimique et prise Vicat

Les temps de prise ainsi que le retrait chimique permettent de quantifier l'évolution physico-chimique de la pâte de ciment. La prise est déterminée par l'essai de pénétration Vicat selon la norme européenne NF EN 196-3. Le retrait chimique est mesuré en assurant une saturation permanente en eau de l'espace poreux du matériau selon le protocole décrit par Mounanga *et al.* en 2006.

2.2. Déformation endogène volumique

La déformation endogène volumique est mesurée par pesée hydrostatique, un dispositif expérimental original équipé d'un système de rotation a été développé afin de mesurer le retrait endogène volumique de matrices cimentaires à fort rapport E/C, très sensible au ressuage. Le ressuage est en effet une cause importante de surestimation du retrait endogène au très jeune âge (Justnes *et al.*, 1996).

Après le malaxage, 100 à 120 g de matériau sont introduits dans une membrane en latex. L'ensemble est ensuite vibré afin d'évacuer les bulles d'air avant d'être noué à son extrémité. La surface externe de la membrane est ensuite rincée et séchée délicatement à l'aide d'un chiffon puis pesée.

Enfin, l'éprouvette est placée dans le cylindre du dispositif de mise en rotation (figure 1.a). Le placement de la membrane dans le cylindre se fait avec précaution sous le liquide d'immersion afin d'éviter le piégeage des bulles d'air à l'intérieur du cylindre. L'ensemble est plongé dans un bain à température contrôlée de $20 \pm 0,5^\circ\text{C}$ et accroché à une balance par l'intermédiaire de fils d'attache en nylon. Le moteur est ensuite mis en rotation et l'acquisition est immédiatement lancée. Afin de limiter l'absorption du liquide d'immersion par la membrane, l'eau d'immersion est remplacée par de l'huile de paraffine (Lura et Jensen, 2007). La variation de volume du matériau est calculée à partir de la relation de la poussée d'Archimède correspondant au poids du liquide déplacé.

2.3. Déformations endogènes linéiques

Pour la mesure de la déformation linéique, la méthode mise au point est inspirée des travaux de Jensen et Hansen (Jensen et Hansen, 1995) et de Staquet *et al.* (Staquet *et al.*, 2006). La méthode linéique horizontale consiste à couler le matériau frais dans une membrane en PVC moulé, souple et étanche, scellée à ses deux extrémités par deux bouchons. Le moule, présenté à la figure 1.b, est constitué d'un tube en PVC noir moulé de 16 cm de longueur, 3,5 cm de diamètre intérieur, 4 cm de diamètre extérieur et 0,75 mm d'épaisseur. La manchette en PVC est très souple, sa déformation longitudinale est de l'ordre de 30000 $\mu\text{m}/\text{m}$ pour un effort appliqué de 0,5 N. Après le remplissage de la manchette, deux bouchons en PVC rigide munis d'un plot d'ancrage sont fixés à chaque extrémité. Les déformations sont enregistrées via des capteurs sans contact à courant de Foucault placés aux extrémités de la manchette. Ces capteurs immergeables permettent d'une part, de réaliser les mesures dans un bain thermostaté, et ainsi d'éliminer l'effet des variations thermiques et, d'autre part, de commencer la mesure des déformations dès la fin du coulage. La sensibilité de ces capteurs est de 3,6 mV/ μm .

Concernant le dispositif vertical, on utilise le même principe excepté que la déformation est mesurée par un seul capteur placé au-dessus de la membrane. Le bas de la manchette est encastré dans une embase en PVC rigide (figure 1.c).

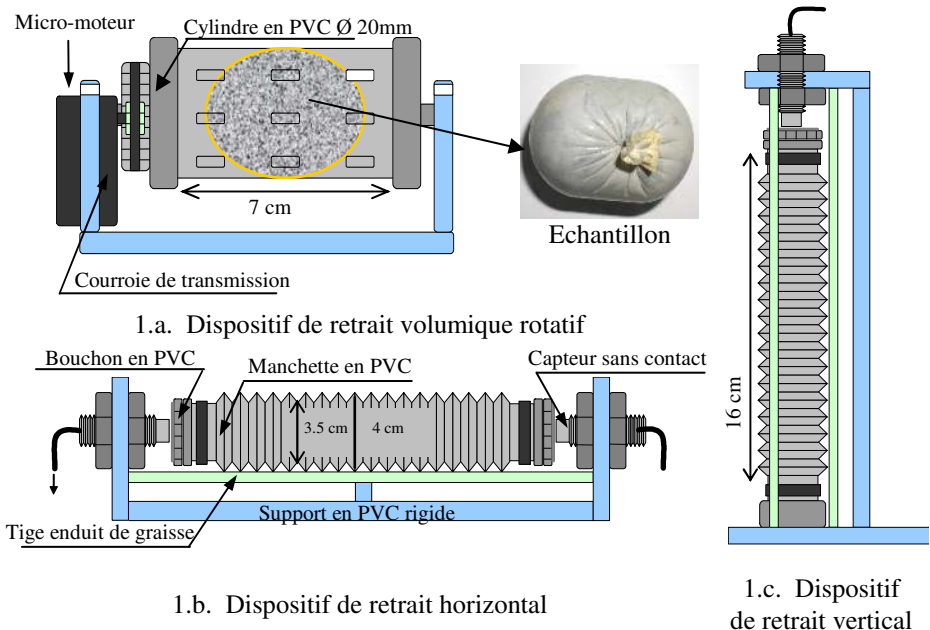


Figure 1. Dispositifs de mesure des déformations endogènes

3. Résultats et discussion

3.1. Effet du ressuage et du liquide d'immersion

La figure 2 présente les résultats des déformations chimique et endogène volumique des pâtes de ciment à $E/C = 0,30$ et $0,40$. Le point de divergence entre les retraits chimique et volumique, indique généralement la formation du squelette solide, i.e., la prise (Justnes *et al.*, 1996). La figure 2 montre que l'heure d'apparition de ce point de divergence est très influencée par la méthode utilisée. Pour la pâte à $E/C = 0,40$ par exemple, il apparaît vers 13 h d'hydratation en configuration « statique » (pas de rotation de l'échantillon) et à 6 h d'hydratation en configuration « dynamique » (rotation continue de l'échantillon). Si l'on compare ces résultats aux temps de début et de fin de prise de la pâte de ciment, égaux à 3 et 7,5 h, respectivement, on peut conclure que, pour l'échantillon mis en rotation, la divergence des retrait chimique et endogène se produit bien pendant la période de prise. La surestimation obtenue avec l'essai en configuration « statique » est très certainement liée à la formation d'une couche d'eau de ressuage dans la partie supérieure de l'éprouvette. Ce « réservoir » d'eau rallonge la phase de contraction Le Chatelier et amplifie artificiellement les déformations endogènes de l'échantillon. Cet effet est moins remarquable pour la pâte de rapport $E/C = 0,30$, moins sensible au ressuage.

Par ailleurs, la déformation volumique dynamique en utilisant l'huile de paraffine comme liquide d'immersion est inférieure à celle obtenue dans un bain d'eau (figure 2). Ceci s'explique probablement par la viscosité plus élevée de l'huile de paraffine qui limite la pénétration du liquide d'immersion dans la membrane en latex. Il a en effet déjà été montré que l'absorption et la pénétration du liquide d'immersion dans la membrane pouvaient provoquer une surestimation des déformations volumiques (Lura et Jensen, 2007). Notons cependant que l'utilisation de l'huile de paraffine ne permet pas d'éliminer totalement cet artefact : en effet sur les éprouvettes plongées dans l'huile de paraffine, on a remarqué, après essai, la présence d'une couche d'huile sur la surface externe de l'échantillon, profonde d'environ $750\mu\text{m}$.

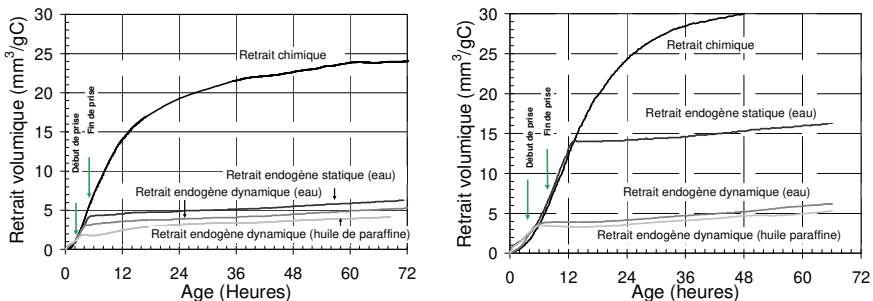


Figure 2. Retrait endogène et chimique des pâtes de ciment de $E/C = 0,30$ (à gauche) et de $E/C = 0,40$ (à droite)

3.2. Effet de la direction de mesure

Les courbes de déformations linéiques horizontales des pâtes de ciment dont le rapport E/C est de 0,30 et 0,40 montrent une phase de gonflement qui apparaît après la prise et se poursuit jusqu'à 5 h pour E/C = 0,30 et jusqu'à 24 h pour E/C = 0,40 (figure 3). Ce gonflement qui n'apparaît pas pour la pâte à E/C = 0,25 peut être dû à l'effet du ressuage des pâtes. En effet lors de la mise en place des échantillons, on a remarqué la présence d'une couche d'eau de ressuage pour les rapports E/C = 0,30 et 0,40. Cette couche n'apparaît pas dans le cas d'un rapport E/C égal à 0,25.

Il est à noter l'absence de phase de gonflement pour les formulations à E/C = 0,40 et 0,30 lors des essais en configuration verticale. Pour toutes les formulations, le retrait vertical est plus élevé que le retrait horizontal. Dans le cas où le rapport E/C est égal à 0,25, il existe un rapport de 3 entre les deux déformations. Cet écart peut s'expliquer encore une fois par l'effet de l'eau de ressuage, généralement présente sous la forme d'une fine couche au sommet de l'échantillon avant la prise et qui sera absorbée ultérieurement. Cette couche, en modifiant localement le rapport E/C, influence la cinétique et l'amplitude des déformations.

Le ressuage suppose une perte d'homogénéité du matériau. Afin de quantifier ce phénomène, des mesures de densité ont été réalisées sur un échantillon issu d'un essai vertical. Des fragments ont été prélevés à différentes hauteurs de l'éprouvette et recouverts de résine pour les imperméabiliser. Leur masse volumique apparente a été ensuite déterminée par pesée hydrostatique. Les résultats obtenus montrent que la densité apparente de l'échantillon vertical varie en fonction de la profondeur (tableau 1). Ces résultats confirment l'hypothèse de la sédimentation et donc du ressuage.

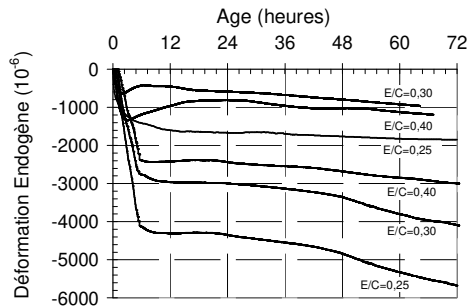


Figure 3. Déformation endogène verticale (V) et horizontale (H)

Tableau 1. Densité apparente mesurée à différentes hauteurs d'un échantillon à E/C = 0,4

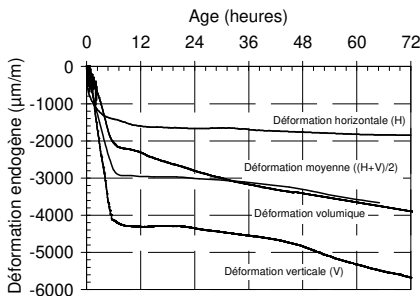
Hauteur (mm)	250	750	1250
Densité apparente (-)	1,81	1,91	2,05

3.3. Comparaison des différentes méthodes de mesure

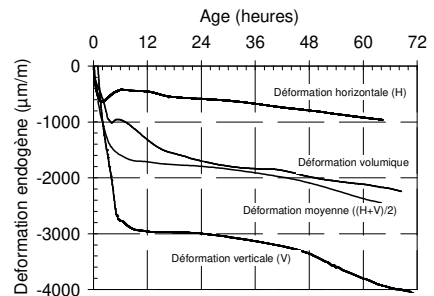
Dans ce paragraphe, on compare les différentes méthodes de mesure linéique horizontale, linéique verticale et volumique. Les déformations sont exprimées en $\mu\text{m}/\text{m}$.

D'après les figures 4.a, 4.b et 4.c, on peut affirmer que :

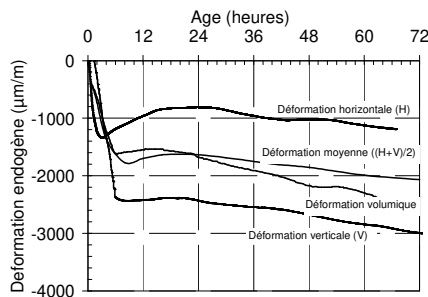
- Les méthodes linéiques verticales et volumique surestiment considérablement les déformations pour les forts rapports E/C.
- La méthode volumique dynamique empêche le phénomène de ressuage et permet d'obtenir des évolutions de déformations plus réalistes.
- L'utilisation de l'huile de paraffine réduit remarquablement la pénétration du liquide d'immersion à l'intérieur de la membrane, sans totalement l'éliminer.
- La moyenne de la déformation linéaire horizontale et verticale est à peu près égale à la déformation volumique rotative mesurée dans l'huile de paraffine.



a) E/C = 0,25



b) E/C = 0,30



c) E/C = 0,40

Figure 4. Déformations mesurées par différentes méthodes

4. Conclusions

La méthode volumique dynamique utilisant l'huile de paraffine comme liquide d'immersion est la méthode la plus adéquate pour étudier la déformation d'une pâte de ciment homogène au très jeune âge. L'utilisation des méthodes de mesure de retrait linéique nécessite la prise en compte explicite de possibles phénomènes de ressuage, de sédimentation et de ségrégation lors de l'analyse des résultats.

5. Bibliographie

Barcelo L., Moranville M., Clavaud B., "Autogenous shrinkage of concrete: a balance between autogenous swelling and self-desiccation", *Cement and Concrete Research*, vol. 35, n° 1, 2005, p. 177–183.

Baroghel-Bouny V., Kheirbek A., "Effect of mix parameters on autogenous deformations of cement paste - Microstructural interpretation", *Concrete Science Engineering*, vol. 3, n° 9, 2001, p. 23–38.

Bjøntegaard Ø., Hammer T.A., Sellevold E.J., "On the measurement of free deformation of early age cement paste and concrete", *Cement and Concrete Composites*, vol. 26, n° 5, 2004, p. 427–435.

Jensen O.M., Hansen P.F., "A dilatometer for measuring autogenous deformation in hardening Portland cement paste", *Materials and Structures*, vol. 28, n° 181, 1995, p. 406–409.

Justnes H., Van Gemert A., Verboven F., Sellevold E.J., "Total and external chemical shrinkage of low W/C ratio cement pastes", *Advances in Cement Research*, vol. 8, n° 31, 1996, p. 121–126.

Lee H.K., Lee K.M., Kimy B.G., "Autogenous shrinkage of high-performance concrete containing fly ash", *Magazine of Concrete Research*, vol. 55, n° 6, 2003, p. 507–515.

Lura P., Jensen O.M., "Measuring techniques for autogenous strain of cement paste", *Materials and Structures*, vol. 40, n° 4, 2007, p. 431–440.

Mitani H., Variations volumiques des matrices cimentaires au jeune âge : approche expérimentale des aspects physiques et microstructuraux, Thèse de doctorat, ENPC Paris, 2003.

Mounanga P., Baroghel-Bouny V., Loukili A., Khelidj A., "Autogenous deformations of cement pastes – Part I: Temperature effects at early age and micro–macro correlations", *Cement and Concrete Research*, vol. 36, n° 1, 2006, p. 110–122.

Staquet S., Boulay C., D'Aloia L., Toutlemonde F., "Autogenous shrinkage of a self-compacting VHPC in isothermal and realistic temperature conditions", *Proceedings of the International RILEM Conference on Advances in Concrete through Science and Engineering*, Québec, 11-13 septembre 2006, Bagneux, RILEM Publications, p. 559–564.